

**Centro de Investigación Científica y de Educación
Superior de Ensenada, Baja California**



**Doctorado en Ciencias
en Electrónica y Telecomunicaciones
con orientación en Altas Frecuencias**

**Determinación de la permitividad dieléctrica del Ron y sus
mezclas en frecuencias de RF/microondas usando sonda
coaxial y sensor balanceado**

Tesis
para cubrir parcialmente los requisitos necesarios para obtener el grado de
Doctor en Ciencias

Presenta:

M. C. Zail Omán Rodríguez Moré

Ensenada, Baja California, México
2019

Tesis defendida por

M. C. Zail Omán Rodríguez Moré

y aprobada por el siguiente Comité

Dr. Humberto Lobato Morales
Director de tesis

Dr. Ricardo Arturo Chávez Pérez
Director de tesis

Dra. Rosa Martha López Gutiérrez

Dr. José Luis Medina Monroy

Dr. Apolinar Reynoso Hernández



Dr. Daniel Saucedo Carvajal

Coordinador del Posgrado Electrónica y Telecomunicaciones

Dra. Rufina Hernández Martínez

Directora de Estudios de Posgrado

Zail Omán Rodríguez Moré ©2019

Queda prohibida la reproducción parcial o total de esta obra sin el permiso formal y explícito del autor y director de la tesis.

Resumen de la tesis que presenta **M. C. Zail Omán Rodríguez Moré** como requisito parcial para la obtención del grado de Doctor en Ciencias en Electrónica y Telecomunicaciones con orientación en Altas Frecuencias.

Determinación de la permitividad dieléctrica de Ron y sus mezclas en frecuencias de RF/microondas usando sonda coaxial y sensor balanceado.

Resumen aprobado por:

Dr. Humberto Lobato Morales
Director de tesis

Dr. Ricardo Arturo Chávez Pérez
Director de tesis

En este trabajo se presenta el estudio de las propiedades dieléctricas del ron Havana Club Añejo 3 Años, de origen y fabricación cubanos, así como de mezclas del mismo con las sustancias metanol, etanol y agua no-ionizada en diferentes concentraciones empleando una punta de prueba coaxial con terminación abierta en el rango de frecuencias de RF/microondas. Se presentan los valores de permitividad compleja de las muestras bajo prueba y los diagramas de relajación Cole-Cole correspondientes a cada líquido medido. Se presenta el análisis de los parámetros de relajación para las mezclas en distintas concentraciones aportando los datos a la literatura científica. Se realiza una comparación de los datos medidos con modelos analíticos de permitividad compleja de mezclas binarias, y se discuten los resultados obtenidos. Se realiza un análisis electromagnético de la distribución del campo eléctrico dentro de los líquidos utilizados para el estudio a tres frecuencias de microondas y se plantea un criterio para optimizar el volumen de materiales líquidos manteniendo la precisión de las mediciones. Los resultados alcanzados mediante el criterio propuesto se comparan con los que se obtuvieron aplicando un criterio encontrado en la literatura, demostrando que se obtiene una mejora notable al utilizar el criterio propuesto con base en la magnitud del campo E. Se hace un análisis sobre las diferencias y la precisión que fueron obtenidas. Se reporta finalmente el diseño de un sensor balanceado para medir la permitividad de líquidos que está compuesto por dos líneas tipo stripline paralelas y acopladas, con capacidad para hacer mediciones en el rango de microondas en los modos común y diferencial. Se presentan las ventajas que posee este sensor en términos de sensibilidad y de concentración del campo E, comparado con el sensor coaxial comercial. Se muestra la relación existente entre la permitividad compleja del material bajo análisis y sus parámetros de reflexión en modo diferencial obtenidos mediante simulación.

Palabras clave: permitividad dieléctrica compleja, mediciones en microondas, técnica de prueba coaxial, diagrama Cole-Cole, parámetros de relajación, mezclas binarias, sensor balanceado modo diferencial.

Abstract of the thesis presented by **Zail Omán Rodríguez Moré** as a partial requirement to obtain the Doctor of Science degree in Electronic and Telecommunications with orientation in High Frequency.

Determination of the dielectric permittivity of Rum and its mixtures in RF/microwave frequencies using coaxial probe and balanced sensor.

Abstract approved by:

Dr. Humberto Lobato Morales
Thesis Director

Dr. Ricardo Arturo Chávez Pérez
Thesis Director

In this work, the study of the dielectric properties of rum Havana Club Añejo 3 Años, of Cuban origin and manufacture, as well as that of its mixtures with the substances methanol, ethanol and deionized water in different concentrations using an open ended coaxial probe in the RF/microwave frequency range is presented. Complex permittivity of samples under test and Cole-Cole relaxation diagrams corresponding to each measured liquid are reported. The analysis of relaxation parameters for the mixtures in different concentration levels is presented, contributing with the data to the scientific literature. A comparison of measured data with analytic models of complex permittivity of binary mixtures is realized, the results are discussed. Distribution of electric field inside of liquids used for the study at three microwave frequency points is determined by electromagnetic simulation, and a criterion for volume optimization of liquids materials maintaining accuracy in measurements is proposed. The results obtained by proposed criterion were compared with those obtained using a criterion found in literature, it was demonstrated that a noticeable improvement is obtained using the proposed criterion based on the magnitude of the E-field. Difference and accuracy obtained are shown and discussed. Finally, the design of a balanced sensor for liquids permittivity measurements composed of two parallel coupled lines striplines type with capability to realize measurements in microwave range in common and differential modes is presented. Advantages of this sensor in terms of sensibility and electric E-field concentration compared with commercial coaxial sensor is presented. It is shown an existent relation between complex permittivity of material under test and their reflection parameters in differential mode obtained by simulation.

Keywords: complex dielectric permittivity, microwave measurements, coaxial probe technique, Cole-Cole diagram, relaxation parameters, binary mixtures, differential mode balanced sensor.

Dedicatoria

A Aida María, a Felicito

A Asela, a Tomasa, a Lázaro

A Leysi

*A Orunmila y mi Ángel de la Guarda, a mis ancestros guías y
protectores*

A Cuba

Agradecimientos

A mi familia, a Anaira.

A Rancel, Azcue, Lester y Luilver. A Jaris, Karen, Jean Claude. A Yaira y Yuneysi. A Glo, N y Add, a Chori. A Luis Manuel, padrino y hermano. A Frank y Lisnay, Fidelito y Omar. A Yadhira. A Helen

A Osvaldo, Odelquis, Yasser y Alejandra, los primeros en recibirme en Ensenada. A Yudy y Dayana. A Thaimí y Carlos, Manuel y Laura, Rewer y Yani. A Omarito y Miriam, René, Terrero, Mandy y Chela, Luis y Eizon, Alexei

A Échale Salsita, a Melina.

A Alejandro Álvarez y Víctor Juárez, Eden Parra, Rubén Cuadras, Rodrigo, Verónica, Oscar Montano, Eduardo Malfavaun y Marlon.

Al Departamento de Servicios Escolares. A Aurorita, Érika y Rosy. A César Cruz. Al súper Iván. A los doctores Roberto Conte, Jaime Sánchez, Miguel Alonso y Daniel Saucedo

A la Dra Carmen Maya y al Dr David Cobarrubias que confiaron en mí entre tanta incertidumbre.

A los miembros de mi comité de tesis, los doctores Apolinar Reynoso, José Luis Medina Monroy y Rosa Martha López Gutiérrez, por el apoyo, la ayuda, los consejos. Al doctor José Luis Olvera, que estuvo en los inicios y colaboró en la definición del tema de investigación.

Especial agradecimiento a Jorge Preciado y Malena, a mis tutores los doctores Humberto Lobato Morales y Ricardo A. Chávez Pérez, por el respeto, por haberme dado siempre la libertad, la confianza y el apoyo necesarios, por estar en las buenas y en las malas, por llegar a saber cuándo algo me sucedía solo por mi manera de actuar, por los regaños y las llamadas de atención, por lo mucho que ayudaron y apoyaron, por todo el conocimiento que me entregaron, sobre todo por el ejemplo. Gracias a sus familias que en su momento me recibieron como un miembro más. Sin ustedes este proyecto no hubiera salido. Mil gracias!!

Al Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada (CICESE), por haberme dado la oportunidad de realizar estos estudios de doctorado. Al Departamento de Electrónica y al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por haber financiado el proyecto de investigación poniendo a disposición los recursos necesarios, por haber otorgado la beca de colegiatura.

Tabla de contenido

Resumen en español	ii
Resumen en inglés.....	iii
Dedicatoria.....	iv
Agradecimientos	v
Lista de figuras	viii
Lista de tablas	xii
 Capítulo 1. Introducción.	 1
1.1. Antecedentes	2
1.2. Justificación	6
1.3. Hipótesis	6
1.4. Objetivos	7
1.5-Organización de la tesis.....	7
 Capítulo 2. Permitividad compleja de los materiales.....	 9
2.1. Introducción.	9
2.2 Leyes de Maxwell y el electromagnetismo	9
2.2.1 Condiciones de frontera	14
2.3-Comportamiento estático de la materia.....	15
2.4-Mecanismo de polarización orientacional/dipolar	18
2.4.1-Modelos de relajación dieléctrica	21
2.5-Conclusiones	24
 Capítulo 3. Técnicas de medición de permitividad de materiales en microondas.....	 26
3.1-Introducción	26
3.2 Redes de microondas	26
3.3 Calibración y errores	31
3.3.1-Calibración de un puerto.....	32
3.4-Técnicas de medición de materiales	34
3.5-Técnica de prueba coaxial terminada en circuito abierto.....	36

3.5.1-Modelo capacitivo	37
3.5.2-Modelo de línea virtual	39
3.6-Conclusiones del capítulo.....	41
Capítulo 4. Medición del ron y sus mezclas	42
4.1-Introducción.....	42
4.2- Medición experimental	42
4.3-Medición de permitividad compleja en el ron y sus mezclas con metanol, etanol y agua no-ionizada.	45
4.3.1 Distribución del cambio en la permitividad dieléctrica compleja de las muestras ..	45
4.3.2 Espectro de relajación de las muestras	48
4.3.3-Modelado dieléctrico de las mezclas en baja concentración.....	55
4.3.4-Modelado de permitividad dieléctrica de las mezclas en concentraciones baja, media y alta	61
4.4-Optimización del volumen de la muestra líquida bajo análisis.....	65
4.5-Conclusiones.	78
Capítulo 5. Diseño del sensor balanceado	79
5.1-Introducción.....	79
5.2- Líneas paralelas acopladas.	79
5.3-Sensor balanceado.	82
5.3.1-Teoría y diseño del sensor.....	82
5.3.2 Simulación y respuesta del sensor.	86
5.3.3- Distribución del campo E en la muestra.....	89
5.4- Desempeño del sensor y análisis de sensibilidad	93
5.4.1- Relación existente entre la permitividad dieléctrica del material bajo prueba y el coeficiente de reflexión del sensor en modo diferencial	96
5.5-Conclusiones del capítulo.....	97
Capítulo 6. Conclusiones y Trabajo Futuro	99
Literatura citada	103
Anexos	112

Lista de figuras

Figura 1. Sistema de medición de la permitividad en un vino rojo japonés (Watanabe <i>et al.</i> 2009).....	3
Figura 2. (a) Diagrama Cole-Cole medido para vinos tintos de diferentes años de producción y (b): acercamiento a la zona de valores mínimos de ϵ'' (Watanabe <i>et al.</i> 2009).	4
Figura 3. Relación de valores de permitividad a 10 GHz (Kaur <i>et al.</i> 2017).....	5
Figura 4. Superficie para el cálculo de Gauss (Dios <i>et al.</i> 1998).	14
Figura 5. Circuito para el cálculo de Faraday (Dios <i>et al.</i> 1998).....	15
Figura 6. Rotación por la orientación de los dipolos en la dirección del campo.	16
Figure 7. Permitividad relativa dependiente de la frecuencia (Castro, 2010.)	19
Figura 8. Mecanismos de polarización presentes en un material dieléctrico (Chen <i>et al.</i> 2004).....	20
Figura 9. Modelo de relajación Debye (Chen <i>et al.</i> 2004).	22
Figura 10. Modelo de relajación Cole-Cole (Chen <i>et al.</i> 2004).	23
Figura 11. Modelo de relajación Cole-Davidson (Torres, 1999).	24
Figura 12. Red de N-puertos (Pozar, 2011).....	27
Figura 13. Red de dos puertos con corrientes y voltajes definidos (Chen <i>et al.</i> 2004).....	29
Figura 14. Modelo de error de 3-términos (Gaytan, 2012), (a): reflectómetro perfecto y (b): diagrama de flujo para la calibración.	32
Figura 15. Técnica de medición de línea de transmisión (Chen <i>et al.</i> 2004).	35
Figura 16. Técnica de medición de espacio libre (Chen <i>et al.</i> 2004).....	35
Figura 17. Técnica de medición prueba coaxial terminada en circuito abierto (Agilent, 2006).....	37
Figura 18. Técnica de sonda coaxial terminada en abierto, modelo capacitivo (Chen <i>et al.</i> 2004).	38
Figura 19. Técnica de sonda coaxial terminada en abierto, modelo de línea virtual (Chen <i>et al.</i> 2004). ..	40
Figura 20. Arreglo experimental para la medición de la permitividad compleja de muestras líquidas (Rodríguez <i>et al.</i> 2018a).	43
Figura 21. ϵ^* medida y reportada (Rodríguez <i>et al.</i> 2018a), (a): metanol y (b): etanol.	44
Figura 22. Diferencias de permitividad entre el ron original y las mezclas de ron con metanol, (a): parte real de la permitividad y (b): parte imaginaria de la permitividad	46
Figura 23. Diferencias de permitividad entre el ron original y las mezclas de ron con etanol, (a): parte real de la permitividad y (b): parte imaginaria de la permitividad	47

Figura 24. Diferencias de permitividad entre el ron original y las mezclas de ron con etanol, (a): parte real de la permitividad y (b): parte imaginaria de la permitividad	47
Figura 25. Punta coaxial inmersa dentro del material bajo prueba (Rodríguez <i>et al.</i> 2018a).	49
Figura 26. Permitividad dieléctrica medida para los LUT's R , A , B y C (Rodríguez <i>et al.</i> 2018a), (a): parte real y (b): parte imaginaria.	49
Figura 27. Espectros de permitividad compleja medidos y modelados (Rodríguez <i>et al.</i> 2018a).	50
Figura 28. Descripción para el ajuste utilizando el modelo Cole-Cole.	51
Figura 29. Permitividad dieléctrica medida para los LUT's desde A_{05} – A_{15} (Rodríguez <i>et al.</i> 2018a), (a): parte real y (b): parte imaginaria.	53
Figura 30. Permitividad dieléctrica medida para los LUT's desde B_{05} – B_{15} (Rodríguez <i>et al.</i> 2018a), (a): parte real y (b): parte imaginaria.	54
Figura 31. Permitividad dieléctrica medida para los LUT's desde C_{05} – C_{15} (Rodríguez <i>et al.</i> 2018a), (a): parte real y (b): parte imaginaria.	54
Figura 32. Espectro de las mezclas medidas y sus correspondientes modelos de relajación Cole-Cole usando (33) (Rodríguez <i>et al.</i> 2018a), (a): LUT's A_{05} , A_{10} y A_{15} (b): LUT's B_{05} , B_{10} y B_{15} y (c): LUT's C_{05} , C_{10} y C_{15}	55
Figura 33. Parámetros de relajación dieléctrica de las muestras (Rodríguez <i>et al.</i> 2018a), (a): ϵ_s , (b): $\epsilon''r$ y (c): ϵ_∞	56
Figura 34. Análisis de la obtención del término $1 - \alpha$ para la técnica que se propone.	58
Figura 35. Permitividad dieléctrica compleja medida, por el método predictivo y por el método teórico de Steeman y Maurer (Rodríguez <i>et al.</i> 2018a), (a) A_{05} – A_{15} , (b) B_{05} – B_{15} , and (c) C_{05} – C_{15}	59
Figura 36. Progresión en la permitividad dieléctrica -Cole de las mezclas medidas, (a): ron con metanol, (b): ron con etanol y (c): ron con agua no-ionizada.	62
Figura 37. Ajuste de los parámetros de relajación $\epsilon''r$, fr y τr (a): ron con metanol, (b): ron con etanol y (c): ron con agua no-ionizada.	63
Figura 38. Ajuste de los parámetros de relajación ϵ_s y ϵ_∞ (a): ron con metanol, (b): ron con etanol y (c): ron con agua no-ionizada.	64
Figura 39. Punta coaxial simulada, (a): vista lateral y (b): vista superior.	66
Figura 40. Pérdidas por retorno y de transmisión en la línea coaxial (a): 1 GHz, (b): 10 GHz y (c): 20 GHz.	67
Figura 41. S_{11} de la sonda coaxial obtenido por simulación, (a): Carta de Smith y (b): acercamiento al centro de la carta de Smith.	67
Figura 42. Sonda coaxial simulada inmersa en la muestra (Rodríguez <i>et al.</i> 2018b), (a): vista lateral y (b): vista 3D.	68

Figura 43. Distribución del campo E en el etanol a 1 GHz (Rodríguez <i>et al.</i> 2018b), (a): plano x - z , y (b): plano x - y .	69
Figura 44. Distribución del campo E en el agua a 20 GHz (Rodríguez <i>et al.</i> 2018b), (a): plano x - z , y (b): plano x - y .	69
Figura 45. Densidad de potencia dentro del agua a 1 y 20 GHz (Rodríguez <i>et al.</i> 2018b).	71
Figura 46. Set de simulaciones obtenido luego de aplicar el criterio <i>penetration depth</i> .	72
Figura 47. Comparación entre las impedancias obtenidas con el volumen inicial y con la optimización según el concepto de <i>penetration depth</i> , (a): etanol, (b): metanol, (c): ron y (d) agua no ionizada.	73
Figura 48. Densidad de potencia y campo E normalizados (escala logarítmica) para etanol a 1GHz (Rodríguez <i>et al.</i> 2018b).	74
Figura 49. Set de simulaciones obtenido luego de aplicar el criterio de que la amplitud del campo E cayera al 5% de su valor máximo en la muestra.	75
Figura 50. Comparación entre las impedancias obtenidas con el volumen inicial, la reducción del volumen según el concepto de <i>penetration depth</i> y la optimización con el criterio propuesto (campo E cae al 5%) (Rodríguez <i>et al.</i> 2018b), (a): etanol, (b): metanol, (c): ron y (d) agua no ionizada.	76
Figura 51. Errores porcentuales al realizar las reducciones del volumen de los líquidos (Rodríguez <i>et al.</i> 2018b), (a): parte real y (b): parte imaginaria.	77
Figura 52. Ejemplos de líneas de transmisión acopladas (Pozar, 2011), (a): <i>stripline</i> , (b): líneas apiladas y (c): microcinta.	80
Figura 53. (a): líneas acopladas con tres conductores y (b): circuito equivalente (Pozar, 2011).	80
Figura 54. (a): modo de alimentación par para líneas acopladas y (b): circuito equivalente (Pozar, 2011).	80
Figura 55. (a): modo de alimentación impar para líneas acopladas y (b): circuito equivalente (Pozar, 2011).	81
Figura 56. Acoplador direccional (Pozar, 2011), (a): geometría del acoplador con su designación de puertos y (b) circuito esquemático.	83
Figura 57. (a): estructura <i>stripline</i> y (b): campos E y H (Pozar, 2011).	84
Figura 58. Sensor balanceado diseñado y configurado en HFSS, (a): vista superior y (b): vista 3D.	86
Figura 59. Acoplamiento <i>single-ended</i> vs frecuencia.	87
Figura 60. Parámetros S_{11} modo-mixto, (a): [dB] vs frecuencia y (b): carta de Smith.	88
Figura 61. Impedancias en los modos común y diferencial.	88
Figura 62. Impedancias en cortocircuito y circuito abierto en modo común en el rango de 0.7 a 3.2 GHz.	88

Figura 63. Impedancia cortocircuito y circuito abierto en carta de Smith, (a): carta de Smith, (b): zoom de la zona de corto circuito y (c): zoom de la zona de circuito abierto.	89
Figura 64. Estudio del campo dentro de la muestra, (a): plano vertical y (b): plano horizontal.	90
Figura 65. Campo E a la frecuencia de 1 GHz para el agua, (a): plano x-z en modo común, (b): plano x-y en modo común, (c): plano x-z en modo diferencial y (d): plano x-y en modo diferencial.	90
Figura 66. Campo E a la frecuencia de 2 GHz para el agua, (a): plano x-z en modo común, (b): plano x-y en modo común, (c): plano x-z en modo diferencial y (d): plano x-y en modo diferencial.	91
Figura 67. Campo E a la frecuencia de 3 GHz para el agua, (a): plano x-z en modo común, (b): plano x-y en modo común, (c): plano x-z en modo diferencial y (d): plano x-y en modo diferencial.	91
Figura 68. Campo E a la frecuencia de 1 GHz para el aire, (a): plano x-z en modo común, (b): plano x-y en modo común, (c): plano x-z en modo diferencial y (d): plano x-y en modo diferencial.	92
Figura 69. Campo E a la frecuencia de 2 GHz para el aire, (a): plano x-z en modo común, (b): plano x-y en modo común, (c): plano x-z en modo diferencial y (d): plano x-y en modo diferencial.	92
Figura 70. Campo E a la frecuencia de 1 GHz para el aire, (a): plano x-z en modo común, (b): plano x-y en modo común, (c): plano x-z en modo diferencial y (d): plano x-y en modo diferencial.	92
Figura 71. Impedancias en los modos común y diferencial para un material de permitividad dieléctrica hipotética, (a): carta de Smith y (b): acercamiento a la región de impedancias.	94
Figura 72. Impedancias en los modos común y diferencial para los líquidos etanol, metanol, ron y agua, (a): carta de Smith y (b): acercamiento a la región de impedancias.	95
Figura 73. Impedancias en los modos común y diferencial para los líquidos etanol, metanol, ron y agua, (a): carta de Smith y (b): acercamiento a la región de impedancias.	95
Figura 74. Relación entre $\Gamma^{\text{diferencial}}$ y la permitividad del material, (a) ϵ' vs. Φ , y (b) ϵ'' vs. $ \Gamma $	96
Figura 75. Estimación de la permitividad dieléctrica compleja del metanol.	114
Figura 76. Estimación de la permitividad dieléctrica compleja del ron <i>Havana Club Añejo 3 Años</i>	114
Figura 77. Vista del Ansys HFSS procesando el sensor balanceado propuesto.	115
Figura 78. Estándares de calibración de la punta coaxial, (a): aire, (b): cortocircuito y (c): agua no-ionizada.	116
Figura 79. Medición de una muestra etiquetada.	116

Lista de tablas

Tabla 1: Proporciones de las muestras medidas.	45
Tabla 2: Composición de las muestras para el estudio	48
Tabla 3: Parámetros de relajación de las muestras analizadas	52
Tabla 4: Coeficientes de los modelos polinomiales para ϵ_s , ϵ''_r y ϵ_∞ :	57
Tabla 5: Diferencias entre los parámetros de relajación medidos y modelados	60
Tabla 6: Polinomios del ajuste de parámetros de relajación en todo el rango de concentraciones, $y=ax^2+bx+c$	65
Tabla 7: Valores de permitividad para configurar los materiales en el simulador electromagnético	67
Tabla 8: Distancia optimizada en la dirección -z siguiendo el criterio de <i>penetration depth</i> (dp).	72
Tabla 9: Distancia optimizada en -z siguiendo el criterio propuesto.	75

Capítulo 1. Introducción

El desarrollo de las tecnologías en el rango de las radiofrecuencias/microondas ha provocado un crecimiento exponencial de las aplicaciones que se les pueden brindar a los usuarios. Como ejemplos se pueden citar las comunicaciones celulares en sus diferentes generaciones (Kumar et al. 2012; Miki et al. 2005; Trinh et al. 2013), los servicios basados en la localización con el uso del GPS (Bin et al. 2011) o la triangulación de las señales de los propios teléfonos móviles (Wielandt y De Strycker, 2017; Chan et al. 2006) y la medición de la permitividad dieléctrica compleja de diversos tipos de medios.

El estudio de materiales a través de su permitividad compleja en el intervalo de RF/microondas es una herramienta que está permitiendo gestionar diferentes tipos de procesos y la toma de decisiones. En (Guerrero, 2016) se presentó el diseño de una cavidad SIW (*Substrate Integrated Waveguide*) en banda-S para una empresa europea, con los objetivos de “determinar la constante dieléctrica del substrato en la banda anteriormente mencionada y evaluar su capacidad para manufacturar circuitos de microondas en tecnología LTCC (*Low Temperature Co-fired Ceramic*)”. Fernández (2014) llevó a cabo un estudio en la empresa *Arcelor-Mittal*, donde determinó las propiedades dieléctricas del hierro y el coque metalúrgico utilizando el calentamiento que tiene lugar cuando estos son expuestos a las microondas. El Centro de Tecnología de la Carne del IRTA (Institut de Recerca i Tecnologia Agroalimentàries) y la empresa NTE “han trabajado desde el año 1994 en el uso de la medida de impedancia eléctrica para la determinación de la calidad de carne” (Elvira et al. 2001; Castro, 2010).

Otras áreas de investigación que han aplicado la medición de la permitividad dieléctrica para el estudio de diferentes materiales han sido la química (Bate y Burns, 2013; Rowe et al. 2001; Sekar et al. 2012), la medicina (Mediavilla, 2012; Bianco et al. 1979; Ortega et al. 2010) y farmacéutica (Othman et al. 2013; Gradinarsky et al. 2006), la biología (Sanchis, 2008; Biju Kumar et al. 2001; Said y Varadan, 2009; Gabriel et al. 1996; Gabriel et al. 1996a; Gabriel et al. 1996b) y la alimenticia (El Khaled 2015 et al. 2015; García, 2008; Nelson et al. 2008; Rabih et al. 2014). Dentro de esta última se encuentra la producción de bebidas alcohólicas con base de etanol extraído de caña de azúcar principalmente. Con el propósito de evaluar su calidad y composición, este producto también ha sido analizado mediante diferentes técnicas (Lachenmeier et al. 2008; Jakubikova et al. 2015; Nascimento et al. 2011; Rodríguez et al. 2013; Luna et al. 2012; Sánchez, 2005). En este trabajo de tesis se realiza un estudio del ron empleando la técnica de la medición de la permitividad dieléctrica compleja.

1.1-Antecedentes

La caracterización de materiales se basa en el empleo de técnicas para la obtención de información sobre los mismos y así poder darles uso y aplicaciones, el proceso se basa en obtener una respuesta del material bajo estudio a partir de una perturbación o estímulo.

Uno de los métodos empleados en el análisis de materiales es la Resonancia Magnética Nuclear (RMN), la cual es una técnica de investigación tipo espectroscópica que “mide la energía asociada con la reorientación de los núcleos en presencia de un campo magnético” (Garro, 2011). Entre otros sectores, la RMN ha sido aplicada en la calidad de alimentos (Castejón, 2015; Moreno, 2015) y en el sector farmacéutico (Garrido *et al.* 2015).

La Cromatografía de Gases (GC, *Gas Chromatography*) es un “método utilizado ampliamente para la separación de los componentes volátiles y semi-volátiles de una muestra”, el método permite conocer la cantidad de componentes individuales que están presentes en la misma (Gutierrez y Droguet, 2002). La Espectrometría de Masas (MS, *Mass Spectrometry*) proporciona un espectro característico de cada molécula y permite cuantificar la concentración de los componentes de una sustancia (Gutierrez y Droguet, 2002). En (Gutierrez y Droguet, 2002), ambas técnicas fueron empleadas en conjunto para la identificación de elementos causantes de mal olor en una prenda de poliéster/algodón teñida y confeccionada.

Ligada también al análisis de materiales se encuentra la espectroscopía dieléctrica o medición de la permitividad dieléctrica, donde se evalúa la reacción de la muestra que se investiga cuando le incide un campo electromagnético (García, 2008; Castro, 2010; Komarov *et al.* 2005; Chen *et al.* 2004). A través de la permitividad se tiene la capacidad de analizar materiales y de identificarlos, conocer su composición y propiedades internas (Venkatesh and Raghavan, 2005; Kaatze, 2012; Castro, 2010).

Dentro de las ventajas de esta técnica se encuentra el hecho de que en cortos intervalos de tiempo se obtiene una respuesta, lo cual posibilita realizar varias mediciones. La medición de la permitividad dieléctrica requiere mínima o ninguna preparación de la muestra, este es un hecho que resulta poco invasiva para el material bajo estudio. Debido a que la respuesta es fácil de interpretar, se pueden plantear controles de procesos en tiempo real. También es posible comprobar la repetitividad de los valores obtenidos, pudiéndose corregir algún valor erróneo y pudiendo trabajar con promedios de un conjunto de lectura de datos (Castro, 2010; García, 2008). En el caso específico de los alimentos, y debido al estado

cambiante de los mismos y su heterogeneidad, es una ventaja que se pueda medir la permitividad en el volumen del alimento y no solo en la zona delimitada a su superficie (Castro, 2010). En general, la medición de la permitividad dieléctrica es un proceso no invasivo y no destructivo, teniéndose incluso la posibilidad de realizar mediciones sin necesidad de contacto directo con la muestra si se emplean determinadas formas de medir como la técnica del espacio libre (Chen *et al.* 2004). Por otro lado, debido a que se mide en el rango de RF/microondas es una técnica no ionizante, y por lo tanto no contamina la muestra a medir.

Una de las desventajas de la obtención de la permitividad dieléctrica radica en los equipos de medición, los cuales además de caros, pueden ser voluminosos y delicados con respecto a sus condiciones de trabajo (temperatura, limpieza, ruidos externos, choques y movimientos) por lo cual sería complicado utilizarlos en entornos industriales. Parte del instrumental, como lo son los sensores y los estándares de calibración, también suelen ser costosos, y para abaratar los sensores existe la necesidad de desarrollar estudios previos donde se acote y seleccione la frecuencia de trabajo (Castro, 2010).

Dentro de los sectores donde puede ser aplicada la medición de la permitividad dieléctrica, la producción de bebidas alcohólicas dentro de la industria alimenticia no ha escapado de este hecho. En (Watanabe *et al.* 2009) se evalúa la calidad del vino tinto mediante la medición de su permitividad dieléctrica compleja en el rango que abarca desde 100 MHz hasta 40 GHz. Dicho estudio fue realizado a través de la técnica de sonda coaxial terminada en circuito abierto mostrada en la Figura 1; aquí la punta de prueba dieléctrica inmersa en la muestra contenida en el vaso de precipitado, se encuentra conectada a un analizador de redes vectorial mediante un cable de microondas.

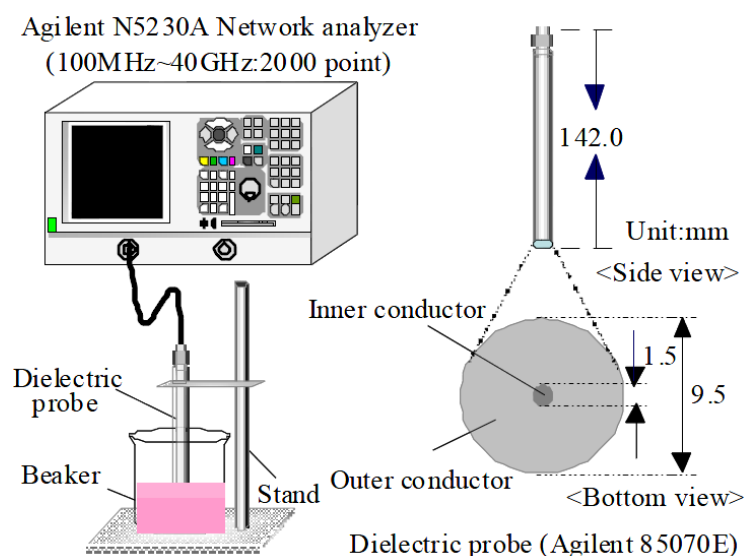


Figura 1. Sistema de medición de la permitividad en un vino rojo japonés (Watanabe et al. 2009).

En (Watanabe *et al.* 2009) fueron obtenidos diagramas Cole-Cole para 7 tipos de vinos de la misma marca de Merlot de diferentes años de producción, los mismos estuvieron constituidos por una línea recta para frecuencias por debajo de 1 GHz y un semicírculo para frecuencias superiores al valor mencionado. A partir de estos elementos y los parámetros de relajación encontrados, puede ser estimado el nivel de concentración de alcohol y puede ser evaluada la propiedad de los ingredientes. Como se puede apreciar en la Figura 2, a través de los diagramas Cole-Cole también se pudo observar que existe una relación entre los valores de permitividad y los años de producción.

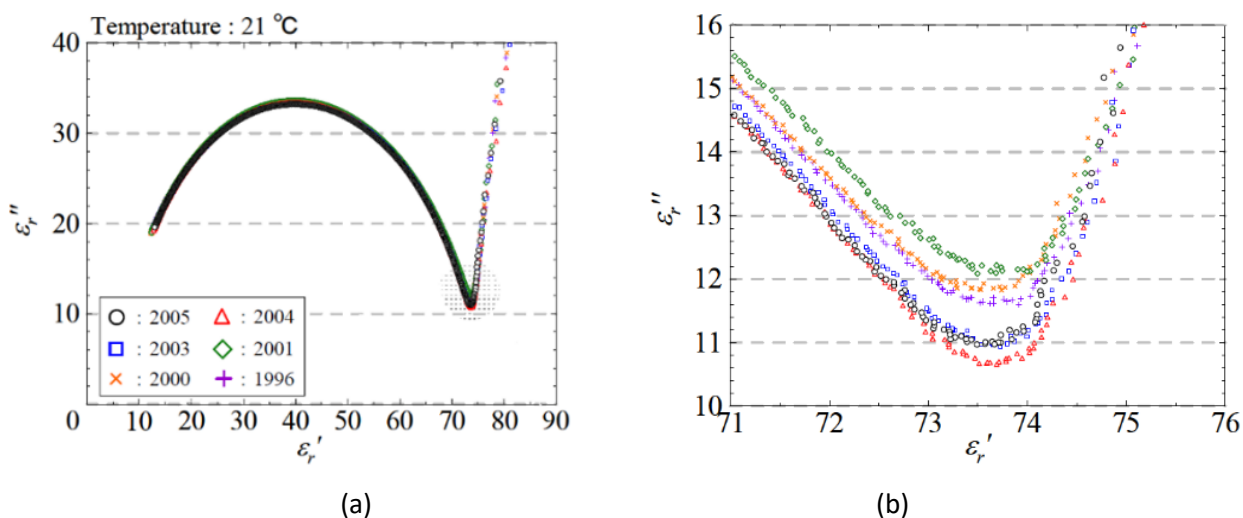


Figura 2. (a) Diagrama Cole-Cole medido para vinos tintos de diferentes años de producción y (b): acercamiento a la zona de valores mínimos de ϵ'' (Watanabe *et al.* 2009).

En (García y Avilés, 2001) se describe la utilización de la técnica de sonda coaxial terminada en circuito abierto para el intervalo de frecuencias 50 MHz hasta 20 GHz. Se reportaron las partes real e imaginaria de la permitividad dieléctrica para 6 marcas diferentes de tequilas compradas en el mercado, agua no-ionizada y mezclas de esta con aguardiente de caña de azúcar en diferentes proporciones, también se midieron materiales sólidos como el teflón. En el caso de los tequilas, se aprecia la distinción entre versiones del mismo producto gracias a la permitividad dieléctrica medida.

En (García *et al.* 2004) se realizan mediciones de permitividad dieléctrica del jugo de uva roja y de un vino tinto a una temperatura de 20°C hecho a partir de una variedad de uvas rojas de origen en Navarra, España. Las mediciones de permitividad se realizaron en el rango de 200 MHz a 3 GHz utilizando la técnica de la sonda coaxial terminada en circuito abierto, permitiendo establecer las diferencias entre un líquido y otro. Las permitividades real e imaginaria del jugo de uva a la frecuencia de 200 MHz fueron mayores que para el vino, habiendo una alta variabilidad en la permitividad imaginaria a esta frecuencia. En cambio, para 3

GHz el valor de la permitividad dieléctrica real del jugo de uva es ligeramente menor que para el vino, mientras que los valores de la permitividad imaginaria son prácticamente el mismo para ambos. La presencia de dióxido de carbono (CO_2) durante el proceso de fermentación fue notificada como una posible fuente de error en las mediciones.

La técnica de la punta de prueba coaxial con terminación en abierto fue utilizada en (Kaur *et al.* 2017) para caracterizar dieléctricamente 3 aguardientes destilados de agave con diferentes contenidos de alcohol y 9 tequilas diferentes. Para el rango de 500 MHz to 20 GHz fueron estudiadas estas bebidas, sus características dieléctricas fueron reportadas, así como el contenido de alcohol de las mismas fue determinado realizando una correlación con el tiempo de relajación estimado para las muestras medidas. Se observó que a medida que las permitividades real e imaginaria se incrementaban, correspondían a un tequila con mayor tiempo de fabricación. La Figura 3 permite observar la relación entre los valores de permitividad real e imaginaria a la frecuencia de 10 GHz para el caso en que se asocia dicha medida con el contenido de alcohol, mostrando que los valores de ϵ' se incrementan mientras menos concentración de alcohol tiene la bebida.

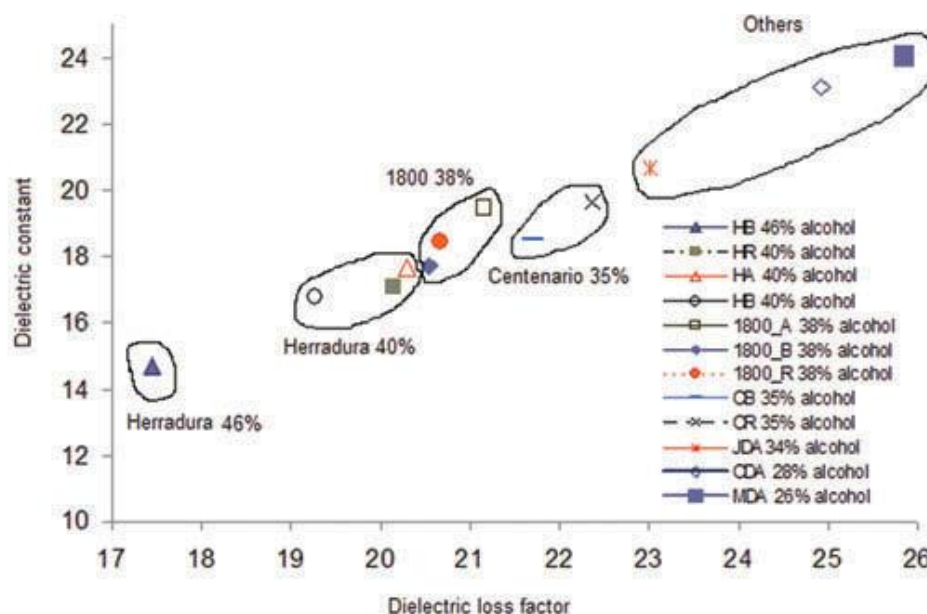


Figura 3. Relación de valores de permitividad a 10 GHz (Kaur *et al.* 2017).

1.2-Justificación

La ingestión de bebidas alcohólicas a base de etanol (fermentadas o destiladas) es un hecho común en la población a nivel mundial, principalmente en reuniones y eventos sociales, celebración de acontecimientos y fechas importantes. Este producto puede ser adquirido en bares y tiendas, lugares donde se pueden observar detalles sobre sus parámetros de calidad y que dan indicios de que se está comprando un producto genuino, como son la marca, las etiquetas y/o sellos. Sin embargo, debido a la creciente demanda de este tipo de artículos y las grandes ganancias económicas que genera, fueron atraídas al negocio la atención y acción de personas sin escrúpulos que falsifican los productos genuinos, les hacen creer al cliente que se le vende un producto de calidad y buscan obtener ganancias económicas. También debe señalarse que existen casos en los que se busca, con la adulteración de bebidas alcohólicas, lograr un producto más asequible a las clases menos favorecidas económicamente.

La adulteración de bebidas se realiza de manera casera con materiales sin garantizar las normas higiénicas y patrones de calidad que sí ofrecen las compañías establecidas. Cuando se intenta engañar al comprador, por simple inspección visual es muy difícil detectar la adulteración, el hecho de que tenga un precio más bajo hace también que sea más atractivo para un posible comprador. Entre las sustancias comúnmente usadas en el proceso de adulteración de bebidas suelen encontrarse etanol, metanol y agua (Pontes *et al.* 2006; Chen *et al.* 2014; da Costa *et al.* 2004; Lachenmeier, 2016; Nascimento *et al.* 2011).

Con la adulteración de bebidas surgen inconvenientes legales y de orden económico por lo perjudicial que resulta este asunto para las compañías. También debe agregarse el problema de la salud del consumidor, el cual puede llegar a padecer dolores de cabeza, mareo, ceguera, náuseas, vómitos, ansiedad, resacas intensas, incluso la pérdida de la vida. Se han constatado hechos de intoxicaciones masivas por consumo de bebidas contaminadas (Lachenmeier, 2016; Lachenmeier *et al.* 2008).

1.3-Hipótesis

La caracterización de una bebida alcohólica como el ron es posible a través de la medición de su permitividad compleja en el rango de RF/microondas. Si se analizan muestras de una bebida alcohólica degradadas por la adición de otras sustancias utilizadas generalmente para adulterarlas, mediante sus

parámetros de relajación se puede establecer diferencias dieléctricas que permitan distinguir en tiempo real un licor genuino de uno adulterado utilizando técnicas de microondas.

1.4-Objetivos

Como objetivo general, en este trabajo de tesis se plantea **realizar un estudio de los parámetros de permitividad dieléctrica en frecuencias de microondas del ron y mezclas con otras sustancias**. Los objetivos específicos del proyecto de investigación se desglosan de la siguiente manera:

- Estudiar las técnicas de medición de permitividad dieléctrica compleja en materiales, especialmente la de la sonda coaxial terminada en circuito abierto.
- Medir y reportar la permitividad dieléctrica compleja del ron y sus mezclas con etanol, metanol y agua para establecer diferencias.
- Proponer un sensor balanceado que pueda ser utilizado en el análisis de materiales.
- Reportar resultados en revistas y eventos de la especialidad.

1.5-Organización de la tesis

El manuscrito del presente trabajo de tesis está dividido de la siguiente manera:

En el Capítulo 1 o introductorio, se exponen las razones que han llevado al estudio de los temas de medición de permitividad dieléctrica compleja en el ron y sus mezclas con etanol, metanol y agua. En este capítulo se presentan algunos antecedentes y se plantean tanto la hipótesis como los objetivos de esta investigación.

En el Capítulo 2 se describe la propagación del campo electromagnético en la materia a través del estudio de las leyes de Maxwell. Se definen la polarización en los materiales dieléctricos y la permitividad dieléctrica compleja acompañada de su significado físico. Se estudian los modelos Debye, Cole-Cole y Cole-

Davidson, los cuales pueden ajustar la permitividad de los materiales donde tiene predominio el mecanismo de polarización orientacional.

En el Capítulo 3 se realiza un repaso sobre los parámetros de dispersión S (del inglés *Scattering*) para caracterizar redes de microondas y se describe el método de calibración SOL (*short-open-load*) para un puerto. Algunas técnicas para la medición de la respuesta de las muestras bajo análisis al campo electromagnético incidente son estudiadas, especialmente la de punta coaxial terminada en circuito abierto; se investigan tanto el modelo capacitivo como el de la línea virtual, correspondientes a la técnica de la prueba coaxial para la conversión de los parámetros S a valores de permitividad compleja.

En el Capítulo 4 se proporcionan las mediciones de permitividad dieléctrica realizadas al ron *Havana Club Añejo 3 Años* y a sus mezclas con metanol, etanol y agua no-ionizada a frecuencias de RF/microondas, en donde se reportan los parámetros de relajación de las muestras medidas. De manera adicional, se propone un método para calcular la permitividad dieléctrica de mezclas de ron con metanol, etanol o agua en baja concentración; este método se basa en proponer polinomios de ajuste de la tendencia de la variación de los parámetros de relajación. En este capítulo también son reportados polinomios que describen las muestras en todo el rango posible de concentraciones. De acuerdo a cómo se disipa el campo eléctrico en materiales dieléctricos, se reporta un estudio realizado con la finalidad de disminuir el volumen típicamente utilizado en la medición muestras líquidas utilizando la prueba coaxial abierta. Este estudio se desarrolla por medio del *software Ansys HFSS*, a través del cual se efectúa la simulación electromagnética del experimento.

En el Capítulo 5 se propone y diseña un sensor balanceado *stripline* con el cual se puedan efectuar mediciones de permitividad compleja en materiales; la teoría que lo fundamenta también es presentada. Mediante el *software* de análisis electromagnético *Ansys HFSS* se estudian las interacciones del sensor con materiales en los modos común y diferencial. La relación existente entre la impedancia en modo diferencial obtenida por medio de la simulación y la permitividad dieléctrica del material se presenta en este capítulo para la frecuencia de diseño; así mismo, se realiza una comparación de la sensibilidad del sensor diseñado con la de prueba coaxial.

En el Capítulo 6 se presentan las conclusiones de este trabajo, resaltando los resultados obtenidos y las aportaciones logradas. Asimismo, se proponen algunas recomendaciones para desarrollar trabajos futuros relacionados con el tema.

Capítulo 2. Permitividad compleja de los materiales

2.1-Introducción

Para abordar el concepto de permitividad dieléctrica (ϵ) de los materiales, se puede comenzar a hablar de la conductividad eléctrica (σ), la cual brinda una medida de las posibilidades que presenta una sustancia de permitir el paso de la corriente eléctrica a través de la misma (Heaney, 2004; Adhikari, 2014) y que depende de la estructura atómica y/o molecular del material (Geyer, 1990). Según esta magnitud, las distintas sustancias de la naturaleza se clasifican en conductores, semiconductores y aislantes (Jayendran y Jayendran, 1996), pudiendo estos últimos ser llamados dieléctricos cuando se asume que son no-magnéticos (Chen *et al.* 2004). En tal caso, los dieléctricos poseen una propiedad llamada permitividad dieléctrica, donde la interacción de la materia con un campo electromagnético es necesaria para que esta propiedad pueda ser medida.

En este capítulo se describen las leyes de Maxwell, las cuales describen la propagación del campo electromagnético en los diferentes medios. Se presenta un repaso sobre el comportamiento estático de la materia y se define la permitividad dieléctrica compleja dependiente de la frecuencia. Finalmente, se estudian algunos de los modelos que permiten calcular la permitividad compleja de sustancias dieléctricas en las que predomina el mecanismo de polarización dipolar.

2.2-Leyes de Maxwell y el electromagnetismo

Los postulados de Maxwell describen la propagación del campo electromagnético en cualquier medio debido a que estos toman en cuenta las propiedades de los materiales. Antes, se estudian el teorema de Stokes (Dios *et al.* 1998; Sadiku, 2001)

$$\int_S \nabla \times \vec{F} \cdot d\vec{S} = \oint_L \vec{F} \cdot d\vec{l}, \quad (1)$$

y la fórmula de Gauss (Dios *et al.* 1998; Sadiku, 2001) de la divergencia

$$\oint_S \vec{F} \cdot d\vec{S} = \oint_V \nabla \cdot \vec{F} dv. \quad (2)$$

En (1) la circulación de un campo vectorial que sigue una línea cerrada se relaciona con el flujo del rotacional de ese campo vectorial a través de la superficie delimitada por dicha trayectoria cerrada, mientras que (2) relaciona el flujo a través de un área con el volumen encerrado por la superficie de la divergencia de un campo vectorial (Dios *et al.* 1998; Sadiku, 2001).

La expresión de la ley de Maxwell-Gauss para el campo eléctrico (Dios *et al.* 1998; Sadiku, 2001) es

$$\oint_S \vec{D} \cdot d\vec{S} = \int \rho_v dV, \quad (3)$$

donde,

- $\vec{D}$: densidad de flujo eléctrico o desplazamiento eléctrico, en Coulomb sobre metro cuadrado- $[C/m^2]$
- ρ_v : densidad volumétrica de cargas eléctricas, en Coulomb sobre metro cúbico- $[C/m^3]$

En (3) se relaciona una integral de flujo con una de volumen, de la misma manera que lo hace el teorema de la divergencia. Se está relacionando el flujo del campo eléctrico que pasa cruzando un espacio cerrado (número de líneas del campo que atraviesan dicha área) con la carga encerrada en dicha superficie (Fleisch, 2008; Dios *et al.* 1998). Aplicando (2) en (3) se llega a la forma diferencial, de esta ley se obtiene la ecuación (4) que representa a la ley Maxwell-Gauss en forma diferencial, donde se percibe a la densidad de carga como fuente que origina al campo $\vec{E}$ o como un punto donde llegan las líneas de fuerza del mismo dependiendo del signo de la densidad de cargas (Fleisch, 2008; Dios *et al.* 1998; Sadiku, 2001; Thidé, 2004).

$$\nabla \cdot \vec{D} = \rho_v. \quad (4)$$

El vector desplazamiento y el campo eléctrico se relacionan por medio de la expresión

$$\vec{D} = \epsilon \vec{E}, \quad (5)$$

donde:

- $\vec{E}$: intensidad del campo eléctrico, en volts sobre metro- $[V/m]$,
- ϵ : permitividad dieléctrica del medio, en Faradios sobre metro- $[F/m]$.

Cuando incide un campo en un material dieléctrico se dice que este se polariza en la dirección del campo E , lo que significa que las cargas eléctricas de las moléculas se desplazan dependiendo del signo hacia los lados opuestos, proceso que dependerá de la intensidad de campo aplicado y de la permitividad del medio (en la siguiente sección se detalla este concepto).

La ley de Maxwell-Gauss para el campo magnético (Fleisch, 2008; Dios *et al.* 1998; Sadiku, 2001; Gómez y González, 2012) resulta

$$\oint_S \vec{B} \cdot d\vec{S} = 0, \quad (6)$$

donde:

- $\vec{B}$: densidad de flujo magnético o inducción magnética, en Webers sobre metro cuadrado- $[Wb/m^2]$.

Se evidencia que el flujo magnético a través de una superficie cerrada es igual a 0, lo que implica que el campo magnético no tiene cargas aisladas (cargas magnéticas o monopolos magnéticos), las líneas de campo no tienen fuente ni sumidero y tienen que ser cerradas (Fleisch, 2008; Dios *et al.* 1998). Considerando un área plana cerrada y que las líneas del campo magnético salen por un lado y llevan un recorrido que las conduce a entrar por el otro manteniendo una trayectoria cerrada, entonces no hay flujo y este es igual a 0. Si se aplica el teorema de la divergencia a esta ley, se obtiene la forma diferencial (Fleisch, 2008; Dios *et al.* 1998)

$$\nabla \cdot \vec{B} = 0. \quad (7)$$

Se puede deducir que si la divergencia es cero entonces no existen fuentes ni sumideros, y las líneas de campo no nacen ni mueren en ningún punto, y por lo tanto, son cerradas.

La ley de Maxwell-Faraday (Fleisch, 2008; Dios *et al.* 1998; Gómez y González, 2012, Sadiku, 2001) se pone de manifiesto en (8)

$$\oint_c \vec{E} \cdot d\vec{l} = - \int_s \frac{\partial}{\partial t} \vec{B} \cdot d\vec{S}, \quad (8)$$

manifestando que la variación del flujo magnético con el tiempo puede provocar la creación de un campo eléctrico que sigue un contorno cerrado. Como se aprecia en el miembro derecho de (8), aparece un signo negativo que indica el sentido de rotación del campo eléctrico en dependencia del aumento o la disminución del flujo magnético. Aplicando (1) en (8) se obtiene la ley de Maxwell-Faraday en su forma diferencial como

$$\nabla \times \vec{E} = - \frac{\partial}{\partial t} \vec{B}, \quad (9)$$

la cual pone de manifiesto que una variación del campo magnético provoca una rotación del campo eléctrico alrededor de un punto.

La ley de Maxwell-Ampere (Fleisch, 2008; Dios *et al.* 1998; Gómez y González, 2012, Sadiku, 2001) se describe como

$$\oint_c \vec{H} \cdot d\vec{l} = \vec{J} + \frac{\partial}{\partial t} \int_s \vec{D} \cdot d\vec{S}, \quad (10)$$

donde:

- $\vec{H}$: intensidad de campo magnético, en Amperes sobre metro-[A/m].
- $\vec{J}$: incluye todas aquellas corrientes que penetren la superficie encerrada por el contorno donde circula el campo magnético, en Amperes sobre metro cuadrado-[A/m²].

En (10) se aprecian dos fuentes del campo magnético circulatorio sobre un camino cerrado: la corriente de conducción y la variación en el tiempo del flujo eléctrico a través de dicho recorrido cerrado.

Los vectores $\vec{H}$ y $\vec{B}$ se relacionan mediante la ecuación (11)

$$\vec{H} = \frac{\vec{B}}{\mu}, \quad (11)$$

donde:

- μ : permeabilidad magnética del medio, en Henry sobre metro-[H/m].

Maxwell agregó el término del cambio del flujo del campo eléctrico como fuente del campo magnético que circula en el trayecto cerrado para escenarios donde no existe corriente de conducción (Fleisch, 2008; Dios *et al.* 1998). Aquí es posible utilizar la ley de Gauss del campo eléctrico y cuantificar la variación del flujo para relacionarla con la existencia de una corriente que se desplaza y también es motivo de que exista un campo eléctrico que circula; esto se modela como

$$\vec{J}_e = \varepsilon \frac{d}{dt} \left(\int_s \vec{E} \cdot d\vec{S} \right), \quad (12)$$

donde:

- $\vec{J}_e$: corriente de desplazamiento, en Amperes-[A]; está relacionada con la ley de continuidad de la carga (Fleisch, 2008; Dios *et al.* 1998).

El término agregado predice la existencia y propagación de las ondas electromagnéticas: una vez creados los campos $\vec{E}$ y $\vec{H}$ se pueden generar y sostener mutuamente.

Cuando se aplica el teorema de Stokes a la circulación del campo magnético por el contorno cerrado se obtiene la expresión (13), que constituye la ley de Maxwell-Ampere en forma diferencial (Fleisch, 2008; Dios *et al.* 1998; Sadiku, 2001). Esta también muestra que una rotación del campo magnético alrededor de un punto puede ser provocada por una densidad de corriente y por la variación en el tiempo de un flujo eléctrico:

$$\nabla \times \vec{B} = \mu \left(\vec{J}_e + \varepsilon \frac{\partial}{\partial t} \vec{E} \right). \quad (13)$$

Entre las magnitudes del campo eléctrico y la densidad de corriente existe la relación

$$\vec{J} = \sigma \vec{E}, \quad (14)$$

donde:

- σ : conductividad del medio, en Siemens sobre metro-[S/m]

La expresión (14) es también conocida como ley de Ohm (Sadiku, 2001), es de tipo constitutiva porque depende de las características del medio al igual que las expresiones (5) y (11).

2.2.1-Condiciones de frontera

Analizar las condiciones de contorno implica encontrar las características que están teniendo lugar en la superficie que divide dos medios, las cuales afectan al campo electromagnético. Aplicando las leyes de Maxwell se puede tener información sobre el comportamiento de los campos en el área de separación de los dos medios y se determinan las condiciones de frontera. En la Figura 4 se muestra un cuerpo de geometría cilíndrica que atraviesa dos medios a través de la interfaz entre ellos, su altura se hará tender a 0 logrando que coincidan sus superficies superior e inferior para determinar qué sucede en la superficie de separación entre los medios (Dios *et al.* 1998). Si se considera un vector unitario normal a la superficie y dirigido hacia el medio 1, al seguir el análisis desarrollado en (Dios *et al.* 1998), se llega a

$$\hat{n} \cdot (\vec{D}_1 - \vec{D}_2) = \sigma, \quad (15)$$

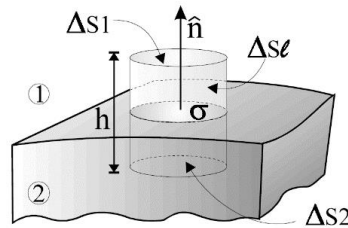


Figura 4. Superficie para el cálculo de Gauss (Dios *et al.* 1998).

lo cual establece que, de haber alguna diferencia entre los vectores $\vec{D}$ en la dirección normal a la superficie para cada uno de los medios, esta es responsabilidad de la carga superficial que existe en esa área cuando incide un campo eléctrico. Partiendo de (6), y realizando el análisis para el mismo cilindro de la Figura 4 se llega a que

$$\hat{n} \cdot (\vec{B}_1 - \vec{B}_2) = 0, \quad (16)$$

lo cual permite concluir que las componentes del flujo magnético de ambos medios son iguales y continuas (Dios *et al.* 1998).

La Figura 5 muestra una trayectoria cerrada que atraviesa el límite entre los dos medios, donde se definen los vectores normal y tangencial a la superficie. Partiendo de (8) y estableciendo el sentido en el que se recorrerá el camino cerrado de la Figura 5, debe hacerse tender a cero la altura h para obtener los campos sobre la superficie. Siguiendo el análisis desarrollado en (Dios *et al.* 1998) se llega a

$$\vec{n} \times (\vec{E}_1 - \vec{E}_2) = 0, \quad (17)$$

lo cual establece que las componentes tangenciales a la superficie de separación son iguales y continuas.

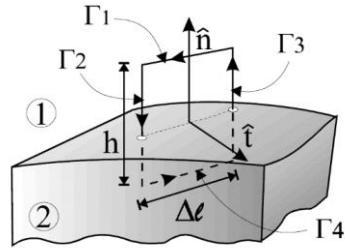


Figura 5. Circuito para el cálculo de Faraday (Dios *et al.* 1998).

Partiendo de (13) y observando la Figura 5, donde $h \rightarrow 0$, se continúa el análisis (Dios *et al.* 1998) para obtener

$$\hat{n} \times (\vec{H}_1 - \vec{H}_2) = \vec{J}_s. \quad (18)$$

donde la diferencia entre las corrientes tangenciales a ambos lados de la superficie es diferente de cero, lo que implica que son discontinuas debido a la densidad de corriente superficial.

2.3-Comportamiento estático de la materia

Los medios dieléctricos están compuestos por moléculas que a su vez están integradas por dipolos eléctricos, los cuales constituyen un sistema que está formado por un par de cargas eléctricas de signos contrarios y apartadas cierta distancia. La separación entre las cargas se denota con el vector $\vec{d}$ y constituye el brazo del dipolo, tiene su comienzo en la carga negativa y llega hasta la positiva (Dios *et al.* 1998; Haus y Melcher, 1989; Brown *et. al.*, 2006).

La Figura 6 muestra cuando el dipolo se encuentra en una zona donde existe la influencia de un campo eléctrico y comienza a experimentar fuerzas en sentidos opuestos, cuyo momento lo pone a girar para que termine orientándose en la dirección del campo.

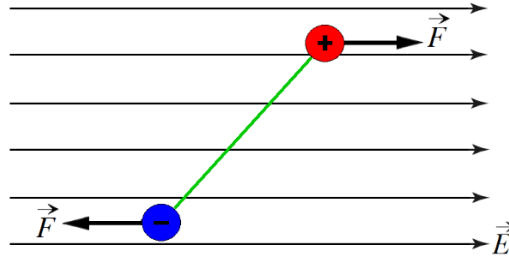


Figura 6. Rotación por la orientación de los dipolos en la dirección del campo.

Se define entonces el momento dipolar como la relación entre el valor de la carga y la distancia entre estas como

$$\vec{p} = q \cdot \vec{d}, \quad (19)$$

el cual se encuentra dispuesto desde la carga negativa hacia la positiva. El momento dipolar de una molécula será la suma vectorial de los momentos de los dipolos presentes en ella. Si el momento dipolar de la molécula es nulo, entonces esta queda clasificada como apolar. Cuando se tiene una distribución de dipolos puntuales en un volumen, se define el vector de polarización (Dios *et al.* 1998; Haus y Melcher, 1989; Digón, 2006) como

$$\vec{P} = \frac{d\vec{p}}{dV}, \quad (20)$$

donde:

- $\vec{P}$: densidad de polarización volumétrica en coulomb/metro cúbico- $[C/m^3]$.
- $d\vec{p}$: momento dipolar de una molécula en coulomb- $[C]$.
- dV : volumen analizado en metros cúbicos- $[m^3]$.

El vector $\vec{P}$ brinda una noción acerca de cuántos dipolos de un volumen dado se encuentran orientados en la dirección del campo incidente.

La relación entre los vectores $\vec{E}$ y $\vec{P}$ (Dios *et al.* 1998; Haus y Melcher, 1989; Digón, 2006; Misra, 2004) se expresa como

$$\vec{P} = \varepsilon_0 \cdot \chi_e \cdot \vec{E}, \quad (21)$$

donde:

- χ_e : susceptibilidad eléctrica, adimensional.

La susceptibilidad eléctrica es una propiedad que depende de la naturaleza del dieléctrico y describe la facilidad con la que el mismo se polariza ante la influencia de un campo eléctrico, representa cuán susceptible a ser polarizado es el medio bajo estudio.

Si se considera un medio dieléctrico delimitado por una superficie que presenta una distribución de cargas libres, este se polariza y aparecen densidades de carga ligadas, aplicando la ley de Gauss a esta superficie y escribiéndola en su forma diferencial resulta (Dios *et al.* 1998)

$$\nabla \cdot \vec{E} = \frac{\rho_f + \rho_b}{\varepsilon_0}. \quad (22)$$

donde:

- ρ_f : densidad de carga libre en el interior de la superficie de interés
- ρ_b densidad de carga ligada en el interior de la superficie de interés

Sustituyendo (22) en (4) y resolviendo para la densidad de cargas libres, se obtiene

$$\nabla \cdot (\varepsilon_0 \vec{E} + \vec{P}) = \rho_f, \quad (23)$$

si se compara este resultado con (4), se llega a

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \vec{E} + \vec{P}, \quad (24)$$

sustituyendo la polarización en (21), el vector de desplazamiento eléctrico puede escribirse como

$$\vec{D} = \varepsilon_0(1 + \chi_e)\vec{E}, \quad (25)$$

a partir de aquí, es posible definir la permitividad dieléctrica relativa como

$$\varepsilon_r = 1 + \chi_e, \quad (26)$$

donde:

- ε_r : permitividad relativa, adimensional.

En función de la susceptibilidad, la permitividad del material resulta

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \varepsilon_r = \varepsilon_0(1 + \chi_e). \quad (27)$$

2.4-Mecanismo de polarización orientacional/dipolar

Retomando aspectos mencionados anteriormente, un dieléctrico sobre el que influye un campo eléctrico externo sufrirá una reorientación de los dipolos en la dirección del mismo. Si dicho campo incidente es dependiente de la frecuencia entonces debe agregarse esta variable y analizar las ecuaciones, con lo cual la expresión (21) quedaría como (Digón, 2006)

$$\vec{P}(\omega) = \varepsilon_0 \cdot \chi_e^*(\omega) \cdot \vec{E}(\omega). \quad (28)$$

Sustituyendo (28) en (25) se obtiene al vector desplazamiento como

$$\vec{D}(\omega) = \varepsilon_0[1 + \chi_e^*(\omega)] \cdot \vec{E}(\omega) = \varepsilon^*(\omega) \cdot \vec{E}(\omega), \quad (29)$$

donde:

- $\varepsilon^*(\omega)$: permitividad dieléctrica compleja del material dependiente de la frecuencia, adimensional.

La permitividad compleja se define como (Chen *et al.* 2004; Brown *et. al.* 2006; Castro, 2010; García. 2008)

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega) \quad (30)$$

aquí:

- ε' y ε'' : son las partes real e imaginaria (respectivamente) de la permitividad compleja, adimensionales.

La permitividad dieléctrica compleja es una propiedad de naturaleza compleja que describe la manera en que el medio reacciona cuando incide sobre él un campo eléctrico. La parte real de la permitividad ε' es siempre mayor o igual a uno y representa una medida de cuanta energía es capaz de almacenar un material cuando un campo externo incide sobre él. La permitividad imaginaria ε'' es una cantidad mayor que cero que, en este caso, indica cuánta energía disipa dicho material, lo cual cobra sentido con el signo negativo que se observa en la ecuación (30). La energía que se pierde, anteriormente mencionada, se debe a la fricción que se genera durante las reorientaciones que experimentan los dipolos con las oscilaciones del campo eléctrico incidente y dependiente del tiempo (Castro, 2010). Si se observa la Figura 7 donde se define la permitividad relativa dependiente de la frecuencia del material, se puede notar que existe una diferencia de 90° entre las componentes real e imaginaria de la permitividad, y que además ε_r forma un ángulo δ con la permitividad real; de aquí se obtienen las relaciones:

$$\tan(\delta) = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \quad (31-a)$$

$$\varepsilon_r = \sqrt{(\varepsilon')^2 + (\varepsilon'')^2} \quad (31-b)$$

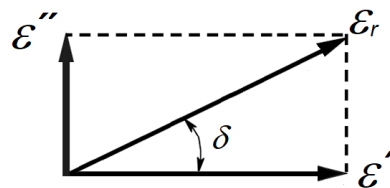


Figura 7. Permitividad relativa dependiente de la frecuencia (Castro, 2010.)

Con la incidencia del campo eléctrico en un material se ponen en marcha diferentes mecanismos que polarizan al material, los cuales intervienen en dependencia de la zona de frecuencia y se pueden observar en la Figura 8.

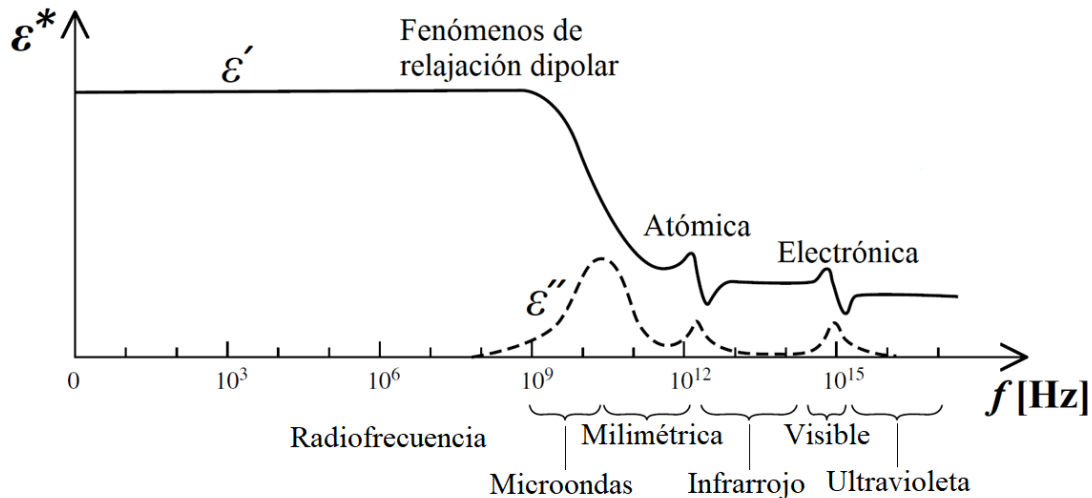


Figura 8. Mecanismos de polarización presentes en un material dieléctrico (Chen *et al.* 2004).

En el eje 'x' de la gráfica se puede apreciar cómo se dividen las regiones a medida que aumenta el espectro de frecuencias, el eje 'y' muestra valores de permitividad real ϵ' en la línea discontinua e imaginaria ϵ'' con trazos discontinuos. Se puede observar también en la Figura 8 cómo los mecanismos de polarización están situados según la zona frecuencial donde predominan los efectos necesarios para que cada uno pueda tener lugar (Agilent, 2006):

- **Polarización inducida:** los dipolos aparecen cuando se produce una redistribución de carga debida a la aplicación de un campo eléctrico, con esta característica se encuentran dos mecanismos:
 - polarización electrónica: el material se polariza cuando al incidir un campo eléctrico se produce un desplazamiento de la nube de electrones de los átomos respecto al núcleo donde se encuentran las cargas positivas; se localiza en la Figura 8 sobre el rango de la luz visible,
 - polarización atómica: con la incidencia de un campo, los iones adyacentes positivo y negativo se estiran; en la Figura 8 se sitúa entre las bandas milimétrica y de infrarrojo.

- **Polarización orientacional/dipolar**: se presenta solo cuando las moléculas son polares y poseen momento dipolar permanente, aquí las cargas positivas y negativas se separan hacia lados opuestos cuando se aplica un campo eléctrico; abarca el rango de las radiofrecuencias y las microondas. Algunas de las sustancias más utilizadas con moléculas polares son el agua, alcoholes y aceites.

En ningún caso la polarización del dieléctrico sucede de manera instantánea, sino que cada mecanismo de polarización propenso a tener lugar tiene un determinado tiempo de respuesta desde que se incide el campo hasta que se polariza el material. Cada mecanismo tiene un tiempo de respuesta diferente dada su naturaleza y la frecuencia a la que ocurre, tomando como ejemplo el caso de la polarización orientacional, llega un punto donde los dipolos no pueden seguir la rapidez de variación del campo cuando aumenta mucho la frecuencia, entonces comienzan otros mecanismos a tener predominio. Cuando la polarización es orientacional se dice que ocurren fenómenos de relajación dieléctrica, mientras que a frecuencias superiores tienen lugar fenómenos de resonancia. En el efecto de relajación antes mencionado, los dipolos del material vuelven al estado de equilibrio termodinámico en que se encontraban, el tiempo que dura este proceso se conoce como tiempo de relajación dieléctrica.

2.4.1-Modelos de relajación dieléctrica

Para los materiales que poseen polarización orientacional se han desarrollado modelos que pueden predecir la permitividad dieléctrica compleja dependiente de la frecuencia. Cada modelo tiene sus rasgos propios y distintivos, razón por la cual se utilizan dependiendo de las características que cumpla el medio bajo prueba. A continuación se describen los más comunes.

El modelo de Debye (Chen *et al.* 2004) se desarrolló y logró ajustar la permitividad compleja de sustancias puras, siendo entonces el más sencillo por su complejidad matemática; el mismo se define como

$$\epsilon^* = \epsilon_{\infty} + \frac{\epsilon_s - \epsilon_{\infty}}{1 + j\omega\tau}, \quad (32)$$

donde:

- ϵ_s : permitividad estática o de baja frecuencia- $(\epsilon_s = \lim_{f \rightarrow 0} \epsilon)$, adimensional,

- ε_∞ : permitividad de muy alta frecuencia- $(\varepsilon_\infty = \lim_{f \rightarrow \infty} \varepsilon)$, adimensional,
- ω : frecuencial angular ($\omega = 2\pi f$), en radianes por segundos-[rad/s],
- τ : tiempo de relajación, en segundos-[s].

En (32) se puede observar que a medida que aumenta la frecuencia, el segundo término tendrá un valor de menor cuantía cada vez. Este hecho implica que el periodo del campo E es mucho más pequeño que el tiempo de relajación de los dipolos permanentes, los cuales tendrán una orientación que ya no está influenciada por el campo. Como se observa en la Figura 9, a muy alta frecuencia la permitividad dieléctrica es el número real ε_∞ (en este valor existe mayor influencia de los mecanismos de polarización electrónica y atómica), en cambio a muy baja frecuencia la permitividad compleja tenderá al número real ε_s , será muy sensible a los cambios de temperatura debido al desorden térmico típico de esa zona frecuencial (Chen *et al.* 2004).

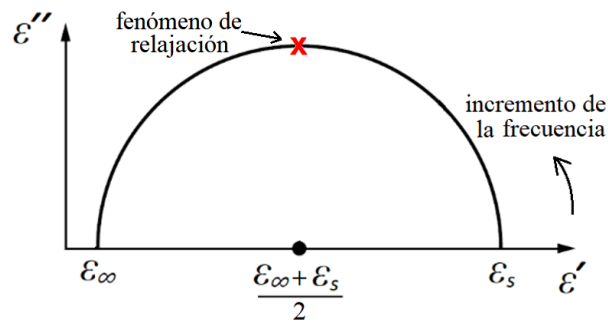


Figura 9. Modelo de relajación Debye (Chen *et al.* 2004).

Para el caso del modelo de Debye existe solo una contribución a la relajación, razón por la cual ajusta muy bien para sustancias puras (Chen *et al.* 2004). En el semicírculo de la Figura 9 el centro está localizado en $C\left(\frac{\varepsilon_\infty + \varepsilon_s}{2}; 0\right)$ y el punto marcado con una cruz roja corresponde al valor de permitividad donde tiene lugar el fenómeno de la relajación dieléctrica.

Existen casos de sustancias donde se tiene más de una contribución para la polarización orientacional, se dice entonces que el material posee un espectro de tiempo de relajación (Chen *et al.* 2004). Un nuevo modelo que predice la permitividad dieléctrica compleja de sustancias con el efecto antes mencionado es el Cole-Cole. Para tomar en cuenta las nuevas contribuciones, una constante empírica α es introducida como se puede observar en

$$\varepsilon^* = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + (j\omega\tau)^{1-\alpha}} \quad (33)$$

donde:

- α : constante, adimensional $0 \leq \alpha < 1$.

Puede observarse que si $\alpha = 0$ entonces se tiene nuevamente la ecuación de Debye con un solo tiempo de relajación. Cuando α aumenta su valor el tiempo de relajación comienza a tomar valores en un amplio rango, en dependencia de las fuentes que contribuyen al proceso de relajación orientacional. La Figura 10 muestra una gráfica típica de la relajación orientacional de una sustancia que sigue el modelo Cole-Cole, en donde el centro del semicírculo sufre un corrimiento hacia la parte negativa de la permitividad imaginaria y se sitúa en $C\left(\frac{\varepsilon_\infty + \varepsilon_s}{2}; -d\right)$. La permitividad a bajas frecuencias comienza donde se encuentra ε_s , va cambiando de valor según la frecuencia va en aumento hasta llegar a ε_∞ luego de pasar por el punto de relajación, el cual se encuentra marcado en la Figura 10 por la X en color rojo.

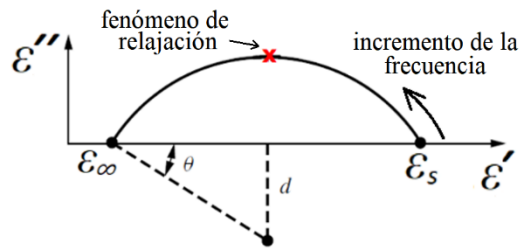


Figura 10. Modelo de relajación Cole-Cole (Chen *et al.* 2004).

Según la Figura 10, las expresiones para calcular el parámetro α son

$$d = \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{2} \tan \theta, \quad (34-a)$$

$$\theta = \alpha \frac{\pi}{2}, \quad (34-b)$$

Existen sustancias cuyo fenómeno de relajación ocurre de manera asimétrica. Para estos casos, la fórmula empírica de Cole-Davidson mostrada en (35) puede ser muy útil ya que introduce la constante β capaz de describir el efecto que provoca la asimetría antes mencionada.

$$\varepsilon^* = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{(1 + j\omega\tau)^\beta}, \quad (35)$$

donde:

- β : constante, adimensional $0 \leq \beta < 1$.

Si $\beta = 1$ entonces está teniendo lugar el modelo Debye. A medida que la asimetría aumenta, entonces el valor de β disminuye acercándose a cero, esta asimetría se refleja en el diagrama de relación de permitividades como se muestra en la Figura 11.

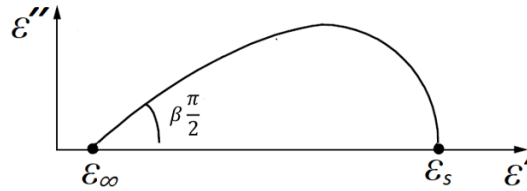


Figura 11. Modelo de relajación Cole-Davidson (Torres, 1999).

En la Figura 11 se puede observar la inclinación que puede sufrir la relajación hacia la zona de altas frecuencias. La motivación de introducir el elemento β se relaciona con la necesidad de converger para el muy amplio rango de dispersión observado en altas frecuencias en elementos orgánicos tales como glicerina, glicerol, entre otros (Torres, 1999).

2.5-Conclusiones

En este capítulo se realizó un análisis teórico de aspectos necesarios para el estudio de la permitividad dieléctrica compleja en diferentes medios. Las leyes de Maxwell establecen cómo se propaga el campo en los diferentes medios teniendo en cuenta algunas características de éste tales como la permitividad, la permeabilidad o la conductividad, las cuales se proporcionan en el análisis de las ecuaciones constitutivas. Se estudiaron las condiciones de frontera para los campos electromagnéticos con el fin de entender las variaciones que estos sufren cuando cambian de un medio a otro. Cuando incide un campo en un material de naturaleza dieléctrica tienen lugar mecanismos que lo polarizan. Para el rango de las radiofrecuencias y las microondas tienen predominio los efectos de la polarización orientacional o dipolar, los valores de permitividad dieléctrica de los medios puede ser descrita aquí por modelos tales como el de Debye, Cole-Cole y Cole-Davidson.

En el siguiente capítulo se presentan las formas, los sistemas y modelos para realizar la medición de la permitividad en materiales, haciéndose especial énfasis en la descripción de la técnica de la punta coaxial con terminación en circuito abierto. Además, se incluyen temas acerca de la calibración de un analizador de redes vectorial para realizar mediciones de la permitividad en el ron *Havana Club Añejo 3 Años* y sus mezclas con metanol, etanol y agua no-ionizada.

Capítulo 3. Técnicas de medición de permitividad de materiales en microondas

3.1-Introducción

Como se dijo anteriormente, la medición de la permitividad dieléctrica compleja de materiales en el rango de radiofrecuencias y microondas es un hecho que ha cobrado mucha importancia para los científicos del sector, debido a la información que brinda sobre la composición de la sustancia. Existen varias técnicas para llevar a cabo la medición de la permitividad dieléctrica en los medios, escoger la adecuada depende de la naturaleza física y eléctrica del material, la frecuencia de interés, así como el grado de sensibilidad deseado en el resultado (Castro, 2010). Para obtener el valor de la permitividad dieléctrica, primero se obtiene su respuesta ante la aplicación de un campo eléctrico con el uso de un equipo analizador de redes vectorial, luego se emplea un modelo para calcular la permitividad dieléctrica correspondiente (Castro, 2010; Rohde&Schwars, 2012; Chen *et al.* 2004).

En este capítulo se presentan aspectos relacionados con el análisis de redes de microondas y con la calibración de ciertos tipos de sensores a través de los cuales se analizan materiales. También son comentadas algunas formas de medición de sustancias, haciéndose un análisis más amplio acerca de la técnica de sonda coaxial terminada en circuito abierto.

3.2-Redes de microondas

Los circuitos que trabajan a bajas frecuencias, y para los cuales las dimensiones son pequeñas respecto a su longitud de onda de operación, pueden considerarse como una interconexión de componentes pasivos o activos concentrados con voltajes y corrientes únicas definidas en cualquier punto del circuito (Pozar, 2011). Debido a esto, se supone que los campos se propagan bajo el modo Transversal Electromagnético (TEM), soportados por dos o más conductores; esto implica el uso de las leyes de Kirchhoff y condiciones casi estáticas en el momento de aplicar las ecuaciones de Maxwell para resolver los circuitos (Pozar, 2011).

El análisis de redes de N puertos como la que se muestra en la Figura 12 es una forma de resolución circuital donde se relacionan las variables que describen el comportamiento de un circuito de un modo matricial.

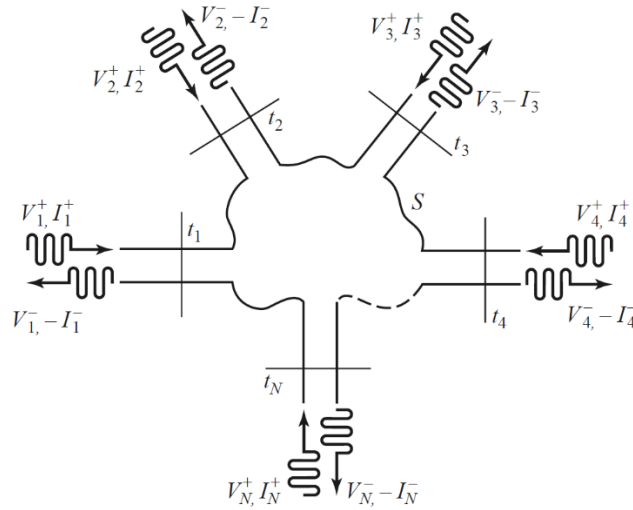


Figura 12. Red de N -puertos (Pozar, 2011).

En la Figura 12 se observa una representación de un circuito con múltiples puertos, donde están denotados voltajes y corrientes que entran a la red, así como corrientes y voltajes que salen de la misma. Si se trabaja en baja frecuencia, se pueden definir parámetros matriciales que relacionen a las corrientes y voltajes en cada puerto. En la figura 12 se muestran las corrientes I_1 e I_2 entrando a la red por los puertos 1 y 2 respectivamente, mientras que a la entrada de ambos puertos se encuentran los voltajes correspondientes V_1 y V_2 . Describiendo la red de una forma matricial y aplicando la ley de Ohm queda entonces definida la relación (Pozar, 2011; Chen *et al.* 2004)

$$[V] = [Z] \cdot [I], \quad (36)$$

donde:

- $[V]$: matriz de los voltajes de la red, $[V] = \begin{bmatrix} V_1 \\ V_2 \end{bmatrix}$,
- $[I]$: matriz de las corrientes de la red, $[I] = \begin{bmatrix} I_1 \\ I_2 \end{bmatrix}$,
- $[Z]$: matriz de impedancias, $[Z] = \begin{bmatrix} Z_{11} & Z_{12} \\ Z_{21} & Z_{22} \end{bmatrix}$, relaciona voltajes y corrientes de la red.

Se pueden obtener las relaciones de impedancia midiendo en un puerto mientras que el otro permanece en circuito abierto (Pozar, 2011; Chen *et al.* 2004),

$$Z_{jj} = \left. \frac{V_j}{I_j} \right|_{I_i=0}, (j = 1, 2), \quad (37-a)$$

$$Z_{ij} = \left. \frac{V_j}{I_i} \right|_{I_i=0}, (i = 1, 2; j = 1, 2). \quad (37-b)$$

El elemento Z_{jj} de la matriz tiene el significado de ser la impedancia de entrada en el puerto j cuando el puerto i permanece abierto y no fluye corriente a través de él; mientras, Z_{ij} es la función transferencial directa del puerto j al puerto i cuando este último se encuentra abierto.

Otra manera de relacionar las corrientes y voltajes totales de la red es mediante la matriz admitancia que se muestra en (40) dado que $[Z] = [Y]^{-1}$. Para los parámetros $[Y]$ se realiza el mismo análisis, solo que cuando se alimenta en el puerto j , el i se pone en cortocircuito.

$$[I] = [Y] \cdot [V], \quad (38)$$

Ahora bien, cuando la frecuencia de trabajo se encuentra en el rango de las microondas la medición de voltajes y corrientes se torna un proceso difícil o imposible. Puede llevarse a cabo si para las líneas TEM se encuentra presente un par de terminales, el cual no necesariamente existe para las líneas que no son TEM (Pozar, 2011). No existe equipamiento capaz de realizar mediciones de corrientes y voltajes en valores complejos cuando se intenta medirlas a frecuencias de microondas. Se torna difícil el proceso de desarrollar estándares de calibración que sean confiables en un ancho de banda tan amplio, además de que los dispositivos activos no se comportan de manera estable cuando son terminados en circuitos abiertos o cortocircuitos (Pozar, 2011). Por todas estas razones, los parámetros que incluyen la descripción de la red en términos de corrientes y voltajes no se emplean en altas frecuencias.

Los parámetros de dispersión S son los más apropiados para el rango de las microondas, en donde la medición se basa en detectar los niveles de las ondas incidentes en los puertos y las que se reflejan desde estos (Pozar, 2011). Para una red como la mostrada en la Figura 12 la matriz $[S]$ se define como:

$$\begin{bmatrix} V_1^- \\ V_2^- \\ \vdots \\ V_N^- \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} & \cdots & S_{1N} \\ S_{21} & S_{22} & \cdots & S_{2N} \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ S_{N1} & S_{N2} & \cdots & S_{NN} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} V_1^+ \\ V_2^+ \\ \vdots \\ V_N^+ \end{bmatrix}, \quad (39)$$

donde:

- $[V^-]$: matriz de los voltajes reflejados de la red, $[V^-] = \begin{bmatrix} V_1^- \\ V_2^- \\ \vdots \\ V_N^- \end{bmatrix}$,
- $[V^+]$: matriz de los voltajes incidentes en la red, $[V^+] = \begin{bmatrix} V_1^+ \\ V_2^+ \\ \vdots \\ V_N^+ \end{bmatrix}$,
- $[S]$: matriz de dispersión, $[S] = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} & \cdots & S_{1N} \\ S_{21} & S_{22} & \cdots & S_{2N} \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ S_{N1} & S_{N2} & \cdots & S_{NN} \end{bmatrix}$.

Para una red de dos puertos, resulta entonces que sus ondas incidentes y reflejadas se definen como lo muestra la Figura 13, donde las ondas que llegan a la red de dos puertos son denotadas como a_1 y a_2 , mientras que a las que se salen de esta se les denomina b_1 y b_2 .

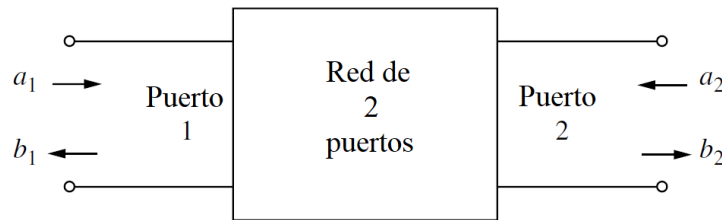


Figura 13. Definición de corrientes y voltajes en una red de dos puertos (Chen *et al.* 2004).

La red de 2-puertos en base a la matriz $[S]$ puede describirse de forma matricial como

$$[b] = [S] \cdot [a], \quad (40)$$

donde:

- $[b]$: matriz de las ondas reflejadas de la red, $[b] = \begin{bmatrix} b_1 \\ b_2 \end{bmatrix}$,
- $[a]$: matriz de las ondas incidentes en la red, $[a] = \begin{bmatrix} a_1 \\ a_2 \end{bmatrix}$,
- $[S]$: matriz de dispersión, $[S] = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{bmatrix}$, relaciona ondas incidentes y reflejadas de la red.

Considerando una matriz de N -puertos, cada elemento de la matriz $[S]$ puede ser obtenido colocando una onda en un puerto seleccionado y midiendo en ese mismo o cualquier otro específico, siempre que los demás sean determinados en cargas acopladas para evitar reflexiones a través de ellos. Para el caso específico de una red de dos puertos se tiene que (Pozar, 2011; Chen *et al.* 2004)

$$S_{jj} = \left. \frac{b_j}{a_j} \right|_{a_i=0}, (j = 1, 2), \quad (41-a)$$

$$S_{ij} = \left. \frac{b_i}{a_j} \right|_{a_i=0}, (i = 1, 2; j = 1, 2). \quad (41-b)$$

En (41-a) se tiene la interpretación del coeficiente de reflexión en el puerto j , así $\Gamma_j = S_{jj}$; mientras que (41-b) es el coeficiente de transmisión del puerto j al i , de modo que $T_{j \rightarrow i} = S_{ij}$. Las ondas a_1 , a_2 , b_1 y b_2 se definen como (Pozar, 2011; Chen *et al.* 2004)

$$a_1 = \frac{1}{2} \left(\frac{V_1}{\sqrt{Z_0}} + \sqrt{Z_0} I_1 \right), \quad (42-a)$$

$$a_2 = \frac{1}{2} \left(\frac{V_2}{\sqrt{Z_0}} + \sqrt{Z_0} I_2 \right), \quad (42-b)$$

$$b_1 = \frac{1}{2} \left(\frac{V_1}{\sqrt{Z_0}} - \sqrt{Z_0} I_1 \right), \quad (42-c)$$

$$b_2 = \frac{1}{2} \left(\frac{V_2}{\sqrt{Z_0}} - \sqrt{Z_0} I_2 \right), \quad (42-d)$$

Para algunos componentes y circuitos, la matriz $[S]$ puede ser calculada empleando técnicas de análisis de redes o pueden ser medidos directamente con un analizador vectorial.

La relación existente entre los parámetros $[S]$ y los $[Z]$ anteriormente mencionados se expresa a través de ecuaciones que convierten valores de un conjunto al otro, las mismas pueden ser consultadas en (Poza, 2011; Chen *et al.* 2004). La ventaja del uso de los parámetros de dispersión radica en la facilidad que brinda para las mediciones a frecuencias de microondas debido a que se basan en ondas incidentes y reflejadas. El hecho de terminar los puertos en cargas acopladas para efectuar las mediciones evita reflexiones indeseadas, así como oscilaciones de los dispositivos activos, así existe gran facilidad para la construcción de estándares de calibración para rangos de frecuencias muy extensos.

3.3-Calibración y errores

Un proceso de medición debe gozar de buena precisión para que las conclusiones establecidas a partir de la información obtenida sean útiles. En cualquier proceso de medición existen errores que están incluidos de manera inherente en cada sistema (Chen *et al.* 2004); cuando se utiliza un analizador de redes vectorial los errores se clasifican en:

- **sistemáticos:** causados por imperfecciones del sistema no varían con el tiempo y pueden ser corregidos por la calibración:
 - directividad: debidos a señales de fuga que se perciben en el detector de ondas reflejadas pero que no se reflejan en el dispositivo bajo prueba
 - *cross talk*: debido a señales de fuga que se observan en el detector de ondas sin pasar por el dispositivo bajo estudio
 - respuesta de frecuencia: surgen de la pérdida de ruta, el retardo de fase y la respuesta del detector.
- **aleatorios:** son impredecibles y no se eliminan mediante la calibración; pueden minimizarse realizando múltiples mediciones y promediando resultados

- **de deriva:** cambio de condiciones del sistema de medición después de realizada la calibración (temperatura, presión, humedad); pueden eliminarse volviendo a calibrar, aunque el sistema vuelve a quedar vulnerable ante ellos

Un proceso de calibración es aquel en el cual los errores sistemáticos del sistema son removidos matemáticamente del resultado sin corregir, para así brindar uno que sea correcto. Este proceso se puede llevar a cabo gracias a los estándares de calibración, los cuales son estructuras cuyos parámetros de dispersión son bien conocidos para entonces remover los efectos de los errores sistemáticos de las mediciones efectuadas. A través de muchas investigaciones han sido propuestas muchas técnicas de calibración de analizadores de redes vectoriales (Gaytan *et al.* 2013; Reynoso *et al.* 2012; Reynoso *et al.* 2013). Para estudio de materiales a través de la medición de la permitividad son muy utilizadas las mediciones de uno y de dos puertos.

3.3.1-Calibración de un puerto

Las mediciones de microondas que se realizan a través de un solo puerto se realizan midiendo las ondas incidentes y reflejadas, por lo que son descritas utilizando la expresión (41-a). En el caso de estudio de materiales, estos son los que aportan la reflexión cuando les incide un campo eléctrico a través de algún circuito sensor. Para obtener precisión, sensibilidad y repetitividad en la medición se efectúa la calibración del sistema en dependencia del sensor a utilizar, seleccionando una técnica determinada y utilizando el modelo de error de 3-términos que se describe en la Figura 14.

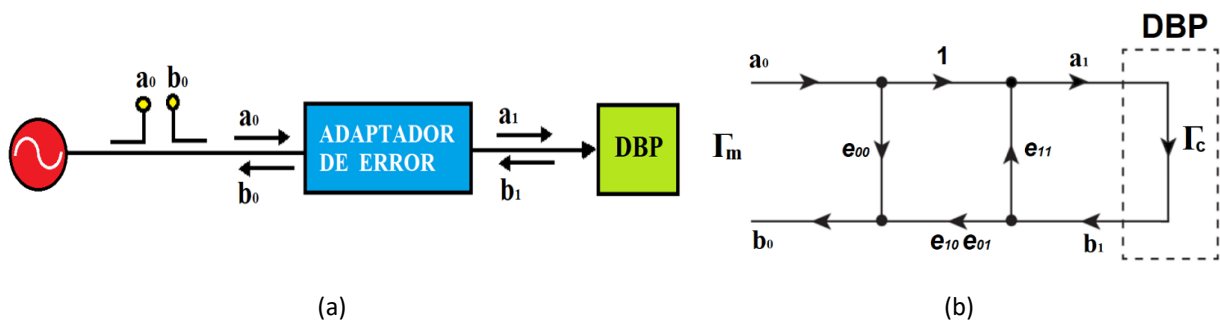


Figura 14. Modelo de error de 3-términos (Gaytan, 2012), (a): reflectómetro perfecto y (b): diagrama de flujo para la calibración.

En la Figura 14-a se observa que sobre la estructura que se desea medir (Dispositivo Bajo Prueba-DBP) está incidiendo la onda a_1 mientras se refleja b_1 de la misma. El adaptador de error es un bloque que encierra los errores sistemáticos desde el sintetizador del analizador de redes hasta la entrada del DBP tomando en cuenta todos los elementos activos y pasivos. Sobre la caja de error incide la onda proveniente del equipo a_0 , siendo b_0 la reflexión que se obtiene de la medición de un solo puerto, los errores deben ser removidos mediante la calibración. En la Figura 14(b) se presenta el diagrama de flujo que se sigue para lograr la corrección de errores, aquí:

- Γ_m es el coeficiente de reflexión medido (contiene errores),
- Γ_c es el coeficiente de reflexión corregido (errores removidos por la calibración),
- e_{00} : errores de directividad,
- e_{11} : errores de desadaptación,
- $e_{10}e_{01}$: respuesta de frecuencia.

Según el diagrama de la Figura 14-b el coeficiente de reflexión medido se obtiene mediante

$$\Gamma_m = \frac{b_0}{a_0} = \frac{e_{00} - \Delta_e \Gamma_c}{1 - e_{11} \Gamma_c}, \quad (43)$$

donde:

- Δ_e : determinante de la matriz de errores del adaptador, ($\Delta_e = e_{00}e_{11} - e_{01}e_{10}$),

entonces el coeficiente de reflexión corregido se calcula según

$$\Gamma_c = \frac{\Gamma_m - e_{00}}{e_{11}(\Gamma_m - e_{00}) + e_{01}e_{10}}. \quad (44)$$

Si se emplean tres estructuras cuyos coeficientes de reflexión ($\Gamma_i, i = 1, 2 \text{ y } 3$) sean bien conocidos, y a los cuales se les llamaría estándares de calibración, entonces pueden llegar a ser suprimidos los errores del sistema; lo anteriormente dicho se explica como

$$\Gamma_{m1} = e_{00} + \Gamma_{c1}\Gamma_{m1}e_{11} - \Gamma_1\Delta_e, \quad (45-a)$$

$$\Gamma_{m2} = e_{00} + \Gamma_{c2}\Gamma_{m2}e_{11} - \Gamma_1\Delta_e, \quad (45-b)$$

$$\Gamma_{m3} = e_{00} + \Gamma_{c3}\Gamma_{m3}e_{11} - \Gamma_1\Delta_e, \quad (45-c)$$

Utilizando estructuras que establezcan circuito abierto, corto circuito y carga acoplada, los errores sistemáticos pueden ser removidos y el analizador de redes vectorial queda listo para medir otros dispositivos de un solo puerto. Este es el principio de la técnica de calibración SOL (*short-open-load*) (Gaytan, 2012; CASCADE Microtech; Yoon, *et al.* 72). Cuando se hacen mediciones de dos puertos entonces estará implícita la transmisión de ondas de un puerto al otro, lo cual es aprovechado en las técnicas que utilizan reflexión y transmisión para el estudio de las propiedades de los materiales. Para este caso, la calibración se completa con una cuarta estructura que vincule a los dos puertos, este estándar es el “*through*” (Montoya, 2015).

3.4-Técnicas de medición de materiales

Las técnicas para la medición de materiales pueden ser clasificadas en resonantes y no resonantes. En el caso de las primeras, puede conseguirse con ellas un conocimiento de precisión haciendo el análisis a varias frecuencias discretas o una frecuencia que puede, o no, manejar un ancho de banda estrecho. Las técnicas no resonantes logran brindar información sobre el material bajo estudio en un amplio ancho de banda de frecuencias y de manera general (Chen *et al.* 2004). El uso combinado de ambas categorías de métodos puede brindar muchísima mayor información sobre el medio dieléctrico que se investiga.

Una vez que se envía la onda hacia la muestra, las técnicas no resonantes se pueden dividir entre las que deducen la permitividad del material a partir de la reflexión que este produce en un plano de referencia definido, y las que miden la reflexión junto con la transmisión. Con base en esto, se pueden tener ambientes de medición que implican la utilización de uno o de dos puertos para el análisis de materiales.

La técnica de línea de transmisión (Chen *et al.* 2004; Agilent, 2006; Janezic y Williams, 1997; Severo *et al.* 2017; Janezic y Jargon, 1999) es una técnica no resonante que tiene una configuración de medición de dos puertos y que se muestra en la Figura 15. En esta se pueden observar las regiones I, II y III, con longitudes

L_1 , L y L_2 respectivamente. L_1 y L_2 son las distancias desde los planos de referencia 1 y 2 a los puertos 1 y 2, respectivamente, mientras que L es la longitud que ocupa la muestra dentro de la línea de transmisión. Desde el puerto 1 ubicado en la región I llega el campo eléctrico a la muestra con E_{Inc} , de la parte que penetra en el material una se transmite hacia el puerto 2 situado en la región 2 con E_{Trans} y otra se disipa en el material debido a sus pérdidas. Finalmente, una porción del campo incidente es reflejada con E_{Refl} nuevamente al puerto 1. Ejemplos de la aplicación de esta técnica pueden ser encontrados en (Moolakuzhy, 2014; Leśnikowski, 2012; Liu *et al.* 2018).

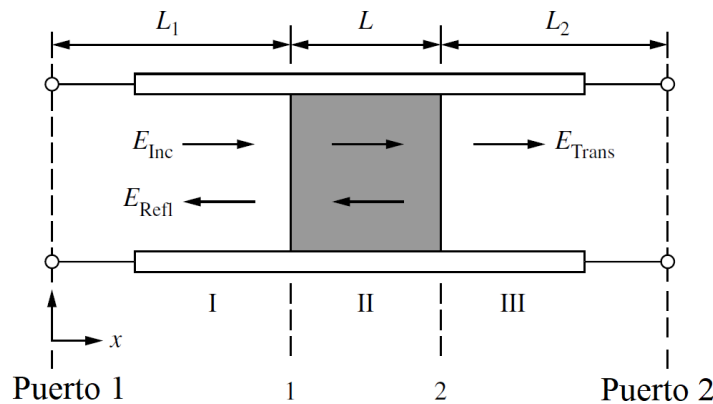


Figura 15. Técnica de medición de línea de transmisión (Chen *et al.* 2004).

La Figura 16 muestra la técnica de espacio libre (Chen *et al.* 2004; Skocik y Neumann, 2015), la cual también se clasifica como no-resonante. Aquí se muestran dos antenas, una transmisora y otra receptora, que van conectadas a los puertos de medición. En el centro de ambas se encuentra un soporte para sostener la muestra mientras se somete a la radiación en el espacio libre. Dos lentes colocadas en la apertura donde las antenas emiten sus ondas se emplean para enfocar la radiación de ambas sobre la muestra, ayudando de este modo a disminuir el efecto del ambiente de medición.

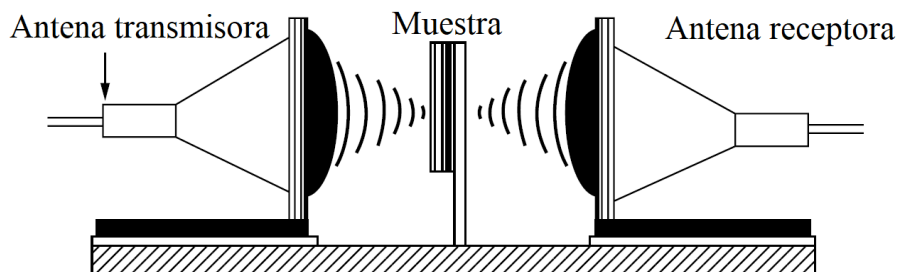


Figura 16. Técnica de medición de espacio libre (Chen *et al.* 2004).

El grosor del soporte de la muestra y las distancias entre las antenas, donde cada una debe ser ajustada por separado para que la onda incidente en la muestra sea plana y las propiedades del material sean obtenidas a partir de la medición de la reflexión y la transmisión a través del mismo. Ejemplos de aplicación de la técnica de espacio libre pueden encontrarse en (Ghodgaonkar *et al.* 1990; Nguyen y Shirai, 2017; Trabelsi y Nelson, 2003).

En el caso de las técnicas resonantes, se pueden encontrar aquí las categorías de métodos que miden la resonancia y los que observan cómo se perturba la resonancia ante la presencia de la muestra a medir. Para este tipo de métodos, la muestra puede también servir como resonador o como parte del mismo, el comportamiento del material se obtiene a partir de las propiedades del resonador (Chen *et al.* 2004; Agilent, 2006; Rubinger y Costa, 2007; Hernandez *et al.* 2014; Krupka *et al.* 1998). En los métodos de perturbación de la resonancia la muestra se introduce en una estructura resonante, y entonces las propiedades del material se obtienen a partir de los cambios en el comportamiento del dispositivo. Algunos de los dispositivos más utilizados como sensores son las estructuras dieléctricas, coaxiales y guías de ondas, permitiendo hacer mediciones de uno y de dos puertos (Chen *et al.* 2004; Lobato *et al.* 2010)

3.5-Técnica de prueba coaxial terminada en circuito abierto

La técnica de la prueba coaxial terminada en circuito abierto es de tipo no-resonante y se basa en la medición de la reflexión del campo E que se produce por la diferencia de impedancia entre el sensor y el material bajo prueba; el campo debe interactuar solamente con la muestra y debe desvanecerse por las pérdidas de esta (Agilent, 2006; Chen *et al.* 2004). En la Figura 17 se muestra el sensor coaxial dispuesto para realizar mediciones: en la Figura 17-a la sonda se encuentra midiendo un material sólido, con lo cual el sensor debe ser colocado en una superficie plana del material, mientras que en la Figura 17-b la sustancia es líquida y el sensor se encuentra inmerso en el material. También se puede observar en la Figura 17 que el sensor coaxial presenta un plano de tierra extendido (Baudry *et al.* 2006; Grant *et al.* 1989; Yeow *et al.* 2013). Esta variante se utiliza con el objetivo de asegurar que el campo reflejado sea captado por el plano de tierra de la sonda y que este no se desborde, de esta forma se asegura que toda la reflexión resultante de la interacción de la muestra con el campo E es medida. Ejemplo de otras modificaciones practicadas en el sensor coaxial con el objetivo de mejorar las mediciones son el empleo de puntas extendidas de manera que puedan insertarse en el material o con la geometría cambiada (Chen *et al.* 2004).

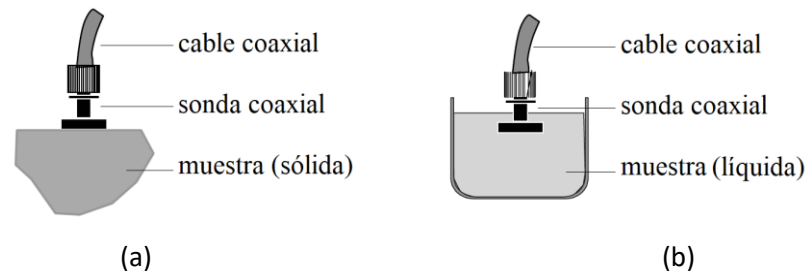


Figura 17. Técnica de medición prueba coaxial terminada en circuito abierto (Agilent, 2006).

Un error típico de medición es no asegurarse de que entre el sensor y el material no existan espacios con aire, ya que de suceder esto las líneas del campo estarían atravesando dos medios, con lo cual las reflexiones no dependen solamente del medio bajo estudio.

Varios investigadores han empleado esta técnica con diferentes fines. En (Nelson y Bartley, 1998) se realizaron mediciones de materiales pulverizados comenzando en los 200 MHz y extendiéndose hasta los 20 GHz, en (Abbas y Hamdoun, 2004) utilizaron una sonda coaxial pequeña para medir material adhesivo desde los 300 kHz hasta los 3 GHz, en (Daout *et al.* 2014) se utiliza una punta coaxial de 70 mm de longitud para medir concreto en el rango de frecuencias desde 50 MHz a 1.5 GHz, en (Popovic *et al.* 2005) se practica la medición de tejido biológico *in vivo* y *ex vivo* en el intervalo de 0.5 a 20-GHz, en (Boughriet *et al.* 1999) se caracterizan los líquidos metanol, propanol, butano y muestras de agua con diferente salinidad en el rango de 400 MHz a 20 GHz como parte de la caracterización de materiales necesarios para los sistemas de imágenes de microondas.

Algunos de los modelos desarrollados para la técnica de la sonda coaxial son el capacitivo (Athey, *et al.* 1982; Stuchly, *et al.* 1982), línea virtual (Ghannouchi y Bosisio. 1989), de la antena (Brady *et al.* 1981) y de función racional (Anderson *et al.* 1994). Sin embargo, por cuestiones de sencillez solo se explican el capacitivo y el de línea virtual.

3.5.1-Modelo capacitivo

La Figura 18-a muestra el esquema que describe a la técnica de la prueba coaxial utilizando el modelo capacitivo, donde se observa una sonda cuya conexión con el cable camino al analizador de redes vectorial

se encuentra en el plano $B-B'$, mientras que al final de la prueba coaxial, en el plano $A-A'$, se encuentra el material bajo prueba.

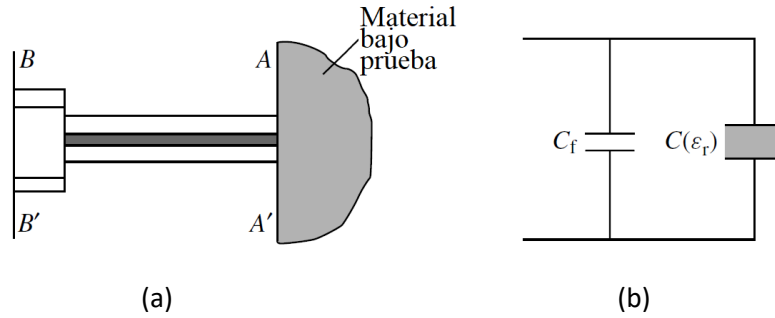


Figura 18. Técnica de sonda coaxial terminada en abierto, modelo capacitivo (Chen *et al.* 2004).

En la Figura 18-b se puede observar el circuito equivalente al escenario anterior en el plano de referencia $A-A'$, que es donde se desean obtener los parámetros S_{11} . Como se observa en (48), el modelo relaciona al coeficiente de reflexión medido con la capacitancia equivalente que se produce cuando la sonda es terminada con un material de permitividad compleja del material ϵ_r (Chen *et al.* 2004;).

$$\Gamma^* = \Gamma e^{j\phi} = \frac{1 - j\omega Z_0 [C(\epsilon_r) + C_f]}{1 + j\omega Z_0 [C(\epsilon_r) + C_f]} \quad (46)$$

donde:

- Γ^* : coeficiente de reflexión complejo medido,
- $e^{j\phi}$: término que plantea la fase exponencial compleja
- $C(\epsilon_r)$: capacitancia dependiente de la permitividad compleja del material, $C(\epsilon_r) = \epsilon_r C_0$,
 - C_0 y C_f capacitancias obtenidas a través del proceso de calibración del modelo.

Algunas sustancias cuyas propiedades son bien conocidas y han sido usualmente utilizadas para los procesos de calibración son el agua no-ionizada, el metanol y el etanol, entre otras. Finalmente, C_0 y C_f son calculadas a partir de las relaciones

$$C_0 = \frac{(1 - |\Gamma_{ec}^*|^2)}{\omega Z_0 (1 + 2|\Gamma_{ec}^*| \cos(\Phi_{ec}) + |\Gamma_{ec}^*|^2) \epsilon''_{ec}}, \quad (47-a)$$

$$C_f = \frac{-2|\Gamma_{ec}^*| \cdot \sin(\Phi_{ec})}{\omega Z_0 (1 + 2|\Gamma_{ec}^*| \cdot \cos(\Phi_{ec}) + |\Gamma_{ec}^*|^2)} - \varepsilon'_{ec} \cdot C_0, \quad (47-b)$$

donde:

- Γ_{ec}^* y Φ_{ec} : magnitud y fase de los parámetros de reflexión del estándar de calibración,
- ε'_{ec} y ε''_{ec} : partes real e imaginaria de la permitividad compleja del estándar de calibración.

Una vez calibrado el modelo, la permitividad de la muestra bajo estudio se calcula en términos del coeficiente de reflexión como muestra

$$\varepsilon_r = \frac{1 - \Gamma^*}{j\omega Z_0 C_0 (1 + \Gamma^*)} - \frac{C_f}{C_0}, \quad (48)$$

Si el modelo hubiera sido definido previamente en la interfaz $B-B'$ de la Figura 18, entonces la diferencia de fase entre dicho plano y el $A-A'$ debe ser calculada y tomada en cuenta, como lo muestra

$$\Gamma_{A-A'}^* = \Gamma_{B-B'}^* \cdot e^{j2\theta}, \quad (49)$$

donde:

- $2\theta = \Phi_{A-A'} - \Phi_{B-B'}$: camino de ida y regreso recorrido por la onda dentro de la sonda.

3.5.2-Modelo de línea virtual

Otro de los modelos desarrollados para la conversión de los parámetros de reflexión a valores de permitividad dieléctrica es el de línea virtual (Chen *et al.* 2004; Ghannouchi y Bosisio, 1989). Su diagrama se muestra en la Figura 19, aquí se observa el plano $B-B'$, que es donde se conecta la línea física al cable para que el analizador vectorial envíe el campo y mida la reflexión.

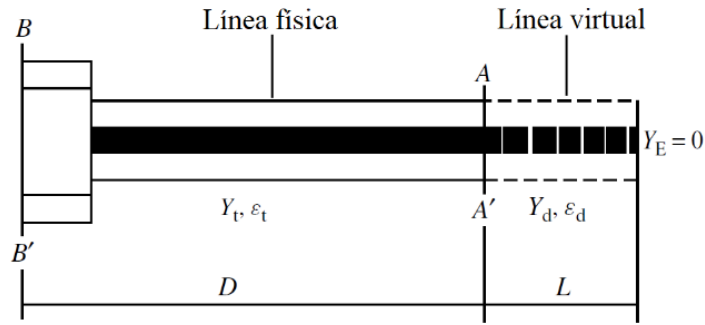


Figura 19. Técnica de sonda coaxial terminada en abierto, modelo de línea virtual (Chen *et al.* 2004).

La permitividad dieléctrica compleja de un material dieléctrico correspondiente al modelo de la línea virtual en función de sus parámetros de reflexión medidos se puede calcular mediante.

$$\varepsilon_d = \frac{-jc\sqrt{\varepsilon_t}}{2\pi fL} \cdot \frac{1-\Gamma_m e^{2j\beta_t D}}{1+\Gamma_m e^{2j\beta_t D}} \cdot \cot\left(\frac{2\pi fL\sqrt{\varepsilon_d}}{c}\right), \quad (50)$$

donde:

- c : velocidad de la luz, en metros por segundos ($c = 3 \times 10^8 \text{ m/s}$),
- Γ_m : coeficiente de reflexión medido en la interfaz A-A',
- β_t : constante de propagación de la sonda coaxial,
- D : longitud de la prueba coaxial,
- Y_t : admitancia característica de la sonda coaxial,
- ε_t : permitividad del dieléctrico de la línea coaxial, (usualmente Teflón, donde $\varepsilon = 2.1$).
- L : longitud de la línea virtual
- Y_d : admitancia característica de la línea virtual
- ε_d : permitividad de la línea virtual

- admitancia terminal $Y_E = 0$ (debido a que termina en circuito abierto)

El cálculo de D y de L se realiza mediante la calibración utilizando dos medios como estándares, en donde se lleva a cabo un proceso de iteración (Chen *et al.* 2004; Ghannouchi y Bosio, 1989) utilizando las expresiones

$$\Gamma_m e^{2j\beta_t D} = \frac{\rho + e^{-2j\beta_d L}}{1 + \rho e^{-2j\beta_d L}}, \quad (51-a)$$

$$\rho = \frac{\sqrt{\epsilon_t} - \sqrt{\epsilon_d}}{\sqrt{\epsilon_t} + \sqrt{\epsilon_d}}. \quad (51-b)$$

En los anexos de este trabajo de tesis se muestra el algoritmo de este método programado en MATLAB, así como una valoración de sus resultados.

3.6-Conclusiones del capítulo

En este capítulo fueron estudiados los parámetros de dispersión-S, los cuales relacionan ondas incidentes y reflejadas en los puertos de las redes. Empleando estos parámetros es posible caracterizar estructuras electrónicas en el rango de frecuencia de las microondas, aspecto que es muy difícil de desarrollar empleando parámetros matriciales como los de impedancia u otras que relacionen voltajes y corrientes en los puertos de la red. Estos parámetros de dispersión se miden con equipos analizadores de redes vectoriales, los cuales deben ser calibrados previamente para eliminar los errores sistemáticos, siempre presentes. Para analizar materiales, una vez calibrado el equipo, se selecciona una técnica que depende del tipo de conocimiento que se desea obtener del medio dieléctrico y de los recursos disponibles. Específicamente, en este capítulo fue descrita la técnica de sonda coaxial terminada en circuito abierto, por la facilidad en su utilización y porque será utilizada durante el desarrollo de esta tesis. Empleando esta técnica, se procede en el próximo capítulo a desarrollar el estudio del ron *Havana Club Añejo 3 años*, así como a las mezclas de este con etanol, metanol y agua no-ionizada.

Capítulo 4. Medición del ron y sus mezclas

4.1-Introducción

La permitividad es una propiedad de naturaleza compleja propia de los medios dieléctricos que se define como $\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon''$, es de tipo constitutiva y describe cómo influye un campo eléctrico sobre un material (Chen *et al.* 2004). La parte real ε' indica cuánta energía es capaz de absorber un material, mientras que la parte imaginaria ε'' muestra cuánta energía se disipa producto de la fricción de los dipolos cuando se orientan durante el proceso de polarización (García. 2008). Debido a que la permitividad dieléctrica depende totalmente de las características macroscópicas y/o microscópicas del material (Dios *et al.* 1998), entonces cada sustancia tendrá un valor de permitividad ε^* que la hace única; la caracterización del material por medio de la medición de su permitividad dieléctrica brindará entonces información útil. El proceso antes mencionado, se lleva a cabo asociando aspectos que definen al medio bajo estudio en su estado óptimo con un valor de permitividad dieléctrica. Debido a diversos factores (como manipulación del material y el tiempo, etc.) puede cambiar la composición del material y su manera de reaccionar ante un campo eléctrico. Se podrá afirmar entonces que un evento determinado tuvo lugar, y que este quedará relacionado con el nuevo valor de permitividad dieléctrica.

Como se mencionó previamente, la industria de fabricación de bebidas alcohólicas está sufriendo la adulteración de algunos de sus productos. Algunas de las sustancias empleadas en estos procesos son tóxicas para el consumo humano, pudiendo provocar malestares, enfermedades, ceguera y la pérdida de la vida. En el presente capítulo se le realizan varios estudios al ron *Havana Club Añejo 3 Años* para su caracterización mediante la medición de su permitividad dieléctrica y la de sus mezclas con metanol, etanol y agua en diferentes proporciones. Para las mediciones experimentales se utilizó la técnica de punta coaxial con terminación en abierto en el rango que va de los 300 MHz a 15 GHz.

4.2-Medición experimental

Un diagrama a bloques de la técnica de medición utilizada se muestra en la Figura 20, donde se puede apreciar una punta de prueba coaxial que en su interfaz *B-B'* está conectada a un analizador de redes vectorial a través de un cable coaxial. Se puede observar también en la Figura 20 que la sonda está sumergida en el líquido bajo prueba, cuya permitividad dieléctrica se desea obtener en el plano *A-A'*.

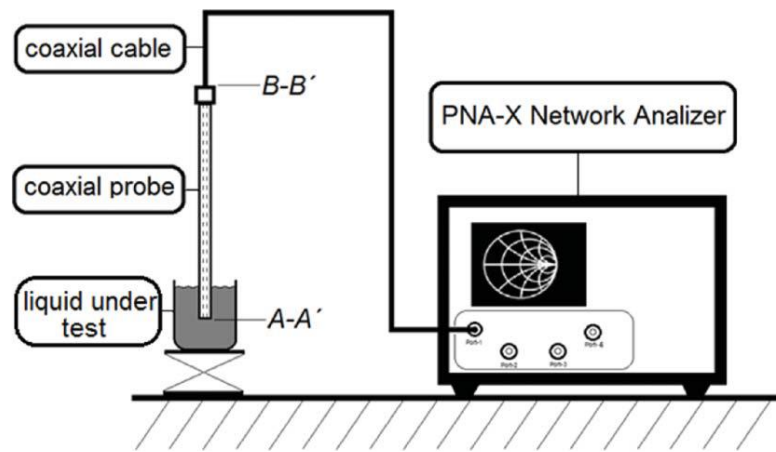


Figura 20. Arreglo experimental para la medición de la permitividad compleja de muestras líquidas (Rodríguez *et al.* 2018a).

El sistema utilizado está compuesto por los siguientes elementos:

- un analizador de redes vectorial modelo PNA-X que brinda un rango de frecuencias de operaciones desde los 10 MHz hasta los 50 GHz y mediciones de hasta cuatro puertos (serie N5245A),
- un cable coaxial de microondas flexible (serie 85070E-022),
- una punta de prueba coaxial de 200 mm de largo y 2.2 mm de diámetro que puede operar en un rango de temperatura desde 0°C hasta los +125°C (serie 85070-20037),
- un dispositivo de calibración haciendo la función de estándar cortocircuito,
- una herramienta computacional para transformar los parámetros de reflexión medidos S11 a los valores de permitividad dieléctrica compleja.

Una vez montado el sistema se llevó a cabo el proceso de calibración en dos etapas, el cual consistió en emplear la técnica SOL con los estándares *short-open-load* en la interfaz B-B' de la punta coaxial de la Figura 20. Posteriormente en el plano A-A' del sensor coaxial de la misma figura se aplicó la técnica SOL con los estándares *aire-cortocircuito-agua no-ionizada*. Para medir la muestra se acerca y aleja de la sonda coaxial de forma manual. El fabricante del equipamiento utilizado recomienda que la muestra líquida a estudiar debe ser no magnética ($\mu_r=1$), infinita en tamaño eléctricamente y de orientación uniforme y homogénea, esto es, isotrópica. La prueba coaxial debe estar insertada un mínimo de 5mm dentro del material, así como la misma distancia alrededor de su radio (Agilent, 2013).

Para obtener una lectura de datos, el frasco y su contenido fueron colocados de manera que la sonda coaxial quedara inmersa en la parte central de la muestra; cinco mediciones fueron realizadas por cada muestra bajo estudio. Entre cada medición y la siguiente (fuera de la misma muestra o una diferente) el frasco contenedor fue alejado del sensor. Antes de ser colocada nuevamente una muestra, se utilizaba papel absorbente para proceder con el secado de la punta coaxial. De esta forma la misma muestra era interpretada como una nueva para el analizador, y en caso de ser una diferente esta no se contaminaría con restos de la humedad que quedaba en la sonda. Finalmente, el resultado que se muestra en las gráficas correspondientes representa el promedio de las 5 mediciones obtenidas.

Para corroborar que el sistema de medición ofrece resultados acertados, se le realizaron mediciones de permitividad a sustancias cuyas propiedades electromagnéticas fueron medidas y reportadas previamente en la literatura (Gregory y Clarke, 2012) con el fin de hacer una comparación. Los materiales seleccionados fueron el metanol y el etanol a la temperatura promedio de 22.5 °C en el rango de frecuencias de 500 MHz hasta 5 GHz. Como se puede observar en las Figuras 21 (a y b), los datos graficados resultan en gran similitud, de tal manera que las mayores diferencias existentes en la medición del metanol son de 3.3% y 6.3% en ϵ' y ϵ'' respectivamente a la frecuencia de 5 GHz, mientras que para el etanol la mayor discrepancia es de 3.4% a 1.52 GHz en ϵ' y de 6.1% a 5 GHz en ϵ'' (Rodríguez *et al.* 2018a).

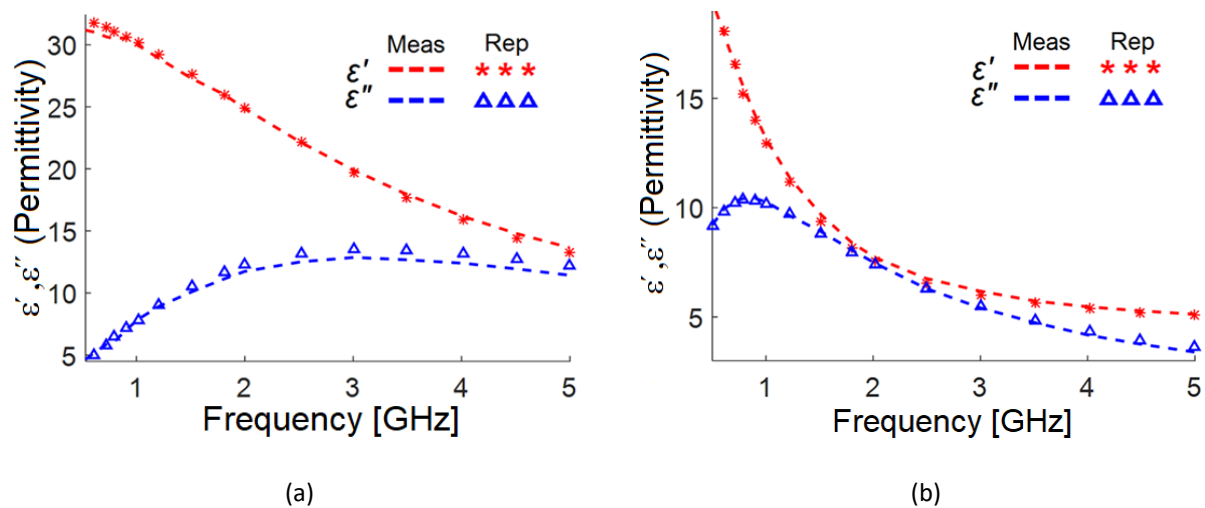


Figura 21. ϵ^* medida y reportada (Rodríguez *et al.* 2018a), (a): metanol y (b): etanol.

4.3-Medición de permitividad compleja en el ron y sus mezclas con metanol, etanol y agua no-ionizada

Utilizando el arreglo experimental descrito anteriormente, fueron realizados varios estudios de la permitividad dieléctrica en el ron de procedencia cubana y sus mezclas con metanol, etanol y agua no-ionizada en diferentes concentraciones, en donde el metanol y el etanol presentan un nivel de pureza $\geq 99\%$. En la nomenclatura perteneciente desarrollo de los experimentos, el ron puede ser llamado como matriz, mientras que, para referirse al metanol, al etanol y al agua se ha utilizado el término inclusión.

4.3.1-Distribución del cambio en la permitividad dieléctrica compleja de las muestras

En el primero de los experimentos las muestras fueron preparadas con un volumen de 40 mL y hasta un 20 % de concentración de metanol, etanol o agua en la mezcla. Las proporciones de las muestras de ron contaminado con las sustancias mencionadas, cuya temperatura estimada aproximadamente fue de 25 °C se exponen en la Tabla 1, la cual fue obtenida de (Rodríguez *et al.* 2016).

Tabla 1: Proporciones de las muestras medidas.

No. de muestra	Volumen de la sustancia 1*	Volumen de la sustancia 2*	Porcentaje de la inclusión
1	40 de ron	0	0
2	38 de ron	2 de metanol	5
3	36 de ron	4 de metanol	10
4	34 de ron	6 de metanol	15
5	32 de ron	8 de metanol	20
6	38 de ron	2 de etanol	5
7	36 de ron	4 de etanol	10
8	34 de ron	6 de etanol	15
9	32 de ron	8 de etanol	20
10	38 de ron	2 de agua	5
11	36 de ron	4 de agua	10
12	34 de ron	6 de agua	15
13	32 de ron	8 de agua	20

* El volumen se presenta en mililitros-[mL],

Antes de efectuar las mediciones, el sistema fue calibrado para el rango de frecuencias desde 300 MHz hasta los 15 GHz en dos etapas:

- en la interfaz $B-B'$ de la punta de prueba mostrada en la Figura 20 se aplicó la técnica SOL con los estándares *short-open-load*,
- en el plano $A-A'$ del sensor coaxial mostrado en la Figura 20, se empleó la técnica SOL utilizando como *abierto* al aire, como *cortocircuito* al propio estándar y como *carga* el agua no-ionizada.

El objetivo principal de este estudio fue distinguir un ron genuino de otros contaminados con metanol, etanol y agua realizando la medición de la permitividad dieléctrica; estos resultados son presentados en las Figuras 22, 23 y 24 respectivamente. Los puntos señalados en dichas figuras marcan la región de frecuencia donde la diferencia de valor permitividad entre el ron original y los contaminados es mayor, definiéndose zonas frecuenciales (dependiendo del líquido adicionado al ron) donde las discordancias de permitividad dieléctrica son máximas.

La zona de frecuencia obtenida en la Figura 22-a para la parte real se encuentra de 2.9 a 3.3 GHz y en la Figura 22-b entre 9.4 GHz y 9.7 GHz en la parte imaginaria para las mezclas con 10%, 15% y 20%. Para las mezclas con mayor contenido de etanol se detecta en la Figura 23-a que el intervalo de mayores diferencias está entre los 3.2 y 3.3 GHz y alrededor de los 9.416 GHz para la Figura 23-b.

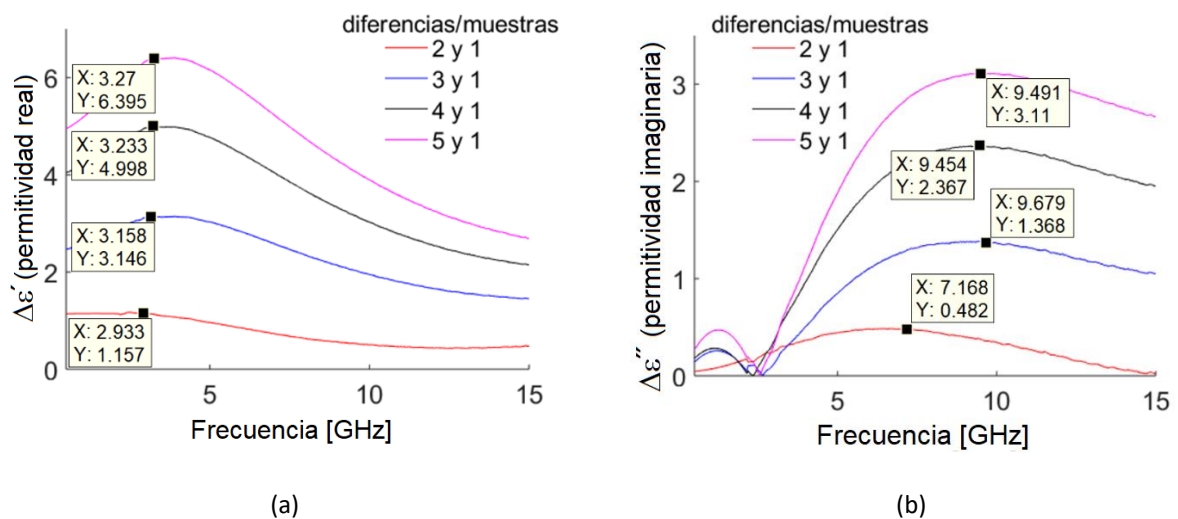


Figura 22. Diferencias de permitividad entre el ron original y las mezclas de ron con metanol, (a): parte real de la permitividad y (b): parte imaginaria de la permitividad

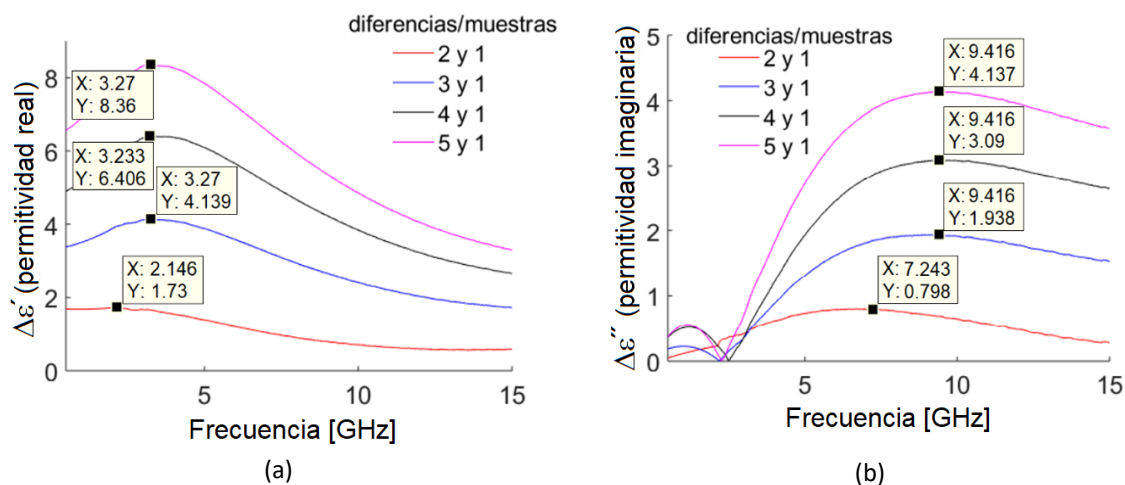


Figura 23. Diferencias de permitividad entre el ron original y las mezclas de ron con etanol, (a): parte real de la permitividad y (b): parte imaginaria de la permitividad

En la Figura 24, las zonas de frecuencia donde existe una mayor diferencia son de 4.9 a 5.2 GHz para la parte real y entre 14.7 y 15 GHz para la parte imaginaria. Se puede observar que para las mezclas con alcoholes los rangos de frecuencias donde la diferencias de permitividad son mayores son muy parecidos. En ambos casos la diferencia encontrada cuando la mezcla corresponde al 5% se desplazó hacia un valor de frecuencia más bajo, lo cual se explica por ser la más parecida con el ron y, por tanto, la más difícil de detectar.

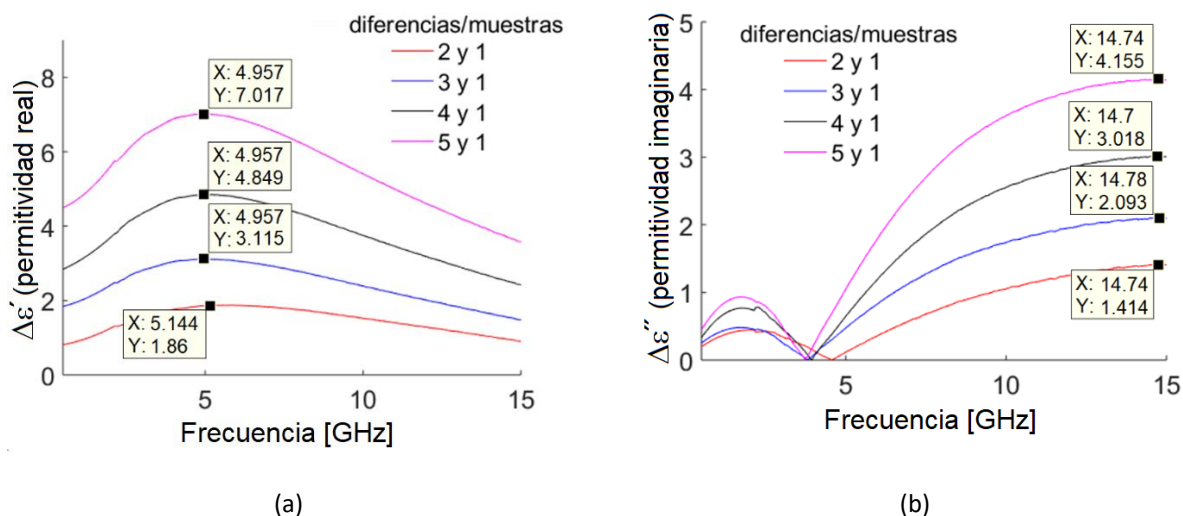


Figura 24. Diferencias de permitividad entre el ron original y las mezclas de ron con agua, (a): parte real de la permitividad y (b): parte imaginaria de la permitividad

4.3.2-Espectro de relajación de las muestras

Un nuevo experimento se realiza con las sustancias y mezclas de ron con metanol, etanol y agua no-ionizada en el rango de frecuencias de 500 MHz a 15GHz. Se formaron y etiquetaron mezclas con un volumen de 20 mL y hasta un nivel de concentración para la sustancia que constituye la inclusión $X \leq 0.15$ (15%), la descripción y composición de los líquidos bajo prueba (*LUT: Liquid Under Test*) se proporcionan en la Tabla 2, obtenida de (Rodríguez *et al.* 2018a). La nomenclatura de la Tabla 2 (la cual será seguida a lo largo de la descripción del experimento) identifica a las sustancias base (sin mezclar) de la siguiente manera: al ron se le asignó la letra *R*, mientras que el metanol, el etanol y el agua no-ionizada son referidos con las letras *A*, *B* y *C* respectivamente. Las mezclas del ron con cada inclusión son denotadas con la letra de la inclusión y el índice de concentración en la composición como subíndice. El estudio dieléctrico de estas muestras se llevó a cabo en un ambiente de temperatura controlada de 22.5°C, mientras que los líquidos bajo prueba se midieron una temperatura de 22 °C con la ayuda de un termómetro convencional. De igual manera que en el experimento descrito anteriormente, se le practican 5 mediciones a cada muestra y se calcula el promedio. En la Figura 25 se puede observar un tubo de polipropileno que contiene una de las muestras líquidas con el sensor de prueba coaxial inmerso aproximadamente a una distancia de 1.5 cm.

Tabla 2: Composición de las muestras para el estudio

<i>LUT</i>	<i>Sustancia 1*</i>	<i>Sustancia 2*</i>	<i>X</i>
R	20 ron	-	0
A	20 metanol	-	0
B	20 etanol	-	0
C	20 agua	-	0
<i>A</i> ₀₅	*19 ron	*1 metanol	0.05
<i>A</i> ₁₀	*18 ron	*2 metanol	0.10
<i>A</i> ₁₅	*17 ron	*3 metanol	0.15
<i>B</i> ₀₅	*19 ron	*1 etanol	0.05
<i>B</i> ₁₀	*18 ron	*2 etanol	0.10
<i>B</i> ₁₅	*17 ron	*3 etanol	0.15
<i>C</i> ₀₅	*19 ron	*1 agua	0.05
<i>C</i> ₁₀	*18 ron	*2 agua	0.10
<i>C</i> ₁₅	*17 ron	*3 agua	0.15

* El volumen se presenta en mililitros-[mL]

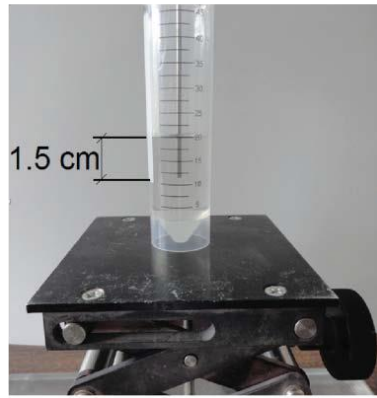


Figura 25. Punta coaxial inmersa dentro del material bajo prueba (Rodríguez *et al.* 2018a).

Después de calibrar el sistema como en el experimento anterior, los primeros líquidos en ser medidos fueron los líquidos base, cuya permitividad dieléctrica compleja muestra en la Figura 26. La permitividad dieléctrica del agua en su parte real es mayor que la del resto de los líquidos en todo el rango de frecuencias medido, mientras que en su parte imaginaria comienza siendo la menor a frecuencias bajas y va aumentando hasta volverse mayor que la del resto.

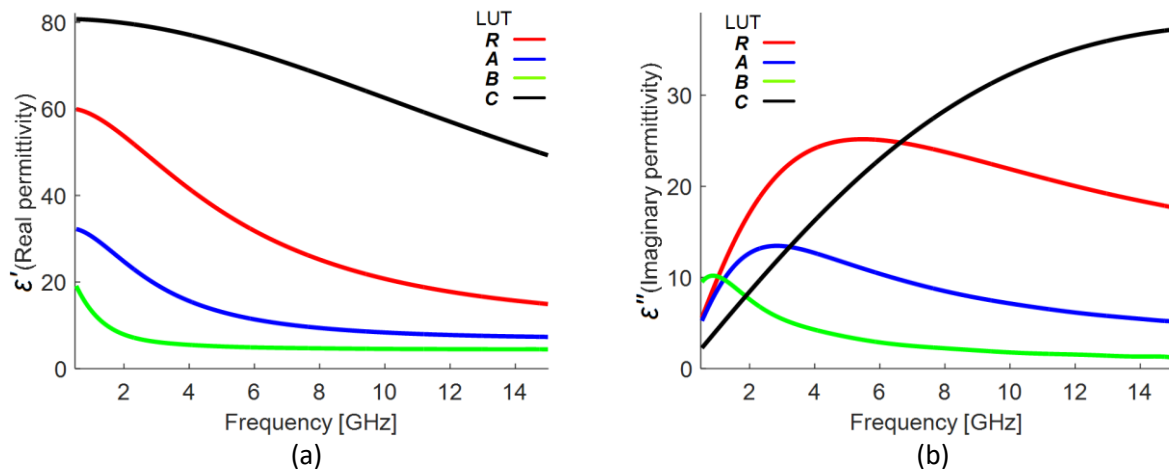


Figura 26. Permitividad dieléctrica medida para los LUT's R, A, B y C (Rodríguez *et al.* 2018a), (a): parte real y (b): parte imaginaria.

Se puede notar en la Figura 26 que el etanol es la sustancia de menor valor de permitividad dieléctrica tanto en la parte real como en la imaginaria, mientras que el ron presenta mayores valores de permitividad que el metanol y menores que los del agua.

La Figura 27 muestra el espectro de relajación Cole-Cole medido y modelado para los LUT's R, A, B y C, debido al grado de pureza de las tres últimas, estas fueron ajustadas utilizando el modelo de Debye.

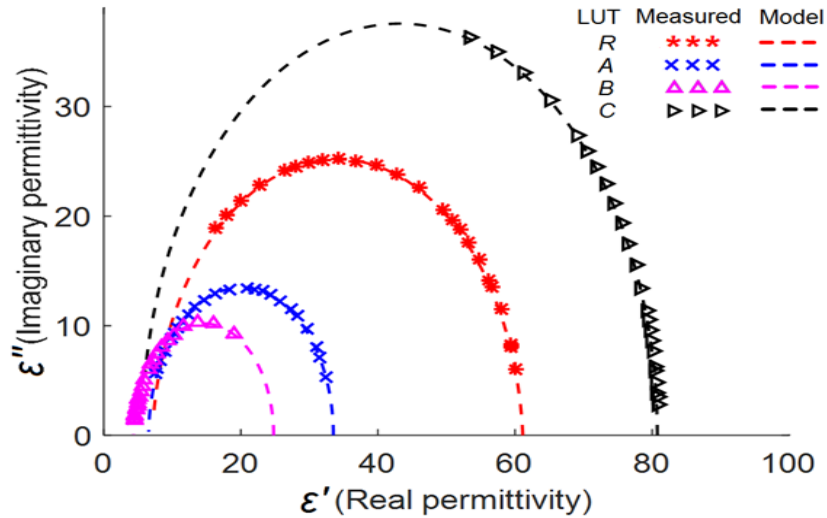


Figura 27. Espectros de permitividad compleja medidos y modelados (Rodríguez *et al.* 2018a).

El ajuste mediante el modelo Debye

- i. se determinan las coordenadas del punto donde tiene lugar el mecanismo de relajación (punto de la Figura 28 marcado con una X en color rojo), las coordenadas son $(\epsilon'_r; \epsilon''_r)$ y dependen de f_r ,
- ii. se calcula el tiempo de relajación como

$$\tau = 1/(2\pi f_r), \quad (52)$$

- iii. en base a la geometría de la Figura 28 se calculan la permitividad estática $\epsilon_s = \epsilon'_r + \epsilon''_r$ y la permitividad de muy alta frecuencia $\epsilon_\infty = \epsilon'_r - \epsilon''_r$,
- iv. se ajusta la permitividad compleja utilizando el modelo Debye (32).

Debido a las varias etapas de fabricación del ron donde varios componentes pueden contribuir a su mecanismo de relajación, se asume que este constituye una mezcla en sí mismo. La permitividad dieléctrica del ron y todas las mezclas fue ajustada mediante el modelo Cole-Cole (33). La descripción del proceso seguido se apoya en la Figura 28.

Se debe tomar en cuenta que el diagrama Cole-Cole no es más que un semicírculo cuyo centro se encuentra desplazado hacia la dirección negativa del eje de ϵ'' , por lo tanto, los puntos del contorno equidistan del centro desplazado y constituyen radios:

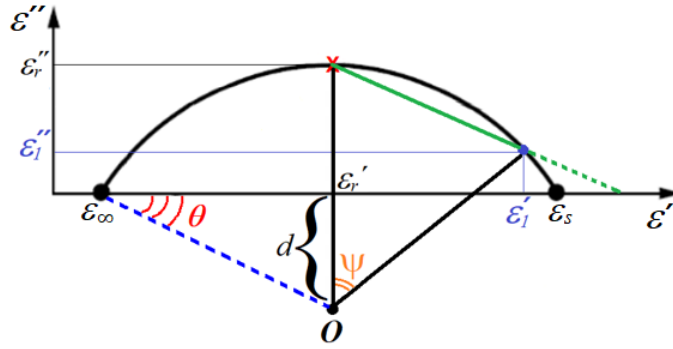


Figura 28. Descripción para el ajuste utilizando el modelo Cole-Cole.

- i. de la medición, determinar ε'_r , ε''_r y f_r (punto de la Figura 28 marcada con una X en color rojo)
- ii. calcular el tiempo de relajación τ mediante (52),
- iii. se eligió un punto cualquiera en el contorno, como el punto azul de la Figura 28, que se encuentra en la frecuencia antes del punto de relajación, y sus coordenadas son $(\varepsilon'_1; \varepsilon''_1)$,
- iv. tomando los puntos de relajación y el que acaba de ser elegido, así como el centro del semicírculo se forma un triángulo isósceles y se calcula la longitud del lado diferente de dicho triángulo según:

$$LD = \sqrt{(\varepsilon'_1 - \varepsilon'_r)^2 + (\varepsilon''_1 - \varepsilon''_r)^2}, \quad (53)$$

- v. se calcula el ángulo de inclinación de este lado diferente mediante su pendiente:

$$m_{LD} = \frac{\varepsilon''_1 - \varepsilon''_r}{\varepsilon'_1 - \varepsilon'_r}, \quad (54)$$

- vi. por geometría, se calcula la amplitud del ángulo diferente del triángulo isósceles, Ψ en la Figura 28:

$$\Psi = 180 - 2 \cdot [90 + \tan^{-1}(m_{LD})], \quad (55)$$

- vii. se calcula la longitud del radio del semicírculo (lados iguales del triángulo isósceles) aplicando la ley de senos:

$$r = \frac{LD \cdot \sin[90 + \tan^{-1}(m_{LD})]}{\sin(\Psi)}, \quad (56)$$

- viii. por la geometría del modelo se calcula $d = r - \varepsilon''_r$,
- ix. en el triángulo $\triangle O\varepsilon_\infty\varepsilon'_r$ se calcula el cateto del lado $\overline{\varepsilon_\infty\varepsilon'_r}$ por el teorema de Pitágoras
- $$\overline{\varepsilon_\infty\varepsilon'_r} = \sqrt{r^2 - d^2}, \quad (57)$$
- x. por geometría se calculan $\varepsilon_s = \varepsilon'_r + \overline{\varepsilon_\infty\varepsilon'_r}$ y $\varepsilon_\infty = \varepsilon'_r - \overline{\varepsilon_\infty\varepsilon'_r}$,
- xi. se calcula α mediante (34-b): $\alpha = \frac{2 \cdot \theta}{\pi} = \frac{2 \cdot \tan^{-1}(d/\overline{\varepsilon_\infty\varepsilon'_r})}{180}$,
- xii. se ajusta la permitividad dieléctrica utilizando el modelo de (33)

Para que puedan ser obtenidos los parámetros de relajación se recomienda que la permitividad dieléctrica de materiales se mida hasta valores de frecuencia superior al de la relajación. En la Tabla 3, tomada de (Rodríguez *et al.* 2018a), se encuentran reportados las características de relajación de todas las muestras medidas en este experimento.

Tabla 3: Parámetros de relajación de las muestras analizadas

<i>LUT</i>	ε_s	ε''_r	ε_∞	τ^*	f_r^{**}	$1 - \alpha$
<i>R</i>	61.13	25.18	7.08	29.12	5.47	0.9550
<i>A</i>	33.50	13.47	6.57	55.72	2.86	-
<i>B</i>	24.79	10.21	4.37	184.53	0.86	-
<i>C</i>	80.75	37.57	5.62	8.75	18.19	-
<i>A</i> ₀₅	60.35	24.86	7.03	30.11	5.29	0.9558
<i>A</i> ₁₀	58.39	23.98	7.25	31.18	5.10	0.9592
<i>A</i> ₁₅	57.85	23.71	7.24	32.09	4.96	0.9586
<i>B</i> ₀₅	59.38	24.34	6.78	30.53	5.21	0.9508
<i>B</i> ₁₀	57.41	23.38	6.88	32.33	4.92	0.9507
<i>B</i> ₁₅	55.28	22.36	7.22	34.63	4.60	0.9544
<i>C</i> ₀₅	62.46	25.85	6.91	27.82	5.72	0.9543
<i>C</i> ₁₀	63.55	26.34	6.89	26.64	5.97	0.9537
<i>C</i> ₁₅	64.60	26.89	6.92	25.26	6.30	0.9555

* El tiempo de relajación se presenta en picosegundos-[ps].

** La frecuencia se presenta en gigahertz-[GHz].

Se puede notar que en el caso del agua la frecuencia relajación reportada está por encima de los 15 GHz, aquí se llevaron a cabo procesos de ajustes de curvas con métodos de interpolación hasta lograr concordancia entre el Cole-Cole de la medición y el modelado Debye que se estaba desarrollando. Los parámetros ε''_r y f_r , que fueron obtenidos directamente de la medición, disminuyen para los casos de las mezclas con los LUT's A_{05} - A_{15} y B_{05} - B_{15} , mientras que aumentan para los C_{05} - C_{15} ; el tiempo de relajación cambia su valor de manera contraria al de la frecuencia. Los casos de ε_s , ε_∞ y $[1 - \alpha]$ fueron calculados mediante el modelado Cole-Cole, en donde la permitividad estática disminuye para los LUT's desde el A_{05} hasta el B_{15} mientras que aumenta para las mezclas con agua no-ionizada. El exponente $[1 - \alpha]$ se reporta en la Tabla 3 según se obtuvieron sus valores mediante el análisis antes expuesto.

Las Figuras 29, 30 y 31 muestran los resultados de la medición de la permitividad dieléctrica de todas las mezclas que fueron elaboradas. Para las mezclas con los alcoholes, se puede notar en las Figuras 29 y 30 que los valores de ε' y ε'' decrecen a medida que se incrementaron las concentraciones de metanol y etanol.

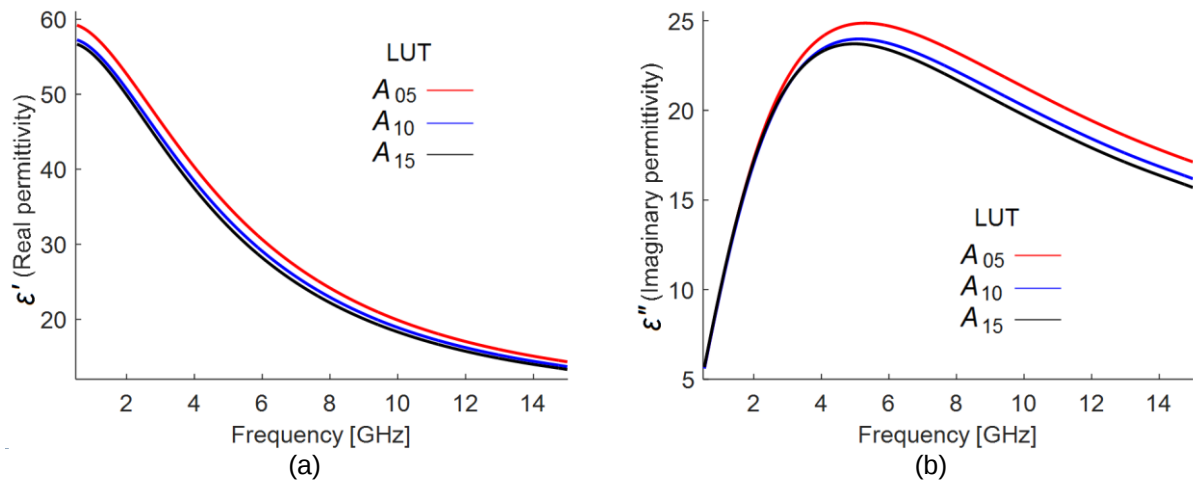


Figura 29. Permitividad dieléctrica medida para los LUT's desde A_{05} - A_{15} (Rodríguez *et al.* 2018a), (a): parte real y (b): parte imaginaria.

En la Figura 31-a, el aumento en los valores de permitividad real viene relacionado con que la cantidad de agua dentro de la mezcla se fue haciendo mayor. En la Figura 31-b se presenta una disminución de la ε'' cuando aumentó el contenido de agua hasta aproximadamente la frecuencia de 3.58 GHz, a partir de aquí las curvas de permitividad se cruzan y comienza a observarse el aumento de la permitividad a medida que se incrementa la cantidad de agua en los LUT's C_{05} - C_{15} .

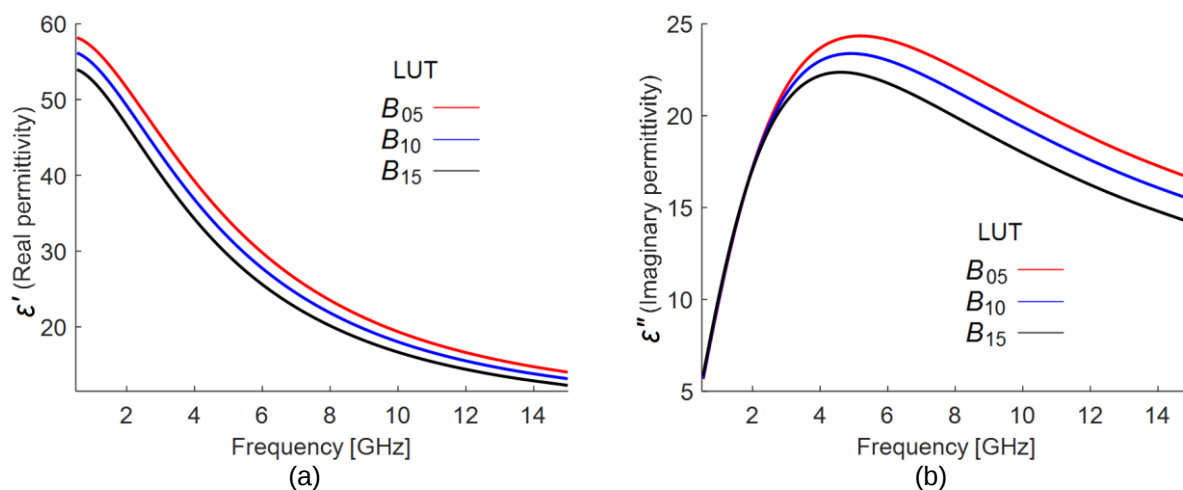


Figura 30. Permitividad dieléctrica medida para los LUT's desde B_{05} – B_{15} (Rodríguez *et al.* 2018a), (a): parte real y (b): parte imaginaria.

En la Figura 32 se muestran las curvas Cole-Cole de la medición y los ajustes de cada composición, pudiéndose notar en las Figuras 32 (a y b), cómo la permitividad dieléctrica disminuye para las mezclas con alcoholes, mientras que la Figura 32-c muestra su aumento para las soluciones con el agua.

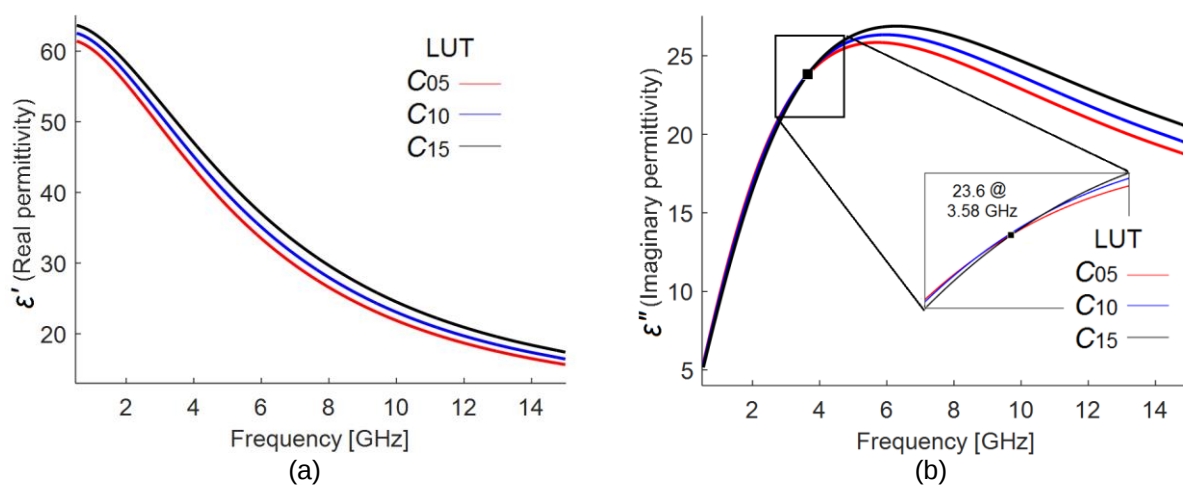


Figura 31. Permitividad dieléctrica medida para los LUT's desde C_{05} – C_{15} (Rodríguez *et al.* 2018a), (a): parte real y (b): parte imaginaria.

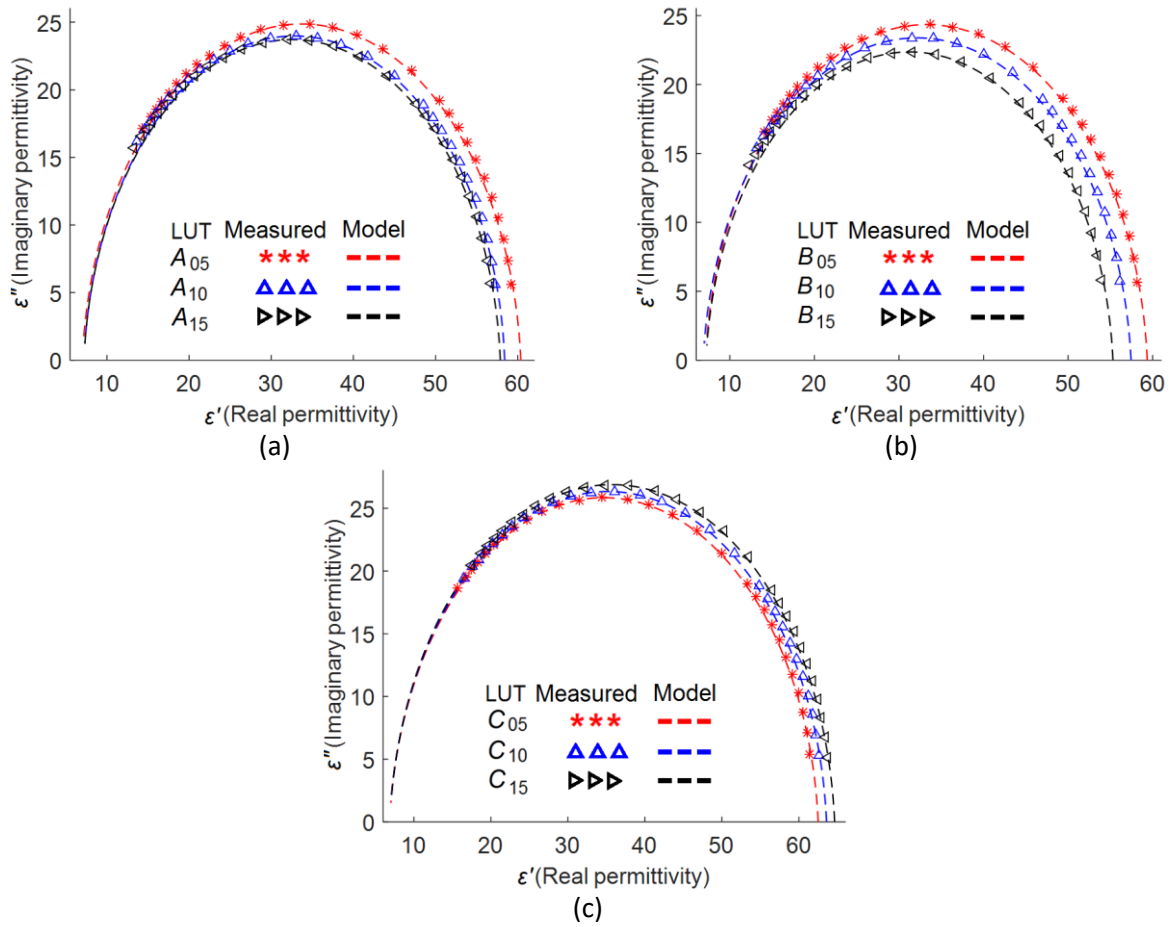


Figura 32. Espectro de las mezclas medidas y sus correspondientes modelos de relajación Cole-Cole usando (33) (Rodríguez *et al.* 2018a), (a): LUT's A_{05} , A_{10} y A_{15} (b): LUT's B_{05} , B_{10} y B_{15} y (c): LUT's C_{05} , C_{10} y C_{15} .

4.3.3-Modelado dieléctrico de las mezclas en baja concentración

Una vez obtenidos los parámetros de relajación reportados en la Tabla 3, un modelado de estos fue llevado a cabo mediante la utilización de polinomios dentro del rango $0 \leq X \leq 0.15$, el cual se considera nivel bajo (Tuncer *et al.* 2001). En la Figura 33 se muestran las gráficas que ilustran cómo cambian parámetros ϵ_s , ϵ_∞ y ϵ''_r respecto al índice de concentración de la mezcla; se observa que ϵ_s y ϵ''_r siguen una tendencia de cambio lineal. Las mezclas con metanol y etanol exhiben pendientes negativas para ϵ_s y ϵ''_r siendo las de etanol los valores más bajos, mientras que las mezclas con agua muestran pendientes positivas para los parámetros mencionados.

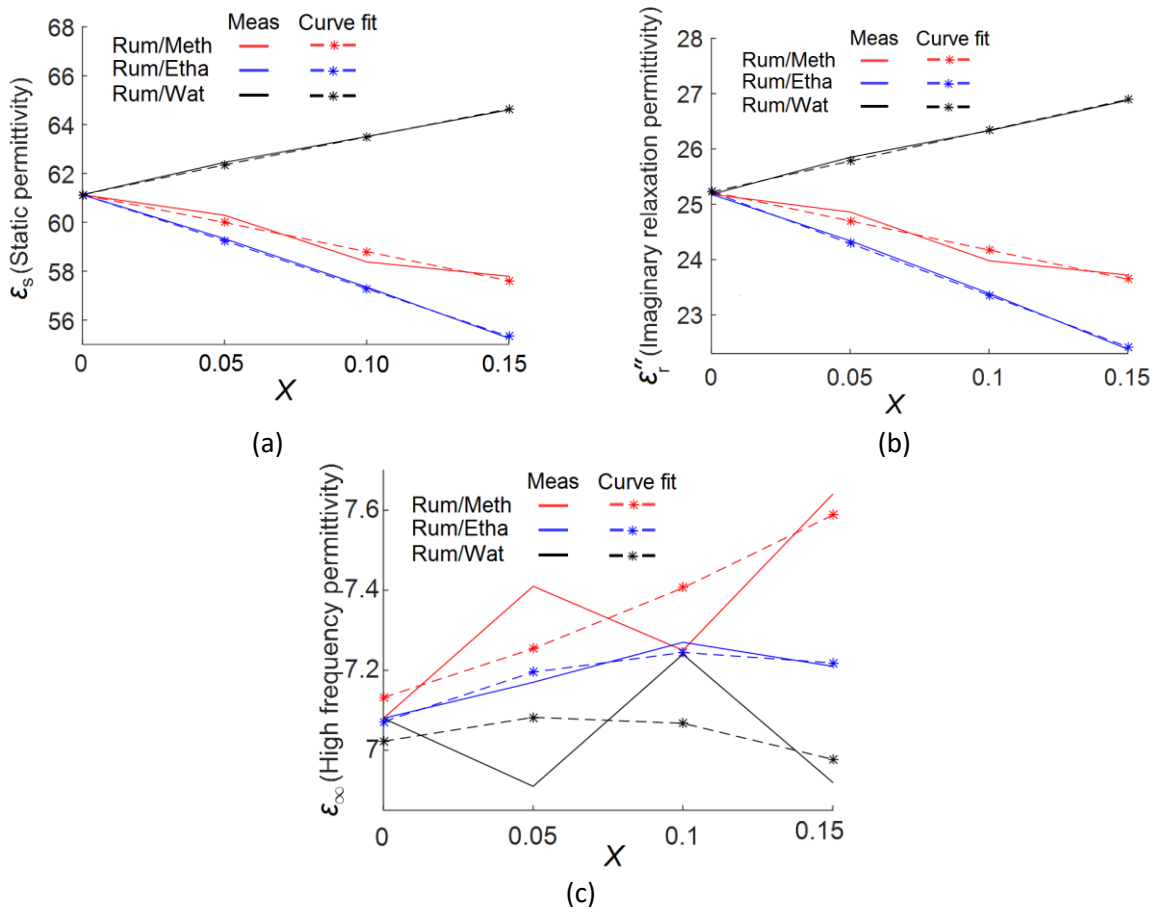


Figura 33. Parámetros de relajación dieléctrica de las muestras (Rodríguez *et al.* 2018a), (a): ϵ_s , (b): ϵ''_r y (c): ϵ_∞ .

Los resultados plasmados en la Figura 33-c muestra un comportamiento no-lineal que es atribuido principalmente a dos razones:

- i. la distribución de ϵ^* a muy alta frecuencia es no-lineal, a partir de datos reportados en (Smith *et al.* 1997) se determina cuáles muestras con diferentes niveles de concentración de agua y metanol exhiben una tendencia parabólica para ϵ_∞ ,
- ii. existen componentes de relajación de órdenes superiores a frecuencias muy altas (Sato y Buchner, 2004); sin embargo, como la contribución de estas es pequeña y se espera que su influencia tenga lugar a frecuencias por encima de los 15 GHz, entonces no son tomadas en cuenta en el modelo de (33), se incurre de esta forma en diferencias en comparación con los parámetros de relajación de frecuencia más baja: ϵ_s y ϵ''_r .

Debe agregarse a toda esta explicación que la desviación en la preparación de las muestras puede considerarse como una fuente de incertidumbre; sin embargo, la variación bien definida en ε_s y ε''_r pone en evidencia que representa una contribución menor para la caracterización. Los parámetros ε_s y ε''_r fueron modelados utilizando polinomios de la forma $ax + b$, mientras que para ε_∞ se adoptaron polinomios de segundo orden $y = ax^2 + bx + c$. Los coeficientes correspondientes a cada polinomio obtenido en el ajuste de los parámetros modelados se reportan en la Tabla 4, tomada de (Rodríguez *et al.* 2018a).

Tabla 4: Coeficientes de los modelos polinomiales para ε_s , ε''_r y ε_∞ :

Parámetro	Ron / Metanol	Ron / Etanol	Ron / Agua
ε_s	$a=-23.86, b=61.18$	$a=-39.18, b=61.206$	$a=22.94, b=61.02$
ε_r	$a=-10.52, b=25.224$	$a=-18.7, b=25.225$	$a=11.16, b=25.223$
ε_∞	$a=6, b=2.14, c=7.132$	$a=-15, b=3.23, c=7.07$	$a=-15, b=1.95, c=7.0225$

A partir de lo anterior, se propone un método predictivo de la permitividad dieléctrica compleja para las mezclas de ron con metanol, etanol y agua no-ionizada en baja concentración, el cual está basado en el empleo de los polinomios reportados en la Tabla 4. Como la permitividad se calcula utilizando (33), el exponente $[1 - \alpha]$ del producto $(j\omega\tau)$ en el denominador del segundo término debe ser calculado. Para esto debe observarse la Figura 34, donde la X en color rojo marca el punto donde tiene lugar el fenómeno de relajación de una mezcla cuya permitividad dieléctrica compleja se genera hipotéticamente mediante la técnica que se propone en este trabajo. El punto O de coordenadas $(\varepsilon'_r; -d)$ es el centro del semicírculo del modelo Cole-Cole correspondiente. Las distancias desde O a los puntos $(\varepsilon_\infty; 0)$ y $(\varepsilon'_r; \varepsilon''_r)$ constituyen los radios del semicírculo al mismo tiempo que son los lados iguales del triángulo isósceles $\triangle O\varepsilon''_r\varepsilon_\infty$. Se desea calcular el ángulo θ , para relacionarlo con el término $[1 - \alpha]$ según (34-b). Al punto de coordenadas $(\varepsilon'_r; 0)$ se le denominó "Q" en la Figura 34. El procedimiento se describe a continuación:

- i. se elige el nivel de concentración que tendrá la mezcla que será concebida: $(0 \leq X \leq 0.15)$,
- ii. se evalúan los polinomios reportados para obtener los parámetros de la mezcla del ron con una de las inclusiones: $\varepsilon_s, \varepsilon''_r$ y ε_∞ ,

- iii. se calcula el ángulo $\beta = \tan^{-1} \left[\frac{Q \varepsilon_s}{Q \varepsilon_r} \right] = \tan^{-1} \left[\frac{\varepsilon_s - \frac{\varepsilon_s + \varepsilon_\infty}{2}}{\varepsilon_r} \right]$,
- iv. se calcula el ángulo $\varphi = \tan^{-1} \left[\frac{Q \varepsilon_r}{Q \varepsilon_s} \right] = \tan^{-1} \left[\frac{\varepsilon_r}{\varepsilon_s - \frac{\varepsilon_s + \varepsilon_\infty}{2}} \right]$,
- v. se calcula el ángulo $\theta = \beta - \varphi = \tan^{-1} \left[\frac{\varepsilon_s - \frac{\varepsilon_s + \varepsilon_\infty}{2}}{\varepsilon_r} \right] - \tan^{-1} \left[\frac{\varepsilon_r}{\varepsilon_s - \frac{\varepsilon_s + \varepsilon_\infty}{2}} \right]$,
- vi. se sustituye en (34-b) y se calcula el exponente como:

$$[1 - \alpha] = \left[1 - \frac{2\theta}{\pi} \right] = \left[1 - \frac{2 \left(\tan^{-1} \left[\frac{\varepsilon_s - \frac{\varepsilon_s + \varepsilon_\infty}{2}}{\varepsilon_r} \right] - \tan^{-1} \left[\frac{\varepsilon_r}{\varepsilon_s - \frac{\varepsilon_s + \varepsilon_\infty}{2}} \right] \right)}{180} \right],$$

- vii. se calcula la permitividad dieléctrica compleja de una mezcla de ron con metanol, etanol o agua no-ionizada a baja concentración utilizando (33).

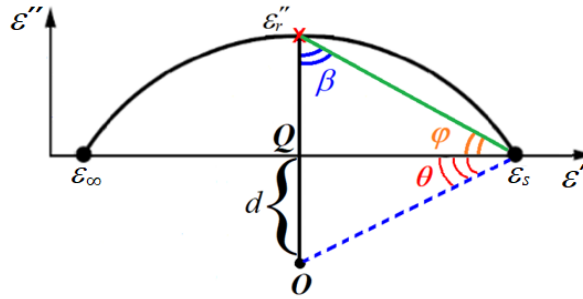


Figura 34. Análisis de la obtención del término $[1 - \alpha]$ para la técnica que se propone.

La técnica que se propone se comparó con el método de teoría de permitividad compleja de mezclas binarias reportado en la literatura propuesto por Steeman y Maurer (1990), el cual se define mediante

$$\varepsilon_m = \varepsilon_1 \frac{2\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + 2X(\varepsilon_2 - \varepsilon_1)}{2\varepsilon_1 + \varepsilon_2 - X(\varepsilon_2 - \varepsilon_1)}, \quad (58)$$

donde:

- ε_m : permitividad dieléctrica compleja resultante en la composición binaria,

- ε_1 : permitividad de la sustancia matriz,
- ε_2 : permitividad de la sustancia catalogada como inclusión,
- X : índice de concentración.

El método permite determinar la permitividad compleja de una mezcla binaria utilizando las permitividades de las sustancias que forman la composición y el nivel de concentración de la sustancia denotada como inclusión en la mezcla final (Steeman y Maurer, 1990). En (Tuncer *et al.* 2001) se estudiaron varios métodos que también plantean una solución analítica para el cálculo de la permitividad de mezclas binarias. La ecuación de Steeman y Maurer se tomó como referencia en este trabajo de tesis debido a que fue la que presentó mayor precisión para mezclas con baja concentración. Si la mezcla tiene componentes no conductores, (58) es adecuada para analizar condiciones estáticas y cuando el campo depende de la frecuencia (Steeman y Maurer, 1990).

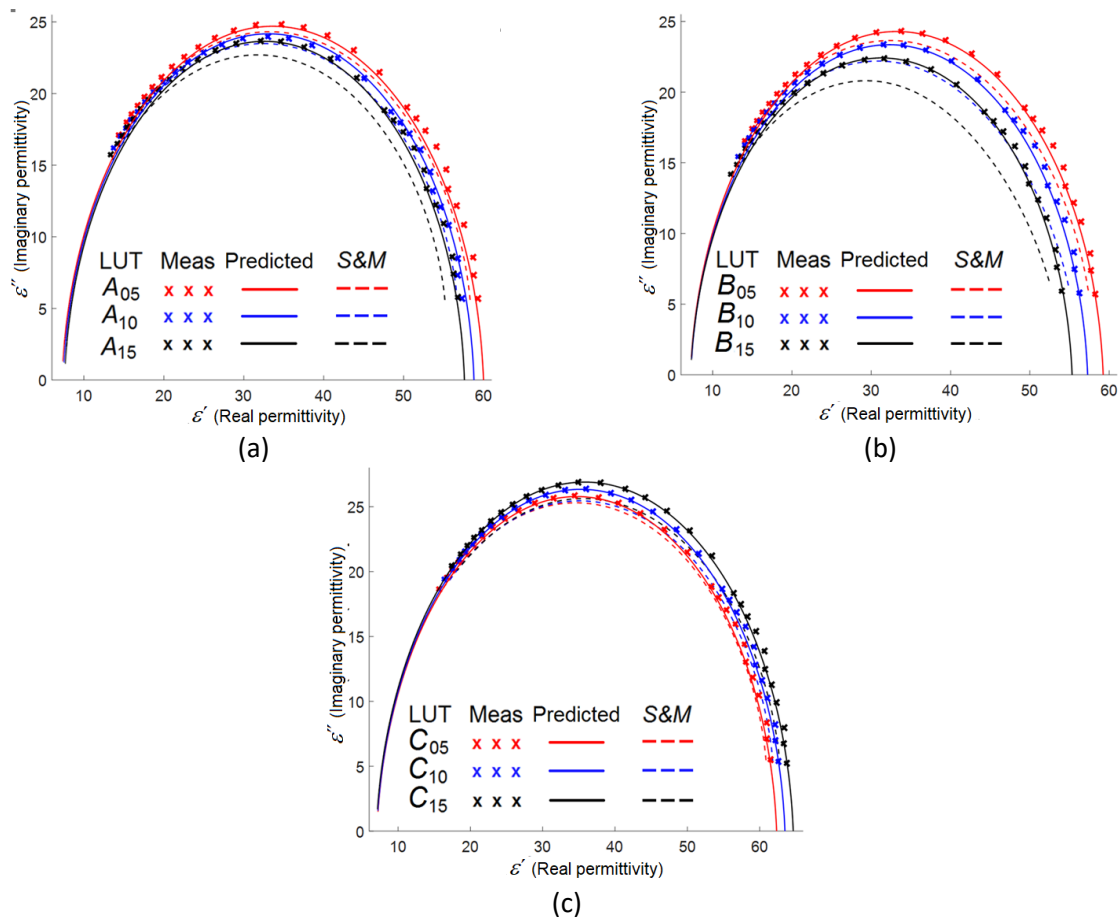


Figura 35. Permitividad dieléctrica compleja medida, por el método predictivo y por el método teórico de Steeman y Maurer (Rodríguez *et al.* 2018a), (a) $A_{05}-A_{15}$, (b) $B_{05}-B_{15}$, and (c) $C_{05}-C_{15}$

En la Figura 35 se pueden observar las curvas del diagrama Cole-Cole de las mezclas anteriormente medidas, también se presenta su permitividad dieléctrica calculada con el método propuesto en este trabajo y con el de Steeman y Maurer (1990). Existe una buena concordancia entre los parámetros de relajación obtenidos con el método aquí propuesto y con los de las muestras medidas.

Se puede notar que existe cierta desviación cuando se comparan los datos medidos con el resultado calculado utilizando (58), la cual aumenta con el incremento del nivel de concentración. Las diferencias (en porcentaje) de los parámetros de relajación modelados entre las mediciones y los valores estimados se reportan en la Tabla 5 que fue tomada de (Rodríguez *et al.* 2018a), donde también se incluye la comparación con los parámetros calculados utilizando (58); para la comparación son usados ε''_r , f_r y τ .

En la Tabla 5 se aprecia que las diferencias de los parámetros modelados entre las muestras medidas y los datos ajustados están por debajo del 1% para ε_s , ε''_r y $[1 - \alpha]$. Se puede notar que se obtienen discrepancias máximas de 1.05% y 1.07% para τ y f_r , respectivamente, mientras que con mayores variaciones, hasta 6.13%, se obtienen para ε_∞ . Para ε_s y ε''_r , las mayores discrepancias se encuentran para las mezclas de ron y metanol con desviaciones promedio de 0.57% y 0.56% respectivamente. Las diferencias más bajas para los mismos parámetros son para los LUT's C_{05} a C_{15} con valores de 0.11% y 0.10%.

Tabla 5: Diferencias entre los parámetros de relajación medidos y modelados

<i>LUT</i>	<u><i>Modelo propuesto</i></u>						<i>Teóricos, Steeman y Maurer</i>		
	$\Delta\varepsilon_s$	$\Delta\varepsilon''_r$	$\Delta\varepsilon_\infty$	$\Delta\tau^*$	Δf_r^{**}	$\Delta[1 - \alpha]$	$\Delta\varepsilon''_r$	$\Delta\tau^*$	Δf_r^{**}
A_{05}	0.59	0.65	3.19	0.05	0.09	0.26	2.17	1.33	1.42
A_{10}	0.70	0.80	2.15	0.19	0.20	0.20	2.04	2.08	2.08
A_{15}	0.42	0.27	4.81	0.09	0.18	0.59	4.26	2.12	2.24
B_{05}	0.22	0.21	6.13	1.02	1.01	0.56	2.83	3.34	3.41
B_{10}	0.21	0.11	5.30	1.05	1.07	0.57	5.05	6.87	7.46
B_{15}	0.09	0.27	0.02	0.38	0.30	0.08	6.93	11.20	12.70
C_{05}	0.18	0.27	2.50	0.27	0.17	0.17	2.13	0.00	0.00
C_{10}	0.08	0.00	2.58	0.14	0.06	0.27	3.38	0.60	0.60
C_{15}	0.07	0.03	0.83	0.78	0.80	0.03	4.69	0.00	0.00

* El tiempo de relajación se presenta en picosegundos-[ps].

** La frecuencia se presenta en gigahertz-[GHz].

Para ε_{∞} , las mayores diferencias se encuentran para los LUT's B_{05} a B_{15} , en las cuales se obtiene una desviación promedio de 3.82%, mientras que la más baja ocurre para los compuestos de ron y agua no-ionizada, con una discrepancia promedio de 1.97%.

La comparación entre las muestras medidas y la estimación utilizando (58) señala que las diferencias aquí son considerablemente más altas que las obtenidas con el ajuste de la curva del parámetro de relajación. Las mayores diferencias en ε''_r se obtienen para las mezclas de ron con etanol, presentando una desviación promedio de 4.94%, mientras que las más bajas corresponden a las muestras de ron con metanol y tienen una desviación promedio de 2.82%. Para el tiempo y la frecuencia de relajación, las mayores diferencias porcentuales también se obtienen para las muestras de ron con etanol, con valores promedio de 7.14% y 7.86%, respectivamente. En contraste, se encuentran valores muy bajos de errores para mezclas de ron y agua no-ionizada, con desviaciones promedio de 0.20% tanto en τ como en f_r . Como se puede observar en la Figura 35 y en la Tabla 5, los errores en la permitividad dieléctrica compleja entre las mediciones y los valores modelados por (58) aumentan a medida que la concentración de la inclusión se incrementa.

4.3.4-Modelado de permitividad dieléctrica de las mezclas en concentraciones baja, media y alta

Con el objetivo de realizar un estudio más completo de la permitividad dieléctrica del ron y sus mezclas con metanol, etanol y agua no ionizada, fueron medidas un conjunto de muestras en las que el nivel de concentración varió desde 0 (el ron únicamente) hasta el 100% (donde solamente queda presente la sustancia catalogada como inclusión) en un rango de frecuencias de 500 MHz a 20 GHz. La técnica propuesta en la Sección 4.3.3 servirá entonces para caracterizar los grupos de muestra, aportando los polinomios para todo el rango de concentraciones. La preparación de las composiciones binarias fue realizada en base a un volumen total de 20 mL, la temperatura estimada para las mismas fue de 24 °C aproximadamente.

Utilizando el método de la punta coaxial con terminación en abierto, fueron llevadas a cabo las dos calibraciones SOL que usualmente se han aplicado en los planos $B-B'$ y $A-A'$ respectivamente. Para asegurar una buena repetitividad en las mediciones, fueron realizadas 5 lecturas de valores de permitividad, el promedio de estas son los diagramas Cole-Cole de las mezclas medidas que se muestra en la Figura 36.

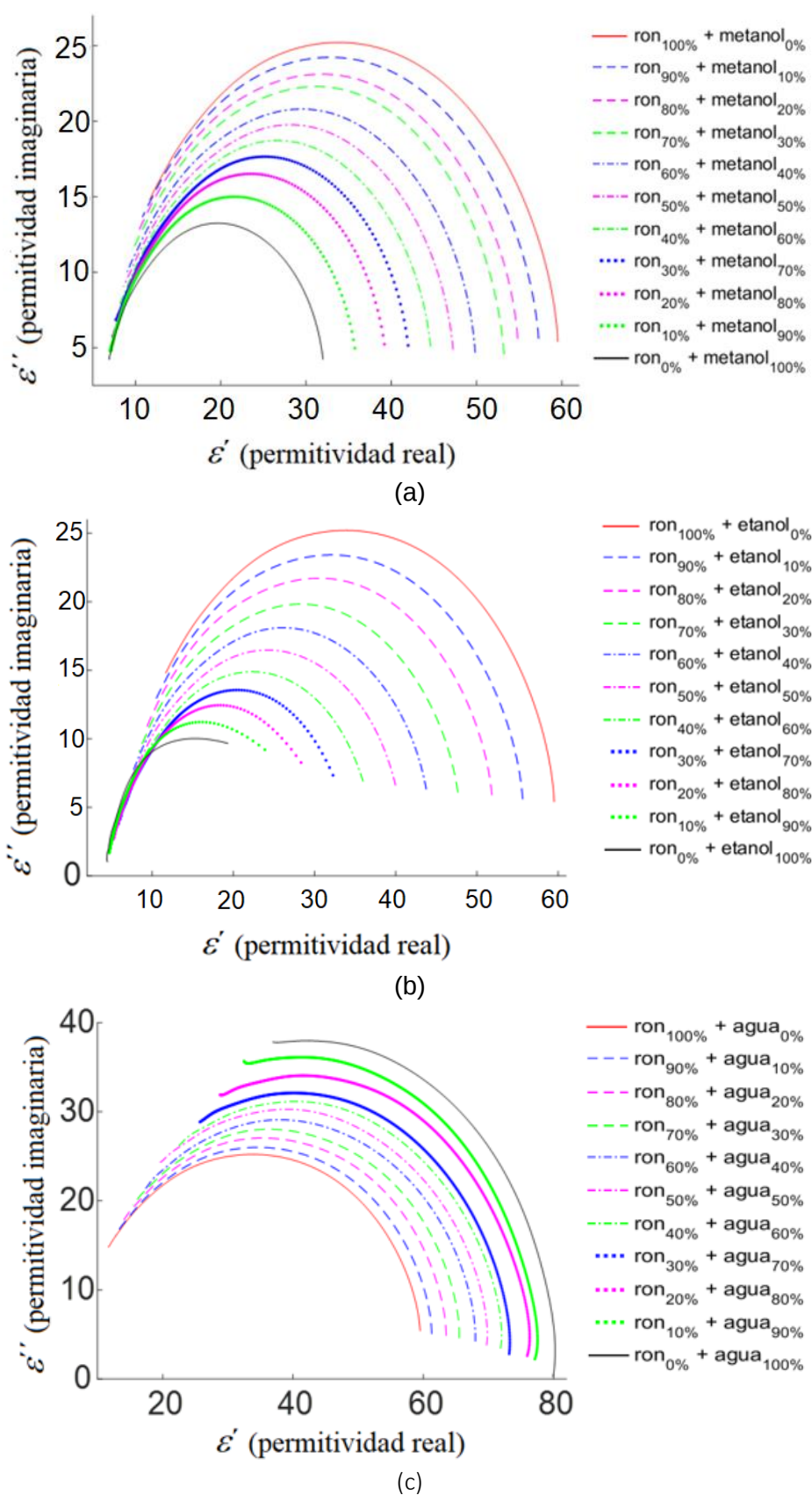


Figura 36. Progresión en la permitividad dieléctrica -Cole de las mezclas medidas, (a): ron con metanol, (b): ron con etanol y (c): ron con agua no-ionizada.

De la misma manera en que fueron obtenidos los resultados para un nivel de concentración bajo, se puede observar en las Figuras 36 (a y b) una disminución de la permitividad dieléctrica a medida que aumentaron los contenidos de metanol y etanol en las muestras de 20 mL. Por otro lado, se puede notar en la Figura 36-c el incremento en los valores de permitividad dieléctrica compleja cuando se aumenta el contenido de agua en las muestras.

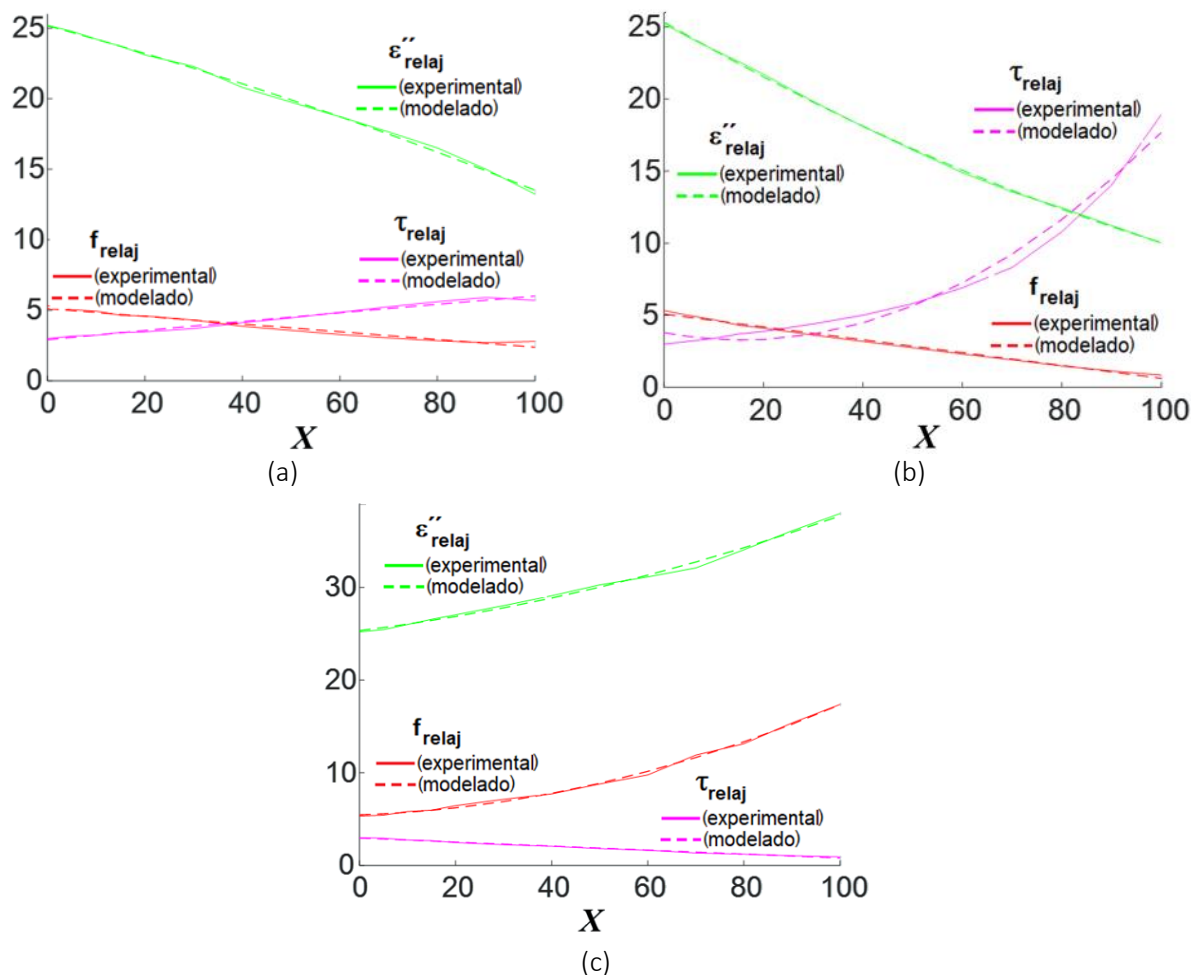


Figura 37. Ajuste de los parámetros de relajación ϵ''_r , f_r y τ_r (a): ron con metanol, (b): ron con etanol y (c): ron con agua no-ionizada.

En la Figura 37 se presenta el comportamiento de ϵ''_r , f_r y τ_r , donde los dos primeros se obtienen a partir de la permitividad medida y el último es consecuencia de la frecuencia de relajación; el ajuste de la tendencia de dichos parámetros es también presentado. Para las mezclas de ron con metanol, se puede observar en la Figura 37-a que los tres parámetros fueron ajustados con polinomios de primer grado. La Figura 37-b muestra cómo varían ϵ''_r , f_r y τ_r , para las mezclas de ron con etanol; aquí la f_r , mantiene una

tendencia lineal, mientras que para τ y ε''_r fueron empleados curvas de segundo grado. La Figura 37-c muestra un comportamiento lineal para τ , mientras que ε''_r y f_r son modelados por curvas de segundo grado. Los polinomios obtenidos en el modelado de los parámetros f_r , τ y ε''_r son reportados en la Tabla 6.

La Figura 38 presenta las tendencias en el comportamiento de los parámetros ε_s y ε_∞ , los cuales fueron calculados mediante el modelado de los diagramas Cole-Cole de las muestras medidas.

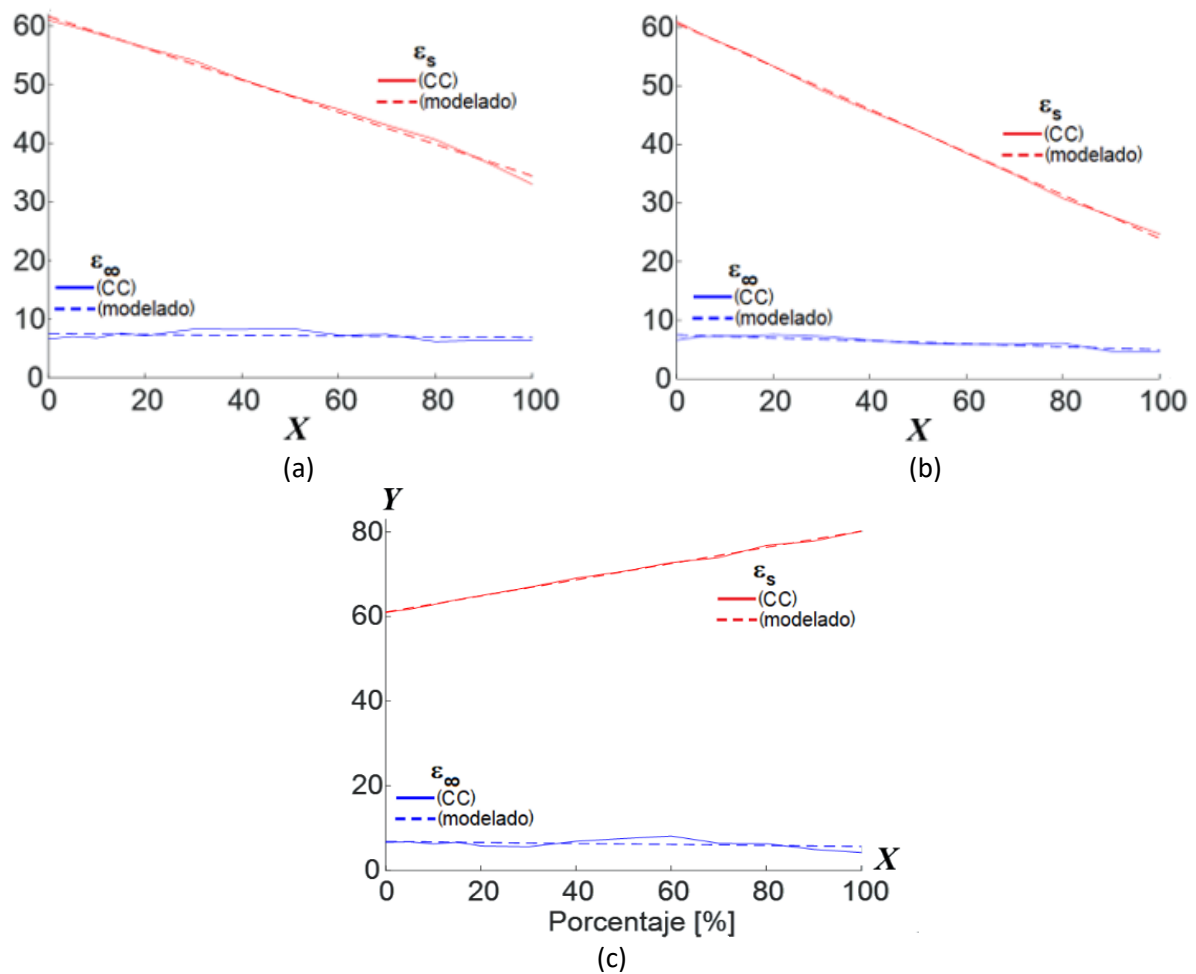


Figura 38. Ajuste de los parámetros de relajación ε_s y ε_∞ (a): ron con metanol, (b): ron con etanol y (c): ron con agua no-ionizada.

Las mezclas con metanol, etanol y agua fueron modeladas de manera lineal. Las mezclas con metanol y etanol ε_s presenta pendiente negativa, siendo positiva para el caso de las mezclas con agua. Se puede notar que ε_∞ permanece prácticamente constante para los tres casos. Los polinomios obtenidos de ajustar el comportamiento de ε_s y ε_∞ son reportados en la Tabla 6.

Tabla 6: Polinomios del ajuste de parámetros de relajación en todo el rango de concentraciones, $y=ax^2+bx+c$.

Parámetro	Rum/Metanol	Rum/Etanol	Rum/Aguar
f_r	$b=-0.029, c=5.13$	$b=-0.048, c=5.05$	$a=0.001, b=0.014, c=5.536$
τ	$b=0.034, c=2.86$	$a=0.002, b=0.045, c=3.808$	$b=-0.022, c=2.961$
ε''_r	$b=-0.113, c=25.42$	$a=0.0005, b=-0.204, c=25.44$	$a=0.0005, b=0.07, c=25.33$
ε_s	$b=-0.27, c=61.52$	$b=-0.37, c=60.68$	$b=0.19, c=61.06$
ε_∞	$b=-0.008, c=7.74$	$b=-0.028, c=7.72$	$b=-0.003, c=6.604$

4.4-Optimización del volumen de la muestra líquida bajo análisis

Durante el desarrollo de la técnica de punta coaxial con terminación abierta en las mediciones realizadas en las secciones anteriores, los volúmenes empleados fueron de 40 mL en Rodríguez *et al.* 2016 y de 20 mL en Rodríguez *et al.* 2018a. Varios estudios reportados en la literatura que presentan espectros dieléctricos experimentales de líquidos utilizando el método de sonda coaxial hacen uso de grandes cantidades de LUT, por lo general mayor que 15 ml (Guo *et al.* 2010; Kaur *et al.* 2017; Rodríguez *et al.* 2018a; Rodríguez *et al.* 2016). Teniendo en cuenta que algunos materiales pueden ser escasos, costosos y/o de difícil obtención, el ahorro de estos y su adecuada utilización son hechos que se tornan importantes. Por tal razón, se efectuó un estudio que permitiera aportar criterios para reducir el volumen promedio normalmente utilizado para los estudios dieléctricos de los líquidos; esta reducción de volumen debe mantener la precisión de las mediciones. En el estudio realizado, la optimización del volumen de las muestras se basó en la distribución del campo eléctrico proveniente del sensor coaxial dentro del material, de tal manera que este hecho dependerá en toda medida del parámetro constitutivo ε^* . El estudio fue llevado a cabo en los puntos de frecuencia de microondas 1, 10 y 20 GHz, se realizaron simulaciones con el empleo del *software Ansys HFSS* en su versión del año 2017, el cual permite realizar la simulación electromagnética del experimento. Se modeló el arreglo experimental de la técnica de sonda coaxial terminada en circuito abierto, simulando una punta de prueba coaxial inmersa en algunas sustancias líquidas.

Primero, fue llevada a cabo la simulación de un sensor coaxial como el que se muestra en la Figura 39 para asegurar un buen rendimiento para la impedancia de 50 Ω . El dieléctrico empleado fue el teflón, cuya permitividad relativa es $\varepsilon_r^{teflon} = 2.1$; las dimensiones $a=0.2\text{mm}$ y $b=0.67\text{mm}$ fueron seleccionadas para la sonda utilizando la expresión (Pozar, 2011):

$$Z_{coax} = \frac{60}{\sqrt{\epsilon_r}} \times \ln\left(\frac{b}{a}\right) \quad (59)$$

donde:

- Z_{coax} : impedancia del cable coaxial, en ohms- $[\Omega]$,
- ϵ_r : permitividad del dieléctrico que separa a los conductores interno y externo,
- a : radio del conductor interior, en metros- $[m]$,
- b : distancia desde el centro al borde interior del conductor externo, en metros- $[m]$.

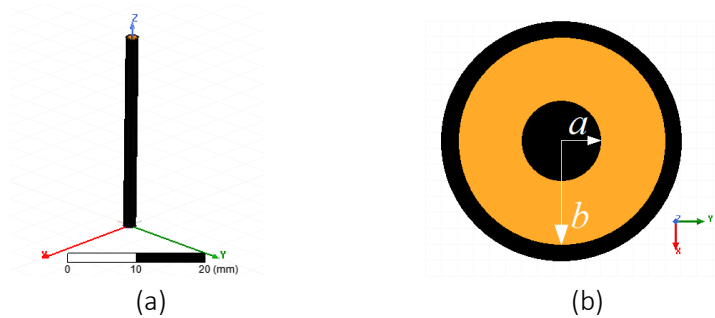


Figura 39. Punta coaxial simulada, (a): vista lateral y (b): vista superior.

Verificando el comportamiento de la sonda coaxial a través de la simulación electromagnética, en la Figura 40 (a, b y c) se puede observar que los valores de S_{11} presentan niveles de -65 dB, -54 dB y -48 dB para 1, 10 y 20 GHz respectivamente, mientras que los niveles de S_{21} son -0.01 dB, -0.13 dB y -0.26 dB. La Figura 41-a muestra el S_{11} en carta de Smith, un zoom practicado en la Figura 41-b permite apreciar qué tan cerca del centro de la carta de Smith, dando una idea del excelente acoplamiento que presenta la sonda simulada en el puerto de alimentación; su impedancia normalizada obtenida es de $Z_c = 1.001-j0.000 \Omega$, $1.003+j0.002$ y $1.008+j0.002$ a 1, 10 y 20 GHz respectivamente.

Las sustancias seleccionadas para este estudio fueron el ron Havana Club Añejo 3 Años, metanol, etanol y agua no-ionizada, los cuales se denotan en la Tabla 7 como A, B, C y D respectivamente. Para configurar dichas sustancias en el simulador, se utilizó su valor de permitividad dieléctrica a cada punto de frecuencia de estudio. Los valores de permitividad a las frecuencias de 1 y 10 GHz fueron directamente tomados de las mediciones experimentales que se les practicó.

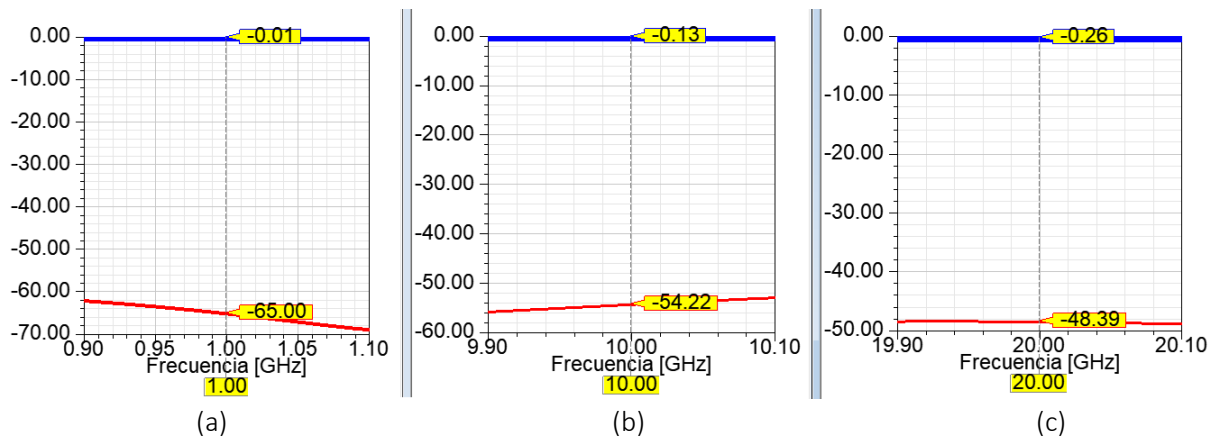


Figura 40. Pérdidas por retorno y de transmisión en la línea coaxial (a): 1 GHz, (b): 10 GHz y (c): 20 GHz.

Para la frecuencia de 20 GHz se calculó un valor de permitividad por medio del modelo de relajación correspondiente para cada sustancia. La permitividad dieléctrica con la cual se trabajó se reporta en la Tabla 7, tomada de (Rodríguez *et al.* 2018b).

Tabla 7: Valores de permitividad para configurar los materiales en el simulador electromagnético

LUT	Etanol	Metanol	Ron	Agua
$\epsilon^*_{1\text{-GHz}^+}$	13.32-j10.12	30.56-j8.61	58.68-j9.83	80.55-j4.27
$\epsilon^*_{10\text{-GHz}^+}$	4.56-j1.77	8.34-j7.13	20.75-j21.90	62.54-j32.30
$\epsilon^*_{20\text{-GHz}^+}$	4.63-j0.88	6.69-j3.90	12.10-j13.94	39.63-j37.30

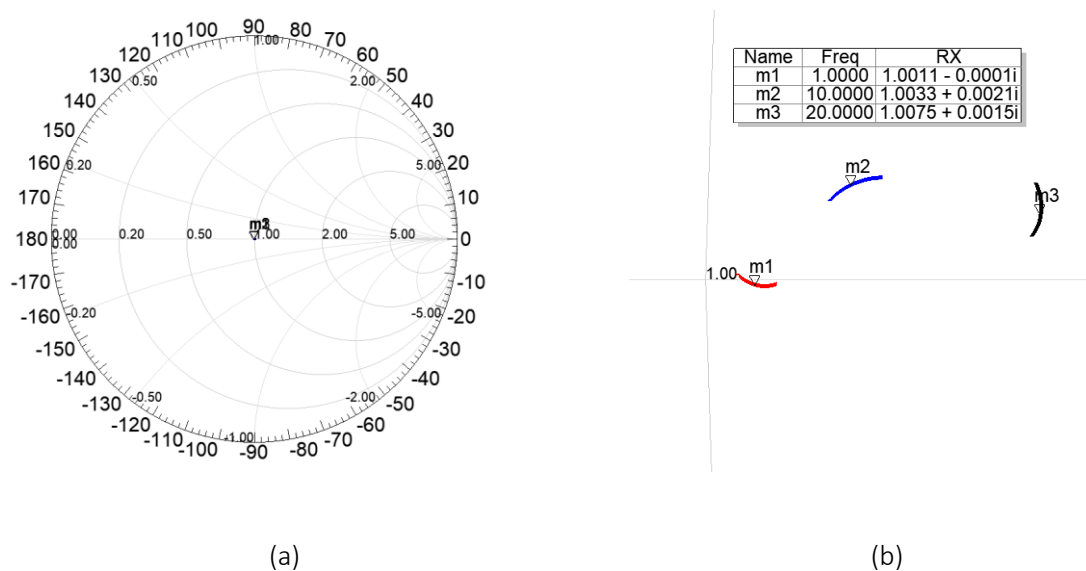


Figura 41. S_{11} de la sonda coaxial obtenido por simulación, (a): Carta de Smith y (b): acercamiento al centro de la carta de Smith

Para la muestra fue elegida una geometría cilíndrica, imitando la forma de un frasco contenedor de líquido. La sonda se configura ahora de un puerto y la terminación abierta se sumerge dentro de las muestras a una profundidad de 5 mm, como recomienda el fabricante. De esta forma, la muestra se diseña inicialmente con un radio de 10 mm y una altura de 15 mm; esto representa un volumen inicial de 4.7 mL. El simulador fue configurado para utilizar una fuente con potencia de 0 dBm. Como se muestra en la Figura 42-a, se configuraron dos líneas dirigidas en dirección horizontal y vertical con la finalidad de verificar el campo, conocer su amplitud dentro de la muestra y la manera en que va disminuyendo con la distancia. En la Figura 42-b se presenta una vista en tres dimensiones del set de simulaciones. Todos los materiales fueron simulados a los tres valores de frecuencia. En las Figuras 43 y 44 se puede observar la distribución eléctrica dentro de las muestras, utilizando los líquidos de menor y mayor permitividad a los puntos de frecuencia también menor y mayor.

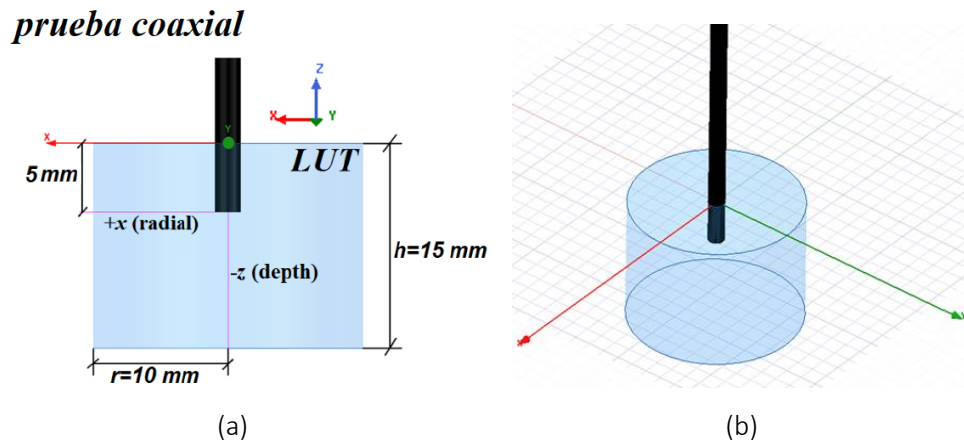


Figura 42. Sonda coaxial simulada inmersa en la muestra (Rodríguez *et al.* 2018b), (a): vista lateral y (b): vista 3D.

La mayor intensidad del campo E se localiza por debajo de la sonda coaxial. En el caso de la Figura 43-a se puede notar mayor verticalidad del campo que en la Figura 44-a, lo cual puede atribuirse a las pérdidas del material en cuestión: en el caso del etanol a 1 GHz $\epsilon''_{etanol-1GHz}=10.12$, mientras que en el agua a 20 GHz las pérdidas son de $\epsilon''_{agua-20GHz}=37.3$. Esta condición explica por qué en la Figura 44-a se nota que hacia los lados de la sonda se encuentra distribuida una buena cantidad de campo. Una vez que fueron analizados todos los líquidos simulados, sus parámetros S_{11} fueron obtenidos y guardados para ser tomados como referencia luego de aplicar el criterio de optimización.

Un concepto que se utilizó como criterio para disminuir el volumen de los líquidos fue el de *penetration depth* (profundidad de penetración). Cuando el campo electromagnético penetra en materiales

dieléctricos, la energía se va convirtiendo en calor debido a las fricciones de los dipolos de las moléculas cuando estos se están reorientando en la dirección del campo dependiente de la frecuencia.

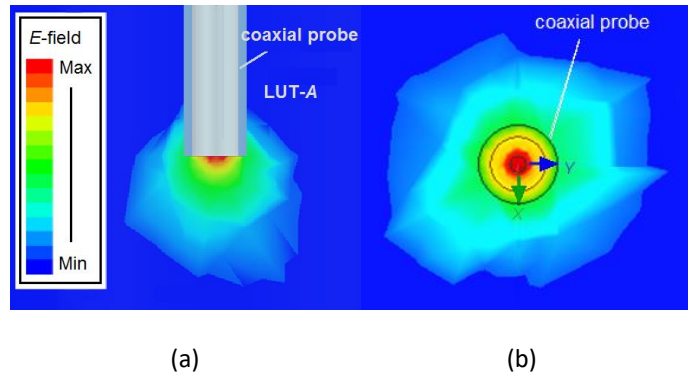


Figura 43. Distribución del campo E en el etanol a 1 GHz (Rodríguez *et al.* 2018b), (a): plano x - z , y (b): plano x - y .

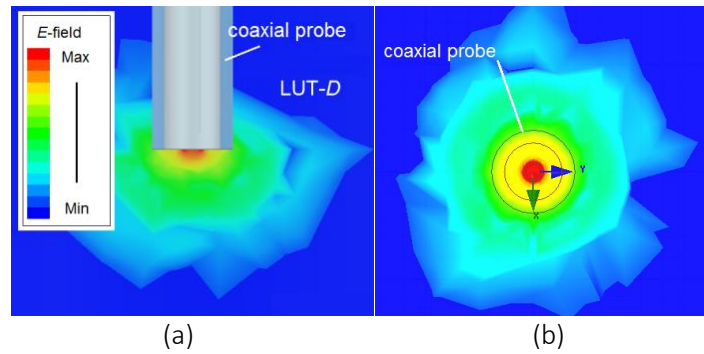


Figura 44. Distribución del campo E en el agua a 20 GHz (Rodríguez *et al.* 2018b), (a): plano x - z , y (b): plano x - y .

Dicho proceso está muy relacionado con las pérdidas del material (Tang, 2015; Feng *et al.* 2000; Barba y d'Amore 2012). La energía de microondas va disminuyendo según la expresión:

$$P(z) = P_0 e^{-2\alpha z}, \quad (60)$$

donde:

- P_0 : potencia de microondas entrante al material dieléctrico,
- $P(z)$: potencia dependiente de la distancia z a partir de la superficie de entrada,
- α : constante calculada a partir de von Hippel

$$\alpha = \frac{2\pi}{\lambda_0} \left[\frac{1}{2} \varepsilon' \left(\sqrt{1 + \left(\frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \right)^2} - 1 \right) \right]^{\frac{1}{2}}, \quad (61)$$

La profundidad de penetración se define como la distancia a la cual la potencia de microondas se reduce a $1/e$, ($e=2.718$), a partir de la fuerza que presenta el campo en el punto de entrada al material, esto es:

$$P(dp) = \frac{P_0}{e}, \quad (62)$$

donde:

- dp : profundidad de penetración,

$$dp = \frac{1}{2\alpha} = \frac{\lambda_0}{2\pi \varepsilon' \left[\sqrt{1 + \left(\frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \right)^2} - 1 \right]}, \quad (63)$$

La medida de la profundidad de penetración brinda una idea de la habilidad de un material dieléctrico para convertir la energía de microondas en calor. Cuando en el material se produce calor se debe a que ha tenido lugar suficiente interacción entre este y el campo incidente. Por tanto, el cálculo de esta distancia dependiente de las propiedades dieléctricas del material bajo prueba, puede ser tomado como criterio para disminuir el volumen de las muestras líquidas que se han estudiado a lo largo de este trabajo de tesis.

Una cuantificación de la potencia dentro de la muestra se obtiene para todos los líquidos a partir del campo eléctrico, $P=|E|^2$, cuando este es dispersado a partir del centro de la terminación coaxial hacia los extremos del líquido. La estimación correspondiente es realizada con ayuda del simulador, en donde se calcula la distancia a la cual la densidad de potencia del campo eléctrico cae a una amplitud de $1/e$ de su valor de incidencia. Para ello las dos líneas que fueron definidas anteriormente en el simulador son utilizadas para los cálculos en las direcciones -z (profundidad) y +x (radial). A modo de ejemplo, la Figura 45 muestra en escala logarítmica la densidad de potencia a lo largo de las líneas de profundidad y en la dirección radial para el agua no-ionizada para las frecuencias de 1 y 20 GHz; también permite observar la forma en que va decayendo el campo, y se nota que la intensidad a 1 GHz es mayor que a 20 GHz, lo cual se puede explicar a partir de la permitividad imaginaria, ya que $\varepsilon''_{agua-1GHz}=4.27$ es menor que $\varepsilon''_{agua-20GHz}=37.3$.

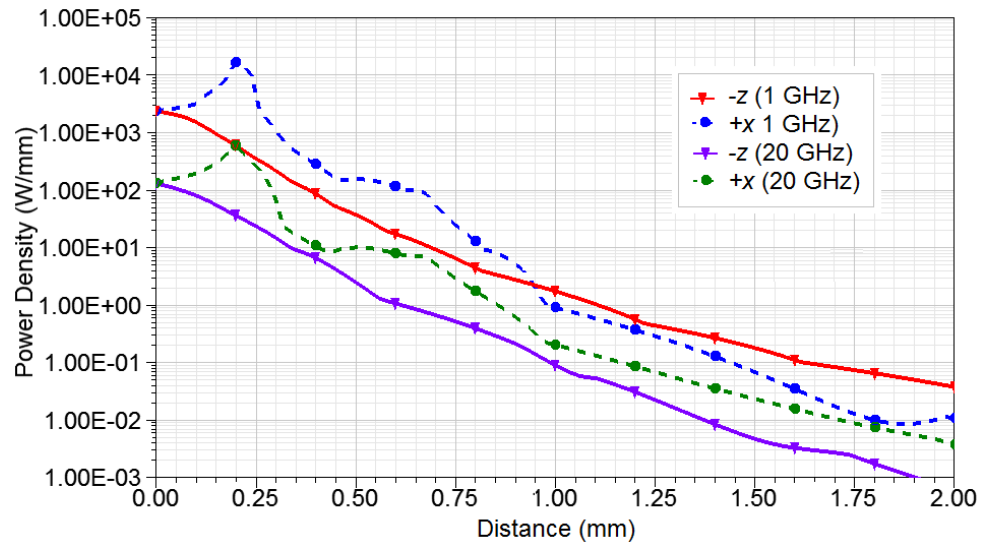


Figura 45. Densidad de potencia dentro del agua a 1 y 20 GHz (Rodríguez *et al.* 2018b).

Con ayuda del simulador electromagnético se determina la distancia a la cual la densidad de potencia cae a $1/e$ de su valor máximo en la interfaz de entrada al material.

Dichos valores se muestran en la Tabla 8 para todos los líquidos en los tres puntos de frecuencia, tomada de (Rodríguez *et al.* 2018b). El líquido donde la densidad de potencia ocupó mayor distancia para caer al valor de $1/e$ fue el etanol a la frecuencia de 10 GHz.

Observando nuevamente las Figuras 43 y 44 se puede notar que el campo es más propenso a la propagación en la dirección $-z$ que hacia la dirección lateral de la sonda. Por tal motivo, y para darle condiciones más reales a la geometría de la nueva muestra que será configurada se hace lo siguiente:

- i. se estableció un radio fijo de 2mm para el radio de la muestra
- ii. se decidió que la sonda estuviera inmersa 2 mm solamente, y
- iii. la distancia debajo de la sonda se optimiza tomando la mayor distancia ocupada por la densidad de potencia del campo eléctrico para caer al valor de $1/e$ en uno de los 4 líquidos.

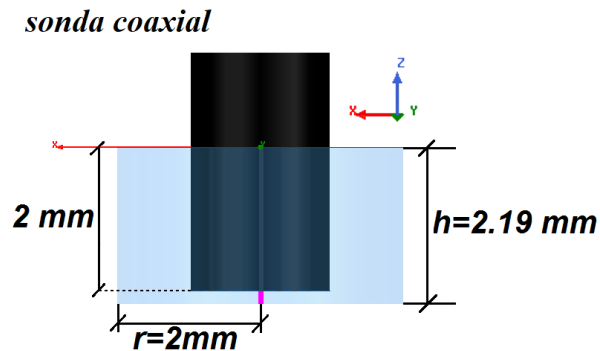
Tabla 8: Distancia optimizada en la dirección -z siguiendo el criterio de *penetration depth* (dp).

Frecuencia*	dp **			
	<i>Etanol</i>	<i>Metanol</i>	<i>Ron</i>	<i>Agua</i>
1	0.17	0.17	0.16	0.16
10	<u>0.19</u>	0.16	0.16	0.17
20	0.17	0.16	0.16	0.17

* La frecuencia está dada en gigahertz-[GHz].

** La profundidad de penetración se presenta en milímetros-[mm].

El nuevo set de simulaciones se muestra en la Figura 46, donde se observa la aplicación de los criterios de reducción del volumen antes mencionados, así las muestras van a tener un volumen $V=0.02742$ mL.

**Figura 46.** Set de simulaciones obtenido luego de aplicar el criterio *penetration depth*.

Con esta nueva configuración se simulan todos los líquidos a los tres valores de frecuencia para obtener la impedancia y compararla con la de las primeras simulaciones, lo cual permite conocer el grado de precisión que se alcanza con dicha reducción de volumen.

Hasta el momento se tienen dos grupos de datos, el primero es la impedancia obtenida por simulación de cada líquido a cada punto de frecuencia cuando el volumen era de 4.7 mL, y el segundo grupo es la impedancia cuando el volumen se redujo a 0.02742 mL siguiendo el criterio de *dp*. Tomando una carta de Smith se sitúa cada punto de impedancia y se procede a comparar ambos grupos de datos, tomando como referencia la impedancia obtenida cuando se simuló con el volumen inicial.

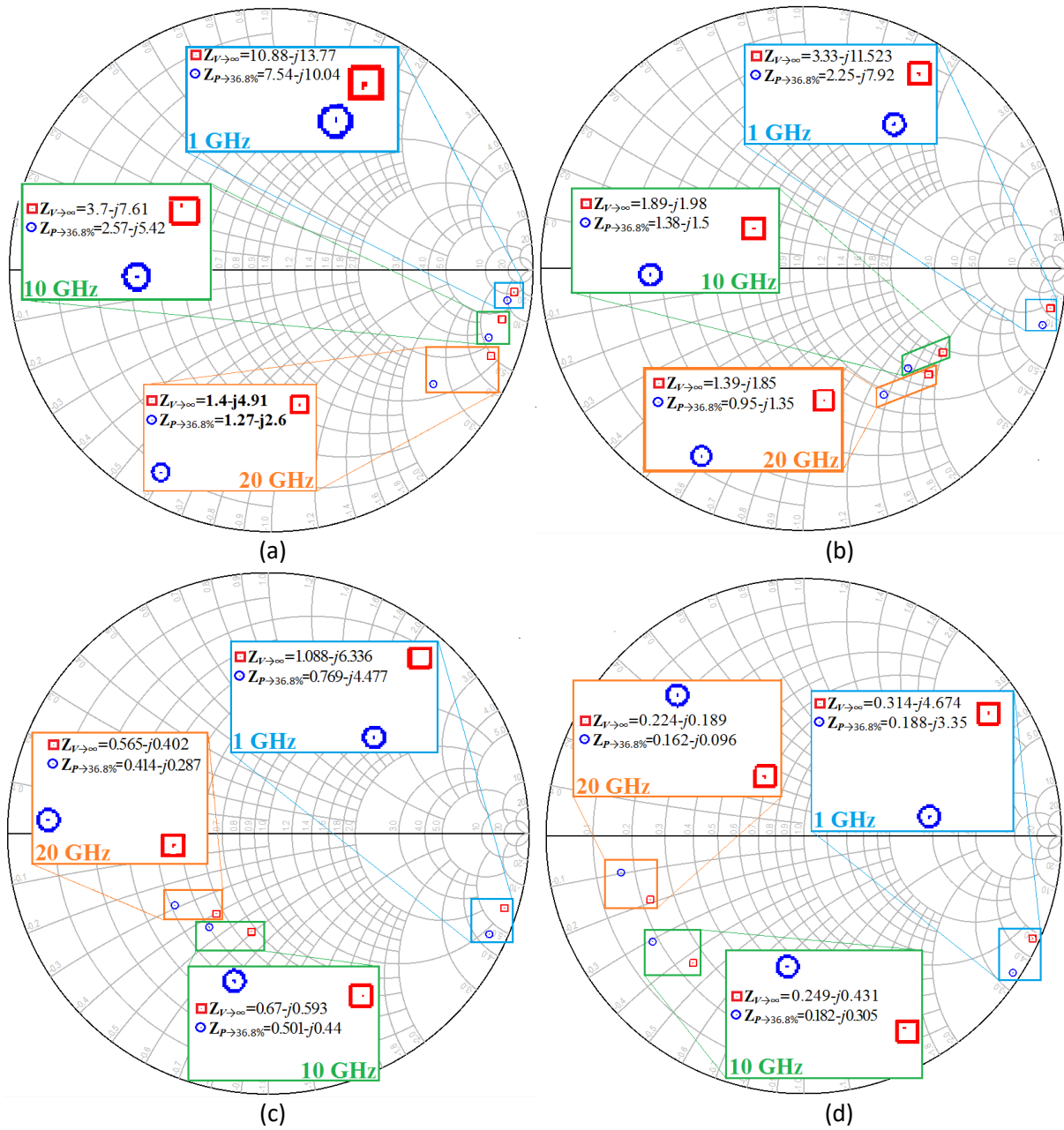


Figura 47. Comparación entre las impedancias obtenidas con el volumen inicial y con la optimización según el concepto de *penetration depth*, (a): etanol, (b): metanol, (c): ron y (d) agua no ionizada.

La Figura 47 muestra dichos resultados, en su leyenda $Z_{V \rightarrow \infty}$ indica la impedancia con el volumen inicial y donde se está suponiendo que toda la potencia de microondas se consume dentro del líquido que se simula, por lo que ningún error desde el punto de vista electromagnético es asumido. Cuando la densidad de potencia cae a $d_p = 1/e$, la impedancia quedará indicada por $Z_{P \rightarrow 36.8\%}$.

El objetivo de hacer la optimización es que se mantenga la precisión en los datos simulados aun cuando el volumen de la muestra disminuya. A pesar de que en esa distancia el campo interactúa lo suficientemente con la muestra como para generar calor, es obvio que existieron muchas reflexiones en los límites de la muestra, lo que ayudó a la disparidad de los resultados. En aras de poder reducir el volumen de las muestras manteniendo la precisión de las mediciones lo más posible, se propone hallar la distancia en donde el campo E cayera al 5% de su valor máximo dentro del líquido. El campo está directamente influenciado por los parámetros dieléctricos del material (Chen *et al.* 2004).

El campo eléctrico normalizado y distribuido a lo largo de $-z$ es mostrado en la Figura 48 para el etanol a la frecuencia de 1 GHz, en donde se puede apreciar cómo se distribuye y decae la amplitud del campo eléctrico a medida que este va penetrando en el material e interactuando con este. Se puede observar en la Figura 48 que la caída del campo eléctrico no es tan abrupta, y que al ser más plana su curva da a pensar que pasará más distancia hasta que se cumpla el criterio propuesto, con lo cual deben existir menos reflexiones en los límites de la muestra. Tomando el set inicial de simulaciones, se determina para cuál líquido y a qué frecuencia es mayor la distancia a la cual se cumple que el campo eléctrico dentro de la muestra en cuestión decae al 5% de su valor máximo. De esta acción se obtiene el resultado que se resume en la Tabla 9, donde la distancia de 1.22 mm para el agua a 10 GHz se alza como la mayor distancia que cumple el criterio propuesto.

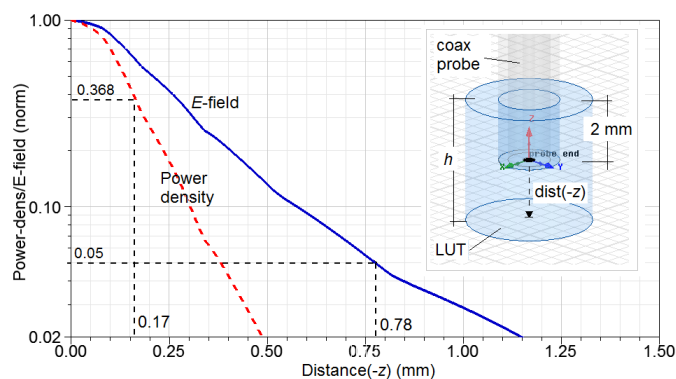


Figura 48. Densidad de potencia y campo E normalizados (escala logarítmica) para etanol a 1GHz (Rodríguez *et al.* 2018b).

Una vez realizadas las simulaciones de todos los líquidos para todos los puntos de frecuencia utilizando el nuevo set, se obtienen valores de impedancia con los cuales se procede a comparar con los del set inicial y con aquella que se obtuvo cuando se redujo el volumen utilizando el criterio de *penetration depth*; este resultado se muestra en la Figura 50.

Tabla 9: Distancia optimizada en -z siguiendo el criterio propuesto.

Frecuencia*	$d_{E \rightarrow 5\%}$ **			
	<i>Etanol</i>	<i>Metanol</i>	<i>Ron</i>	<i>Agua</i>
1	0.78	0.77	0.77	0.89
10	0.81	0.83	0.97	<u>1.22</u>
20	1.09	1.2	0.91	1.01

* La frecuencia está dada en gigahertz-[GHz].

** La distancia donde el campo E cae al 5% de su intensidad máxima ($d_{E \rightarrow 5\%}$) se presenta en mm.

Con el valor obtenido de 1.22 mm se configura el set de simulaciones como el que se muestra en la Figura 49, en donde la distancia por debajo de la sonda es mayor que en el caso anterior, de aquí que el nuevo volumen de la muestra es de 0.04046 mL.

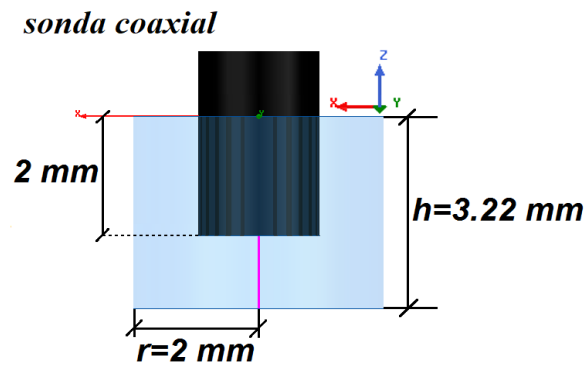


Figura 49. Set de simulaciones obtenido luego de aplicar el criterio de que la amplitud del campo E cayera al 5% de su valor máximo en la muestra.

Las impedancias obtenidas reduciendo el volumen de la muestra según el criterio propuesto en este trabajo concuerdan más con las del set inicial de simulaciones que cuando se optimizó la distancia por debajo de la sonda para que la densidad de potencia disminuyera su valor a $1/e$. Las impedancias en baja frecuencia se encuentran más cerca del punto de circuito abierto de la carta de Smith y a medida que la frecuencia aumenta los puntos de impedancia tienden a alejarse de dicho punto de la carta.

Aquí también puede notarse que, con el aumento de la frecuencia también se incrementó la dispersión dentro de los líquidos.

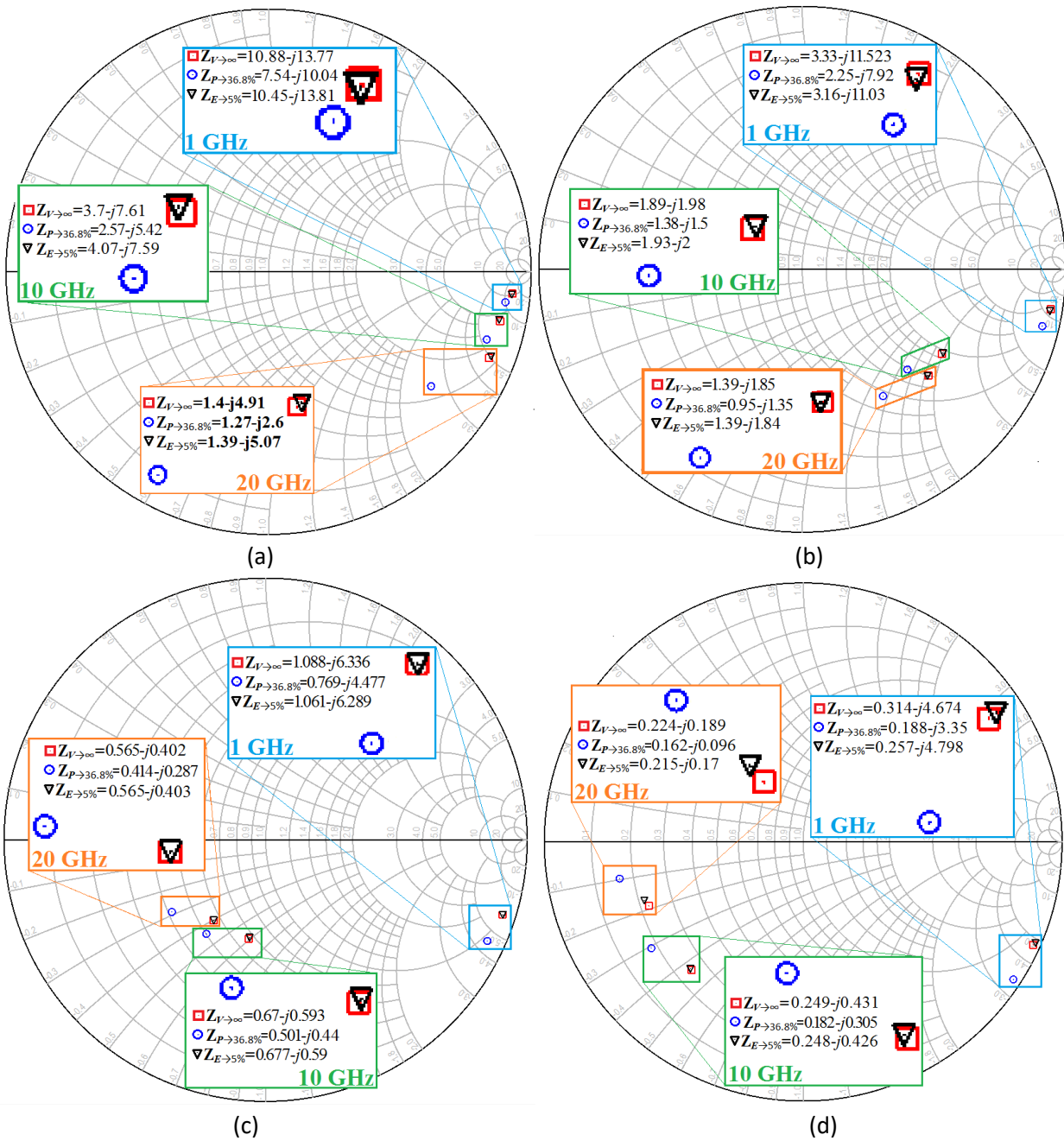


Figura 50. Comparación entre las impedancias obtenidas con el volumen inicial, la reducción del volumen según el concepto de *penetration depth* y la optimización con el criterio propuesto (campo E cae al 5%) (Rodríguez *et al.* 2018b), (a): etanol, (b): metanol, (c): ron y (d) agua no ionizada.

La Figura 51 presenta resultados de realizar un análisis acerca de las diferencias porcentuales en la impedancia según el criterio de la literatura (*penetration depth*) y el propuesto en este trabajo. Los mayores errores se obtienen para la impedancia cuando el volumen disminuye al 36.8% de la densidad de potencia. Es así que se tiene un promedio de 28.34% para la parte real y un máximo de 40.13% de

diferencias porcentuales, mientras que se tiene un promedio de 31.34% y un error máximo de 49.21% para la parte imaginaria.

Cuando se analizan los errores de la reducción del volumen siguiendo el criterio propuesto, se tienen un error promedio y un error máximo de 3.8% y 18.15% respectivamente para la parte real, mientras que para la parte imaginaria se tienen un promedio de 2.06% con un error máximo de 10.05%.

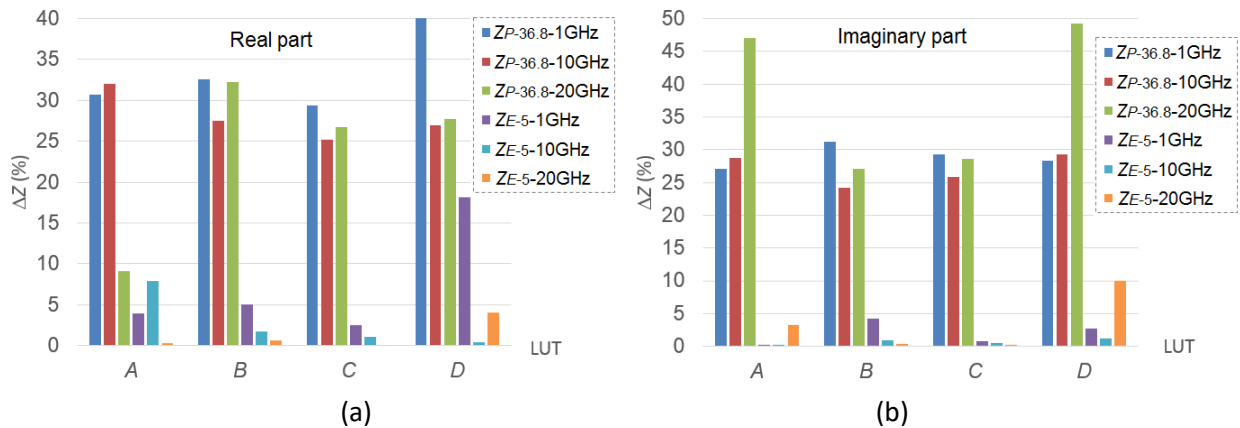


Figura 51. Errores porcentuales al realizar las reducciones del volumen de los líquidos (Rodríguez *et al.* 2018b), (a): parte real y (b): parte imaginaria.

Cabe destacar que el incremento en el volumen de la muestra con el criterio propuesto fue relativamente poco, y que en cambio existe considerablemente mayor precisión cuando la optimización se basa en el criterio donde el campo eléctrico cae al 5% de su amplitud dentro del líquido.

Además, el análisis presentado en términos de distribución de campo E, impedancia compleja y diferentes puntos de frecuencia resulta de alta relevancia para aplicaciones en las que se debe obtener la permitividad dieléctrica con la menor cantidad posible de muestra bajo prueba, como en alimentos, evaluación de alcohol, plasma sanguíneo, entre otros. Las muestras pueden ser costosas o su forma de ser adquirido puede ser complicada, razón por la cual la optimización del volumen de la muestra es de suma importancia.

4.5-Conclusiones

A lo largo de este capítulo han sido descritos varios estudios dieléctricos que fueron efectuados al ron *Havana Club Añejo 3 Años* de fabricación y de origen cubano. Al mismo se le mezcló con metanol, etanol y agua, las cuales son las sustancias comúnmente utilizadas para su adulteración, mediante la medición del ron y sus diferentes mezclas fueron establecidas diferencias que permiten distinguir entre un producto genuino y otra sustancia que pueda ocasionar daños, para lo cual fueron identificadas zonas de frecuencia donde las diferencias fueron máximas.

En estudios posteriores, los parámetros de relajación del ron y sus mezclas con metanol, etanol y agua fueron calculados y reportados gracias al empleo de los modelos de relajación Cole-Cole y Debye. Debido al cambio que sufrían los parámetros de relajación a medida que se variaba la proporción de las sustancias en la mezcla, fueron establecidos polinomios mediante el ajuste del parámetro de relajación respecto al índice de concentración. Gracias a dichos polinomios fue posible predecir la permitividad compleja de mezclas de ron con metanol, etanol y agua en concentraciones menores o iguales que el 15%. El método que se propuso fue más preciso que otros métodos reportados en la literatura que explican la teoría de permitividad de mezclas binarias. Gracias a que también se realizaron mediciones en todo el rango posible de concentraciones para una mezcla binaria utilizando al ron y el metanol, el etanol y el agua no-ionizada, fue posible generar polinomios para el intervalo $0 \leq X \leq 1$.

El análisis del volumen de las mezclas es un factor importante, ya que se debe garantizar la interacción del campo eléctrico solamente con las muestras. Sin embargo, utilizar un volumen demasiado grande puede llevar al riesgo de desperdiciar material. Existen sustancias difíciles de conseguir o que son muy caras, ante la necesidad de realizarle un estudio dieléctrico a un material con estas características el experimento puede verse afectado. Un primer paso en pos de disminuir el volumen del material que se emplea en el estudio dieléctrico fue llevado a cabo mediante simulación, y ante esta situación fue de vital importancia mantener la precisión de la medición. El concepto de *penetration depth* fue encontrado en la literatura y fue utilizado como criterio para utilizar volúmenes más pequeños. Al respecto, se propuso un criterio para disminuir el volumen de la muestra basado en la distancia hasta donde el campo eléctrico cae al 5% de su valor máximo; el análisis se limitó únicamente a simulaciones.

Con todo el estudio desarrollado hasta el momento, es posible proponer sensores con los cuales medir la permitividad de materiales de manera efectiva. En el próximo capítulo se inicia el estudio de un sensor planar para la medición de permitividad en materiales.

Capítulo 5. Diseño del sensor balanceado

5.1-Introducción

Como fue mencionado anteriormente, los sistemas de medición de la permitividad dieléctrica en materiales están basados en un sensor a través del cual incide un estímulo en el material bajo prueba y en un equipo encargado de recopilar e interpretar la información de dicho estímulo. El sensor tendrá una configuración, diseño y forma de trabajar particulares que tendrán que ver con el medio bajo estudio, con el tipo de técnica de medición, y con la cantidad de puertos del analizador que se utilizan, entre otras características.

En este capítulo se reporta el diseño de un dispositivo de tipo no-resonante para mediciones balanceadas que puede ser utilizado para el estudio de materiales; se realiza un estudio teórico sobre los principios que gobiernan su funcionamiento, y finalmente se presentan los resultados de la simulación electromagnética del mismo realizada en *Ansys HFSS*.

5.2-Líneas paralelas acopladas

Cuando se tiene un par de líneas paralelas que se encuentran situadas a tal distancia que la energía de una se acopla con la de la otra debido a la interacción de los campos electromagnéticos, se dice entonces que estas son líneas acopladas (Pozar, 2011). Este tipo de línea de transmisión se muestra en la Figura 52 en disposición planar compuesta por tres conductores (aunque en este tipo de línea puede ser utilizado mayor número de conductores), donde uno de ellos es común para los otros dos (Pozar, 2011). Aquí, la configuración planar implica que las líneas de ancho W y separación S se encuentran en un sustrato con una permitividad relativa ϵ_r . En la Figura 52-a se presenta la configuración de *stripline*, la cual consta de dos líneas planas paralelas una al lado de la otra y embebidas dentro de un dieléctrico de grosor b . La Figura 52-b muestra el caso de las líneas apiladas: dos líneas paralelas, una encima de la otra, las cuales están cubiertas por un dieléctrico de espesor b . En la Figura 52-c se puede observar la configuración de líneas de microcinta paralelas una al lado de la otra sobre un sustrato que separa a las líneas del tercer conductor (la tierra) por un ancho d .

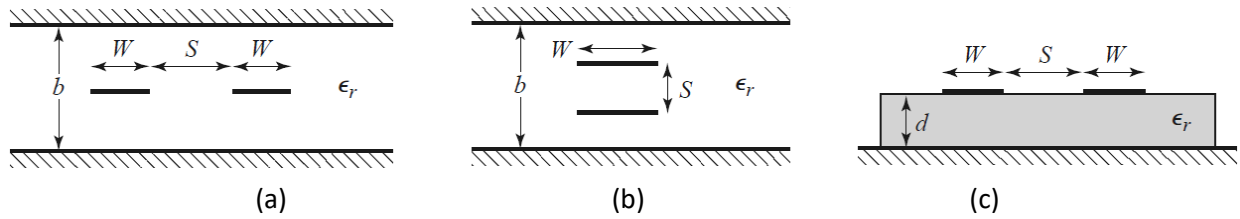


Figura 52. Ejemplos de líneas de transmisión acopladas (Pozar, 2011), (a): *stripline*, (b): líneas apiladas y (c): microcinta.

Cuando se dice que las líneas acopladas son simétricas, significa que las dos líneas conductoras tienen el mismo ancho y la misma posición relativa al tercer conductor, que es el plano de tierra. En la Figura 53-a se pueden apreciar los tres conductores, mientras que en la Figura 53-b se presenta su circuito equivalente, donde C_{12} representa la capacitancia mutua entre los dos conductores, así como C_{11} y C_{22} simbolizan la capacitancia entre la tierra y los conductores 1 y 2, respectivamente, en donde C_{11} y C_{22} son iguales debido a la simetría asumida anteriormente.

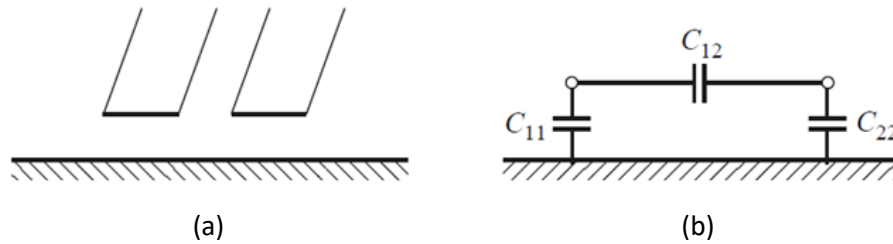


Figura 53. (a): líneas acopladas con tres conductores y (b): circuito equivalente (Pozar, 2011).

Las líneas acopladas pueden presentar una de dos configuraciones en su forma de ser alimentadas: el modo par, el cual se muestra en la Figura 54 y el modo impar, cuya explicación se basa en la Figura 55.

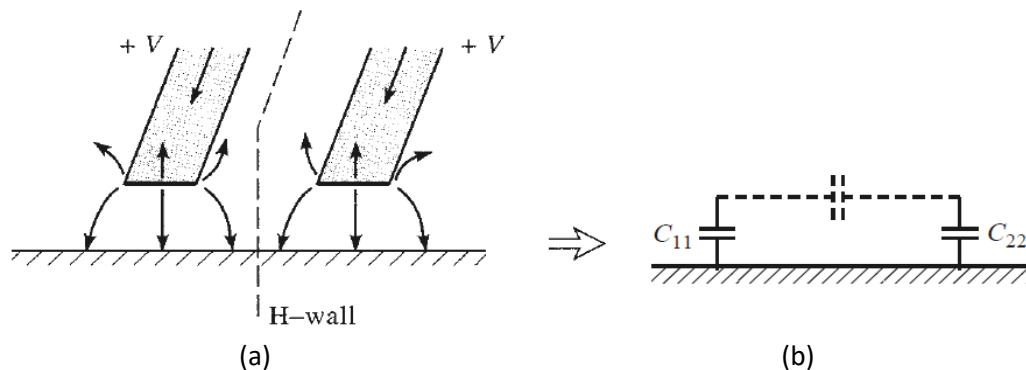


Figura 54. (a): modo par de alimentación para líneas acopladas y (b): circuito equivalente (Pozar, 2011).

Para que tenga lugar el modo par de alimentación para estas estructuras, las dos líneas deben estar alimentadas con señales de la misma amplitud y en la misma fase.

En la Figura 54-a se encuentran dibujados los conductores de alimentación con flechas que indican el sentido simétrico de la corriente y del campo E , en donde se puede observar que las líneas de campo E salen de cada uno de estos buscando dirigirse hacia el plano de tierra. En este modo, ninguna línea de campo E viaja de un conductor al otro, provocando que se forme una pared magnética virtual en medio de los conductores. En la Figura 54-b se observa el circuito equivalente a la estructura anteriormente explicada, aquí la capacitancia efectiva C_{12} queda en circuito abierto. Asumiendo una estructura simétrica, la capacitancia con respecto al plano de tierra resultante de cada conductor es $C_e = C_{11} = C_{22}$, (C_e es la capacidad equivalente de la red en configuración de alimentación par). La impedancia característica para este modo par de alimentación queda como

$$Z_{0e} = \frac{1}{v_e C_e}, \quad (64)$$

donde:

- v_e : velocidad de fase de propagación en la línea conductora

Por el contrario, para que las líneas acopladas estén alimentadas en modo impar la amplitud de las señales en ambos conductores debe ser igual, aunque con una diferencia de fase de 180° .

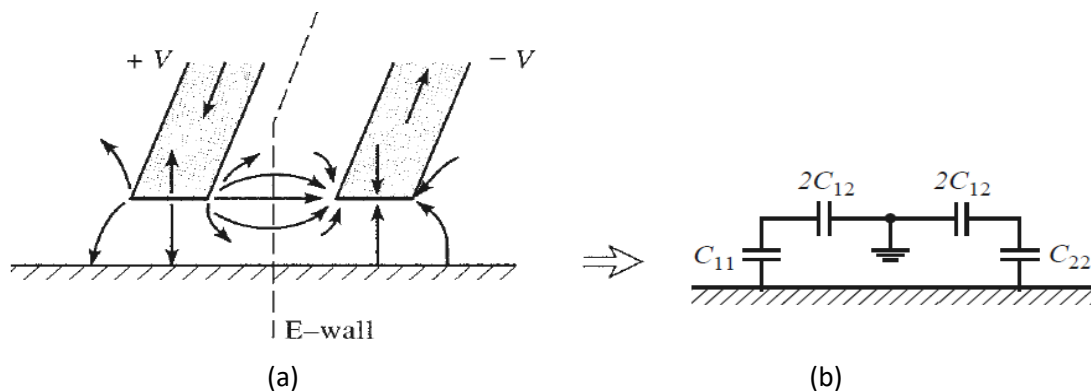


Figura 55. (a): modo impar de alimentación para líneas acopladas y (b): circuito equivalente (Pozar, 2011).

La Figura 55-a permite observar los conductores de alimentación con flechas en el conductor indicando que el sentido de la corriente en ambos es contrario. En un primer semiciclo de señal, la fase de uno de

los conductores viaja con una diferencia de 180° con respecto a la del otro conductor, en donde las líneas del campo E salen desde una línea hacia la otra y hacia el plano de tierra, así como también algunas líneas de campo provenientes del plano de tierra viajan hacia el segundo conductor.

En el siguiente semiciclo esta situación se invierte. En este modo se crea una pared eléctrica virtual entre los conductores de alimentación donde existirá un potencial eléctrico de 0. El circuito equivalente correspondiente al modo impar se muestra en la Figura 55-b y la capacitancia equivalente de la red se describe como $C_0 = C_{11} + 2C_{12} = C_{22} + 2C_{12}$, (C_0 es la capacitancia equivalente de la red en configuración de alimentación impar). Aquí la impedancia característica tiene la forma

$$Z_{0o} = \frac{1}{v_e C_0}, \quad (65)$$

5.3-Sensor balanceado

A partir de los elementos descritos anteriormente se estudia la teoría sobre un acoplador direccional de líneas paralelas para luego aplicar sus detalles en el diseño de un dispositivo sensor balanceado que pueda ser utilizado para hacer estudios en materiales.

5.3.1-Teoría y diseño del sensor

En (Pozar, 2011) se describe el análisis de los modos par e impar correspondientes a unas líneas acopladas y se obtienen las ecuaciones de diseño para que estas funcionen como un acoplador direccional. Se parte de la Figura 56-a, donde se designa la numeración de los puertos. En la Figura 56-b se observa que el puerto 1 (de entrada) se encuentra alimentado con un generador de voltaje $2V_0$ cuya resistencia interna tiene un valor de Z_0 , mientras que los tres puertos restantes están terminados también en Z_0 .

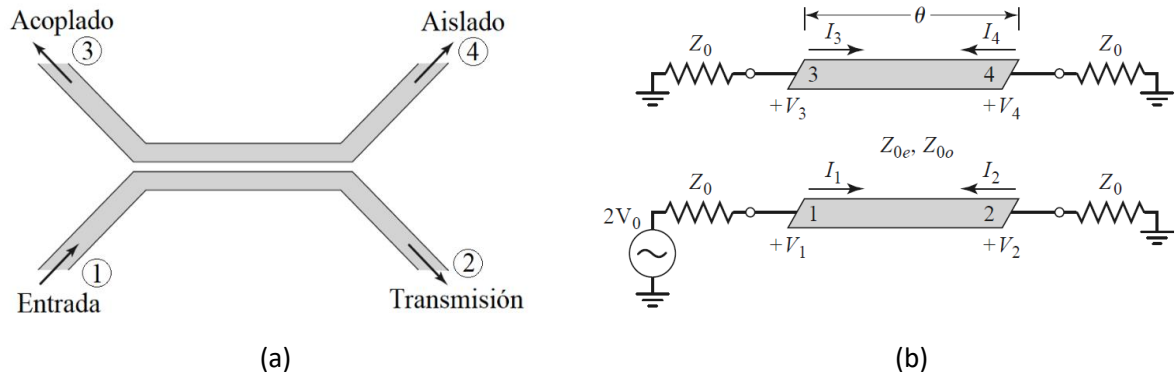


Figura 56. Acoplador direccional (Pozar, 2011), (a): geometría del acoplador con su designación de puertos y (b) circuito esquemático.

Las impedancias de entrada en los modos par e impar (Pozar, 2011), respectivamente, se obtienen como

$$Z_{in}^e = Z_{0e} \frac{Z_0 + jZ_{0e} \tan \theta}{Z_{0e} + jZ_0 \tan \theta'} \quad (66-a)$$

$$Z_{in}^o = Z_{0o} \frac{Z_0 + jZ_{0o} \tan \theta}{Z_{0o} + jZ_0 \tan \theta'} \quad (66-b)$$

donde:

- θ : fase del coeficiente de reflexión de la línea de transmisión,

así, para cada modo se aprecia una línea de transmisión cuya impedancia característica sería Z_{0e} o Z_{0o} y se encontraría terminada en Z_0 . Si se establece la condición

$$Z_0 = \sqrt{Z_{0e} Z_{0o}}, \quad (67)$$

entonces se obtiene que $Z_{in}=Z_0$, lo cual implica que el puerto 1 está acoplado (debido a la simetría del acoplador, entonces los otros puertos también están acoplados). Para que al puerto 3 se acople parcialmente la potencia de entrada debe cumplirse que $\theta=\pi/2, 3\pi/2, \dots$. El acoplador debe trabajar en su primer máximo debido a que es donde el tamaño es menor y las pérdidas de la línea son menores. Para que se cumpla $\theta=\pi/2$ entonces la longitud eléctrica de las líneas del acoplador debe ser de $l=\lambda/4$. En términos de las impedancias características en los modos par e impar, el coeficiente de acoplamiento se define como

$$C = \frac{Z_{0e} - Z_{0o}}{Z_{0e} + Z_{0o}}, \quad (68)$$

el cual representa la relación entre las señales de los puertos 1 y 3. Si se especifican la impedancia característica Z_0 y el coeficiente de acoplamiento C , entonces las impedancias características en los modos par e impar se pueden calcular como

$$Z_{0e} = Z_0 \sqrt{\frac{1+C}{1-C}}, \quad (69-a)$$

$$Z_{0o} = Z_0 \sqrt{\frac{1-C}{1+C}}, \quad (69-b)$$

Para la propuesta de un sensor basado en líneas acopladas se selecciona la configuración de *stripline*, la cual soporta el modo de propagación de ondas TEM (Pozar, 2011) y donde la constante de propagación y la velocidad de fase se calculan como

$$\beta = \omega/v_p, \quad (70-a)$$

$$v_p = c/\sqrt{\epsilon_r}, \quad (70-b)$$

Estos parámetros son de igual valor para los modos par e impar, motivo por el cual “la línea tiene la misma longitud eléctrica para ambos modos” (Pozar, 2011). La Figura 57-a muestra una delgada línea metálica de ancho W que se encuentra embebida en un sustrato de grosor b y permitividad dieléctrica relativa ϵ_r . La Figura 57-b muestra la circulación de los campos E y H ; en donde el campo E viaja de la línea de transmisión hacia el plano de tierra, mientras que el campo H circula alrededor de la línea.

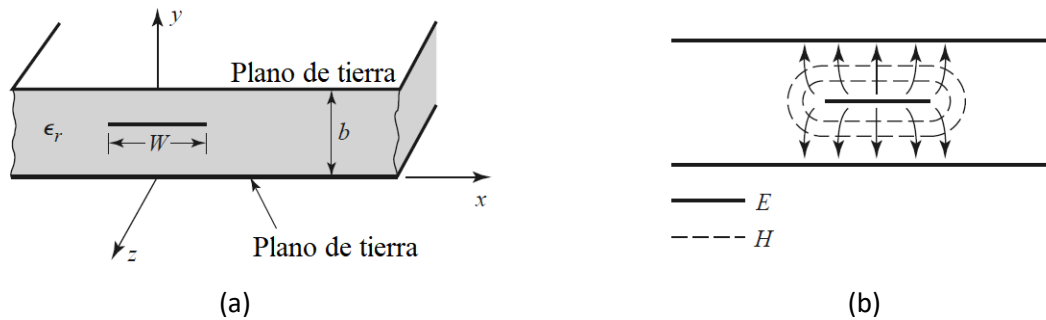


Figura 57. (a): estructura *stripline* y (b): campos E y H (Pozar, 2011).

Para el diseño del sensor balanceado que se presenta en este trabajo se utilizan los datos del sustrato *Rogers Ultralam 2000* con permitividad relativa $\epsilon^{RU}_r=2.6$, con una tangente de pérdidas $\tan(\delta)=0.0019$ y un grosor $b=1.524$ mm. Para la frecuencia de trabajo seleccionada de 1GHz debe cumplirse la condición $\theta=\pi/2$, lo cual equivale a que la longitud eléctrica de las líneas acopladas debe ser $l=\lambda_g/4$. Debido a que la distancia entre un máximo y un mínimo de acoplamiento es también $\lambda_g/4$, entonces se espera un mínimo de acoplamiento para la frecuencia de 2 GHz. A continuación, se explica el desarrollo llevado a cabo para el diseño que se propone:

- Siguiendo el procedimiento expuesto en (Pozar, 2011) se obtiene que el ancho de una stripline de impedancia característica $Z_0=50 \Omega$ es $W=2.2189$ mm. La longitud se calcula teniendo en cuenta la condición $\theta=\pi/2$, obteniéndose que $l=46.513$ mm; esta línea se duplica en espejo para tener el par de líneas acopladas en configuración simétrica con respecto al tercer conductor.
- *Para conectar los planos de tierra situados en las capas opuestas del sustrato, se colocan vías metálicas (del inglés *vias hole*) o postes metalizados, consiguiendo que el campo guiado por las líneas perciba una metalización a sus lados que funciona como una pared eléctrica y lo confine a viajar solo dentro del dieléctrico. Esto también elimina los modos de orden superior que se puedan generar cuando una asimetría es introducida entre los planos de tierra (Pozar, 2011). El espacio entre postes metalizados se estableció a 2 mm, siendo esta distancia es menor que la longitud de onda guiada a frecuencias superiores. De esta manera se evita la fuga de energía en caso de trabajar a valores frecuenciales mayores. La distancia entre los postes metálicos y las líneas conductoras se igualó a la altura del sustrato, de modo que las líneas vean condiciones similares a su alrededor. Para las vías metálicas fue seleccionado un radio de 0.4 mm para que sean construibles.
- *Los extremos de las líneas en los puertos 1 y 3 fueron doblados en un ángulo de 90° y hacia direcciones opuestas con el objetivo de conseguir cierto aislamiento entre dichos puertos. Se le realizó un corte al ángulo recto del doblado de las líneas para disminuir el efecto de esta discontinuidad.
- *Las líneas, en su sección que constituye el acoplador direccional, se separan una distancia S . Para el sensor propuesto fueron analizados $S=0.4$ mm, 0.8 mm y 1.2 mm, las cuales son distancias realizables ante la posibilidad de la construcción del prototipo.

*Estos son aspectos que presentan cierto grado de libertad, su selección dependerá directamente del diseñador y de los objetivos al utilizar un sensor como el que se propone.

5.3.2-Simulación y respuesta del sensor

Una vez que fueron establecidas las condiciones iniciales del sensor, se procede a realizar su simulación electromagnética a través del *software Ansys HFSS*. La Figura 58 muestra al sensor en el simulador, donde están los puertos numerados según la disposición de la Figura 56-a dada por Pozar (2011). La matriz $[S]$ resultante de la red de 4 puertos presentada, es de dimensión $[4 \times 4]$. Utilizando sus elementos individuales se puede caracterizar al sensor por sus acoplamientos *single-ended* y *double-ended* o modo mixto (del inglés *mixed-mode*).

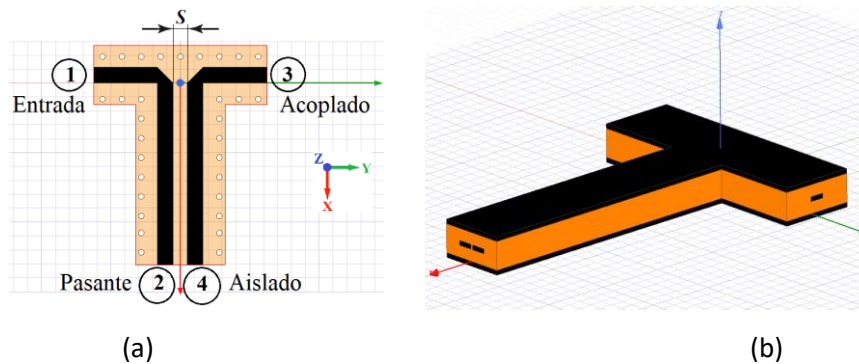


Figura 58. Sensor balanceado diseñado y configurado en HFSS, (a): vista superior y (b): vista 3D.

Debido a la interacción entre las líneas se tiene un sensor balanceado, pudiéndose tener ambos modos de trabajo: modos par e impar o común y diferencial. El factor acoplamiento *single-ended* se calcula como la relación entre los puertos 1 y 3, utilizando la expresión

$$C = 10^{(S_{31}[dB])/20}. \quad (71)$$

En la Figura 59 se aprecian los niveles de acoplamiento del sensor obtenidos al utilizar los tres valores de S propuestos. Se observa en la Figura 59 que para todo el rango de frecuencias de estudio el acoplamiento es mayor cuando $S=0.4\text{mm}$; basados en este criterio, este valor fue seleccionado para la propuesta de este trabajo.

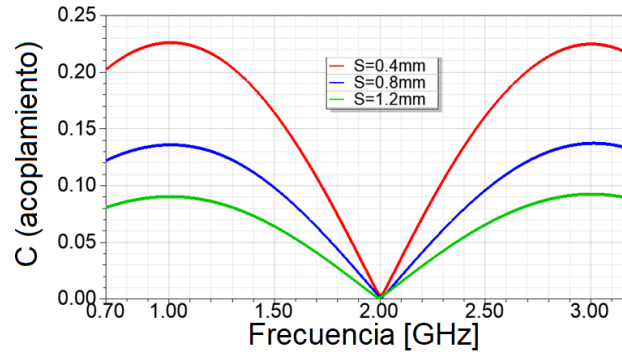


Figura 59. Acoplamiento *single-ended* vs frecuencia.

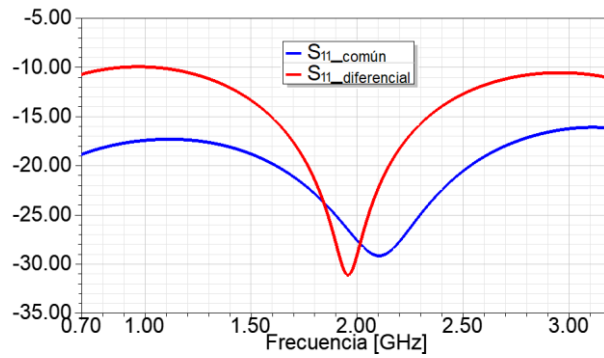
Con el valor de $S=0.4\text{mm}$ fue calculado el coeficiente de reflexión en los modos común y diferencial (cuando los puertos 2 y 4 se encuentran cargados con $R = 50 \Omega$) como (Fan *et al.* 2004; Huynh *et al.* 2010)

$$S_{11}^{común} = \frac{1}{2}(S_{11} + S_{13} + S_{31} + S_{33}), \quad (72-a)$$

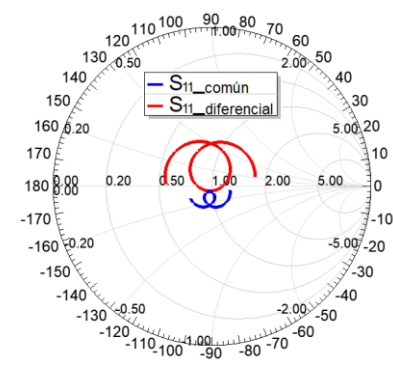
$$S_{11}^{diferencial} = \frac{1}{2}(S_{11} - S_{13} - S_{31} + S_{33}). \quad (72-b)$$

Los resultados obtenidos mediante el empleo de (72) fueron graficados en la Figura 60-a. En correspondencia con lo obtenido a través de (72), en la Figura 60-b se representan los parámetros $S_{11}^{común}$ y $S_{11}^{diferencial}$ en una carta de Smith de impedancia. Mediante (69-a) y (69-b) se calcularon las impedancias en los modos común y diferencial, dichos resultados se encuentran graficados en la Figura 61. Obsérvese que a la frecuencia de 1 GHz se localiza un máximo para Z_{0e} y un mínimo para Z_{0o} , esta situación se invierte para 2 GHz y se repite para los 3 GHz.

En la Figura 62 se muestra la impedancia obtenida en carta de Smith al terminar los puertos 2 y 4 en circuito abierto y cortocircuito, respectivamente; el resultado se muestra en el rango de frecuencia desde 0.7 hasta 3.2 GHz en modo común. Para el intervalo simulado se observa que la impedancia de cortocircuito se agrupa hacia el lado izquierdo de la carta de Smith (donde $Z=0\Omega$), mientras que la impedancia en circuito abierto se concentra alrededor del punto de impedancia infinita.



(a)



(b)

Figura 60. Parámetros S_{11} modo-mixto, (a): [dB] vs frecuencia y (b): carta de Smith.

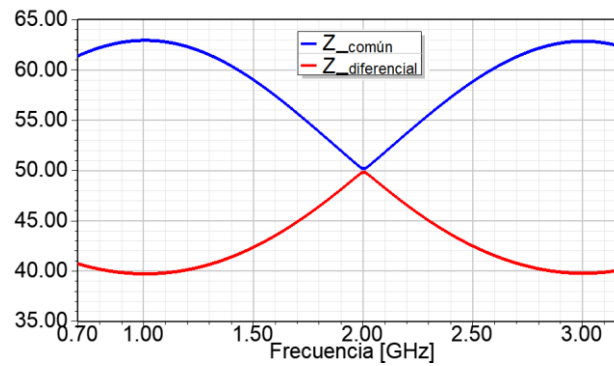


Figura 61. Impedancias en los modos común y diferencial.

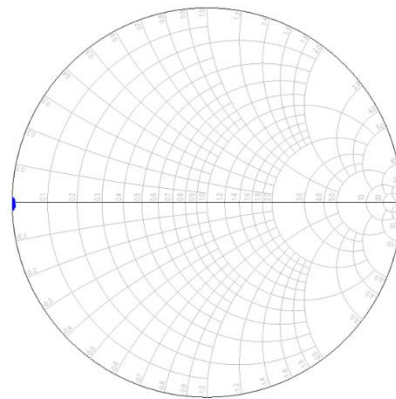


Figura 62. Impedancias en cortocircuito y circuito abierto en modo común en el rango de 0.7 a 3.2 GHz.

En la Figura 63 se pueden observar las impedancias de circuito abierto y cortocircuito en la carta de Smith para el modo diferencial en el mismo intervalo. Aquí la impedancia se traslada por el contorno del círculo exterior de la carta de Smith a medida que aumenta la frecuencia, los puntos de cortocircuito se mueven hacia la zona capacitiva de la carta como se aprecia en la Figura 63-b, mientras que en la Figura 63-c se

puede notar que los puntos en circuito abierto lo hacen hacia la región inductiva. Como se observa en la Figura 63-a, la impedancia en circuito abierto sufre mayor desplazamiento de fase que en el cortocircuito, esto se debe a que el campo E que sale por la línea balanceada en modo diferencial provoca que esta se vea de una longitud eléctrica mayor.

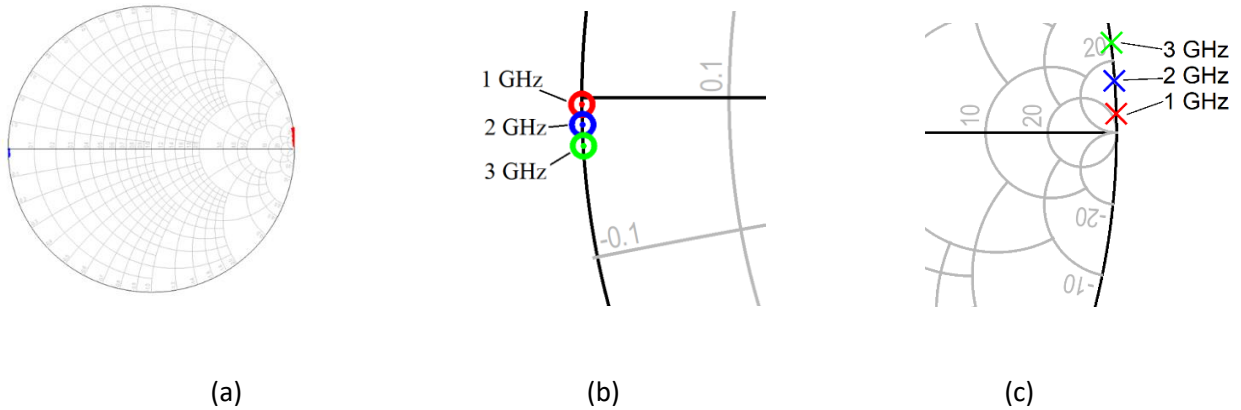


Figura 63. Impedancia cortocircuito y circuito abierto en carta de Smith, (a): carta de Smith, (b): acercamiento a la zona de cortocircuito y (c): acercamiento a la zona de circuito abierto.

5.3.3-Distribución del campo E en la muestra

Para realizar un análisis y determinar de cómo se distribuye el campo E , se analizaron las sustancias aire y agua debido a que se conoce que presentan los valores de permitividad dieléctrica más bajos y más altos, respectivamente. El estudio se realizó mediante simulación electromagnética a las frecuencias de 1, 2 y 3 GHz para los modos común y diferencial, los valores de permitividad dieléctrica de dichos materiales fueron utilizados para configurar las muestras en el simulador. Como se muestra en la Figura 64, para el estudio fueron colocados un plano horizontal y otro vertical para observar la distribución del campo desde el sensor y hasta el material.

En las direcciones “x” y “z” las dimensiones de la muestra son de 10 mm, mientras que en la dirección “y” presenta el mismo ancho de 11.248 mm (ancho del sensor en su parte balanceada), esto resulta en un volumen de 1124.8 mm^3 o 1.1248 mL . El sensor fue colocado de forma rasante respecto a la muestra, es decir, sin estar hundido. Existe simetría en la dirección “z” en cuanto a la colocación del sensor con respecto a la muestra de agua.

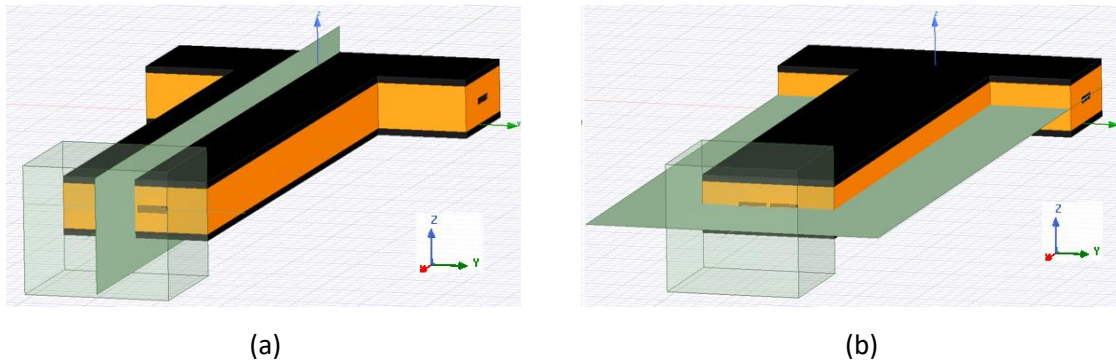


Figura 64. Estudio del campo dentro de la muestra, (a): plano vertical y (b): plano horizontal.

En las Figuras 65, 66 y 67 se muestra la distribución del campo E en el sensor y el agua para los modos común y diferencial a las frecuencias de 1, 2 y 3 GHz respectivamente; en las figuras con subíndices (a) y (b) se representan las dos vistas de los planos con el campo E en modo común, mientras que las figuras (c) y (d) lo ilustran para el modo diferencial.

En las Figuras 65-a, 66-a y 67-a se muestra el plano vertical x - z , en donde se observa que alrededor de las líneas del sensor no se concentra el campo E con toda su intensidad, solamente se encuentra un campo muy intenso en la zona más cercana a la muestra; se aprecia también que cierta cantidad de campo no penetra al material y se dirige hacia la parte externa del sensor.

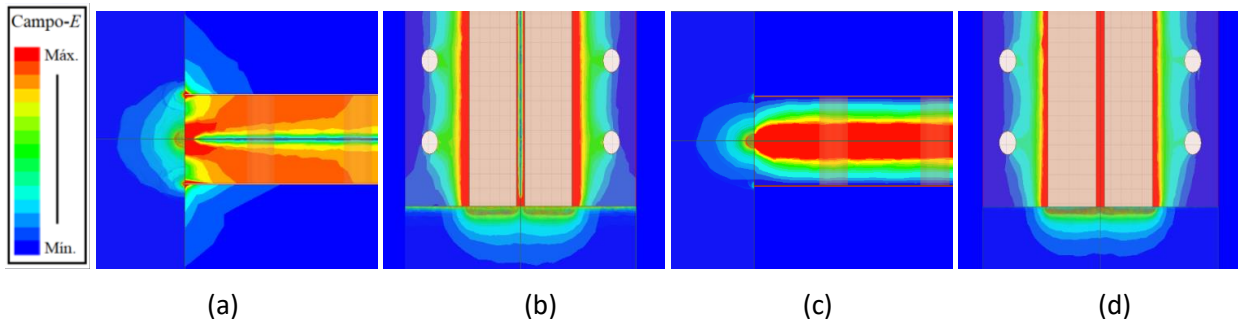


Figura 65. Campo E a la frecuencia de 1 GHz para el agua, (a): plano x - z en modo común, (b): plano x - y en modo común, (c): plano x - z en modo diferencial y (d): plano x - y en modo diferencial.

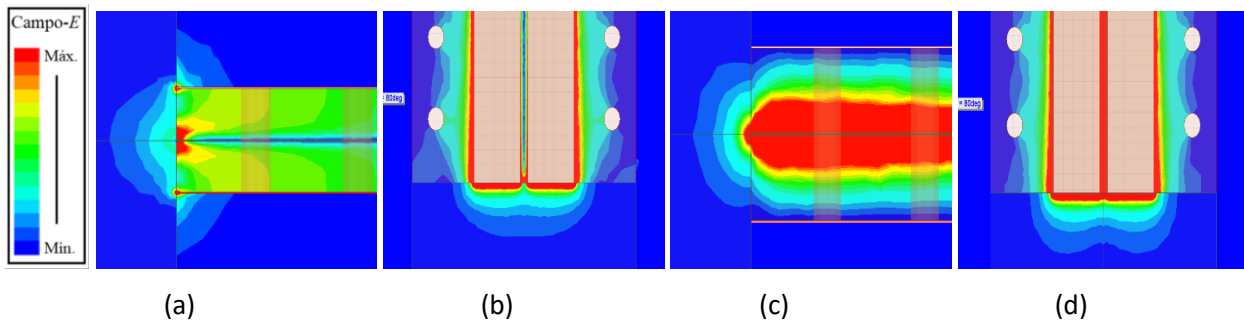


Figura 66. Campo E a la frecuencia de 2 GHz para el agua, (a): plano x - z en modo común, (b): plano x - y en modo común, (c): plano x - z en modo diferencial y (d): plano x - y en modo diferencial.

De forma similar, en las Figuras 65-b, 66-b y 67-b, plano x - y , se puede apreciar que entre las líneas no se encuentra el campo más intenso, aunque existe también cierta cantidad de campo E más allá de las vías eléctricas que unen los planos de tierra. Analizando las figuras mencionadas se puede tener una idea de cuánto se dispersa el campo fuera de la muestra para el modo común cuando el sensor mide el agua.

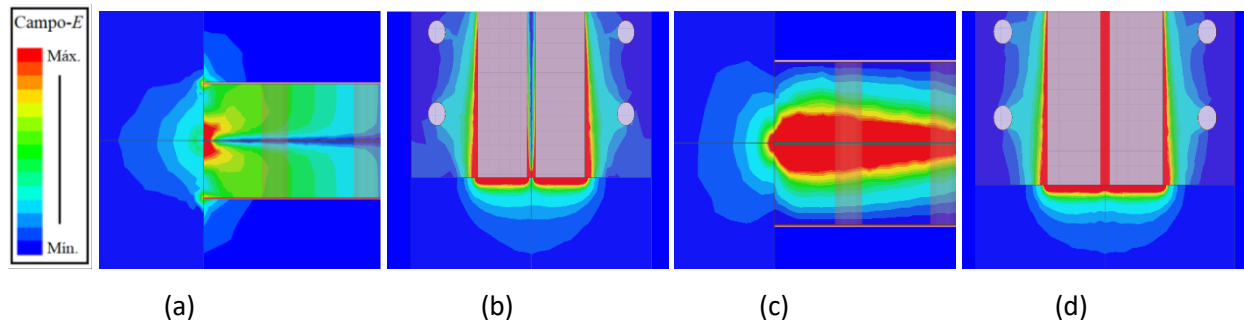


Figura 67. Campo E a la frecuencia de 3 GHz para el agua, (a): plano x - z en modo común, (b): plano x - y en modo común, (c): plano x - z en modo diferencial y (d): plano x - y en modo diferencial.

En las Figuras 65-c, 66-c y 67-c se puede observar el campo E proveniente del sensor en la interfaz con la muestra de agua para el plano vertical x - z a las frecuencias de 1, 2 y 3 GHz respectivamente.

En estas figuras se puede apreciar la máxima intensidad del campo E alrededor de las líneas en el interior del sustrato dieléctrico; también se puede observar que existe muy buena concentración del campo E dentro del material. En las Figuras 65-d, 66-d y 67-d se observa la llegada del campo E desde el plano horizontal x - y , apreciándose que entre las líneas sí se halla mucha intensidad del campo E .

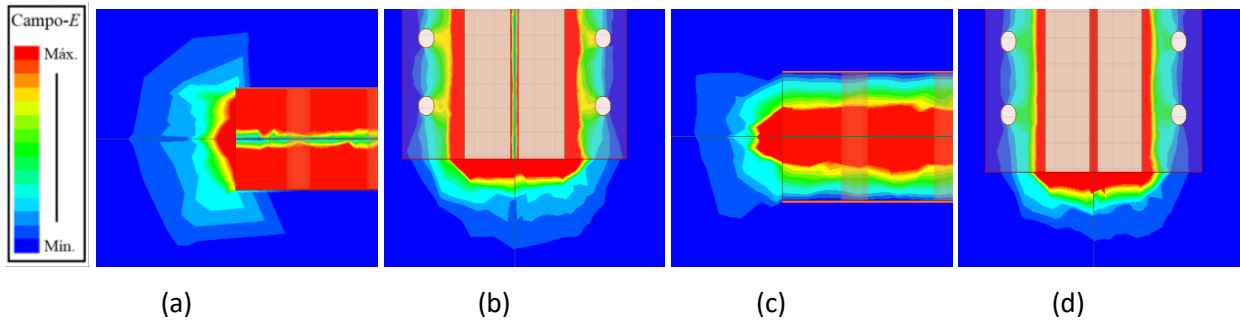


Figura 68. Campo E a la frecuencia de 1 GHz para el aire, (a): plano x-z en modo común, (b): plano x-y en modo común, (c): plano x-z en modo diferencial y (d): plano x-y en modo diferencial.

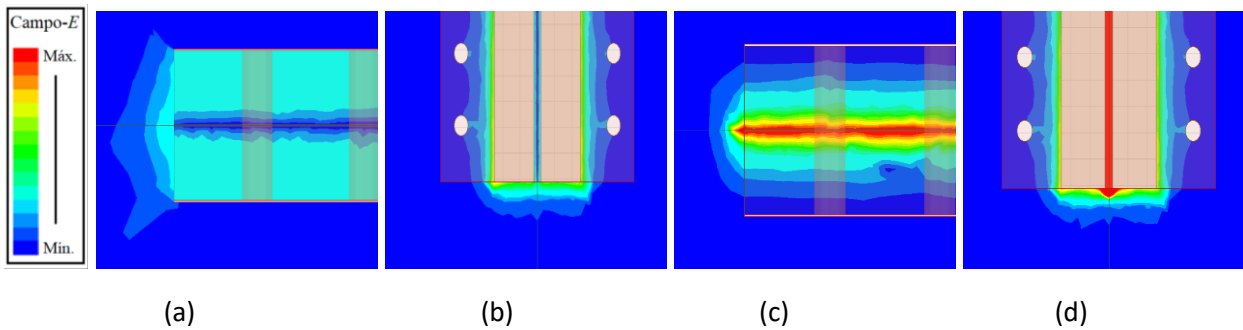


Figura 69. Campo E a la frecuencia de 2 GHz para el aire, (a): plano x-z en modo común, (b): plano x-y en modo común, (c): plano x-z en modo diferencial y (d): plano x-y en modo diferencial.

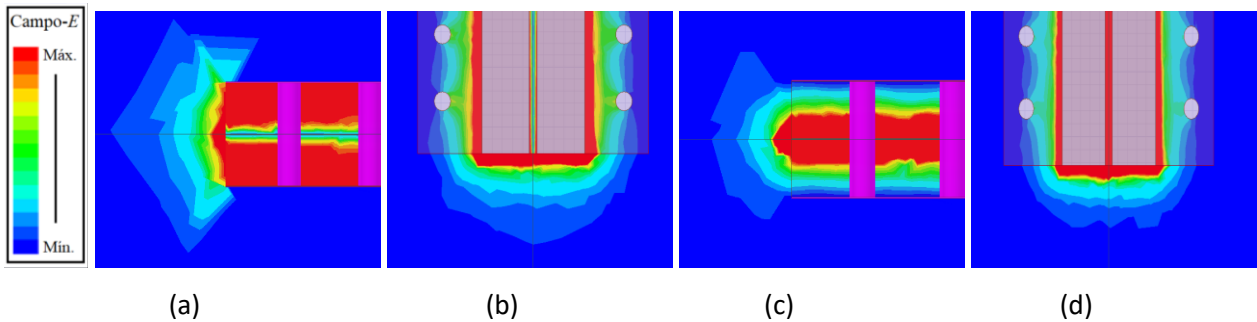


Figura 70. Campo E a la frecuencia de 3 GHz para el aire, (a): plano x-z en modo común, (b): plano x-y en modo común, (c): plano x-z en modo diferencial y (d): plano x-y en modo diferencial.

En las Figuras 68, 69 y 70 se muestra la distribución del campo E en el sensor y el aire para los modos común y diferencial a las frecuencias de 1, 2 y 3 GHz respectivamente. Para cada figura, (a) y (b) representan las dos vistas de los planos con el campo E en modo común, mientras que (c) y (d) lo ilustran para el modo diferencial.

En las Figuras 68-a, 69-a, y 70-a se aprecia la interacción entre el campo E del sensor y el aire en el plano vertical x - z . Como en el caso del agua, en la zona circundante a las líneas stripline es donde menor cantidad de campo E se localiza, este se dispersa de manera considerable. En las Figuras 68-b, 69-b y 70-b se observa para el plano horizontal x - y que también la mayor intensidad del campo se localiza alrededor de las líneas conductoras y no entre ellas. En general, para 1 GHz y 3 GHz, existe mayor penetración del campo E en la muestra que, para el caso del agua, esta situación se debe a que la diferencia de permitividad dieléctrica que observa el sensor es mucho menor con el aire que con el agua. De forma general, cuando el sensor trabaja en modo diferencial se obtiene gran concentración del campo en las líneas del sensor en los planos x - z de las Figuras 68-c, 69-c, 70-c y los planos x - y de las Figuras 68-d, 69-d y 70-d. El campo E interactúa con el medio de baja permitividad con menor dispersión que en el modo común.

Como fue mencionado anteriormente, en el modo común las líneas de campo viajan desde las líneas metálicas hacia el plano de tierra, y debido a que las dos presentan la misma fase, los campos de las líneas terminan repeliéndose mutuamente. En cambio, en el modo diferencial las líneas del campo viajan de una línea metálica a la otra, lo cual hace que mayor cantidad del campo se concentre circundante a las líneas en ambos planos, de modo que es más fácil penetrar al material.

5.4-Desempeño del sensor y análisis de sensibilidad

Analizando la interacción entre el sensor y algunas muestras de distinta permitividad, se realizó la simulación electromagnética a la frecuencia de 1 GHz de materiales con diferentes propiedades dieléctricas, se utilizaron valores de permitividad relativa de 10, 20, 40 y 60, y la tangente de pérdidas en el rango de 0 a 0.6 en intervalos de 0.2. La impedancia en los modos común y diferencial fue obtenida en simulación para cada valor de permitividad y representada en una carta de Smith como se muestra en la Figura 71, donde los círculos corresponden a la impedancia en modo común y las cruces representan la impedancia en el modo diferencial.

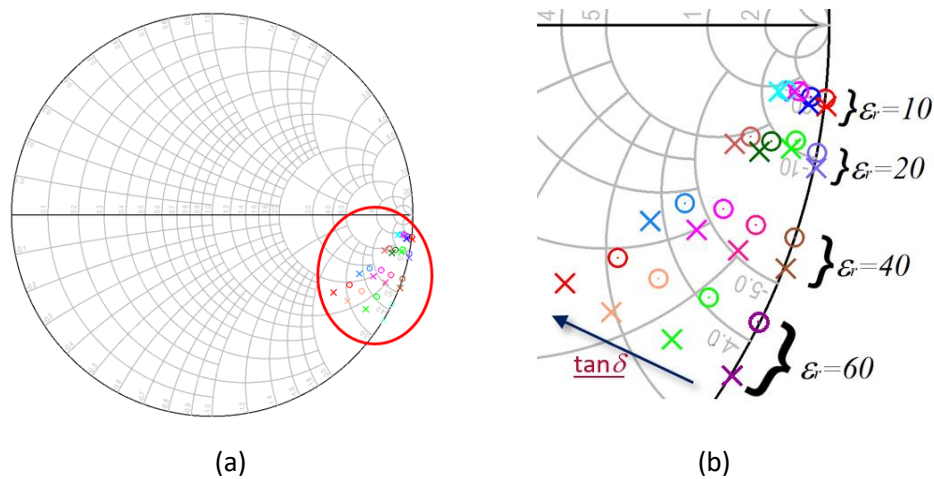


Figura 71. Impedancias en los modos común (O) y diferencial (X) para un material de permitividad dieléctrica hipotética, (a): carta de Smith y (b): acercamiento a la región de impedancias.

En la Figura 71 se observa que cuando la tangente de pérdidas tuvo el valor de 0, la impedancia se localizó en la circunferencia de la carta de Smith para ambos modos y a medida que las pérdidas tangenciales del material aumentaron la impedancia se fue alejando gradualmente de este borde exterior hacia el centro. Como análisis de lo anterior, se puede afirmar que

- las impedancias se encuentran asociadas por grupos según la permitividad relativa,
- las impedancias en modo diferencial se encuentran localizadas más lejos del punto de impedancia infinito (circuito abierto), introduciendo mayor cambio de fase que sus equivalentes en el modo común,
- el hecho anterior se hizo más claro a medida que fue aumentando la permitividad relativa del material, aumentando también la diferencia entre las impedancias,
- con base en el punto anterior, se demuestra que el sensor bajo el modo diferencial presenta mayor sensibilidad que bajo el modo común.

Para realizar el análisis de los líquidos, se configuran ahora en el simulador muestras con los valores de permitividad de los líquidos etanol, metanol, ron y agua. En la Figura 72 se representan las impedancias en carta de Smith de las muestras con el sensor en los modos común (círculos) y diferencial (cruces) a la frecuencia central de 1 GHz con un ancho de banda de 100 MHz. Como en el caso anterior de la Figura 71-b, con materiales de mayor permitividad dieléctrica se incrementaron tanto la separación entre las impedancias de ambos modos como la lejanía del punto de impedancia infinita.

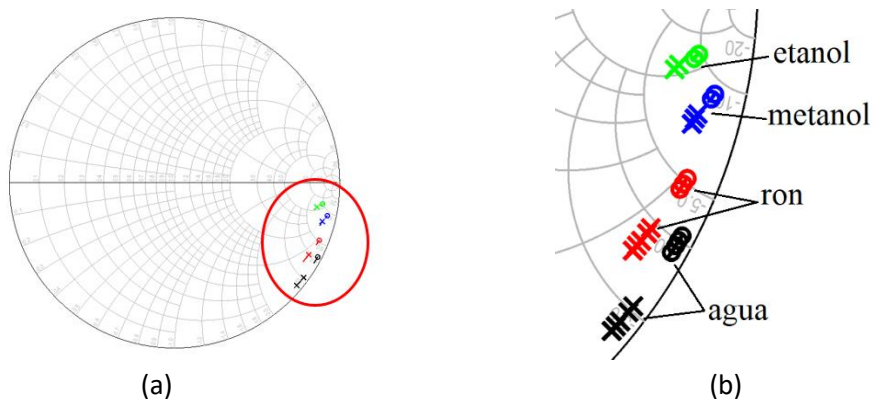


Figura 72. Impedancias en los modos común y diferencial para los líquidos etanol, metanol, ron y agua, (a): carta de Smith y (b): acercamiento a la región de impedancias.

En la Figura 72-b se puede apreciar que existe mayor dispersión de los valores de impedancia para materiales en que la permitividad dieléctrica es mayor. Los resultados obtenidos demuestran que es factible utilizar el sensor balanceado para medir permitividad dieléctrica en líquidos como los analizados utilizando el método de reflexión. Del análisis de distribución de campo E , se evidencia que el modo diferencial permite una concentración del mismo dentro de la muestra. Adicionalmente, los resultados de las impedancias muestran que el dispositivo diseñado es más sensible cuando opera con el modo diferencial. Por estas razones, cuando el sensor balanceado opera en el modo diferencial resulta una opción excelente para el análisis de materiales sin necesidad de estructuras más grandes o complejas, como planos de tierra extendidos, e incluso sin la necesidad de sumergir el sensor dentro de la muestra a analizar, como sucede con los sensores coaxiales simples.

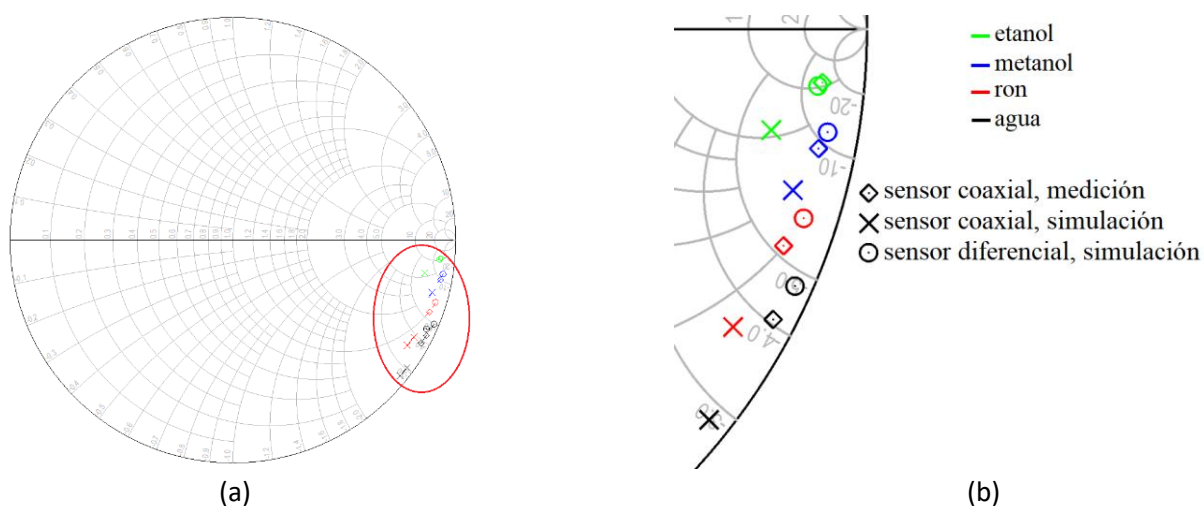


Figura 73. Impedancias de los líquidos etanol, metanol, ron y agua obtenidas por medición y por las simulaciones con la sonda coaxial y el sensor balanceado en modo diferencial, (a): carta de Smith y (b): acercamiento a la zona de impedancias.

A manera de comparación, se presentan en la Figura 73 las impedancias obtenidas mediante simulaciones con el sensor balanceado propuesto en modo diferencial y las obtenidas experimentalmente con el sensor de prueba coaxial simple con las muestras etanol, metanol, ron y agua para 1 GHz de frecuencia. Se puede observar en la Figura 73 que el sensor en el modo diferencial muestra mayor sensibilidad que las puntas de pruebas coaxial simulada y utilizada en las mediciones. La separación entre la impedancia en modo diferencial obtenida a través del sensor propuesto y la impedancia obtenida mediante la simulación de la prueba coaxial se hace mayor a medida que la muestra simulada presentó una permitividad de mayor valor.

5.4.1- Relación existente entre la permitividad dieléctrica del material bajo prueba y el coeficiente de reflexión del sensor en modo diferencial

La impedancia y los parámetros de reflexión en modo diferencial del sensor propuesto, midiendo un material hipotético al cual se le configuraron sus valores de permitividad dieléctrica, fueron obtenidos y se muestran en la Figura 71 para la frecuencia central de 1 GHz. Tomando estos datos, se analiza la relación entre la permitividad del material bajo prueba y el coeficiente de reflexión Γ del sensor en modo diferencial. En la Figura 71 se observa que tanto la magnitud del coeficiente de reflexión Γ como el ángulo Φ de la fase varían con una tendencia definida para los distintos valores de la permitividad real ϵ' y de la parte imaginaria de la permitividad ϵ'' de la muestra. Dicha relación se muestra en la Figura 74 con el análisis de materiales que tienen valores distintos en su permitividad.

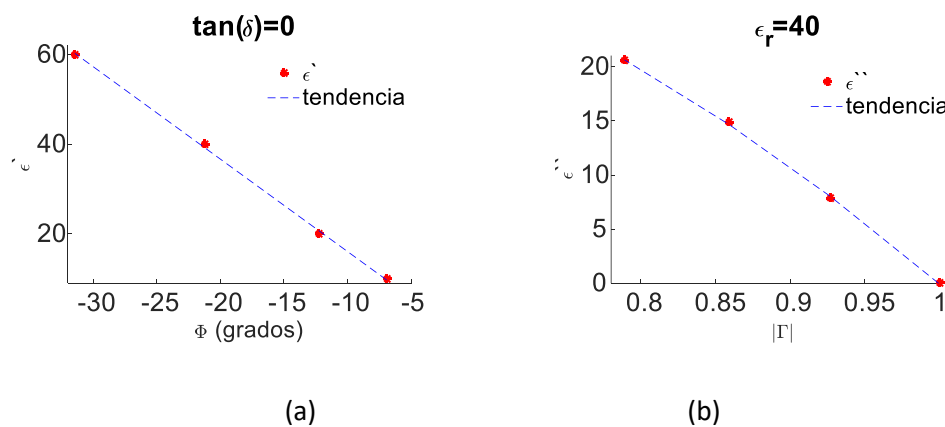


Figura 74. Relación entre $\Gamma^{diferencial}$ y la permitividad del material, (a) ϵ' vs. Φ , y (b) ϵ'' vs. $|\Gamma|$.

Estableciendo en las simulaciones que el valor de $\tan\delta=0$ es fijo para muestras hipotéticas, se varió a ε' en los valores 10, 20, 40 y 60.

En la Figura 74-a se muestra la relación que existe entre los valores de ε' de la muestra y el ángulo Φ del coeficiente de reflexión Γ , pudiéndose notar que presentan una relación lineal que puede ser modelada con un polinomio de primer grado

$$\varepsilon' = -2.06\Phi - 4.52, \quad (73)$$

Por otro lado, manteniendo constante el valor de $\varepsilon_r=40$, se establecieron los valores de ε'' de la muestra 0, 7.84, 17.86 y 20.58. La relación entre ε'' de la muestra y la magnitud del coeficiente de reflexión Γ obtenido con el sensor se observa en la Figura 74-b, la cual se puede modelar con el polinomio de segundo grado

$$\varepsilon'' = -73.96\Gamma^2 + 35.7\Gamma + 38.54, \quad (74)$$

De esta forma, la medición de los parámetros de permitividad dieléctrica de líquidos utilizando el sensor de tipo balanceado en su modo diferencial, se realiza modelando primero el comportamiento con (73) y (74) utilizando materiales estándar con valores conocidos de permitividad, y posteriormente midiendo los materiales dieléctricos desconocidos que se desean analizar.

5.5-Conclusiones del capítulo

En el presente capítulo se realizó el diseño de una estructura compuesta por dos líneas paralelas acopladas tipo *stripline* con el objetivo de que sea propuesto un circuito para hacer mediciones dieléctricas en materiales. Mediante el *software Ansys HFSS* se realizó un estudio sobre la interacción entre el material y el campo en los modos común y diferencial. Se observó que el sensor propuesto operando en el modo diferencial es más conveniente porque brinda mayor sensibilidad que el modo común y logra penetrar más el campo E dentro de la muestra cuando se compara con la operación en modo común. Además, se evidencia que el sensor propuesto presenta mayor sensibilidad incluso que el sensor coaxial comercial utilizado para las mediciones reportadas en capítulos previos, lo cual se traduciría en mediciones con mayor precisión con la versión ya implementada.

En el análisis del campo E en diferentes muestras se observó que, a diferencia del sensor coaxial, prácticamente no existieron dispersiones cuando se utilizó el sensor propuesto operando en modo diferencial, logrando que todo el campo E interactúe con la muestra. Este aspecto posibilitó poder hacer mediciones colocando al sensor en una posición rasante con la superficie del material. Con estos resultados se abre la posibilidad de realizar mediciones en materiales sólidos donde no haya que hundir el sensor en el material. Realizando simulaciones de materiales de diferente permitividad dieléctrica se observó que a medida que aumenta el valor de esta propiedad se aleja más la impedancia del punto de circuito abierto en la carta de Smith. Cuando se analizaron las impedancias en cortocircuito y circuito abierto en el modo diferencial a través de la simulación en el HFSS, se observó que existía un desplazamiento sobre el círculo externo de la carta de Smith a medida que aumentó la frecuencia. Este hecho se le adjudicó al campo E que se desborda de la frontera de las líneas *stripline*, el cual tiene una longitud eléctrica mayor, lo cual no ocurre en el modo común. A través de la simulación se mostró la relación observada entre el coeficiente de reflexión del sensor en modo diferencial y la permitividad dieléctrica compleja del material bajo análisis.

Capítulo 6. Conclusiones y Trabajo Futuro

El análisis de materiales en frecuencias de microondas da lugar a distintas aplicaciones en diversos ámbitos como la medicina, industria, agricultura, pesca, alimentos, etc. En el caso particular de alimentos con el análisis de bebidas alcohólicas, suele darse el caso de que las personas que deciden falsificar bebidas alcohólicas venden un producto de menor calidad que el original y bajan los precios con el objetivo de obtener ganancias económicas. Este hecho puede traer como consecuencia negativa la afectación de la salud de quien ingiera estos licores, intoxicación o la pérdida de la vida en algunos casos. Tomando como base al ron *Havana Club Añejo 3 Años*, de origen y fabricación cubana, se desarrollaron estudios donde se midió su reacción a la energía electromagnética en el rango de frecuencias de RF/microondas para su caracterización y la de sus mezclas con metanol, etanol y agua (sustancias más comúnmente usadas para adulterar bebidas alcohólicas). Llegados a este punto en este trabajo de tesis, se llegó a las siguientes conclusiones:

- Se realizó una amplia investigación bibliográfica donde se estudiaron temas relacionados con muchos de los materiales que han sido caracterizados a través de la medición de la permitividad dieléctrica, la aplicación de estos resultados en la industria y la tecnología. Es así que fueron repasadas las leyes de Maxwell, se definió la permitividad dieléctrica compleja de materiales y se estudiaron ecuaciones que modelan la permitividad dieléctrica en el rango de frecuencias de RF/microondas, especialmente los modelos de Debye y Cole-Cole.
- Fueron estudiados los métodos de medición de permitividad dieléctrica en materiales, específicamente la técnica de sonda coaxial terminada en circuito abierto. Asociados con esta, fueron estudiados el modelo capacitivo y el de línea virtual para el cálculo de la permitividad a partir de los valores de coeficientes de reflexión medidos. Para la calibración del sistema de medición, se utilizó la técnica SOL con el modelo de medición de un puerto en dos etapas: la primera en el plano anterior al sensor, mientras que la segunda se aplicó justamente hasta la punta de la prueba coaxial.
- Fueron preparadas mezclas de ron con metanol, etanol y agua para imitar un ron contaminado, estas muestras fueron analizadas e identificadas utilizando la técnica de la punta coaxial terminada en circuito abierto. Durante el estudio fueron detectadas zonas de frecuencia donde las diferencias entre el ron y las mezclas fueron más notables. Los parámetros de relajación de los

líquidos bajo prueba fueron calculados y reportados gracias al empleo de los modelos de relajación Cole-Cole y Debye.

- Se desarrolló un método para calcular la permitividad de mezclas de ron con metanol, etanol y agua en baja concentración ($0 \leq X \leq 0.15$) basado en el modelado de los parámetros de relajación mediante polinomios. Este método se comparó con la técnica para la determinación de la permitividad compleja de mezclas binarias encontrado en la literatura: Steeman y Maurer. La precisión alcanzada al obtener los parámetros de relajación de las mezclas de ron con metanol, etanol o agua en baja concentración fue mayor en la técnica propuesta en este trabajo de tesis que la que fue alcanzada por el método de la literatura. Como extensión, fueron realizadas mediciones en todo el rango posible de concentraciones para una mezcla binaria utilizando al ron y el metanol, el etanol y el agua no-ionizada, siendo posible generar polinomios para el intervalo $0 \leq X \leq 1$.
- Empleando la simulación en *Ansys HFSS*, se llevó a cabo un estudio sobre la distribución del campo eléctrico dentro de las muestras líquidas ron, metanol, etanol y agua a las frecuencias de 1, 10 y 20 GHz a través de una sonda diseñada y simulada para trabajar como la que se utilizó para medir. Se observó que el correcto funcionamiento de la sonda dependía más del espacio por debajo de ella que hacia sus lados, ya que aquí era donde se concentraba la mayor intensidad del campo E . Aplicando el concepto hallado en la literatura de profundidad de penetración, fue reducido el volumen de las muestras. En pos de alcanzar mayor precisión en los resultados obtenidos, se propuso entonces disminuir el espacio por debajo de la sonda coaxial utilizando la distancia hasta donde el campo eléctrico cae al 5% de su valor máximo la precisión alcanzada con el criterio propuesto fue mayor que con el concepto de la literatura.
- Mediante el estudio de la teoría de las líneas paralelas acopladas y la del acoplador direccional, se propuso el diseño de un sensor balanceado basado en estructura *stripline* a la frecuencia de 1 GHz que permita hacer estudios de permitividad dieléctrica materiales calculando sus parámetros *single-ended* y modo mixto. Empleando dicho sensor en modo diferencial se obtiene mayor sensibilidad que con sensores comerciales. El modo diferencial de operación también permite una gran concentración del campo E , logrando mayor penetración del material bajo prueba; es así que el sensor propuesto puede ser utilizado en posición rasante respecto a la superficie de algunos materiales, es posible de realizar mediciones en materiales sólidos donde no se tenga que hundir el sensor en el material. Se ejemplificó la relación observada entre los parámetros de reflexión del

sensor operando en modo diferencial para muestras hipotéticas y la permitividad de las mismas, estos aspectos serán más investigados en el futuro.

Los principales aportes realizados con el estudio de la permitividad dieléctrica del ron y sus mezclas con metanol, etanol y agua son destacados a continuación:

- Datos de permitividad compleja y parámetros de relajación dieléctrica del ron *Havana Club* Añejo 3 Años en el rango de frecuencias de 300 MHz a los 15 GHz.
- Método para calcular la permitividad dieléctrica de mezclas de este ron con metanol, etanol o agua en baja concentración ($X \leq 0.15$), basándose en los polinomios que modelan el comportamiento de los parámetros de relajación de dichas muestras.
- Propuesta de un criterio para disminuir el volumen de las muestras líquidas que se analizan utilizando el método de sonda coaxial terminada en circuito abierto, logrando alto grado de precisión.
- Diseño de un sensor balanceado para la medición de permitividad dieléctrica en líquidos, con mayor sensibilidad que sensores ya fabricados, y que puede medir muestras líquidas independientemente de la distancia en que se encuentre inmerso en el material.

Como Trabajo Futuro se proponen cuestiones relacionadas con darle continuidad a este trabajo de tesis, entre ellas se relacionan a continuación:

- Medición del ron y sus mezclas con metanol, etanol y agua a otras temperaturas con el objetivo de caracterizar al ron en un espectro más amplio de valores de permitividad dieléctrica compleja.
- Extensión de la investigación desarrollada a otras bebidas de gran consumo, como jugos, leche, aguas de sabor, otras bebidas alcohólicas, etc.

- Caracterización de otras sustancias que también se utilizan para la adulteración de licores y medir mezclas de ron con dichos materiales.
- Comprobación experimental de la precisión de la medición cuando el volumen de las muestras líquidas se reduce utilizando el criterio propuesto.
- Construcción y caracterización experimental del sensor balanceado propuesto; realizar mediciones de materiales.

Literatura citada

- Abbas, M., Hamdoun, B. 2004. "Measurement of complex permittivity of adhesive materials using a short open-ended coaxial line probe". *Journal of Microwaves and Optoelectronics*, 3(4), 50-57
- Agilent Technologies. 2006. "Basics of Measuring the Dielectric Properties of Materials". Application Note. Recuperado en 2016 de: http://academy.cba.mit.edu/classes/input_devices/meas.pdf
- Agilent Technologies. 2013. "85070E Dielectric Probe Kit". Recuperado en 2016 de: <http://na.support.keysight.com/materials/help/85070.pdf>
- Anderson, J. M., Sibbald, C. L., Stuchly, S. S. 1994. "Dielectric Measurements Using a Rational Function Model". *IEEE transactions on microwave theory and techniques*, 42(2), 199-204. doi: 10.1109/22.275247
- Athey, T.W., Stuchly, M.A., Stuchly, S. S. 1982. "Measurement of Radio Frequency Permittivity of Biological Tissues with an Open-Ended Coaxial Line: Part I". *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, 30(1), 82-86. doi: 10.1109/TMTT.1982.1131021
- Bate, B., Burns, S.E. 2014. "Complex dielectric permittivity of organically modified bentonite suspensions (0.2–1.3 GHz)". *Canadian Geotechnical Journal*. 51(7), 782-794. doi: [dx.doi.org/10.1139/cgj-2013-0286](https://doi.org/10.1139/cgj-2013-0286)
- Baudry, A., Louis, A., Mazari, B. 2006. "Characterization of the open-ended coaxial probe used for near-field measurements in emc applications". *Progress In Electromagnetics Research*, 60, 311–333. doi: 10.2528/PIER05112501
- Bianco, B., Drago, G. P., Marchesi, M., Martini, C., Mela, G. S., Ridella, S. 1979. "Measurements of Complex Dielectric Constant of Human Sera and Erythrocytes". *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, IM-28(4), 290-295.
- Biju-Kumar, S., Mathew, K. T., Raveendranath, U., Augustine, P. 2001. "Dielectric properties of certain biological materials at microwave frequencies". *Microwave Power and Electromagnetic Energy*. 36(2), 67-75
- Bin-Arifin, A.A., Abdul-Aziz, N.H., Azura-Othman, K. 2011. "Implementation of GPS for Location Tracking". En: 2011 IEEE Control and System Graduate Research Colloquium. Shah Alam, Malaysia. 27-28 June 2011. IEEE, p. 77. doi: 10.1109/ICSGRC.2011.5991833
- Boughriet, A., Wu, Z., McCann, H., Davis, L. E. 1999. "The Measurement of Dielectric Properties of Liquids at Microwave Frequencies Using Open-ended Coaxial Probes". En: 1st World Congress on Industrial Process Tomography, Buxton, Greater Manchester, Reino Unido, April 14-17.
- Brady, M. M., Symons, S. A., Stuchly, S. S. 1981. "Dielectric Behavior of Selected Animal Tissues in Vitro at Frequencies from 2 to 4 GHz". *IEEE Transactions On Biomedical Engineering*, BME-28(3), 305-307. doi: 10.1109/TBME.1981.324707

- Brown, B., Hess, D., Desai, V., Deen, M. J. 2006. "Dielectric Science and Technology". The Electrochemical Society Interface, 15(1), 28-31
- CASCADE Microtech. "On-wafer vector network analyzer calibration and measurements". Application Note. 1–13. <https://www.cascademicrotech.com/files/ONWAFER.pdf>
- Castejón Ferrer, D. 2015. "Avances en el Estudio de Matrices Alimentarias mediante RMN Metabolómica". Tesis de Doctorado en Ciencias. Universidad Complutense de Madrid. 328 pp.
- Castro Giráldez, M. 2001. "Estudio de los Espectros Dieléctricos para el Control de Calidad de Alimentos". Tesis de Doctorado en Ciencias. Universidad Politécnica de Valencia. 334 pp.
- Chan, Y.T., Tsui, W.Y., So, H.C., Ching, P.C. 2006. "Time-of-Arrival Based Localization Under NLOS Conditions". IEEE Transactions on Vehicular Technology, 55(1). doi: 10.1109/TVT.2005.861207
- Chen, H., Tan, C., Wu, T., Wang, L., Zhu, W. 2014. "Discrimination between authentic and adulterated liquors by near-infrared spectroscopy and ensemble classification". Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy. 130, 245–249. doi: 10.1016/j.saa.2014.03.091
- Chen, L.F., Ong, C.K., Neo, C. P., Varadan, V.V., Varadan, V.K. 2004. "Microwave Electronics: Measurement and Materials Characterization". John Wiley & Sons, Ltd, Singapore.
- d'Amore, M., Barba, A. A. 2012. "Relevance of Dielectric Properties in Microwave Assisted Processes". En: Microwave Materials Characterization, (Ed): Sandra Costanzo. InTech. 91-118. doi: 10.5772/51098
- da Costa, R. S., Santos, S. R. B., Almeida, L. F. Nascimento, E. C. L., Pontes, M. J. C., Lima, R. A. C., Simões, S. S., Ugulino-de Araújo, M. C. 2004. "A novel strategy to verification of adulteration in alcoholic beverages based on Schlieren effect measurements and chemometric techniques". Microchemical Journal. 78, 27-33. doi:10.1016/j.microc.2004.03.006
- Daout, B., Sallin, M. 2014., Wipf, H. "Measurement of Complex Permittivity of Large Concrete Samples with an Open-Ended Coaxial Line". Measurement Notes. Recuperado en 2017 de: <http://ece-research.unm.edu/summa/notes/Measure/mn65.pdf>
- Digón Rodríguez, D. 2006. "Estudio de la Relajación Dieléctrica en Mezclas Polar-No Polar por Reflectometría en Dominio del Tiempo (T.D.R.)". Trabajo Académicamente Dirigido. Universidad de Zaragoza. 61 pp.
- Dios-Otín F., Artigas García D., Reolons Martos J., Comerón Tejero A., Canal Bienzobal F., 1998. "Campos electromagnéticos", Ediciones UPC. Barcelona.
- El Khaled, D., Novas, N., Gazquez, J. A., García, R. M., Manzano-Agugliaro, F. "Fruit and Vegetable Quality Assessment via Dielectric Sensing". Sensors 2015, 15(7), 15363-15397; doi:10.3390/s150715363
- Elvira, J., Oliver, M.A., Arnau, J. Gobantes, I. Riu, P. Grèbol, N. Monfort, J.M. 2001. "Medida de espectroscopia de independencia eléctrica para la estimación de calidad de carne en línea". En: I Congreso Nacional de la Carne. Madrid, España. 16 y 17 de febrero de 2001. Estrategias Alimentarias, p. 37
- Fan, W., Lu, A. C. W., Wai, L. L., Lok, B. K. 2004. "Mixed-Mode S-Parameter Characterization of Differential Structures". En: Proceedings of the 5th Electronics Packaging Technology Conference, Singapore, 10-12 de diciembre. doi: 10.1109/EPTC.2003.1271579

- Feng, H., Tang, J., Cavalieri, R. P. 2002. "Dielectric properties of dehydrated apples as affected by moisture and temperature". *Transactions Of The American Society of Agricultural Engineers*, 45(1), 129-135.
- Fernández González, A. 2014. "Propiedades dieléctricas de los materiales del sector metalúrgico para su posterior aplicación en microondas." Tesis de Maestría de Ciencia y Tecnología de Materiales. Universidad de Oviedo. 104 pp.
- Fleisch, D. 2008. "A Student's Guide to Maxwell's Equations". Cambridge University Press, New York, EEUU
- Gabriel, C., Gabriel, S., Corthout, E. 1996. "The dielectric properties of biological tissues: I. Literature survey". *Physics in Medicine & Biology*, 41(11), 2231-2249. doi: 10.1088/0031-9155/41/11/001
- Gabriel, S., Lau, R. W., Gabriel, C. 1996. "The dielectric properties of biological tissues: II. Measurements in the frequency range 10 Hz to 20 GHz". *Physics in Medicine & Biology*, 41(11), 2251-2269. doi:10.1088/0031-9155/41/11/002
- 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 & Biology*, 41(11), 2271-2293. doi: 10.1088/0031-9155/41/11/003
- García Baños, B. 2004. "Estudio y optimización de sensores de microondas para la caracterización y monitorización de materiales en procesos industriales". Tesis doctoral. Universidad Politécnica de Valencia. pp417.
- García, A., Torres, J.L., De Blas, M., De Francisco, A., Illanes, R. 2004. "Dielectric Characteristics of Grape Juice and Wine". *Biosystems Engineering* 88(3), 343-349. doi: 10.1016/j.biosystemseng.2004.04.008
- García-Ruiz, I., Avilés-Castro, D., Jardón-Aguilar, H. 2001. "Development of a Microwave Dielectric Spectroscopy System for Materials". *Revista Mexicana de Física*, 47(1), 62-69.
- Garrido, R., Vélez, H., Pérez, V. 2013. "Resonancia magnética nuclear: nuevas aplicaciones en la cuantificación y la evaluación de intermediarios de vacunas basadas en polisacáridos". *VacciMonitor* 22(1), 35-42.
- Garro Linck, Y. 2001. "Caracterización por Resonancia Magnética Nuclear de nuevos compuestos farmacéuticos sólidos". Tesis de Doctorado en Física. Universidad Nacional de Córdoba. 141 pp.
- Geyer, R. G. 1990. "Dielectric Characterization and Reference Materials". National Institute of Standards and Technology. NIST Technical Note 1338
- Ghannouchi, F. M., Bosisio, R.G. 1989. "Measurement of Microwave Permittivity Using a Six-Port Reflectometer with an Open-Ended Coaxial Line". *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, 38(2), 505-508. doi: 10.1109/19.192335
- Ghodgaonkar, D. K., Varadan, V. V., Varadan, V. K. 1990. "Free-Space Measurement of Complex Permittivity and Complex Permeability of Magnetic Materials at Microwave Frequencies". *IEEE Transactions On Instrumentation and Measurement*. 39(2), 387-394. doi: 10.1109/19.52520
- Gómez, P., González, E. 2012. "Las ecuaciones de Maxwell". Recuperado en 2017 de: https://eltamiz.com/files/Ecuaciones_Maxwell.pdf

- Gradinarsky, L., Brage, H., Lagerholm, B., Bjorn, I. N., Folestad, S. 2006. "In situ monitoring and control of moisture content in pharmaceutical powder processes using an open-ended coaxial probe". *Measurement Science And Technology*. 17, 1847–1853. doi: 10.1088/0957-0233/17/7/024
- Grant, J. P., Clarke, R. N., Symm, G. T., Spyrou, N. M. 1989. "A critical study of the openended coaxial line sensor technique for RF and microwave complex permittivity measurements". *Journal of Physics E: Scientific Instruments*, 22(9), 757-770. doi: 10.1088/0022-3735/22/9/015
- Gregory AP, Clarke RN. 2012. "Tables of the complex permittivity of dielectric reference liquids at frequencies up to 5 GHz". Teddington: National Physical Laboratory.
- Guerrero-E, R.D.2016. "Implementación de una cavidad SIW en tecnología LTCC con un substrato de alta permitividad en banda S". *Ingenium*. 17(34). 11-18, mayo. 2016.
- Guo, W., Zhu, X., Liu, H., Yue, R., Wang, S. 2010. "Effects of milk concentration and freshness on microwave dielectric properties". *Journal of Food Engineering* 99 (3) 344–350. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2010.03.015
- Gutiérrez, M.C., Droguet, M. 2002. "La cromatografía de gases y la espectrometría de masas: identificación de compuestos causantes de mal olor". *Boletín Intexter*, (122), 35-41
- Haus, H. A., Melcher, J. R. 1998. "Electromagnetic Fields and Energy". Prentice-Hall, Englewood Cliffs, New Jersey
- Heaney, M. B. 2003. "Electrical Conductivity and Resistivity". En: Webster, J. G. (Ed.), *Electrical Measurement, Signal Processing and Displays*. CRC Press. EEUU. (pp. 1-14)
- Hernández-Gómez, E.S., Olvera-Cervantes, J.L., Corona-Chávez, A., Rosas-Guevara, G. 2014. "Desarrollo de un sistema de bajo costo para el sensado de la permitividad de materiales dieléctricos en el rango de microondas". En: SOMIXXIX Congreso de Instrumentación. Puerto Vallarta, Jalisco, México. 29 al 31 de octubre de 2014.
- Huynh, A., Karlsson, M., Gong, S. 2010. "Mixed-mode S-parameters and Conversion Techniques". En: *Advanced Microwave Circuits and Systems*, (Ed): Vitaliy Zhurbenko. InTech. 1-12. doi: 10.5772/8419
- Jakubikova, M., Sadecka, J., Majek, P. 2015. "Determination of adulterants in adulterant-fruit spirit blends using excitation-emission matrix fluorescence spectroscopy". *Acta Chimica Slovaca*, 8(1), 52-58. doi: 10.1515/acs-2015-0010
- Janezic, M. D., Jargon, J. A. 1999. "Complex Permittivity Determination from Propagation Constant Measurements". *IEEE Microwave and Guided Wave Letters*, 9(2), 76-78, doi: 10.1109/75.755052
- Janezic, M. D., Williams, D. F. 1997. "Permittivity Characterization from Transmission-Line Measurement". En: 1997 IEEE MTT-S International Microwave Symposium Digest, Denver, Colorado. EEUU. 8-13 de junio. IEEE. p. 1343, doi: 10.1109/MWSYM.1997.596577
- Jayendran, A., Jayendran, R. 1996. "Englisch für Elektroniker". Vieweg Teubner, Berlín.
- Kaatze, U. 2013. "Measuring the dielectric properties of materials. Ninety-year development from low-frequency techniques to broadband spectroscopy and high-frequency imaging". *Measurement Science and Technology*. 24(1). doi: 10.1088/0957-0233/24/1/012005

- Kaur-Kataria, T., Sosa-Morales, M. E., Olvera-Cervantes, J. L. Corona-Chavez, A. 2017. "Dielectric properties of tequila in the microwave frequency range (0.5–20 GHz) using coaxial probe". *International Journal of Food Properties*. 20(sup1), S377-S384. doi: 10.1080/10942912.2017.1297949
- KiranKumar, B., VishnuMurthy, R., Srivatsava, Tata Reddy Karri, B.V., Prasad, MDV. 2012. "Latest Trends in Wireless Mobile Communication (3G to 4G Technologies)". *International Journal of Computer Science and Information Technologies*, 3 (1), 3000 - 3005
- Komarov, V., Wang, S., Tang, J. 2005. "Permittivity and Measurements". En: Chang, K. (Ed.), *Encyclopedia of RF and Microwave Engineering*. John Wiley & Sons, Inc. (pp. 3693-3711), EEUU
- Krupka, J., Derzakowski, K., Riddle, B., Baker-Jarvis, J. 1998. "A dielectric resonator for measurements of complex permittivity of low loss dielectric materials as a function of temperature". *Measurement Science and Technology*. 9 (10), 1751–1756. DOI: 10.1088/0957-0233/9/10/015
- Kurokawa, K., 1964. "Power Waves and the Scattering Matrix". *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques* 13(2), 194 - 202, doi: 10.1109/TMTT.1965.1125964
- La Gioia, A., Porter, E., Merunka, I., Shahzad, A., Salahuddin, S., Jones, M., O'Halloran, M. 2018. "Open-Ended Coaxial Probe Technique for Dielectric Measurement of Biological Tissues: Challenges and Common Practices". *Diagnostics*, 8(40), doi:10.3390/diagnostics8020040
- Lachenmeier, D. W. 2016. "Adulteration of Alcoholic Beverages Including Unrecorded Alcohol". En: Downey, G. (Ed.), *Advances in Food Authenticity Testing*. Woodhead Publishing. Dublin, Republic of Ireland. (pp. 565-584)
- Lachenmeier, D. W., Schmidt, B. Bretschneider, T. 2008. "Rapid and mobile brand authentication of vodka using conductivity measurement". *Microchim Acta*, 160, 283–289. doi: 10.1007/s00604-007-0825-9
- Leśnikowski, J. 2012. "Dielectric permittivity measurement methods of textile substrate of textile transmission lines" *Przegląd Elektrotechniczny*. 88(3A), 148-151
- Liu, W., Wang, M., Shi, Y. 2018. "A Transmission-Reflection Method for Complex Permittivity Measurement Using a Planar Sensor". *IEEE Sensors Journal*, 18(10), 4059-4065. doi: 10.1109/JSEN.2018.2820079
- Lobato-Morales, H., Corona-Chávez, A., Murthy, D. V. B., Olvera-Cervantes, J. L. 2010. "Complex permittivity measurements using cavity perturbation technique with substrate integrated waveguide cavities". *Review of Scientific Instruments* 81(6), 064704. doi:10.1063/1.3442512
- Luna-Moreno, D., Monzón-Hernández, D., Noé-Arias, E., Regalado, L.E. 2012. "Determination of quality and adulteration of tequila through the use of surface plasmon resonance". *Applied Optics*. 51(21), 5161-5167. doi: 10.1364/AO.51.005161.
- Marsland, T. P., Evans, S. 1987. "Dielectric measurements with an open-ended coaxial probe". *IEE Proceedings H - Microwaves, Antennas and Propagation*, Vol. 134(4), 341-349. doi: 10.1049/ip-h-2.1987.0068
- Meaney, P. M., Gregory, A., Epstein, N. R., Paulsen, K. D. 2014. "Microwave open-ended coaxial dielectric probe: interpretation of the sensing volume re-visited". *BioMed Central Medical Physics*. 14(3). doi:10.1186/1756-6649-14-3

- Meaney, P. M., Gregory, A., Seppälä, J., Lahtinen, T. 2016. "Open-Ended Coaxial Dielectric Probe Effective Penetration Depth Determination". IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, 64(3), 915-923. doi: 10.1109/TMTT.2016.2519027
- Mediavilla Salcedo, P. 2012. "Sensores de Microondas para la Detección de Materiales de Alta Constante Dieléctrica". Tesis de Licenciatura en Física. Universidad de Cantabria. 71 pp.
- Miki, T., Ohya, T., Yoshino, H., Umeda, N. 2005. "The Overview of the 4th Generation Mobile Communication System". En: 2005 5th International Conference on Information Communications & Signal Processing. Bangkok, Thailandia. 6-9 Dec. 2005. IEEE, p. 1551.
- Misra, D. K. 2004. "Permittivity Measurement". En: Webster, J. G. (Ed.), Electrical Measurement, Signal Processing and Displays. CRC Press. EEUU. (pp. 1-12)
- Montoya Villegas, K. 2015. "Estudio Comparativo de Modelos de Comportamiento de Amplificadores de Potencia de RF". Tesis de Maestría en Ciencias. Instituto Politécnico Nacional, Centro de Investigación y Desarrollo de Tecnología Digital. 90 pp.
- Moolakuzhy-Narayanan, P. 2014. "Microstrip Transmission Line Method for Broadband Permittivity Measurement of Dielectric Substrates". IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, 62(11), 2784-2790. doi: 10.1109/TMTT.2014.2354595
- Moreno Pérez, M. 2015. "Resonancia Magnética Nuclear Aplicada a la Síntesis Orgánica y a la Metabolómica. Control de Calidad de los Alimentos y Estudio de los Metabolitos Celulares". Tesis de Doctorado en Ciencias. 301 pp.
- Nascimento, E. C. L., Araújo, M.C. U., Galvão, R. K. H. 2011. "A Flow-Batch Analyzer for UV-Vis Spectrophotometric Detection of Adulteration in Distilled Spirits". Journal of Brazilian Chemical Society. 22(6), 1061-1067. doi: 10.1590/S0103-50532011000600009
- Nelson, S. O. 1999. "Dielectric properties measurement techniques and applications". TRANSACTIONS OF THE American Society of Agricultural Engineers, 45(2), 523-529. doi: 10.13031/2013.13385
- Nelson, S. O., Bartley, P. G. 1998. "Open-Ended Coaxial-Line Permittivity Measurements on Pulverized Materials". IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement. 47(1), 133-137. doi: 10.1109/19.728805
- Nelson, S. O., Trabelsi, S., Kays, S. J. 2008. "Dielectric Spectroscopy of Melons for Potential Quality Sensing". Transactions of the American Society of Agricultural and Biological Engineers, 51(6), 2209-2214. doi: 10.13031/2013.25384)
- Nguyen, A. N., Shirai, H. 2017. "A Free Space Permittivity Measurement at Microwave Frequencies for Solid Materials". IEICE Transactions on Electronics. E100-C(1), 51-59. doi: 10.1587/transele.E100.C.52
- Oliver Riera, B. 2016. "Permittivity measurements using coaxial probes". Tesis de Ingeniería. Universitat Politècnica de Catalunya. 43 pp.
- Ortega-Palacios, R., Leija, L Vera, A., Cepeda, M. F. J. 2010. "Measurement of breast - tumor phantom dielectric properties for microwave breast cancer treatment evaluation". En: 2010 7th International Conference on Electrical Engineering, Computing Science and Automatic Control. Tuxtla Gutiérrez, Chiapas, México. September 8-10, 2010. IEEE. p, 216. ISBN: 978-1-4244-7314-4.

- Othman, M.A., Noor, P.N.M.M.M., Arshad, T. S. M., Yasin, N. Y. M., Taib, S. N., Ismail, M. M., Misran, M. H., Meor-Said, M.A., Sulaiman, H.A., Ramlee, R.A. 2013. "An Analysis of Dielectric Constant of Pharmaceutical Medicines using Microwave Radiation Exposure" En: 2013 3rd International Conference on Instrumentation, Communications, Information Technology, and Biomedical Engineering. Bandung, Indonesia. November 7-8, 2013. IEEE, p.80
- Pontes, M. J. C., Santos, S. R. B., Araújo M. C. U., Almeida L.F., Lima R.A.C., Gaia~o, E.N., Souto, U. T. C. P.2006. "Classification of distilled alcoholic beverages and verification of adulteration by near infrared spectrometry". Food Research International 39 (2006) 182–189. doi: 10.1016/j.foodres.2005.07.005
- Popovic, D., McCartney, L., Beasley, C., Lazebnik, M., Okoniewski, M., Hagness, S. C., Booske, J. H. 2005. "Precision Open-Ended Coaxial Probes for *In Vivo* and *Ex Vivo* Dielectric Spectroscopy of Biological Tissues at Microwave Frequencies". IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, 53(5), 1713-1722. doi: 10.1109/TMTT.2005.847111
- Pozar, D. M. 2011. "Microwave Engineering". (4ta ed.) John Wiley & Sons, Ltd., EEUU
- Pulido Gaytán, M. A. 2012." Investigación e implementación de la técnica de calibración Line-Reflect-Reflect-Match (LRRM)". Tesis de Maestría en Ciencias. Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada. 132 pp.
- Pulido-Gaytán, M. A., Reynoso-Hernández, A., Zárate-de Landa, A., Loo-Yau, J. R., Maya-Sánchez, M. C. 2013. "Vector Network Analyzer Calibration Using a Line and Two Offset Reflecting Loads". IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, 61(9), 3417-3423. doi: 10.1109/TMTT.2013.2275471
- Raj-Adhikari, K. 2014. "Electrical Conductivity: Classical Electron and Quantum Mechanical Approaches". The Himalayan Physics,5(5), 31-35. doi: 10.3126/hj.v5i0.12833
- Reynoso-Hernández, J. A., Pulido-Gaytán, M. A., Maya-Sánchez, M. C., Loo-Yau, J. R. 2012. " ". En: 79th ARFTG Microwave Measurement Conference, Montréal, Canada, June 22, IEEE, doi:10.1109/ARFTG79.2012.6291201
- Reynoso-Hernández, J. A., Pulido-Gaytán, Zárate-de Landa, A., Zúniga-Juárez, J. E., Monjardín-López, J. R., García-Osorio, A., Orozco-Navarro, D., Loo-Yau, J. R., Maya-Sánchez, M. C. 2013. "Using Lines of Arbitrary Impedance as Standards on the TRL Calibration Technique". En: 81st ARFTG Microwave Measurement Conference, Seattle, Washington, June 7th. IEEE. doi: 10.1109/ARFTG.2013.6579059
- Rodríguez-Moré, Z. O., Lobato-Morales, H., Chávez-Pérez, R.A., Medina-Monroy, J.L. 2018a. "Complex dielectric permittivity of rum and its mixtures with methanol, ethanol, and water at frequencies up to 15 GHz". Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy. 52(1), 16-30, doi:10.1080/08327823.2017.1421013
- Rodríguez-Moré, Z. O., Lobato-Morales, H., Chávez-Pérez, R.A., Medina-Monroy, J.L. 2016. "Estudio de la Permitividad Dieléctrica Compleja en Ron y sus mezclas con Metanol, Etanol y Agua a frecuencias de Microondas usando Prueba Coaxial". En: 18 Convención Científica de Ingeniería y Arquitectura, La Habana, Cuba. 21-25 de noviembre
- Rodríguez-Moré, Z. O., Lobato-Morales, H., Chávez-Pérez, R.A., Medina-Monroy, J.L. 2018b. "Volume optimization of liquids for dielectric permittivity measurements at microwave frequencies". En:

- 2018 International Conference on Electronics, Communications and Computers, Cholula, Mexico, 21-23 Feb. 2018, IEEE, p. 122. doi:10.1109/CONIELECOMP.2018.8327183
- Rodríguez-Rodríguez, A. J., Martínez-Camacho, D. G., González-Gutiérrez, K., May-Arriola, D. A., Domínguez-Cruz, R. F., Matías-Maestro, I. R., Ruiz-Zamarreño, C. 2013. "Rum adulteration detection using an optical fiber sensor based on multimodal interference (MMI)". *Óptica Pura y Aplicada*. 46(4), 345-352. doi: 10.7149/OPA.46.4.345
- Rohde and Schwarz, 2012. "Measurement of Dielectric Material Properties". Application Note. https://cdn.rohde-schwarz.com/pws/dl_downloads/dl_application/00aps_undefined/RAC-0607-0019_1_5E.pdf
- Rowe, R.K., Shang, J.Q., Xie, Y. 2001. "Complex permittivity measurement system for detecting soil contamination". *Canadian Geotechnical Journal*. 38(3), 498–506. doi: 10.1139/cgj-38-3-498
- Rubinger, C. P. L., Costa, L. C. 2006. "Building a resonant cavity for the measurement of microwave dielectric permittivity of high loss materials". *Microwave and optical technology letters*. 49(7), 1687-1690. doi: 10.1002/mop.22506
- Rydholm, T. 2015. "Measurement of Complex Permittivity and Permeability through a Cavity Perturbation Method". Tesis de Mestría en Física Aplicada. Chalmers University of Technology. 105 pp.
- Sadiku, Matthew N. O. 2001. "Numerical Techniques in Electromagnetics". (2da ed.) CRC Press, EEUU
- Saeed Rabih, A. A., Begam, K. M., Ibrahim, T., Burhanudin, Z. A. 2014. "Dielectric Properties of Properly Slaughtered and Non-properly Slaughtered Chicken". *Journal of Medical Research and Development*. 3(1), 107-120.
- Said, T., Varadan, V. V. 2009. "Variation of Cole-Cole Model Parameters with the Complex Permittivity of Biological Tissues". En: 2009 IEEE MTT-S International Microwave Symposium Digest, Boston, Massachusetts, EEUU, 7-12 de junio, IEEE. doi: 10.1109/MWSYM.2009.5165979
- Sánchez-Paz, L.A. 2005. "Determinación de metanol en bebidas alcohólicas fermentadas tradicionales y populares de mayor consumo en dos regiones de la república de Guatemala por cromatografía de gases". Tesis en opción al título de Química Farmacéutica. Universidad de San Carlos de Guatemala, Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia.
- Sanchis Otero, A. 2009. "Aplicación de la Dielectroforesis a la Caracterización Dieléctrica de Células". Tesis de Doctorado en Ciencias. Universidad Complutense de Madrid. 146 pp.
- Sato T, Buchner R. 2004. "Dielectric relaxation processes in ethanol/water mixtures". *Journal of Physical Chemistry A*, 108 (23), 5007–5015. doi: 10.1021/jp035255o
- Schubert-Severo, S. L., de Salles, A. A. A., Nervis, B., Zanini, B. K. 2017. "Non-resonant Permittivity Measurement Methods". *Journal of Microwaves, Optoelectronics and Electromagnetic Applications*, 16(1), 297-311. doi: 10.1590/2179-10742017v16i1890
- Sekar, V., Torke, W.J., Palermo, S., Entesari, E. 2012. "A Self-Sustained Microwave System for Dielectric Constant Measurement of Lossy Organic Liquids". *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, 60(5), 1444-1455. doi: 10.1109/TMTT.2012.2187066

- Skocik, P., Neumann, P. 2015. "Measurement of Complex Permittivity in Free Space". *Procedia Engineering*, 100(), 100 – 104. doi: 10.1016/j.proeng.2015.01.347
- Smith RL Jr, Lee SB, Komori H, Arai K. 1998. "Relative permittivity and dielectric relaxation in aqueous alcohol solutions". *Fluid Phase Equilibria*. 144(1-2), 315–322. doi: 10.1016/S0378-3812(97)00275-6
- Steeman PAM, Maurer EHJ. 1990. "An interlayer model for the complex dielectric constant of composites". *Colloid and Polymer Science*. 268(4):315–325. doi: 10.1007/BF01411674
- Stuchly, M.A., Athey, T.W., G.M. Samaras; G.E. Taylor. 1982. "Measurement of Radio Frequency Permittivity of Biological Tissues with an Open-Ended Coaxial Line: Part II - Experimental Results". *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, 30(1), 87-92. doi: 10.1109/TMTT.1982.1131022
- Tang, J. 2015. "Unlocking Potentials of Microwaves for Food Safety and Quality". *Journal of Food Science*. 80(8), E1776- E1793. doi: 10.1111/1750-3841.12959
- Thidé, B. 2004. "Electromagnetic Field Theory". (8va ed.) Upsilon Books, Uppsala, Sweden
- Torres Betancor, M. E. 1999. "Efectroscopía dieléctrica y otras propiedades físicas de tartrados simples: puros y dopados". Tesis de Licenciatura en Ciencias Físicas. Universidad de la Laguna. 214 pp.
- Trabelsi, S., Nelson, S. O., 2003. "Free-space measurement of dielectric properties of cereal grain and oilseed at microwave frequencies". *Measurement Science and Technology*. 14 (5), 589-600. doi: 10.1088/0957-0233/14/5/308
- Trinh, L. H., Ferrero, F., Staraj, R., Ribero, J-M. 2012. "Mobile Phone Antenna for 2G, 3G and 4G Standards", En: *The 2013 International Conference on Advanced Technologies for Communications*, Ho Chi Minh, Viet Nam. 16-18 Oct. 2013. IEEE, p. 199. doi: 10.1109/ATC.2013.6698105
- Tuncer, E., Gubański, S. M., Nettelblad, B. 2002. "Dielectric relaxation in dielectric mixtures: Application of the finite element method and its comparison with dielectric mixture formulas". *Journal of Applied Physics*, 89(12), 8092-8100. doi: 10.1063/1.1372363
- Venkatesh, M. S., Raghavan, G. S. V. 2005. "An overview of dielectric properties measuring techniques". *Canadian Biosystems Engineering*. 47, 15-30
- Watanabe, K., Taka, Y., Fujiwara, O. 2009. "Cole-Cole Measurement of Dispersion Properties for Quality Evaluation of Red Wine". *Measurement Science Review*, 9(5), 113-116. doi: 10.2478/v10048-009-0025-3
- Wielandt, S., De Stry, L. 2017. "Indoor Multipath Assisted Angle of Arrival Localization". *Sensors* 2017. 17(11), 2522, doi:10.3390/s17112522
- Yeow-You, K., Kit-Mun, H., Ling-You, L., Salleh, J., Abbas, Z. 2013. "A Small and Slim Coaxial Probe for Single Rice Grain Moisture Sensing". *Sensors* 2013, 13(3), 3652-3663; doi:10.3390/s130303652
- Yoon, C., Chen, B., Ye, X., Fan, J. 2017. "Advanced On-chip SOL Calibration Method for Unknown Fixture De-embedding". *Journal of Semiconductor Technology and Science*, 17(4), 543-551. doi: 10.5573/JSTS.2017.17.4.543

Anexos

A1-Método de línea virtual para la técnica de la punta coaxial terminada en circuito abierto

Empleando la técnica de la punta coaxial con terminación en abierto, es posible emplear el modelo de línea virtual para calcular la permitividad dieléctrica compleja. Consultando el esquema de (Ghannouchi y Bosio, 1989), resulta el siguiente código en MATLAB:

```
Clc; clear all; close all;
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%%%%%%%% FICHEROS DE CALIBRACIÓN %%%%%%%%%
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
E_agua=dlmread('calibracion PERMIT-AGUA.csv',' ',1,0);
S11_agua=dlmread('calibracion S11-AGUA.csv',' ',1,0);
E_aire=dlmread('calibracion PERMIT-AIRE.csv',' ',1,0);
S11_aire=dlmread('calibracion S11-Aire.csv',' ',1,0);
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%%%%%%%% MUT %%%%%%%%%
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
S11_MUT=dlmread('MUT-HAVANA CLUB-S11.csv',' ',1,0);
E_MUT=dlmread('MUT-HAVANA CLUB-PERMIT.csv',' ',1,0);
f=E_agua(:,1);
c=3e8;
Et=2.03-1i*0.004;
fil=size(f);
L(:,1)=zeros(fil(1,1),1);
L(:,1)=5.67;
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%%%%%%%% ESTANDAR DE CALIBRACION AIRE %%%%%%%%%
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
s11aire=(10.^(S11_aire(:,2)/20)).*(cosd(S11_aire(:,3))+1i*sind(S11_aire(:,3)));
Eaire=E_aire(:,2)-1i.*abs(E_aire(:,3));
Bo=2.*pi.*f.*(1./c);
rho=(sqrt(Et)-sqrt(Eaire))./(sqrt(Et)+sqrt(Eaire));
exponencial(:,1)=s11aire.*(1+rho.^(-2i.*Bo.*L(:,1)))./(rho+exp(-
2i.*Bo.*L(:,1)));
BtD(:,1)=(1./(-2i)).*log(exponencial(:,1));
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%%%%%%%% ESTANDAR DE CALIBRACION AGUA %%%%%%%%%
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
Eagua=E_agua(:,2)-1i.*abs(E_agua(:,3));
s11agua=(10.^(S11_agua(:,2)/20)).*(cosd(S11_agua(:,3))+1i*sind(S11_agua(:,3)));
;
i=2;
ciclo=1;
A=c./(2.*pi.*f.*sqrt(Eagua));
B=(-1i.*sqrt(Et))./(sqrt(Eagua));
while(ciclo==1)
    Div=(1-s11agua.*exp(2i.*BtD(:,i-1)))./(1+s11agua.*exp(2i.*BtD(:,i-1)));
```

```

L(:,i)=A.*atan(B.*Div);
exponencial(:,i)=s11aire.*((1+rho.*exp(-2i.*Bo.*L(:,i)))/(rho+exp(-
2i.*Bo.*L(:,i))));
BtD(:,i)=(1./(-2i)).*log(exponencial(:,i));
error_real=real(BtD(:,i-1))-real(BtD(:,i));
error_imag=imag(BtD(:,i-1))-imag(BtD(:,i));
er=abs(error_real);
ei=abs(error_imag);
if(er<=0.001 & ei<=0.001)
    ciclo=0;
else
    i=i+1;
end
end
Li=L(:,i);
btd=BtD(:,i);
s11MUT=(10.^(S11_MUT(:,2)/20)).*(cosd(S11_MUT(:,3))+1i*sind(S11_MUT(:,3)));
s11MUTexp=s11MUT.*exp(2i.*btd);
z=1;
aa=(sqrt(Et)./1i);
bb=(c./(2.*pi.*f.*Li));
cc=((1-s11MUTexp)/(1+s11MUTexp));
E(:,z)=aa.*bb.*cc;
ciclo=1;
z=2;
X=zeros(fil(1,1),100);
cont_iterac=0;
tic;
while(ciclo==1)
    X(:,z-1)=(2.*pi.*f.*Li.*sqrt(E(z-1)))/c;
    E(:,z)=aa.*bb.*cc.*X(:,z-1).*cot(X(:,z-1));%
    e_real=real(E(:,z))-real(E(:,z-1));
    e_imag=imag(E(:,z))-imag(E(:,z-1));
    if(abs(e_real)<=0.001 & abs(e_imag)<=0.001)
        ciclo=0;
    else
        cont_iterac=cont_iterac+1;
        if(z==26)
            ciclo=0;
        end
        z=z+1;
    end
end
tiempo=toc;
disp(tiempo);
E_calculado(:,1)=E(:,z-1);
figure
set(gca,'FontSize',14);
plot(f/10e8,real(E_calculado),'r');           %parte real método línea virtual
hold on
plot(f/10e8,E_MUT(:,2),'b');                   %parte real medida
plot(f/10e8,abs(imag(E_calculado)),'--r');      %parte imaginaria método
línea virtual
plot(f/10e8,E_MUT(:,3),'--b');                 %parte imaginaria medida
hold off
legend('\epsilon` (Línea virtual)', '\epsilon` (PNA-X)', '\epsilon`` (Línea
virtual)', '\epsilon`` (PNA-X)', 'Location', 'Best')
% string=input('\n Titulo del grafico -->', 's');
string=' '; % Permitividades real e imaginaria: Agua no-ionizada';

```

```
title(string);
xlabel('Frecuencia [GHz]', 'FontSize', 14);
ylabel('\epsilon'', '\epsilon'', 'FontSize', 16);
```

Luego de tener la medición de los parámetros S_{11} de una sustancia determinada, se corre el código mostrado y se obtiene su permitividad. En las Figuras A1-a y A2-a se expone la comparación entre los valores de permitividad dieléctrica obtenidos con la herramienta computacional utilizada a lo largo de este trabajo de tesis y los que brinda el modelo de línea virtual; las sustancias de prueba fueron metanol y Ron Havana Club Añejo 3 Años. Se puede notar puede observar la buena concordancia que presenta el modelo, lo cual se corrobora en las Figuras A1-b y A2-b, donde se observa el valor absoluto de la diferencia entre las permitividades dieléctricas obtenidas por uno y otro modelo, se puede notar que no sobrepasa el valor de 2.

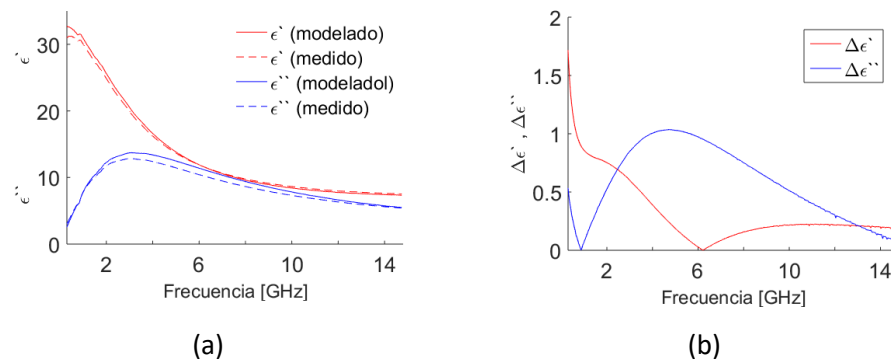


Figura 75. Estimación de la permitividad dieléctrica compleja del metanol.

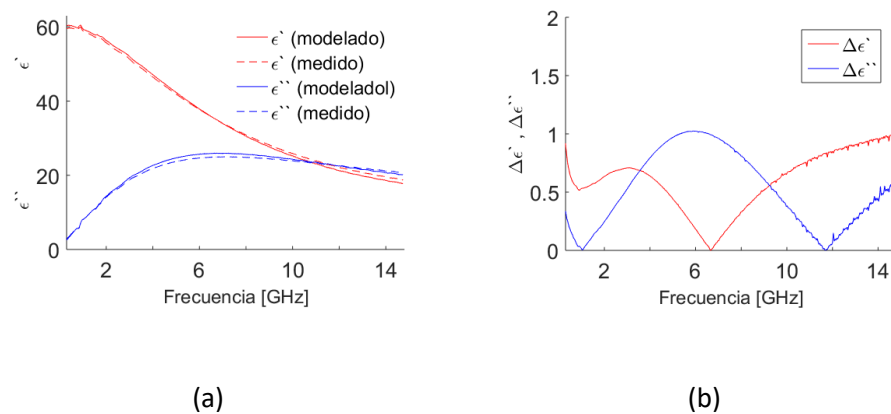


Figura 76. Estimación de la permitividad dieléctrica compleja del ron *Havana Club Añejo 3 Años*.

A2-Ansys HFSS

El HFSS es un *software* de simulación electromagnética 3D para diseño y simulación de dispositivos electrónicos como antenas, filtros, líneas de transmisión, componentes de RF/microondas, etc. Utiliza el método de elementos finitos (FEM) de alta precisión, el método de gran escala de momentos (MoM) y el método asintótico de gran escala para disparar y rebotar rayos (SBR) con difracción avanzada y la física de ondas progresivas para mejorar exactitud (SBR +). Mediante una configuración sencilla permite construir estructuras con dimensiones muy exactas y la optimización de las mismas.

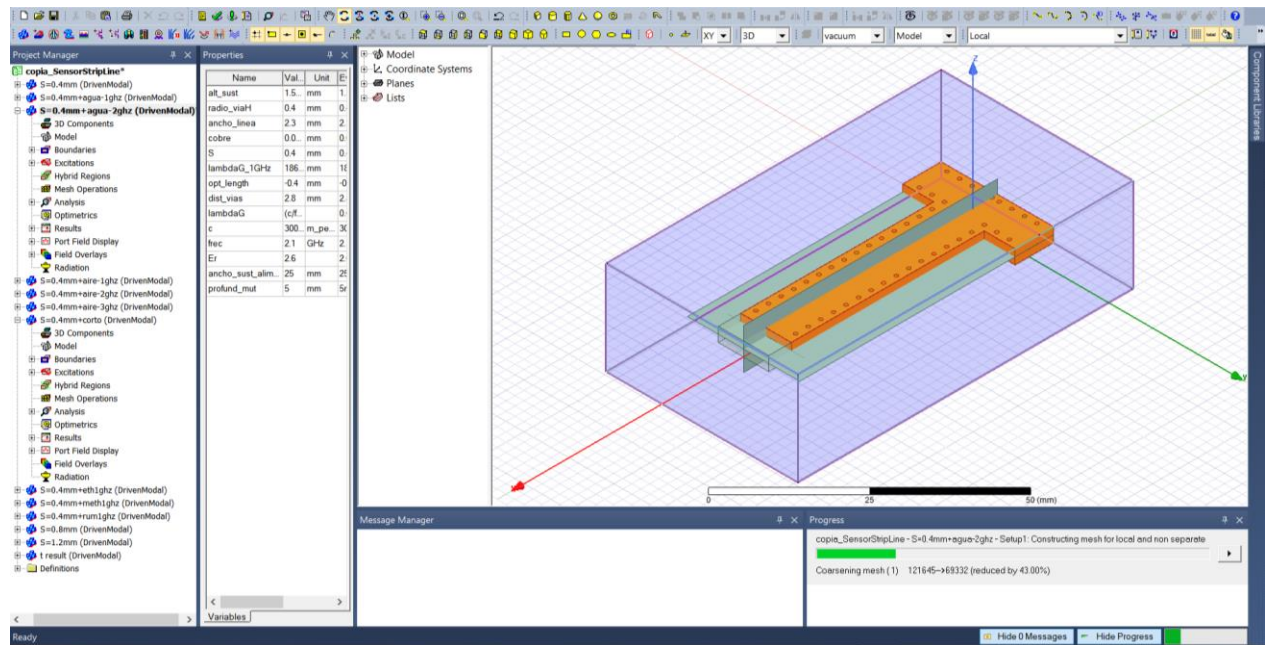


Figura 77. Vista del Ansys HFSS procesando el sensor balanceado propuesto.

<https://www.ansys.com/products/electronics/ansys-hfss/hfss-capabilities>

A3-Instrumental de medición

El equipamiento utilizado para las mediciones consta de un analizador de redes vectorial de 4 puertos modelo PNA-X (N5245A), que puede trabajar en un rango de frecuencias desde 10 MHz hasta 50 GHz, un cable de microondas flexible (85070E-022), el dispositivo cortocircuito de la prueba dieléctrica (85070E-60004) y una punta de prueba coaxial (85070-20037). En las Figuras A4-a, A4-b y A4C se muestra la utilización del equipamiento realizando la calibración para la punta coaxial conectada al analizador de redes vectorial: la punta coaxial expuesta al aire libre, el dispositivo que hace la función de estándar cortocircuito y un frasco que contiene agua que presenta un termómetro convencional midiendo su temperatura. La Figura A5 muestra la medición de una de las muestras preparadas y etiquetadas.

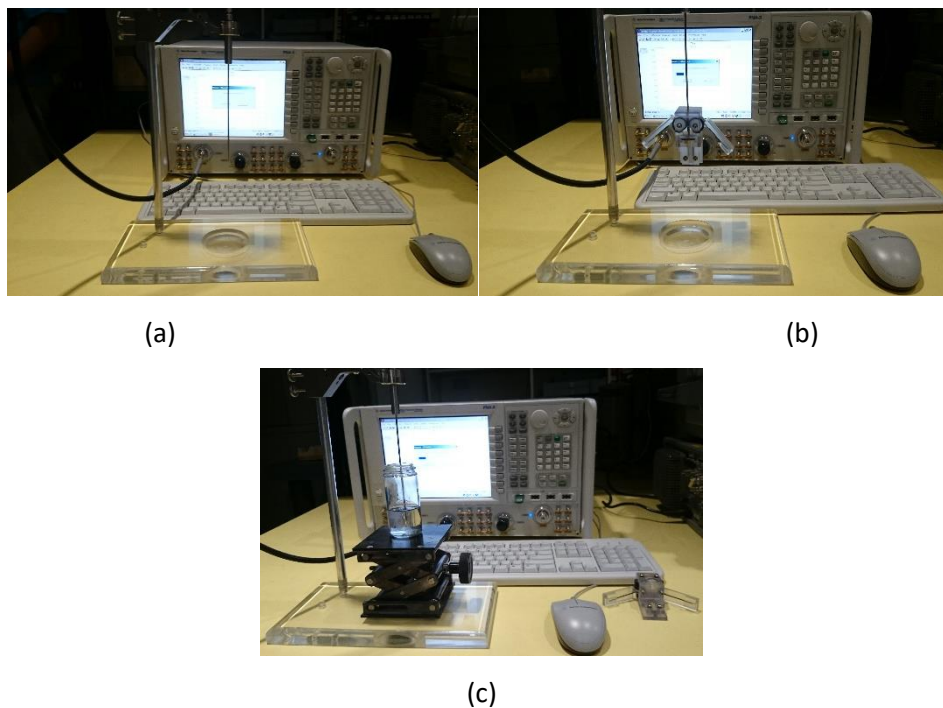


Figura 78. Estándares de calibración de la punta coaxial, (a): aire, (b): cortocircuito y (c): agua no-ionizada.

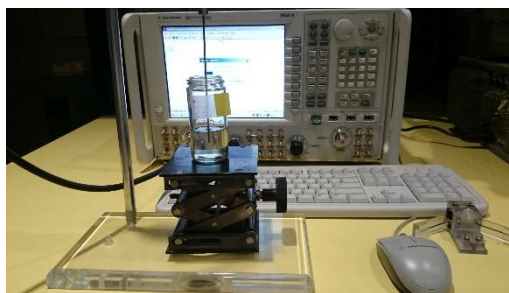


Figura 79. Medición de una muestra etiquetada.

A4-Publicaciones

Revista

- Rodríguez-Moré, Z. O., Lobato-Morales, H., Chávez-Pérez, R.A., Medina-Monroy, J.L. 2018a. “Complex dielectric permittivity of rum and its mixtures with methanol, ethanol, and water at frequencies up to 15 GHz”. *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*. 52(1), 16-30, doi:10.1080/08327823.2017.1421013

Conferencias

- Rodríguez-Moré, Z. O., Lobato-Morales, H., Chávez-Pérez, R.A., Medina-Monroy, J.L. 2016. “Estudio de la Permitividad Dieléctrica Compleja en Ron y sus mezclas con Metanol, Etanol y Agua a frecuencias de Microondas usando Prueba Coaxial”. En: *18 Convención Científica de Ingeniería y Arquitectura*, La Habana, Cuba.
- Rodríguez-Moré, Z. O., Lobato-Morales, H., Chávez-Pérez, R.A., Medina-Monroy, J.L. 2018b. “Volume optimization of liquids for dielectric permittivity measurements at microwave frequencies”. En: *2018 International Conference on Electronics, Communications and Computers*, Cholula, Mexico, 21-23 Feb. 2018, IEEE, p. 122. doi:10.1109/CONIELECOMP.2018.8327183

REVIEW ARTICLE



Complex dielectric permittivity of rum and its mixtures with methanol, ethanol, and water at frequencies up to 15 GHz

Zail Omán Rodríguez-Moré, Humberto Lobato-Morales ,
Ricardo Arturo Chávez-Pérez and José Luis Medina-Monroy

Department of Electronics and Telecommunications, Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada, Ensenada, Mexico

ABSTRACT

An analysis of the complex dielectric permittivity of rum ‘Havana Club Añejo 3 Años’ and its mixtures with methanol, ethanol, and deionized water is presented in this work. Measurements are carried out using the open-ended coaxial probe technique within a frequency range from 500 MHz to 15 GHz. Curves of the real and imaginary parts as well as the permittivity spectra (Cole–Cole diagram) and relaxation parameters of the liquids-under-test are presented. Distribution of the relaxation parameters for the different inclusion levels is analyzed and modelled. Comparison between the measured data and permittivity mixture theory is carried out; comments on the accuracy of each are discussed. A validation of the measurement process is realized by means of an evaluation of the experimental and literature dielectric permittivity values.

ARTICLE HISTORY

Received 21 September 2017
Accepted 20 December 2017

KEYWORDS

Complex dielectric permittivity; microwave measurements; coaxial probe technique; Cole–Cole relaxation; binary mixture

1. Introduction

The complex dielectric permittivity $\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon''$, being ϵ' and ϵ'' real and imaginary parts, respectively, represents a constitutive parameter of all dielectric material, and practically, it rules the interaction of the matter under an incident electromagnetic (EM) field (Chen et al. 2004). As each dielectric material has a unique permittivity coefficient ϵ^* (Agilent Technologies 2006), its electromagnetic characterization provides useful information about its properties.

Particularly, at RF and microwave frequency ranges, several methods and techniques have been developed and proposed for estimation of the dielectric constant of solid and liquid materials (Chen et al. 2004); among them, the coaxial probe is one of the most used due to its simplicity and wideband capability (Boughriet et al. 1999; Zajíček et al. 2006; Bobowski and Johnson 2012). It consists of an open-ended coaxial line which is in contact with the sample under test, allowing the EM fields interact with the material; thus, the dielectric properties can be inferred from measurements of the reflection coefficient of the coaxial line (Ghannouchi and Bosisio 1989; Chen et al. 2004).

In practical applications, the measurement of the dielectric constant of materials at RF/microwave frequencies has been employed as a relevant technique for properties

characterization due to several advantages, such as non-destructive processes, low power consumption, and real-time testing; it has been used in the areas of chemistry, medicine, security, industry, and food, among others (Abbas and Hamdoun 2004; Popovic et al. 2005; Vorlíček et al. 2010; Sixin et al. 2011; Daout et al. 2014). Particularly, within the food industry, the coaxial method has been used for the characterization of fruits and vegetables, meat, and several beverages, for quality purposes (Nelson et al. 2008; Watanabe et al. 2009; Bohigas and Tejada 2010; Kundu and Gupta 2014; Rabih et al. 2014; Torrealba et al. 2015). In order to mention some particular studies, the dielectric properties of guava, Mexican sapote, pears and nopal plant under different temperature and maturity conditions, from 500 MHz to 20 GHz, are reported in Kataria et al. (2016); several types of milk samples (low-fat, skim milk, etc.) under different freshness levels and water-dilutions are analyzed in terms of dielectric permittivity at microwave frequencies in Nunes et al. (2005) and Guo et al. (2010); a dielectric analysis of acetic acid and vinegar solutions in water within a microwave region from 1 to 20 GHz is reported in Bohigas and Tejada (2009); the dielectric characteristics of several samples and varieties of grape juice and fermentation levels of wine, within a frequency range from 200 MHz to 3 GHz, are reported in Garcia et al. (2004); the dielectric characterization of different alcoholic beverages, Mexican Tequila samples, from 500 MHz to 20 GHz, is carried out and reported in Kataria et al. (2017), showing a correlation between alcohol content, ageing-time, and permittivity values.

For material characterization, dielectric permittivity models have been proposed as a useful tool for representing the ϵ^* spectra at continuous frequency ranges; among them, the Debye equation and Cole–Cole plots are the most used due to their simplicity and illustration capability of the material dielectric characteristics, such as relaxation-time τ , static-permittivity ϵ_s , and infinite-frequency permittivity ϵ_∞ (Watanabe et al. 2009; Kataria et al. 2017). However, for some alcohols and water mixtures, more complex models are used in order to obtain accuracy, particularly at the higher frequencies; in Sato and Buchner (2004), an analysis on the dielectric relaxation processes of ethanol and water mixtures is carried out from 100 MHz to 90 GHz, comparing relaxation models (Debye, Cole–Cole, Davidson–Cole) and including high-frequency Debye terms; it is important to mention that, for such a wide bandwidth analysis, combined techniques are used, including time-domain-reflectometry for the low-frequency band, and Ku-, A-, and E-band waveguide interferometers for the high-frequency band (Sato and Buchner 2004).

In this work, the complex dielectric permittivity ϵ^* of rum ‘Havana Club Añejo 3 Años’ (Cuban production), and mixtures with methanol, ethanol, and deionized water in several concentrations, is obtained at a frequency range from 500 MHz to 15 GHz, by using an open-ended coaxial probe. Relations between the several concentrations, mixtures, and ϵ values are found and discussed. Results from mixture theory are obtained and compared with the experimental data. Cole–Cole relaxation plots are used to characterize the samples, showing a relation between the relaxation parameters τ , ϵ_s , ϵ_∞ and the different mixture concentrations. As the proposal of this work is for a fast and accurate sample-purity analysis based on instantaneous and single-method measurements up to 15 GHz, limits on the higher frequency components, concentration levels, as well as differences between experimental, modelled and predicted results are established and commented. The obtained results and procedure have the potential of being used for liquid-purity analysis of other alcoholic beverages. The substances ethanol, methanol and water are proposed in this study as they are usually used in the illegal manipulation of alcoholic beverages

(Nascimento et al. 2011). The paper is organized as follows: [Section 2](#) describes the used setup and method of measurement; [Section 3](#) shows the experimental results, modelled and theoretical values as well as comparisons between them; discussion of the results is stated in [Section 4](#).

2. Measurement method

2.1. Equipment and data analysis

The used measurement setup is shown in [Figure 1](#). A *Keysight PNA-X* series Vector Network Analyzer (VNA) and the *85070-E* model coaxial probe are used for the measurements; the coaxial probe is directly connected to the VNA's port 1 through a coaxial cable. A standard one-port SOL (short-open-load) calibration at plane *B-B'* is realized ([CASCADE Microtech](#)); a second SOL calibration is carried out at plane *A-A'* of the coaxial probe, using deionized water as the load standard ([Agilent 2013](#)).

For the processed data, the setup is configured to operate from 500 MHz to 15 GHz; curves of ϵ' and ϵ'' are obtained by using the *85070E-Keysight* software included in the coaxial-probe kit ([Agilent 2013](#)) directly from the measurements; each liquid-under-test (LUT) is measured five times at a controlled sample temperature of 22 °C, and the results are averaged. The total volume of each LUT is of 20 mL, and immersion of the probe end is of 1.5 cm below the LUT level, as shown in [Figure 1\(b\)](#), ensuring enough EM-fields/material interaction for the accuracy of the measurements ([Agilent 2013](#)).

The Cole–Cole spectra (Chen et al. 2004) of each sample are generated by smoothing and combining the ϵ' and ϵ'' curves; relaxation-time τ is obtained directly from the smoothed ϵ'' curves. The parameters static- and infinite-frequency permittivity, ϵ_s and ϵ_∞ , respectively, are defined from the Cole–Cole relaxation equation

$$\epsilon^* = \epsilon_\infty + \frac{\epsilon_s - \epsilon_\infty}{1 + (j\omega\tau)^{1-\alpha}}, \quad (1)$$

where ω is the angular frequency and the exponential $[1 - \alpha]$ displays the Cole–Cole-like relaxation effect (Tuncer et al. 2002). When $\alpha = 0$ (sometimes occurring for simple

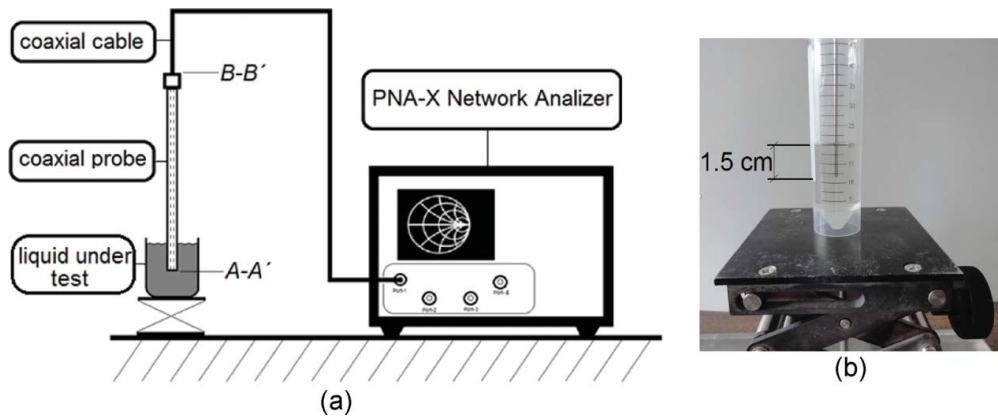


Figure 1. The used experimental setup: (a) equipment and (b) details of the sample measurement.

substances or highly diluted mixtures with non-absorbent components (Tuncer et al. (2002)), (1) becomes into the single Debye relaxation

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

2.2. Preparation of the samples

The analyzed samples consist of rum ‘Havana Club Añejo 3 Años’ as the base (matrix) of all the mixtures with methanol, ethanol, and deionized water as inclusions; purity of methanol and ethanol samples is >99%. Table 1 tabulates the composition of each LUT. Concentration levels are proposed to be low, up to $X = 15$ (15%) for all the inclusion substances.

3. Results and discussion

3.1. Analysis of the pure substances

The obtained dielectric permittivity curves of the pure-substances rum, methanol, ethanol and water (LUT’s R , A , B , and C , respectively) are presented in Figure 2; the resultant Cole–Cole spectra and their correspondent relaxation model curves are shown in Figure 3.

As observed from Figure 2, the lowest and highest permittivity values, in both real and imaginary parts, correspond to ethanol and deionized water, respectively; rum sample presents higher permittivity values compared with pure methanol, but lower than that of water. In a related manner, from Figure 3, it is appreciated that the lowest ε_s can be predicted for the ethanol sample; while the highest ε_s is observed for water. Relaxation frequency f_r (and thus relaxation time $\tau = 1/2\pi f_r$) of rum, methanol and ethanol can be obtained directly from the summit of the ε'' curves within the proposed frequency range; that of water is expected to occur at frequencies slightly higher than 15 GHz (out of the limit of the proposed experimental measurements); nevertheless, it can be predicted from its relaxation model. It can be appreciated that the pure-rum sample (LUT R) exhibits a non-Debye relaxation that can be accurately modelled using the Cole–Cole equation (1);

Table 1. Composition of the samples used for the measurements.

LUT	Subs. 1 (mL)	Subs. 2 (mL)	X
R	20 rum	–	0
A	20 methanol	–	0
B	20 ethanol	–	0
C	20 water	–	0
A_{05}	19 rum ^a	1 methanol ^b	0.05
A_{10}	18 rum ^a	2 methanol ^b	0.10
A_{15}	17 rum ^a	3 methanol ^b	0.15
B_{05}	19 rum ^a	1 ethanol ^b	0.05
B_{10}	18 rum ^a	2 ethanol ^b	0.10
B_{15}	17 rum ^a	3 ethanol ^b	0.15
C_{05}	19 rum ^a	1 water ^b	0.05
C_{10}	18 rum ^a	2 water ^b	0.10
C_{15}	17 rum ^a	3 water ^b	0.15

^aMatrix.

^bInclusion of the mixture.

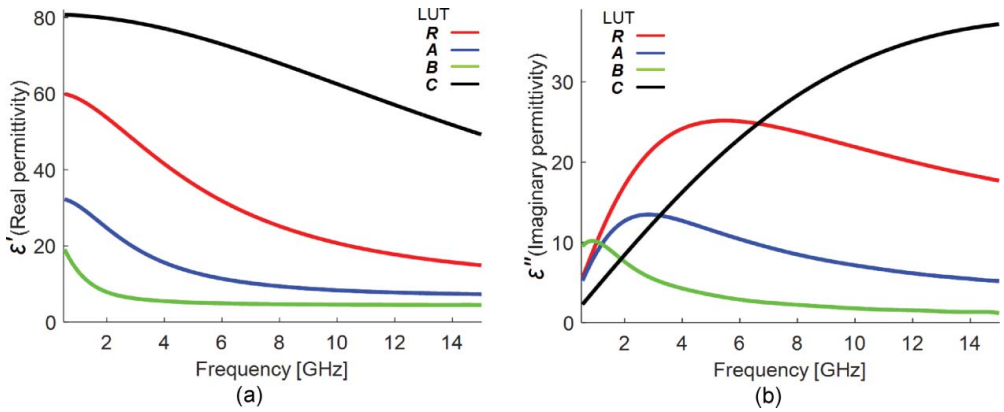


Figure 2. Measured dielectric permittivity of LUT's *R*, *A*, *B* and *C*: (a) real part and (b) imaginary part.

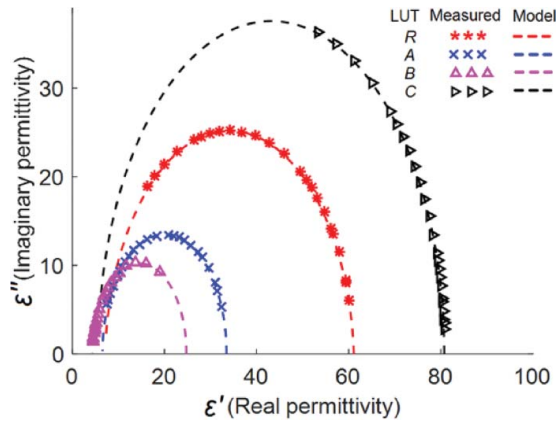


Figure 3. Measured ϵ^* spectra and modelled relaxation curves of LUT's *R*, *A*, *B*, and *C*.

this is thought to be due to its complex composition nature. The simple Debye relaxation (2) fits well for the pure substances methanol, ethanol and water (Megrichie et al. 2012). Relaxation frequency f_r , relaxation time τ , static- and infinite-frequency permittivities of these pure substances are reported in Table 2.

Table 2. Relaxation parameters of the measured samples.

LUT	ϵ_s	ϵ''_r	ϵ_∞	τ (ps)	f_r (GHz)	$1 - \alpha$
<i>R</i>	61.13	25.18	7.08	29.12	5.47	0.9550
<i>A</i>	33.50	13.47	6.57	55.72	2.86	–
<i>B</i>	24.79	10.21	4.37	184.53	0.86	–
<i>C</i>	80.75	37.57	5.62	8.75	18.19	–
A_{05}	60.35	24.86	7.03	30.11	5.29	0.9558
A_{10}	58.39	23.98	7.25	31.18	5.10	0.9592
A_{15}	57.85	23.71	7.24	32.09	4.96	0.9586
B_{05}	59.38	24.34	6.78	30.53	5.21	0.9508
B_{10}	57.41	23.38	6.88	32.33	4.92	0.9507
B_{15}	55.28	22.36	7.22	34.63	4.60	0.9544
C_{05}	62.46	25.85	6.91	27.82	5.72	0.9543
C_{10}	63.55	26.34	6.89	26.64	5.97	0.9537
C_{15}	64.60	26.89	6.92	25.26	6.30	0.9555

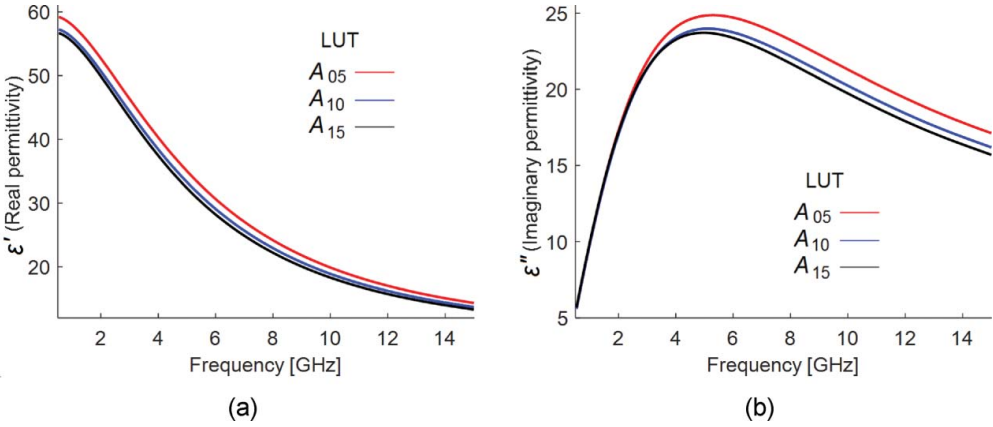


Figure 4. Measured dielectric permittivity of LUT's A₀₅–A₁₅: (a) real part and (b) imaginary part.

3.2. Analysis of the mixtures

Figures 4–6 show the measured permittivity curves of samples A₀₅ to A₁₅ (rum with methanol), B₀₅ to B₁₅ (rum with ethanol) and C₀₅ to C₁₅ (rum with deionized water), respectively, which correspond to the different rum-based mixtures going from inclusion levels $X = 0.05$ to 0.15 (Table 1).

As can be observed from Figures 4 and 5, mixtures of rum with methanol and ethanol show that real and imaginary permittivities are decreasing as the concentration level is increasing; A₀₅ and B₀₅, correspondent to concentration $X = 0.05$, present higher ϵ^* values compared to those of $X = 0.1$ and 0.15.

On the other hand, as noticed in Figure 6(a), the real permittivity tends to increase as the water content is increasing; the C₀₅ curve, representing the lowest concentration level $X = 0.05$ remains below the C₁₀ and C₁₅ curves with the higher presence of water. Particularly, for the imaginary permittivity, there exists a frequency region, below 3.58 GHz, where ϵ'' tends to decrease as the water content is increasing, inversely to the higher

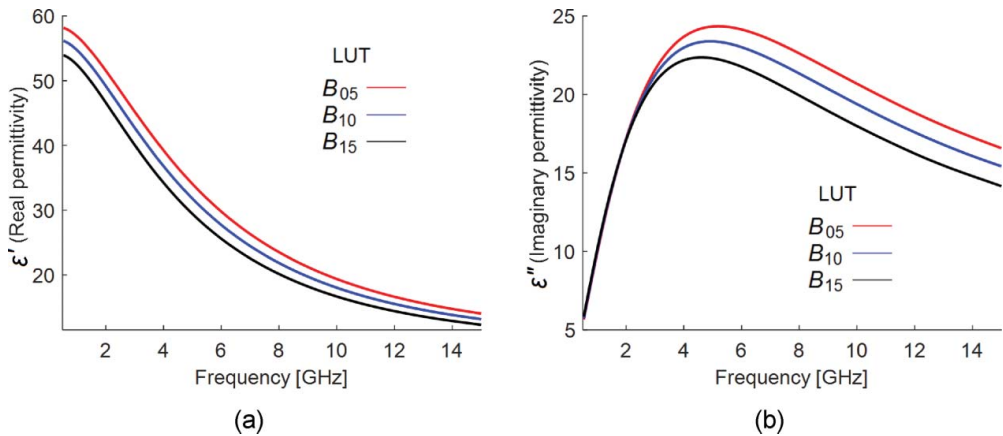


Figure 5. Measured dielectric permittivity of LUT's B₀₅–B₁₅: (a) real part and (b) imaginary part.

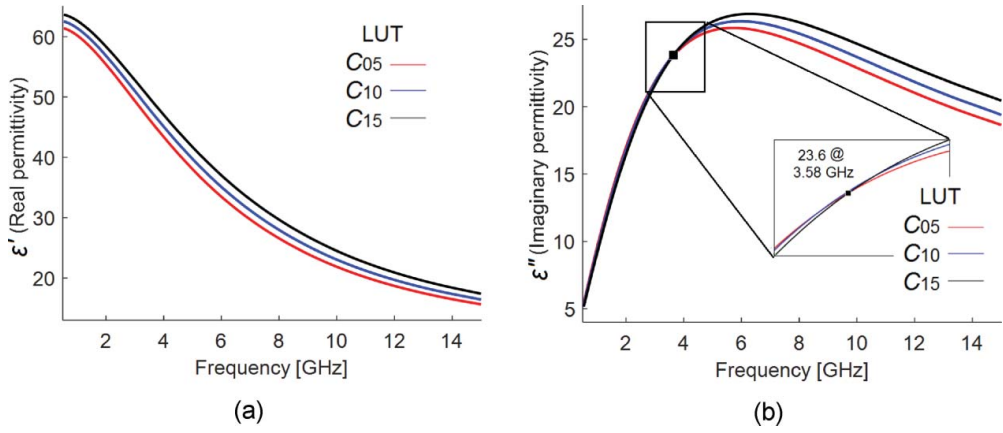


Figure 6. Measured dielectric permittivity of LUT's C_{05} – C_{15} : (a) real part and (b) imaginary part.

frequencies, as seen in the inset of Figure 6(b). Such an effect is to be expected, as ϵ'' of rum tends to be higher than that of water at the lower frequencies, as seen in Figure 2(b).

Figure 7 shows the ϵ^* spectra of the measured mixtures and their correspondent Cole–Cole relaxation model using (1) (LUT's A_{05} to C_{15}). The reason of using (1) instead of (2)

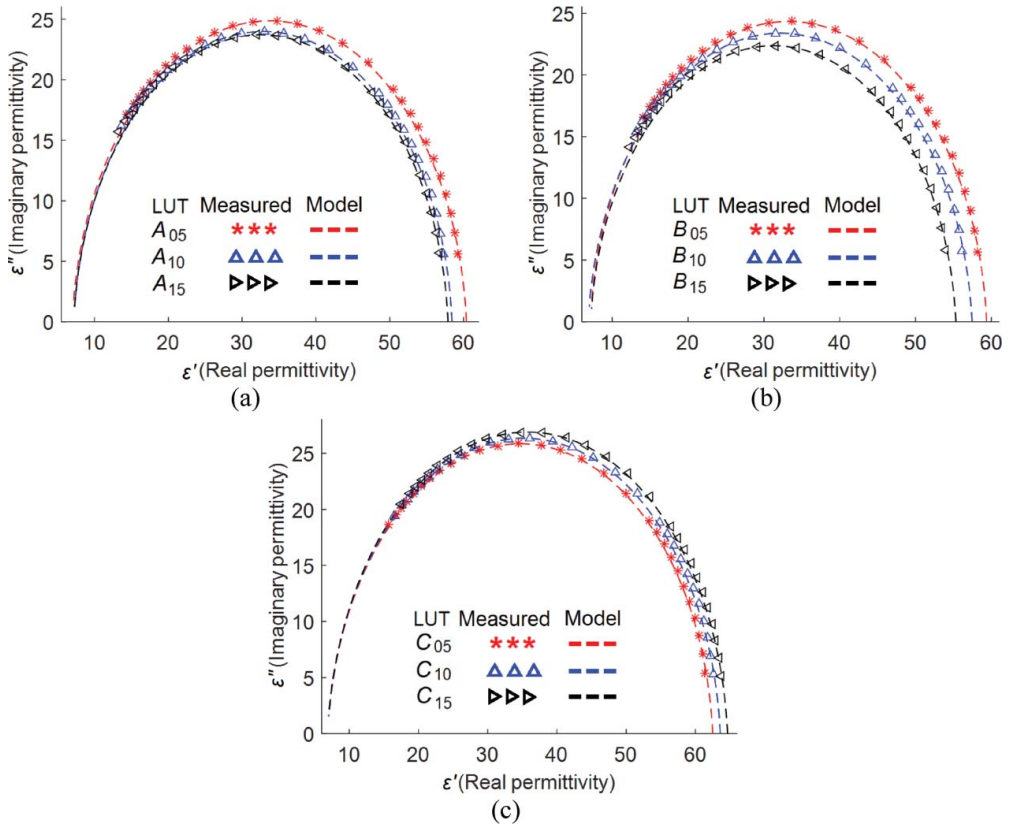


Figure 7. Measured ϵ^* and modelled relaxation curves of LUT's: (a) A_{05} – A_{15} , (b) B_{05} – B_{15} , and (c) C_{05} – C_{15} .

for modelling the mixtures is that the rum sample (matrix substance) exhibits a Cole–Cole relaxation instead of a Debye; therefore, the proposed combinations are expected to follow a Cole–Cole behaviour.

Results in Figure 7 show the trend in dielectric constant for each of the mixtures and concentrations levels. Particularly, τ increases and ϵ_s decreases while X increases for LUT's A_{05} to B_{15} (rum with methanol and with ethanol); an inverse effect in τ and ϵ_s is observed for LUT's C_{05} to C_{15} , corresponding to rum with water. Values of ϵ_∞ tend to converge around a value of 7 for all the measured LUT's. The relaxation parameters ϵ_s , ϵ''_r [imaginary permittivity at which relaxation occurs, $\epsilon''(f_r)$], ϵ_∞ , τ , f_r (relaxation frequency), and $[1 - \alpha]$ are tabulated in Table 2. Although ϵ''_r is not commonly used in this type of analysis, the authors consider that it shows valuable information for the different X levels of the mixtures, as seen in the next section.

3.3. Dielectric permittivity modelling of the mixtures

As previously observed in Sections 3.1 and 3.2, a complete ϵ^* spectra for all the analyzed samples can be modelled using the Cole–Cole relaxation equation (1) from the experimental measurements carried out from 500 MHz to 15 GHz. The relaxation parameters ϵ_s , ϵ''_r and ϵ_∞ of the measured samples are plotted in Figure 8; curve fitting of the parameters is included.

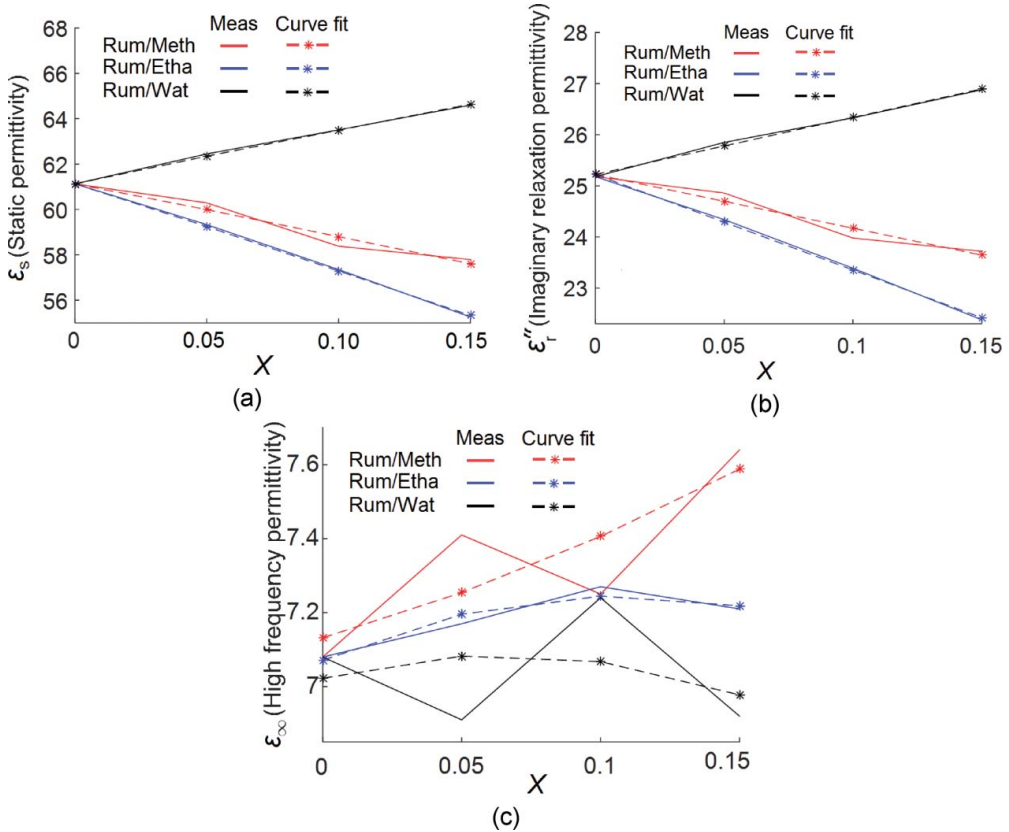


Figure 8. Dielectric relaxation parameters of the samples: (a) ϵ_s , (b) ϵ''_r and (c) ϵ_∞ .

Although it is known that the distribution of ε^* is not trivial for the different inclusion levels of binary mixtures with substances as water, methanol and ethanol (Megriche et al. 2012), it can be noticed from Figure 8(a,b) that the parameters ε_s and ε''_r follow a linear trend within the proposed X range between 0 and 0.15, for all the analyzed samples; mixtures with methanol and ethanol exhibit negative slopes for ε_s and ε''_r being those of ethanol the lowest values, while mixtures with water show positive slopes for the mentioned parameters. Results of ε_∞ depicted in Figure 8(c) show a nonlinear behaviour which is attributed to two main reasons: (1) the distribution of ε^* at high frequencies is not linear; in fact, from data reported in Smith et al. (1997), mixtures with different concentration levels of water and methanol exhibit a parabolic-like trend for ε_∞ ; and (2) there exist higher order relaxation components at higher frequencies involved in the mixtures (Sato and Buchner 2004); however, as their contribution is small and they are expected to occur above 15 GHz, they are not taken into account in model (1), incurring in higher differences compared with the lower frequency relaxation parameters ε_s and ε''_r . Additionally, deviation in preparation of the samples can be seen as a source of uncertainty; however, the well-defined variation in ε_s and ε''_r evidence that it represents a minor contribution for the characterization.

As shown in Figure 8, ε_s and ε''_r are modelled following a linear trend in the form of an $ax + b$ polynomial, while ε_∞ adopts the form of a second-order polynomial $ax^2 + bx + c$. The correspondent polynomial coefficients for each modelled parameter are tabulated in Table 3.

From the presented results, it is observed that a Cole–Cole estimation of the ε^* spectra of rum mixed with methanol, ethanol or water, for any value of $X \leq 0.15$, can be obtained with high accuracy by following the relaxation-parameter behaviour (Figure 8), where ε_s and ε''_r are linearly modelled, and ε_∞ is adjusted by a second-order polynomial, which is expected to fit for the proposed inclusion levels (as noticed from results of the analyzed mixtures reported in Smith et al. (1997)). Figure 9 shows the measured ε^* spectra and the predicted modelling of the mixtures using the Cole–Cole relaxation (1) based on curve modelling of the parameters of Figure 8. For the sake of comparison, results obtained from the binary mixture theory proposed by Steeman and Maurer (1990) are added:

$$\varepsilon_m = \varepsilon_1 \frac{2\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + 2X(\varepsilon_2 - \varepsilon_1)}{2\varepsilon_1 + \varepsilon_2 - X(\varepsilon_2 - \varepsilon_1)}, \quad (3)$$

where ε_m is the resultant complex dielectric permittivity of the mixture, ε_1 and ε_2 are matrix and inclusion complex dielectric permittivities, respectively, which are taken directly from the results of Section 3.1. The reason in the choice of (3) is because it presents the highest accuracy compared with other analytical solutions, as stated in Tuncer et al. (2001), for low concentration mixtures around $X = 0.1$. Results using (3) are

Table 3. Coefficients of the polynomial models for ε_s , ε''_r and ε_∞ .

Param.	Rum/methanol	Rum/ethanol	Rum/water
ε_s	$a = -23.86, b = 61.18$	$a = -39.18, b = 61.21$	$a = 22.94, b = 61.02$
ε''_r	$a = -10.52, b = 25.22$	$a = -18.70, b = 25.23$	$a = 11.16, b = 25.22$
ε_∞	$a = 6.00, b = 2.14, c = 7.13$	$a = -15.00, b = 3.23, c = 7.07$	$a = -15.00, b = 1.95, c = 7.02$

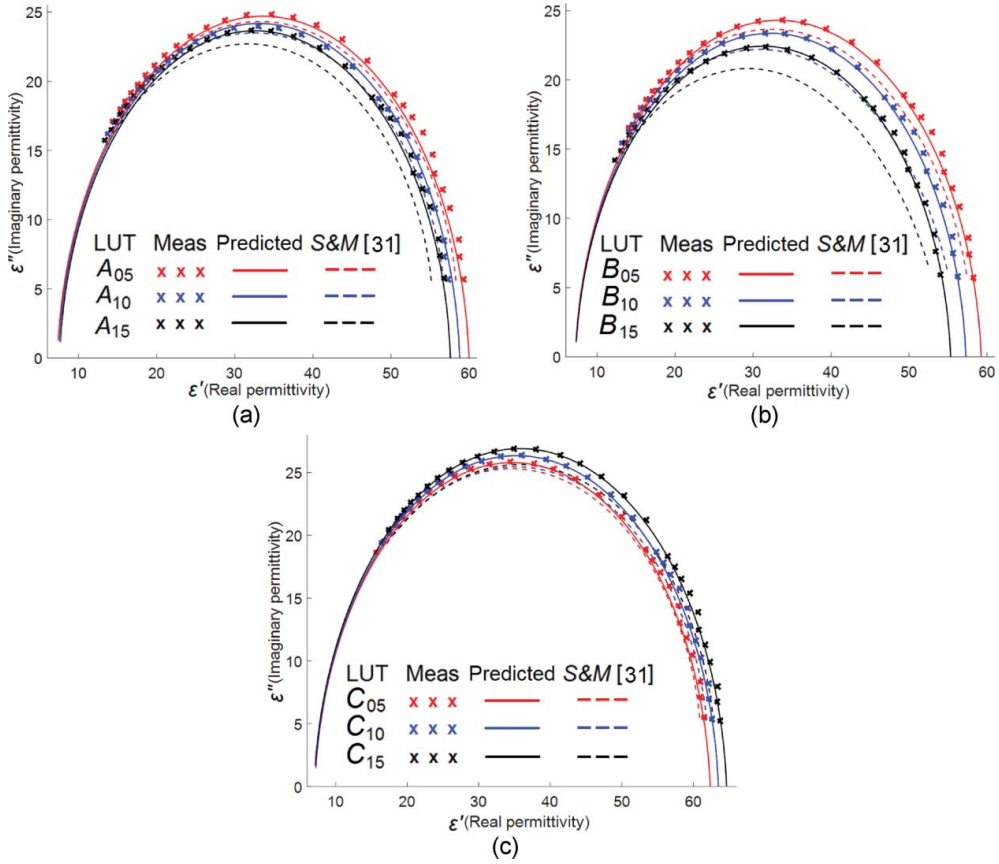


Figure 9. Measured, predicted, and theoretical (Steeman and Maurer 1990) relaxation spectra of the mixtures: (a) A_{05} – A_{15} , (b) B_{05} – B_{15} , and (c) C_{05} – C_{15} .

obtained from 500 MHz to 15 GHz, as the matrix and inclusion substances have been measured at the same frequency range.

As noticed in Figure 9, the dielectric relaxation plots from the modelled relaxation parameters are in excellent agreement with the measured data; the permittivity values calculated using (3) present higher deviation from the measured results; moreover, as the inclusion levels increase, so is the difference between the Steeman & Maurer proposal and the measured mixtures. Differences (in percentage) of the modelled relaxation parameters between the measurements and the estimated values are tabulated in Table 4; comparison with the parameters obtained using (3) are also included; however, as they are frequency-limited (500 MHz to 15 GHz), only ε''_r , f_r , and τ are used for the calculations.

It can be appreciated from Table 4 that, differences of the modelled parameters between the measured samples and the fitted data are below 1% for ε_s , ε''_r and $[1 - \alpha]$; maximum discrepancies of 1.05% and 1.07% are obtained for τ and f_r , respectively, and higher variations, up to 6.13%, are obtained for ε_∞ . Particularly, for ε_s and ε''_r , the largest discrepancies are for the rum/methanol mixture (LUT's A_{05} to A_{15}), having average deviations of 0.57% and 0.56%, respectively, while the lowest differences for the same parameters are for the rum/water combinations (C_{05} to C_{15}), with values of 0.11% and 0.10%. For

Table 4. Differences between the measured and modelled relaxation parameters.

LUT	From the parameter models						S&M (Steeman and Maurer 1990)		
	$\Delta\epsilon_s$	$\Delta\epsilon''_r$	$\Delta\epsilon_\infty$	$\Delta\tau$	Δf_r	$\Delta[1 - \alpha]$	$\Delta\epsilon''_r$	$\Delta\tau$	Δf_r
A_{05}	0.59	0.65	3.19	0.05	0.09	0.26	2.17	1.33	1.42
A_{10}	0.70	0.80	2.15	0.19	0.20	0.20	2.04	2.08	2.08
A_{15}	0.42	0.27	4.81	0.09	0.18	0.59	4.26	2.12	2.24
B_{05}	0.22	0.21	6.13	1.02	1.01	0.56	2.83	3.34	3.41
B_{10}	0.21	0.11	5.30	1.05	1.07	0.57	5.05	6.87	7.46
B_{15}	0.09	0.27	0.02	0.38	0.30	0.08	6.93	11.20	12.70
C_{05}	0.18	0.27	2.50	0.27	0.17	0.17	2.13	0.00	0.00
C_{10}	0.08	0.00	2.58	0.14	0.06	0.27	3.38	0.60	0.60
C_{15}	0.07	0.03	0.83	0.78	0.80	0.03	4.69	0.00	0.00

All values are expressed in percentage.

ϵ_∞ , the largest differences are found for the rum/ethanol mixtures (LUT's B_{05} to B_{15}), in which an average deviation of 3.82% is obtained, while the lowest occurs for the components of rum and deionized water, with average discrepancy of 1.97%.

Differences taking into account the measured samples and the estimation using (3) are considerably higher than those obtained with the relaxation-parameter polynomial model. The highest differences in ϵ''_r are obtained with the rum/ethanol mixtures (LUT's B_{05} to B_{15}), having average deviation of 4.94%, while the lowest are with the rum/methanol (A_{05} to A_{15}) samples with average deviation of 2.82%. For τ and f_r , the largest percentage differences are also obtained for LUT's B_{05} to B_{15} , with average values of 7.14% and 7.86%, respectively. In contrast, very low values of errors are found for mixtures of rum and deionized water (C_{05} to C_{15}), with average deviations of 0.20% in both τ and f_r . Additionally, as noticed from Figure 9 and Table 4, the errors in ϵ^* , between the measurements and the values predicted by (3), increase as the inclusion concentration increases.

3.4. Validation of the measurement technique

In order to validate the experimental measurement process used in this work, a comparison in ϵ^* is carried out using the measured permittivity of pure methanol and ethanol, and that from Gregory and Clarke (2012) at a mean temperature of 22.5 °C; as the available data in Gregory and Clarke (2012) ranges only from 100 MHz to 5 GHz, the comparison is made from 500 MHz to 5 GHz only. Figure 10 plots the reported (Gregory and Clarke 2012) and measured ϵ^* data.

As observed from Figure 10, both measured and reported results are in excellent agreement. The major differences for methanol are of 3.3% and 6.3% for ϵ' and ϵ'' , respectively, at 5 GHz both, while for ethanol, 3.4% at 1.52 GHz and 6.1% at 5 GHz for ϵ' and ϵ'' , respectively, are noticed as the maximum deviation values.

4. Comments and discussion

Based on the presented results, some important comments can be formulated. First, the Cole–Cole relaxation model (1) was useful for the rum, and consequently, the prepared mixtures, while the pure substances methanol, ethanol and deionized water are best modelled by using the Debye equation (2).

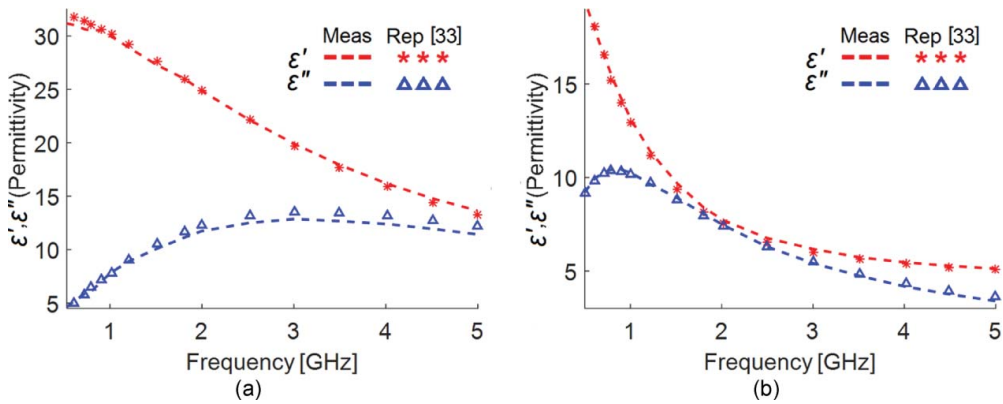


Figure 10. Measured and reported (Gregory and Clarke 2012) ϵ^* of pure substances (a) methanol and (b) ethanol.

Regarding the relaxation parameters used for modelling the experimental ϵ^* spectra of the rum-based mixtures, the proportional shift in ϵ_s and ϵ''_r tends to be linear for low inclusion levels, from $X = 0$ to 0.15, while that of ϵ_∞ does not. Following adjusted curves of these parameters, first-order polynomial for ϵ_s and ϵ''_r and second-order for ϵ_∞ , an estimation of any other value of X within the mentioned values can be obtained.

Theoretical results obtained by the *Steeman & Maurer* mixture model (3) (Steeman and Maurer 1990) are included for comparison; however, the estimated curves from the relaxation-parameter curve fitting offers higher agreement when compared with the experimental data. From the several mixture models studied in Tuncer et al. (2001), (3) is chosen because it seems to offer the highest accuracy for low-concentration mixtures.

The presented results can be useful for a fast and simple quality estimation of other alcoholic beverages without the use of complex models and methods, only by knowing the ϵ^* spectra or the relaxation parameters of each alcoholic beverage in its pure state. Specifically, from measurements of an unknown binary mixture, its concentration level X (lying between 0 and 0.15) can be easily obtained graphically following the parameter models (Figure 8 and Table 3) if the inclusion substance is known; on the other hand, the qualitative identification of the inclusion (methanol, ethanol or water) can be known if the concentration level X (any value between 0 and 0.15) of the measured mixture is given, following the relaxation-parameter graphics of Figure 8 or the analytical calculation using values of Table 3. The inclusion levels X are proposed low as, usually, alcoholic beverages are modified by adding other substances in small amounts (Nascimento et al. 2011).

5. Conclusions

The complex dielectric permittivity of a Cuban-production rum and its mixtures with methanol, ethanol, and deionized water at low inclusion levels has been presented. A coaxial probe is used for the measurements at frequencies up to 15 GHz. The basic Cole-Cole and Debye relaxation models have been used to characterize the measured samples. Estimation of the relaxation spectra of the proposed mixtures has been obtained based on the modelled distribution of the measured relaxation parameters; the estimated results are

compared with the measured data, being in excellent agreement. The theoretical approach by *Steeman & Maurer* is included, showing higher deviation levels with the measured data. Finally, validation in the accuracy of the measurements has been presented up to 5 GHz by means of comparison of the complex permittivity of methanol and ethanol between the measurements and reported data.

Acknowledgment

The authors would like to thank Conacyt for the support of the project.

Disclosure statement

No potential conflict of interest was reported by the authors.

Notes on contributors

Zail Omán Rodríguez-Moré received the degree in engineer in telecommunications and electronics from the Instituto Superior Politécnico José Antonio Echevarría, currently Universidad Tecnológica de la Habana José Antonio Echevarría, Havana City, Cuba, in 2007; he obtained the MSc degree in telecommunications system from the same institution in 2012. He is currently enrolled in the PhD studies in high frequency electronics at Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada since 2015. His research interests include antennas design, filters, amplifiers and the analysis of materials using microwave frequencies.

Humberto Lobato-Morales obtained the BSc and MSc degrees in electronics engineering from the Universidad de las Américas-Puebla (UDLA-P), Puebla, Mexico, in 2006 and 2008, respectively, and the PhD degree in electronics from the Instituto Nacional de Astrofísica, óptica y Electrónica (INAOE), Puebla, Mexico in 2013. From 2011 to 2012, he was a visiting student with the Electrical Engineering Department, University of California at Los Angeles (UCLA). From 2008 to 2010, he was a research engineer with Emerging Microwaves Technologies EMT Group, INAOE, where he developed microwave techniques for characterization of materials. In October 2013, he joined Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada (CICESE), Baja California, Mexico, where he is a researcher with the Electronics and Telecommunications Department. His research interests include microwave filters, multiplexers, antennas, and characterizations of materials using microwaves. Dr Lobato was the recipient of the IEEE MTT-11 Creativity and Originality in Microwave Measurements Award (2010) and the ROG Most Innovative Design Award (2012).

Ricardo Arturo Chávez-Pérez received the BSc degree in aeronautical engineering from the Instituto Politécnico Nacional (IPN), Mexico City, Mexico, in 1977, the MSc degree in applied physics from the Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada (CICESE), Baja California, Mexico, in 1990, and the PhD degree in industrial physics engineering from the Universidad Autónoma de Nuevo León (UANL), Nuevo León, México, in 2006. From 1974 to 1980, he was a research assistant with the Department of Physics, Centro de Investigación y de Estudios Avanzados (CINVESTAV), Mexico City, Mexico. Since August 1980, he has been with the High-Frequencies Group, CICESE, Baja California, Mexico. His research interests include microwave/millimeter-wave systems design, passive components design, antennas, and development of circuits for breast cancer diagnosis using microwaves.

José Luis Medina-Monroy received the BSc degree from the Universidad de Guadalajara, Guadalajara, Mexico, in 1978, and the MSc and PhD degrees from the Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada (CICESE), Baja California, Mexico, in 1982 and 1994,

respectively. Since 1982, he has been a professor and researcher with the High-Frequencies Group, CICESE. His research interests have been focused on the characterization of microwave transistors, linear and nonlinear analysis, design of low-noise amplifiers, DROs, filters, electromagnetic analysis of planar circuits, on-wafer characterization of pHEMTs and modeling of S-parameters and noise parameters at cryogenic temperatures, design of cryogenic amplifiers, analysis and design of microwave antennas and arrays, as well as the design of RF communication system up to 40 GHz for satellite and radio-astronomy applications.

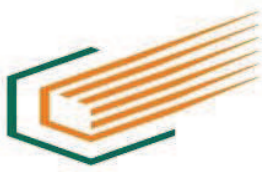
ORCID

Humberto Lobato-Morales  <http://orcid.org/0000-0002-8840-5920>

References

- Abbas M, Hamdoun B. 2004. Measurement of complex permittivity of adhesive materials using a short open-ended coaxial line probe. *J Microw Optoelectron*. 3(4):50–57.
- Agilent Technologies. 2006. Basics of measuring the dielectric properties of materials. Application Note. http://academy.cba.mit.edu/classes/input_devices/meas.pdf.
- Agilent. 2013. 85070E Dielectric Probe Kit. Agilent Technologies. <http://na.support.keysight.com/materials/help/85070.pdf>
- Bobowski JS, Johnson T. 2012. Permittivity measurements of biological samples by an open-ended coaxial line. *Prog Electromagn Res B*. 40:159–183.
- Bohigas X, Tejada J. 2009. Dielectric properties of acetic acid and vinegar in the microwave frequencies range 1–20 GHz. *J Food Eng*. 94:46–51.
- Bohigas X, Tejada J. 2010. Dielectric characterization of alcoholic beverages and solutions of ethanol in water under microwave radiation in the 1–20 GHz range. *Food Res Int Sci Direct*. 43:1607–1613.
- Boughriet A, Wu Z, McCann H, Davis LE. 1999. The measurement of dielectric properties of liquids at microwave frequencies using open-ended coaxial probes. 1st World Congress on Industrial Process Tomography; April 14–17. Buxton, Greater Manchester: ISIPT. p. 318–322.
- CASCADE Microtech. On-wafer vector network analyzer calibration and measurements. Application Note. 1–13. <https://www.cascademicrotech.com/files/ONWAFER.pdf>
- Chen LF, Ong CK, Neo CP, Varadan VV, Varadan VK. 2004. Microwave electronics: measurement and materials characterization. Singapore: National University of Singapore.
- Daout B, Sallin M, Wipf H. 2014. Measurement of complex permittivity of large concrete samples with an open-ended coaxial line. *Measurement Notes*. Note 65. p. 1–13.
- Garcia A, Torres JL, De Blas M, De Francisco A, Illanes R. 2004. Dielectric characteristics of grape juice and wine. *Biosyst Eng*. 88(3):343–349.
- Ghannouchi FM, Bosisio RG. 1989. Measurement of microwave permittivity using a six-port reflectometer with an open-ended coaxial line. *IEEE Trans Instrum Meas*. 38(2):505–508.
- Gregory AP, Clarke RN. 2012. Tables of the complex permittivity of dielectric reference liquids at frequencies up to 5 GHz. Teddington: National Physical Laboratory.
- Guo W, Zhu X, Liu H, Yue R, Wang S. 2010. Effects of milk concentration and freshness on microwave dielectric properties. *J Food Eng*. 99:344–350.
- Kataria TK, Olvera JL, Corona A, Rojas R, Sosa ME. 2016. Dielectric properties of guava, mamey sapote, prickly pears, and Nopal in the microwave range. *Int J Food Prop*. 20(12):2944–2953.
- Kataria TK, Sosa ME, Olvera JL, Corona A. 2017. Dielectric properties of tequila in the microwave frequency range (0.5–20 GHz) using coaxial probe. *Int J Food Prop*. 20(S1):S377–S384.
- Kundu A, Gupta B. 2014. Broadband dielectric properties measurement of some vegetables and fruits using open ended coaxial probe technique. International Conference on Control, Instrumentation, Energy & Communication. Calcutta: IEEE. p. 480–484.

- Megriche A, Belhadj A, Mgaidi A. **2012**. Microwave dielectric properties of binary solvent water–alcohol, alcohol–alcohol mixtures at temperatures between -35°C and $+35^{\circ}\text{C}$ and dielectric relaxation studies. *Mediterr J Chem*. 1(4):200–209.
- Nascimento ECL, Araújo MCU, Galvão RKH. **2011**. A Flow-batch analyzer for UV–Vis spectrophotometric detection of adulteration in distilled spirits. *J Braz Chem Soc*. 22(6):1061–1067.
- Nelson SO, Trabelsi S, Kays SJ. **2008**. Dielectric spectroscopy of melons for potential quality sensing. *Trans ASABE*. 51(6):2209–2214.
- Nunes AC, Bohigas X, Tejada J. **2005**. Dielectric study of milk for frequencies between 1 and 20 GHz. *J Food Eng*. 76(2):250–255.
- Popovic D, McCartney L, Beasley C, Lazebnik M, Okoniewski M, Hagness SC. **2005**. Precision open-ended coaxial probes for *in vivo* and *ex vivo* dielectric spectroscopy of biological tissues at microwave frequencies. *IEEE Trans Microwave Theory Tech*. 53(5):1713–1722.
- Rabih AAS, Begam KM, Ibrahim T, Burhanudin ZA. **2014**. Dielectric properties of properly slaughtered and non-properly slaughtered chicken. *J Med Res Dev*. 3:107–120.
- Sato T, Buchner R. **2004**. Dielectric relaxation processes in ethanol/water mixtures. *J Phys Chem A*. 108:5007–5015.
- Sixin L, Junjun W, Lili Z, Hang D. **2011**. Wide-band rock and ore samples complex permittivity measurement. In: Akdagli A, editor. *Behaviour of electromagnetic waves in different media and structures*. InTech. p. 101–120.
- Smith RL Jr, Lee SB, Komori H, Arai K. **1997**. Relative permittivity and dielectric relaxation in aqueous alcohol solutions. *Fluid Phase Equilib*. 144:315–322.
- Steeman PAM, Maurer EHJ. **1990**. An interlayer model for the complex dielectric constant of composites. *Colloid Polym Sci*. 268(4):315–325.
- Torreálba R, Sosa ME, Olvera JL, Corona A. **2015**. Dielectric properties of beans at different temperatures and moisture content in the microwave range. *Int J Food Prop*. 19(3):564–577.
- Tuncer E, Gubański SM, Nettelblad B. **2001**. Dielectric relaxation in dielectric mixtures: application of the finite element method and its comparison with dielectric mixture formulas. *J Appl Phys*. 89(12):8092.
- Tuncer E, Nettelblad B, Gubański SM. **2002**. Non-Debye dielectric relaxation in binary dielectric mixtures (50–50): randomness and regularity in mixture topology. *J Appl Phys*. 92(8):4612–4624.
- Vorlíček J, Oppl L, Vrba J. **2010**. Measurement of complex permittivity of biological tissues. *Progress in Electromagnetics Research Symposium Proceedings; July 5–8. Cambridge (MA): PIERS*. p. 599–601.
- Watanabe K, Taka Y, Fujiwara O. **2009**. Cole–Cole measurement of dispersion properties for quality evaluation of red wine. *Meas Sci Rev*. 9(5):113–116.
- Zajíček R, Vrba J, Novotný K. **2006**. Evaluation of a reflection method on an open-ended coaxial line and its use in dielectric measurements. *Acta Polytech*. 46(5):50–54.



ESTUDIO DE LA PERMITIVIDAD DIELECTRICA COMPLEJA EN RON Y SUS MEZCLAS CON METANOL, ETANOL Y AGUA A FRECUENCIAS DE MICROONDAS USANDO PRUEBA COAXIAL

Zail Omán Rodríguez Moré¹, Humberto Lobato Morales¹, Ricardo Arturo Chávez Pérez¹, José Luis Medina Monroy¹

¹ Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada, Carretera Ensenada-Tijuana 3918, Zona Playitas, 22860 Ensenada, Baja California, México.

¹rzail@cicese.edu.mx,

RESUMEN

En este trabajo se presenta la medición de la permitividad dieléctrica compleja del ron Havana Club Añejo 3 Años, así como de mezclas del mismo con las sustancias metanol, etanol y agua deionizada en diferentes proporciones, utilizando la técnica de prueba coaxial con terminación abierta en un rango de frecuencias que va desde 300 MHz hasta 15 GHz. Se presentan las curvas de las partes reales e imaginarias de la permitividad de las muestras bajo prueba, además del diagrama Cole-Cole correspondiente a cada uno de los líquidos. Se hace la comparación de las mediciones del ron y de las combinaciones del mismo con cada uno de los líquidos anteriormente mencionados. Las mediciones se hacen utilizando un volumen de 40 mL para todos los casos y en un laboratorio donde la temperatura se mantiene controlada y alrededor de 22° C. Se lleva a cabo haciendo una comparación de los valores de permitividad obtenidos por la técnica experimental respecto a datos reportados en la literatura.

PALABRAS CLAVES: permitividad dieléctrica compleja, mediciones en microondas, técnica de prueba coaxial, diagrama Cole Cole

A STUDY ON THE COMPLEX DIELECTRIC PERMITTIVITY OF RUM AT MICROWAVE FREQUENCIES USING THE COAXIAL PROBE TECHNIQUE

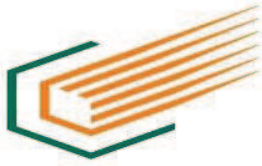
ABSTRACT

The complex dielectric permittivity measurements of rum Havana Club Añejo 3 Años is presented In this work, as well as mixtures of it with the substances methanol, ethanol and deionized water in different proportions, using the open-ended coaxial probe technique within a frequency range going from 300 MHz to 15 GHz. curves of the permittivity real and imaginary parts and Cole-Cole diagrams of the samples under test are presented. The experimental measurements are made using a sample volume of 40 mL for all cases and inside a lab having a controlled temperature of 22° C. Evaluation of used measurement method accuracy is made, comparing permittivity values obtained from experimental technique respect literature reported values.

KEY WORDS: complex dielectric permittivity, microwave measurements, coaxial probe technique, Cole-Cole diagram

1. INTRODUCCIÓN

La permitividad dieléctrica compleja $\varepsilon = \varepsilon' - j\varepsilon''$ (donde ε' y ε'' son las partes real e imaginaria, respectivamente) es un parámetro constitutivo de cualquier material dieléctrico y de ella depende la interacción de la materia junto con un campo eléctrico incidente [1]. Dicho esto, es posible afirmar que cada sustancia dieléctrica tiene un coeficiente de permitividad ε que la hace única, tanto que su caracterización brinda información útil acerca de las propiedades electromagnéticas de lo que se esté midiendo. Particularmente, como herramienta útil en la medición de ε en rangos de radiofrecuencia y microondas, se han propuesto



diversos modelos, entre los cuales, destaca por su simplicidad el diagrama llamado “Cole-Cole”, que relaciona las partes imaginaria ϵ'' (en el eje vertical) y real ϵ' (en el horizontal) [2]. En frecuencias de microondas, el diagrama Cole-Cole refleja claramente las características de polarización dieléctrica de un material con respecto a la frecuencia, esto dado a una temperatura constante [3]. Este modelo plantea la respuesta típica de un material con un único valor de tiempo de relajación y por su simplicidad es utilizado en este trabajo. El modelo más simple propuesto para el estudio de dieléctricos es el de Debye [4], el cual se aplica a materiales con un único mecanismo que contribuye a la relajación dipolar. Cuando las sustancias poseen dos o más de estos mecanismos se utilizan modelos como el Cole-Cole, Cole-Davidson y Havriliak-Negami entre otros [4].

Para estimar la constante dieléctrica en materiales en el rango de radiofrecuencia y microondas existen diferentes métodos que de forma general se clasifican en resonantes y no-resonantes [5]. Los métodos resonantes son usados para conocer el comportamiento de la muestra a una frecuencia simple o a varias frecuencias discretas; usualmente tienen mayor precisión y sensibilidad que las no-resonantes, sin embargo, no proveen información de ϵ en anchos de banda amplios. Generalmente estos métodos resonantes utilizan técnicas de resonadores y de perturbación de la resonancia [5]. Por otro lado, los métodos no-resonantes brindan información de las propiedades electromagnéticas de un material sobre un rango continuo de frecuencias; hacen uso de técnicas de reflexión, de transmisión, o de ambas combinadas [5]; el principio de estas técnicas se basa en la medición de la interacción de las ondas electromagnéticas EM en el medio, a partir de los coeficientes de reflexión o transmisión obtenidos para un rango de frecuencias.

En otros ámbitos, la industria de bebidas alcohólicas se enfrenta a menudo a la falsificación de sus productos con el fin de disminuir costos y obtener ganancias monetarias, aún con el riesgo de poner en peligro la salud de sus consumidores [6]-[7]. Se tiene reportado que la adulteración de las bebidas se efectúa utilizando principalmente sustancias como agua, metanol y etanol [6], [8]. Estos líquidos son difíciles de detectar teniendo botellas cerradas y selladas mediante simple inspección óptica. Diferentes métodos para prevenir esta situación han sido previamente reportados [6], [9], [10], y la obtención de la permitividad dieléctrica compleja de la bebida alcohólica en cuestión puede ser otro elemento que ayude también al mismo fin. La importancia de poder diferenciar un producto genuino de uno contaminado redundará en evitar daños a la salud, ya que se han dado casos de intoxicación donde múltiples personas han quedado ciegas o han perdido la vida [11].

En este trabajo se obtiene la permitividad dieléctrica compleja ϵ del ron “Havana Club Añejo 3 Años” de producción y origen cubanos, así como de muestras del mismo mezclado con etanol, metanol y agua en proporciones de 5%, 10%, 15% y 20%. El método empleado corresponde a una técnica no-resonante, basado en la medición de los parámetros de reflexión de una punta coaxial terminada en circuito abierto, sumergida en las muestras a analizar. El rango de frecuencias utilizado va desde 300 MHz hasta 15 GHz.

2. PROCESO DE MEDICIÓN Y OBTENCIÓN DE RESULTADOS

Equipo utilizado

Para llevar a cabo la medición de la permitividad dieléctrica compleja ϵ_r del ron y de las mezclas de este con etanol, metanol y agua, se utiliza un Analizador Vectorial de Redes, modelo PNA-X de la compañía Keysight Technologies. En conjunto con un kit de medición de permitividad dieléctrica modelo 85070E con punta de prueba coaxial con terminación abierta conectada con un cable coaxial [12]. En la Fig. 1 se presenta el diagrama a bloques del sistema de medición que se emplea en el experimento desarrollado.

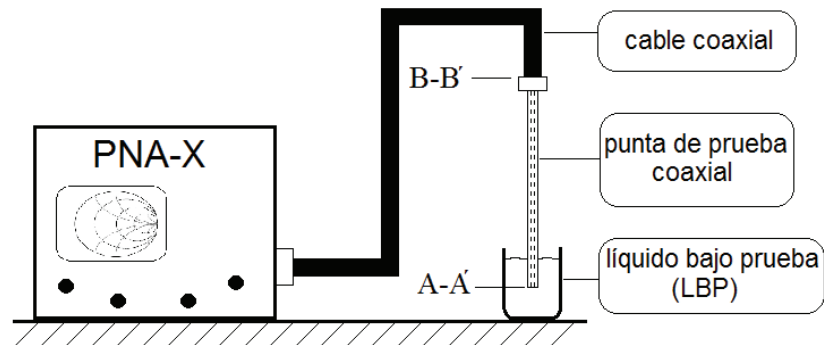
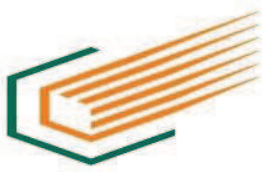


Figura 1: Sistema utilizado de medición de permitividad dieléctrica en materiales líquidos.

En la Fig. 1 se observa el analizador vectorial de redes PNA-X, que es el que llevará a cabo la obtención de los parámetros de reflexión S_{11} de las muestras a medir, y que conecta mediante un cable coaxial a la punta de prueba coaxial terminada en circuito abierto, la cual tiene un diámetro exterior de 2.2 mm y una longitud de 200 mm [12]. En el diagrama, el elemento señalado como Líquido Bajo Prueba (LBP) representa las diferentes muestras bajo análisis.

Calibración y medición

El experimento comienza por preparar y etiquetar las muestras tomando una botella de ron nueva, con la cual se procedió a preparar las mezclas de esta bebida en un volumen total de 40 mL y mezclando con las sustancias agua, metanol y etanol en diferentes proporciones, como se expone en la Tabla 1:

Tabla 1: Proporciones de concentración de sustancias en las muestras bajo prueba

No. de muestra	Contenido del Líquido Bajo Prueba (LBP)	Porcentaje de la mezcla (%)
1	40 mL de ron	0
2	2 mL de metanol y 38 mL de ron	5
3	4 mL de metanol y 36 mL de ron	10
4	6 mL de metanol y 34 mL de ron	15
5	8 mL de metanol y 32 mL de ron	20
6	2 mL de etanol y 38 mL de ron	5
7	4 mL de etanol y 36 mL de ron	10
8	6 mL de etanol y 34 mL de ron	15
9	8 mL de etanol y 32 mL de ron	20
10	2 mL de agua y 38 mL de ron	5
11	4 mL de agua y 36 mL de ron	10
12	6 mL de agua y 34 mL de ron	15
13	8 mL de agua y 32 mL de ron	20

A continuación se lleva a cabo la calibración en el plano $B-B'$ (ver Fig. 1) empleando la técnica SOL (short, open, load). Posteriormente, se coloca la prueba coaxial y se procede a calibrar la sonda en el plano $B-B'$ haciendo uso de la técnica SOL, en la cual se usa el aire como circuito abierto, un dispositivo que crea un corto circuito en la terminación de la punta coaxial, y agua no-ionizada como la carga. Los estándares en esta última calibración se observan en la Fig. 2.

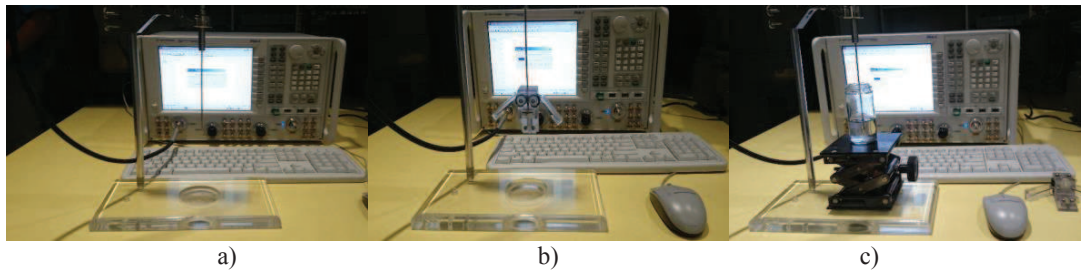
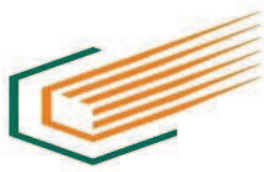


Figura 2: Estándares para calibrar el plano $A-A'$ de la sonda coaxial: a) aire, b) corto y c) agua

La Fig. 2 permite observar el uso de los estándares para la calibración en el plano de referencia de la prueba coaxial con la cual se va a estimar la permitividad dieléctrica de las muestras de material líquido bajo prueba. Para tener consistencia en las mediciones, la prueba debe estar inmersa al menos 5 mm dentro de la muestra a medir, es importante evitar burbujas de aire pegadas a la sonda con lo cual los campos atraviesan los medios aire y muestra líquida, por lo que la medición puede resultar errónea.

Debido a que la medición de permitividad en materiales dieléctricos depende en gran medida de la temperatura, las mediciones se realizaron en un laboratorio con dicha variable controlada para permanecer oscilando alrededor de los 22°C , aunque la temperatura de las muestras se estimó próxima a los 25°C .

La secuencia seguida es la siguiente: se coloca el frasco con su contenido con la sonda coaxial dentro, centrada, se obtienen cinco mediciones, se hace un promedio de los cinco valores obtenidos y es el que se expone en la sección de Resultados.

3. RESULTADOS

Una vez desarrollado el proceso de medición, se procede a mostrar los resultados. En la leyenda de las figuras se indicará el número de la muestra, según lo referido en la Tabla 1, cuyo resultado se está dando a conocer.

Ron puro y ron mezclado con metanol

En la Fig. 3 se presenta el resultado de la medición realizada al ron extraído directamente de la botella sellada, así como a su combinación con metanol a todos los diferentes porcentajes que se proponen.

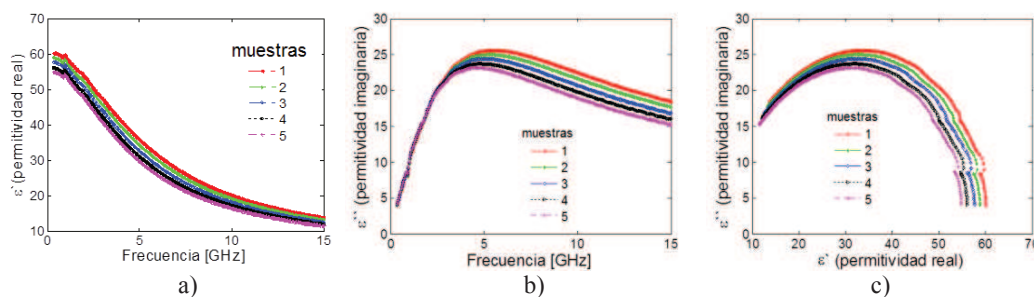
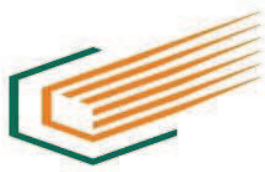


Figura 3: Permitividad dieléctrica compleja del ron legítimo y de las mezclas con metanol: a) parte real, b) parte imaginaria y c) diagrama Cole-Cole

En la Fig. 3 están de manifiesto, en a) y b), la permitividad dieléctrica real e imaginaria, respectivamente, del ron Havana Club Añejo 3 Años legítimo en color rojo, mientras que en el resto de los colores se encuentra representada esta magnitud para las mezclas con metanol. Se puede observar cómo a medida que aumenta la cantidad de alcohol utilizado para un mismo volumen de 40 mL de la muestra, disminuyen los valores de la



permitividad real e imaginaria. En la Fig. 3c) están expuestas las gráficas de los diagramas Cole-Cole correspondientes a las disoluciones entre el ron y las combinaciones del mismo con metanol. La Fig. 4 exhibe, para cada valor de frecuencia, las diferencias de permitividad que existen entre el ron puro y el ron mezclado con diferentes proporciones de metanol.

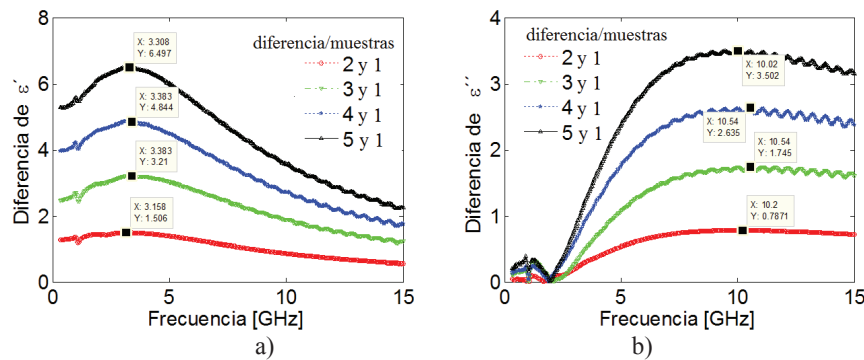


Figura 4: Diferencias, entre el ron original y las mezclas de ron con metanol

La Fig. 4 deja ver las zonas de frecuencias donde mayor disparidad puede apreciarse entre la bebida original y cada una de las mezclas de ron con metanol a diferentes proporciones. Para la parte real, los máximos de diferencia se encuentran en el rango desde los 3.158 GHz a 3.383 GHz, mientras que en la imaginaria desde 10.02 GHz hasta 10.54 GHz.

Ron puro y ron mezclado con etanol

Las curvas de permitividad para el ron sin ninguna sustancia agregada y las mezclas con etanol se brindan en la Fig. 5:

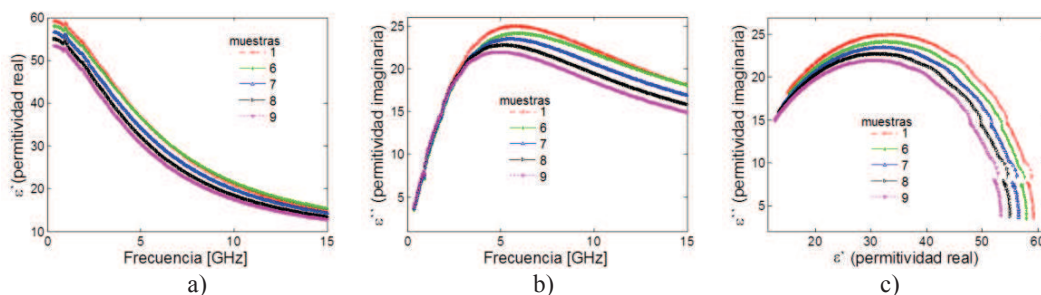


Figura 5: Permitividad dieléctrica compleja del ron puro y contaminado con etanol: a) parte real, b) parte imaginaria y c) diagrama Cole-Cole

En color rojo, la Fig. 5 a) y b) deja ver los valores de permitividad real e imaginaria, respectivamente, del ron sin ninguna sustancia agregada. Se puede notar cómo la curva correspondiente a la mezcla con etanol al 5 % se confunde en algunos intervalos de frecuencia con la del ron legítimo. Esto se debe a que es la que menos cantidad de etanol contiene y por tanto es la que más parecido tiene con el ron natural. En orden sucesivo aparecen las siguientes curvas correspondientes a las mezclas de mayor concentración. En la Fig. 5c) se encuentran las gráficas de los diagramas Cole-Cole correspondientes al ron puro y al ron combinado con etanol en las distintas proporciones seleccionadas para el experimento. La Fig. 6 plantea las diferencias, en cuanto a valores de permitividad se refiere, que existen entre las diferentes mezclas de ron con etanol y el ron puro.

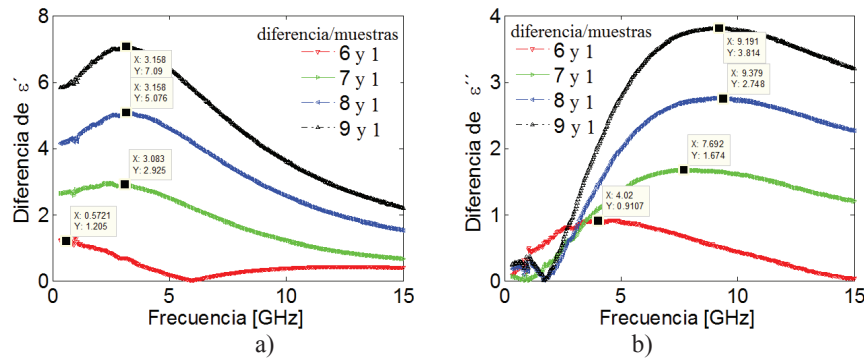
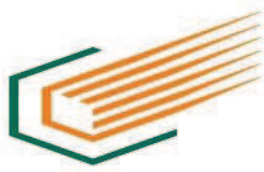


Figura 6: Diferencias entre el ron genuino y cada mezcla hecha con etanol

En la Fig. 6 se pueden ver las diferencias entre el ron sin agregados y cada mezcla con etanol de diferente concentración. En el caso de la curva de color rojo, el punto de máximo valor no se encuentra cercano a los picos de las relaciones que corresponden a las mezclas de mayor concentración de etanol en el ron. Dado que la curva mencionada corresponde a la diferencia entre la mezcla que contiene menos cantidad de etanol y el ron original, es más difícil de detectar porque hay más semejanzas entre ellas.

Para las curvas correspondientes a las mezclas de mayor concentración de etanol, las mayores diferencias se encuentran entre 3.083 GHz hasta 3.158 GHz, lo cual se asemeja bastante al rango que se obtuvo cuando se agregó metanol al ron. Para la parte imaginaria se obtienen los picos de diferencia en las curvas de los porcentajes 15 y 20 en la zona de frecuencia entre los valores 9.191 GHz y 9.379 GHz.

Ron puro y ron mezclado con agua

La Fig. 7 presenta las gráficas obtenidas del equipo cuando se midió el ron bajo estudio y las combinaciones del mismo con el agua no-ionizada.

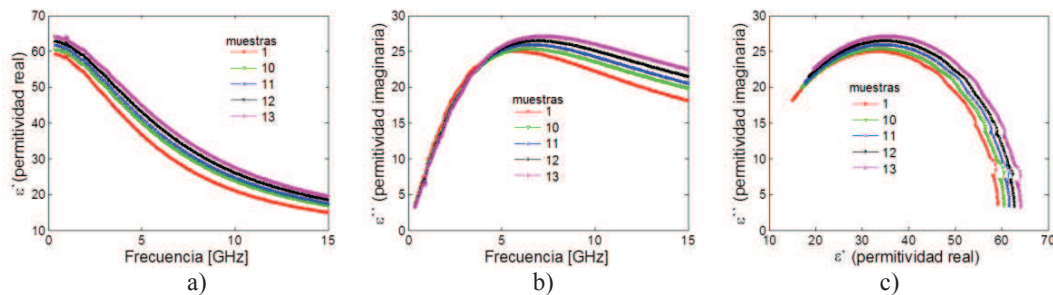


Figura 7: Permitividad dieléctrica compleja del ron sin mezclar y ron mezclado con agua: a) parte real, b) parte imaginaria y c) diagrama Cole-Cole

En la Fig. 7 se observa en rojo la curva correspondiente al ron sin modificar. A medida que aumenta la cantidad de agua en la mezcla, aumentan los valores de la permitividad. El incremento en valores de permitividad en lugar de la disminución de los mismos (como en el caso de las soluciones con metanol y etanol) se da debido a que el agua posee valores de constante dieléctrica mayores a las exhibidas por el ron original en todo el rango de frecuencia medido y por tanto, la tendencia es a que aumente la permitividad del ron cuando a este se le adiciona agua. Al igual que en el caso anterior, se hallaron las diferencias entre el ron original y cada curva de perteneciente a alguna mezcla, el resultado se encuentra en la Fig. 8.

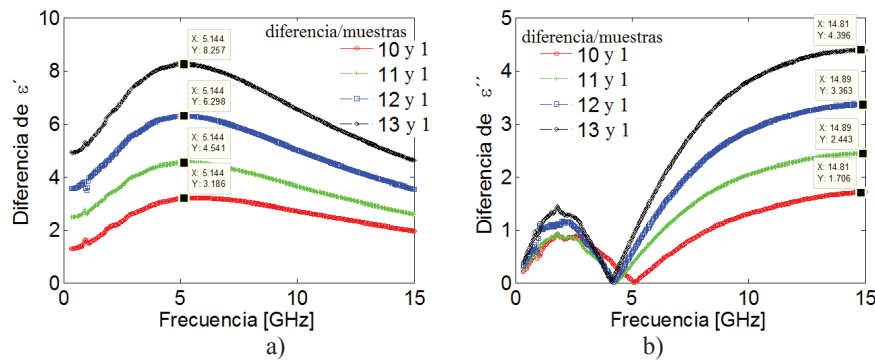
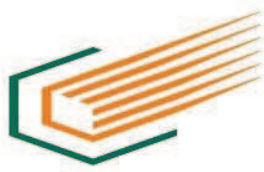
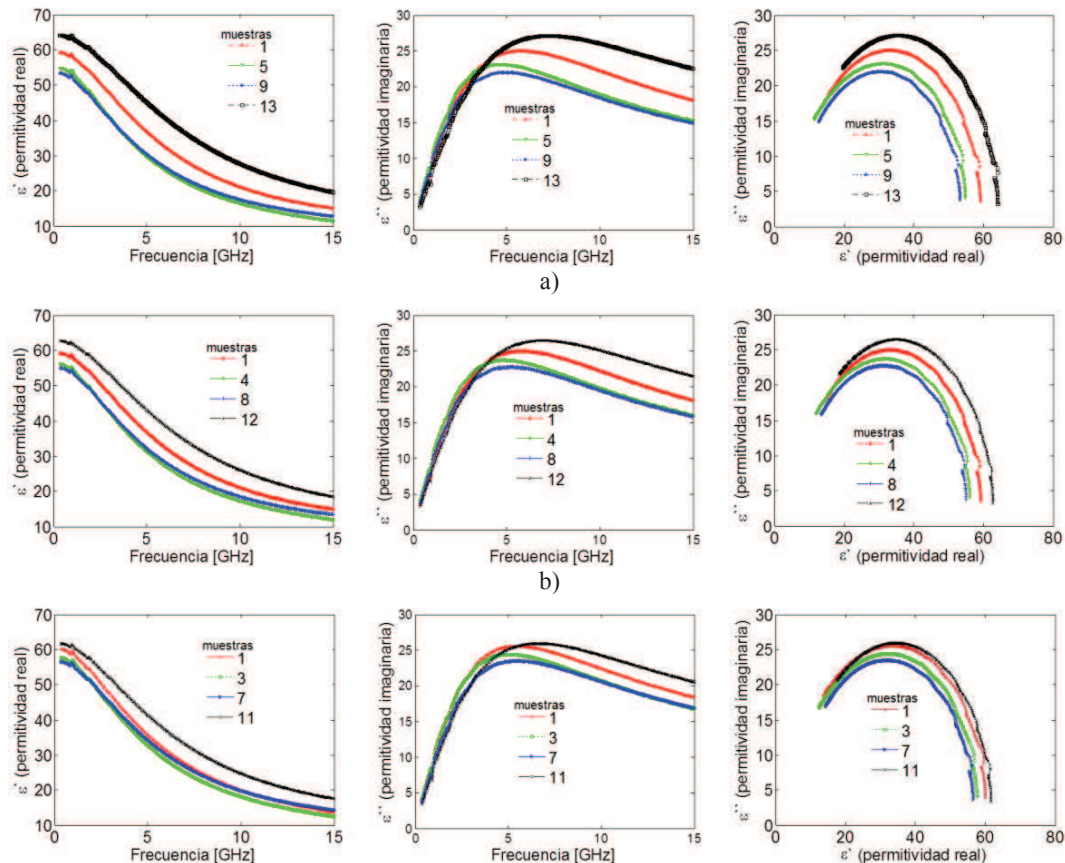


Figura 8: Diferencias entre el ron original y cada mezcla hecha con agua

En la Fig. 8 se puede notar que de todo el rango de frecuencias de medición, las mayores diferencias para la parte real se pueden encontrar alrededor de 5.144 GHz. Para la parte imaginaria resultó que se halló mayor diferencia en la zona de frecuencias desde 14.81 GHz a 14.89 GHz para la parte imaginaria.

Comparación de las muestras por porcentaje de concentración de la sustancia agregada

A continuación, se realiza una comparación entre el ron sin modificar y las mezclas con las tres sustancias seleccionadas para agregar, a los mismos porcentajes de concentración, en la Fig. 9 se puede observar el resultado:



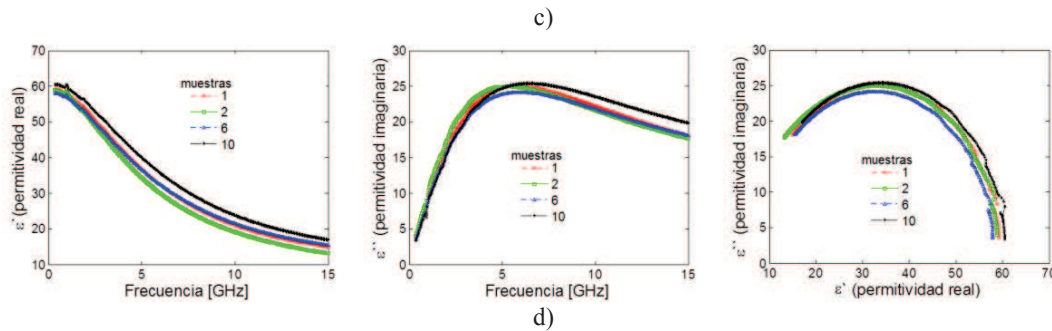
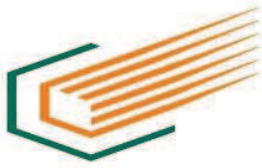


Figura 9: Comparación entre las permitividades del ron fidedigno y soluciones con diferentes sustancias con los mismos porcentajes de concentración: a) 20%, b) 15%, c) 10% y d) 5%

En la Fig. 9 se presentan las curvas de permitividad compleja para las mezclas de ron con las tres sustancias seleccionadas para mezclar, siendo comparadas por porcentaje de concentración. Para todos los casos, la gráfica de color rojo se corresponde con el ron original. Puede notarse, entonces, cuán cerca de la curva en rojo se encuentran las demás. De esta forma se comprueba que mientras menos concentración de cualquier sustancia que se agregue, más tendencia existe a la coincidencia entre ellas. Por el contrario, si las curvas de permitividad se encuentran más separadas, significa que aumentó el porcentaje de cualquiera de los líquidos contaminantes seleccionados para este trabajo. Lo anteriormente dicho se demuestra cuando se comparan las desviaciones estándares entre las curvas correspondientes al ron original y mezclas de este, pero con igual concentración de sustancia agregada. Este resultado se presenta en la Fig. 10.

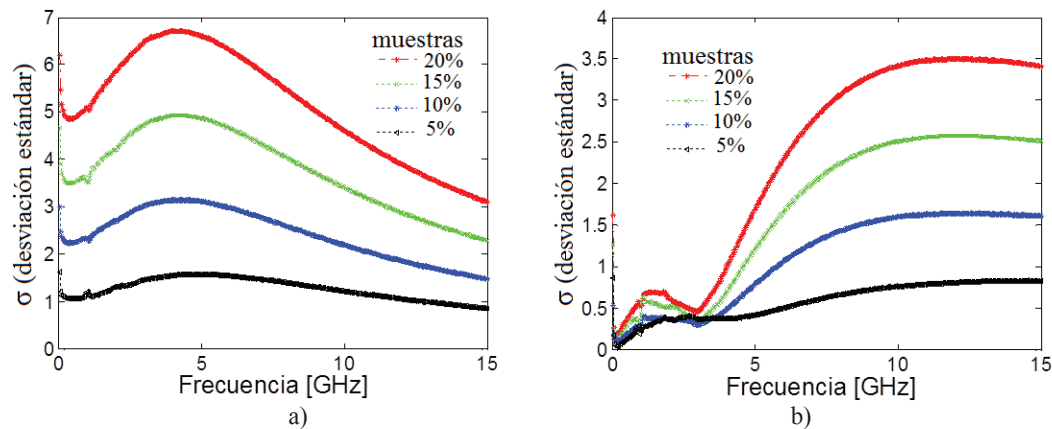


Figura 10: Desviación estándar perteneciente a la comparación de las medidas de permitividad del ron original y las mezclas por concentración de la sustancia agregada: a) parte real y b) parte imaginaria

En la Fig. 10 se observa el comportamiento de la desviación estándar entre el ron puro y el ron mezclado con metanol, etanol y agua a la misma concentración, estando en a) las desviaciones obtenidas de la parte real de la permitividad y en b) la parte imaginaria de esta magnitud. Se aprecia que a medida que aumenta la cantidad de sustancia adicionada dentro de los 40 mL, la desviación estándar también lo hace.

Validación del método de medición utilizado

Para hacer una valoración de la validez del método utilizado, se hace una comparación de valores de permitividad ya conocidos y reportados en la literatura [13]. Los resultados se ofrecen en la Fig. 11 para el rango de frecuencias comprendido entre 100 MHz y 5 GHz.

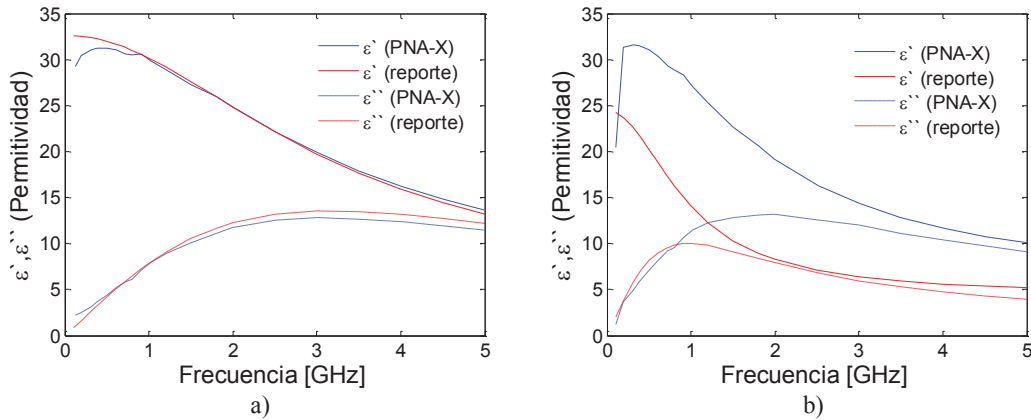
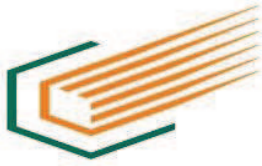


Figura 11: Comparación entre los valores de permitividad compleja de metanol y etanol reportados en [13] y los obtenidos por medición con sistema propuesto.

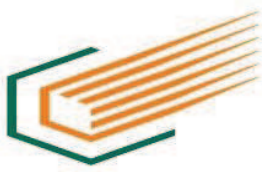
En la Fig. 11 a) se observan los valores de permitividad del metanol reportados a 25°C en [13] y los de una muestra del metanol utilizado en este trabajo cuya temperatura medida con termómetro era aproximadamente la misma, se grafican en línea continua la parte real y en trazos discontinuos la permitividad imaginaria. Se puede ver la similitud de ambas curvas, lo cual corrobora que se obtienen resultados bien aproximados a los que ya han sido publicados. En cambio, se puede notar en la Fig. 11 b) la diferencia que existe entre los valores de permitividad del etanol provenientes de la literatura, expuestos en rojo, respecto a los que se obtienen en las mediciones, vistos en azul. Las mayores diferencias en las mediciones del etanol se atribuyen principalmente a niveles bajos de pureza (que bien pudo haber estado mezclado con agua, a juzgar por lo elevado de los valores de permitividad respecto a los que se tienen en el reporte). Para los efectos de este trabajo, fue válido usar un etanol como este, en el entendido de que las modificaciones en bebidas alcohólicas no siempre se realizan con sustancias de máxima pureza.

4. CONCLUSIONES

El experimento desarrollado permitió apreciar que el uso de la permitividad dieléctrica compleja puede ser útil para detectar anomalías en el ron con el que se experimentó. Graficando la permitividad obtenida experimentalmente, se hizo evidente la diferencia entre un ron genuino y uno con otros líquidos adicionados, siendo más clara la distinción cuando la contaminación se tuvo en mayor porcentaje. El uso de un método de estimación de permitividad no-resonante basado en hallar parámetros de reflexión, como el de la sonda coaxial con terminación en abierto, da una medida del comportamiento de la constante dieléctrica en un rango de frecuencias muy amplio, desde 300 MHz hasta 15 GHz, para el ron original y para las mezclas con agua, etanol y metanol. Se obtiene como logro una región de frecuencias, en dependencia de la sustancia agregada, donde la diferencia entre el producto original y sus mezclas se hace más evidente. Para el caso de la parte real de la permitividad dieléctrica medida, dichas zonas se encuentran aproximadamente desde 3 hasta casi 3.4 GHz para los alcoholes y 5.144 GHz para el agua. En su parte imaginaria, las regiones de frecuencia en las que más diferencias entre ron legítimo y las soluciones fueron 10.54 GHz para la mezcla con metanol, 14.81 GHz a 14.89 GHz para cuando se agregó agua, y 9.191 GHz a 9.379 GHz para cuando se adicionó etanol a los porcentajes mayores.

RECONOCIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Conacyt, por su apoyo y financiamiento al trabajo de investigación que se está desarrollando relacionado con la medición de permitividad dieléctrica compleja en materiales.



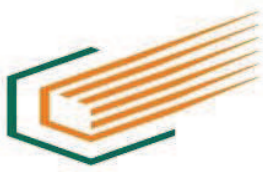
REFERENCIAS

1. FERNÁNDEZ, Antonio. "Propiedades dieléctricas de los materiales del sector metalúrgico para su posterior aplicación en microondas". Directores: Inés Fernández Pariente, Sara María Andrés Vizán. Tesis de maestría, Universidad de Oviedo.
2. AGILENT. Basics of measuring the dielectric, properties of materials. Application note. USA, 2006
3. LISHENG. Z, CHUANXIANG. X. "Studying on Temperature Cole-Cole Diagrams by Dielectric Temperature Spectrum". Institute of Electrical Insulation. IEEE Annual Report - Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, San Francisco, October 20-23, 1996
4. GARCÍA BAÑOS, Beatriz. "Estudio y optimización de sensores de microondas para la caracterización y monitorización de materiales en procesos industriales. Directores: José Manuel Catalá Civera Felipe L. Peñaranda Foix. Tesis doctoral. Universidad Politécnica de Valencia
5. CHEN, Lin Feng. ONG, C. K. NEO, C. P. VARADAN, V. V. VARADAN, V. K "Microwave Electronics. Measurement and Materials Characterization". Chichester, John Wiley & Sons Ltd. ISBN 0-470-84492-2
6. A. J. RODRÍGUEZ RODRÍGUEZ, A. J; MARTÍNEZ CAMACHO, D. G; GONZÁLEZ GUTIERREZ, K; MAY ARRIJOJA, D. A; DOMÍNGUEZ CRUZ, R. F; MATÍAS MAESTRO, I. R; RUIZ ZAMARREÑO, C. "Detección de adulteración de ron empleando un sensor de fibra óptica basado en interferencia multimodal (MMI)". *Óptica pura y aplicada*, 2013
7. GONZALO, Z. J; SABOGAL. A; MONTES, A. C; RODRÍGUEZ. G; CASTILLO. J. " Una Estimación de la Adulteración y la Falsificación de Bebidas Alcohólicas en Colombia" Resumen Ejecutivo. FEDESARROLLO, 2012
8. ELAINE C. L. NASCIMENTO, MÁRIO C. U. ARAÚJO AND ROBERTO K. H. GALVÃO. "A Flow-Batch Analyzer for UV-Vis Spectrophotometric Detection of Adulteration in Distilled Spirits". *Sociedade Brasileira de Química*
9. DIRK W. LACHENMEIER, BEKE SCHMIDT, THORSTEN BRETSCHNEIDER. "Rapid and mobile brand authentication of vodka using conductivity measurement". *Microchimica Acta*. 2007
10. JAKUBIKOVA, Michaela; SADECKA, Jana; MAJEK, Pavel. "Determination of adulterants in adulterant-fruit spirit blends using excitation-emission matrix fluorescence spectroscopy". *Institute of Analytical Chemistry, Faculty of Chemical and Food Technology*, 2015
11. "The International Anti-Counterfeiting Directory (2005) ICC Counterfeiting Intelligence Bureau, Barking, Essex"
12. AGILENT TECHNOLOGIES. *Agilent 85070E Dielectric Probe Kit*. 2013
13. GREGORY, A, P; CLARKE, R. N. "Tables of the Complex Permittivity of Dielectric Reference Liquids at Frequencies up to 5 GHz". National Physical Laboratory. Hampton Road, Teddington, Middlesex. JANUARY 2012.

SOBRE LOS AUTORES

Zail Omán Rodríguez Moré: Nació en La Habana, Cuba, en 1983. Realizó sus estudios de educación superior en el Instituto Superior Politécnico José Antonio Echevarría, de La Habana, recibiendo el Título de Ingeniería en Telecomunicaciones y Electrónica en 2007 y el de Máster en Sistemas de Telecomunicaciones en 2012 en el mismo instituto. Actualmente se encuentra desarrollando sus estudios de doctorado en el Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada, CICESE.

Humberto Lobato Morales: Obtuvo la licenciatura en Ingeniería Electrónica y la Maestría en Electrónica en 2006 y 2008, respectivamente, por la Universidad de las Américas-Puebla, UDLA-P, México, y el Doctorado en Ciencias con Especialidad en Electrónica en 2013 por el Instituto Nacional de Astrofísica, Óptica y Electrónica, INAOE, México, en 2013. De 2011 a 2012 realizó investigación en University of California, Los Angeles, UCLA, en el área de dispositivos de microondas, como parte de sus estudios doctorales. Desde 2013 labora como Investigador Titular en el departamento de Electrónica y Telecomunicaciones en el Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada, B.C., CICESE, donde desarrolla estudios y técnicas con circuitos de RF/microondas para diversas aplicaciones, incluyendo circuitos de comunicaciones y de caracterización de materiales.



18 del 21 al 25 de noviembre de 2016
**CONVENCIÓN CIENTÍFICA
DE INGENIERÍA Y ARQUITECTURA**
PALACIO DE CONVENCIONES DE LA HABANA

52
ANIVERSARIO
cujae

Ricardo Arturo Chávez Pérez: El Dr. Ricardo A. Chávez Pérez, es Ingeniero en Aeronáutica egresado de la Escuela Superior de Ingeniería Mecánica y Eléctrica del Instituto Politécnico Nacional, cursó la Maestría en Ciencias en el Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada, Obtuvo el grado de Doctor en Ingeniería Física Industrial en la Universidad Autónoma de Nuevo León. Trabaja actualmente en el estudio de componentes y dispositivos utilizados en alta frecuencia a temperatura ambiente y temperatura criogénica, diseño de circuitos integrados monolíticos de microondas, aplicación de métodos numéricos para simulación electromagnética de componentes pasivas y antenas, estudio de las propiedades electromagnéticas de los materiales, aplicación de tecnología de microondas para el desarrollo de herramientas de diagnóstico en la detección de cáncer de seno en etapa temprana.

José Luis Medina Monroy: El Dr. JOSE LUIS MEDINA MONROY es egresado de la Facultad de Ingeniería, de la Universidad de Guadalajara en 1978. En 1982 obtuvo el grado de Maestro en Ciencias y en 1994 el grado de Doctor en Ciencias en Electrónica y Telecomunicaciones, ambos en el CICESE. Es profesor - investigador del CICESE desde 1982. Sus áreas de interés son el estudio de dispositivos de estado sólido para microondas y ondas milimétricas, el análisis electromagnético de circuitos planares de microcinta y guía de onda coplanar, la caracterización de componentes activos y pasivos de microondas y ondas milimétricas, métodos de análisis de circuitos lineales y no-lineales de microondas, el diseño de componentes amplificadores, osciladores y sistemas de alta frecuencia para telecomunicaciones vía microondas y ondas milimétricas hasta 50 GHz, la caracterización de dispositivos a temperaturas criogénicas, el diseño, análisis y desarrollo de amplificadores criogénicos y el diseño, construcción y caracterización de antenas reflectoras y planares de RF y microondas.

Volume Optimization of Liquids for Dielectric Permittivity Measurements at Microwave Frequencies

Zail Omán Rodríguez-Moré
Dept. of Electronics and
Telecommunications
CICESE
Ensenada, Mexico
rzail@cicese.edu.mx

Humberto Lobato-Morales
Dept. of Electronics and
Telecommunications
CICESE
Ensenada, Mexico
humbertolm@ieee.org

Ricardo A. Chávez-Pérez
Dept. of Electronics and
Telecommunications
CICESE
Ensenada, Mexico
chavez@cicese.mx

José L. Medina-Monroy
Dept. of Electronics and
Telecommunications
CICESE
Ensenada, Mexico
jmedina@cicese.mx

Abstract—An estimation of an optimum cylindrical volume of some liquids for their accurate dielectric permittivity characterization using an open-ended coaxial probe is presented in this paper. The analysis is based on the simulated electric E -field distribution within the liquids. A criteria is proposed, where the dispersed E -field inside the sample drops to 5% of the maximum power supplied by the coaxial probe. The analysis is carried out at frequency points that lie within the most commonly used range following this technique. Comparisons with suggested values in literature are carried out, showing the differences and accuracy of the results.

Keywords— E -field, complex dielectric permittivity, penetration depth, microwave measurements, coaxial probe, permittivity measurements.

I. INTRODUCTION

Characterization of the complex dielectric permittivity of materials $\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon''$ provide relevant information for food, medical, industrial and scientific applications [1]. For liquid dielectric measurement, the coaxial probe method is one of the most used due to its simplicity and wide band capability, consisting basically on the use of an open-ended coaxial transmission line with its termination submerged in the liquid-under-test (LUT); properties of the LUT are then estimated based on the reflection coefficients of the probe [1].

Recent studies report the use of the coaxial probe method for estimation of quality in food; in [2] the dielectric characterization of milk samples with different concentration and freshness levels is reported; dielectric measurements of ethanol/water solutions and some alcoholic beverages are carried out in [3] and [4]. For industrial/scientific purposes, a study on the experimental and analytical model of dielectric relaxation of alcohol and water mixtures for several concentration and temperature levels is presented in [5] and [6]. In the medical area, dielectric relaxation models and measurements are studied and presented in [7] and [8], where samples of blood plasma for various inclusions of glucose, and different cells suspension samples are analyzed, respectively. Concerning about the used frequencies, refs. [3], [4], and [6] present results at ranges going from hundreds of MHz up to 20 GHz, while [2] and [5] report ranges up to 2 GHz only; on the other hand, results presented in [7] and [8] are extended up to 40 GHz and 50 GHz, respectively.

It has been shown, from the dielectric relaxation analysis of aqueous, alcohol, and glucose solutions [3], [6], [8], that the highest relaxation frequency is occurring precisely for pure water, between 16 GHz and 17 GHz, depending on the temperature; thus, an accurate dielectric relaxation spectra of the mentioned substances, mixtures, or biological samples can be obtained from measurements going from hundreds of MHz up to 20 GHz.

Furthermore, most of the reported studies in the literature presenting experimental dielectric spectra of liquids using the coaxial probe method make use of large amounts of the LUT, usually > 50 mL, in order to ensure all the electric E -field interact within it by assuming an infinite volume from an electromagnetic view. An estimation of the E -field penetration depth in water and saline based on simulations is presented in [9] from which a reasonable amount of volume can be calculated for accurate measurements; however, the study is limited up to 4 GHz. The commercially available coaxial probe kit by Keysight® [10] suggest simply a liquid sample size in terms of insertion and diameter around the probe. The penetration depth d_p approximation, which is dependent on the material dielectric properties, is mentioned in [11] in an attempt to estimate the required amount of sample for the transmitted microwave power to drop to $1/e$ (36.8%) of the incident power; nevertheless, the formula works under some ideal conditions rather than open-ended coaxial lines.

A study on the E -field distribution in some liquid samples using the coaxial probe for estimation of their dielectric permittivity values is presented in this paper. The purpose of the analysis is to optimize the experimental setup by determining a minimum liquid amount while maintaining accurate measurements. Some of the most analyzed substances, such as alcohols and deionized water, are used as the LUT's. The results are based on simulations carried out at 1 GHz, 10 GHz, and 20 GHz, in order to cover a highly used frequency range, and impedance parameters are used for the analysis.

The paper is organized as follows: Section II presents the dielectric spectra and dielectric parameters of the analyzed samples; Section III deals with the E -field distribution and power density inside the LUT's; the literature and proposed optimizations of the setup in terms of LUT amount are detailed in Section IV; conclusions are presented in Section V.

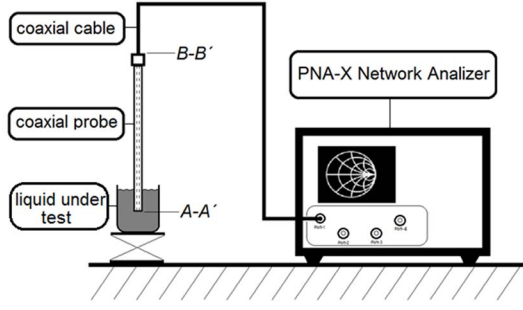


Fig. 1. Proposed setup using the coaxial probe technique.

II. DIELECTRIC PERMITTIVITY OF THE SAMPLES

The coaxial probe kit N1501A slim-form, from *Keysight*® [10], is used for the experimental measurements of the samples following the setup shown in Fig. 1. The samples used in this work are ethanol (99% purity), methanol (99% purity), rum (Havana Club añejo 3 años Cuban production), and deionized water, and are referred to as LUT's *A*, *B*, *C* and *D*, respectively. Initially, all the LUT's are prepared in 20 mL samples and are measured 5 times each from 500 MHz to 15 GHz at a temperature of 22.5°C; the obtained values are averaged. In order to estimate ϵ^* of the liquids at the proposed frequencies, the relaxation spectra of each LUT is obtained by adjusting the measurements with the Cole-Cole equation [1]

$$\epsilon^* = \epsilon_\infty + \frac{\epsilon_s - \epsilon_\infty}{1 + (j\omega\tau)^{1-\alpha}}, \quad (1)$$

where ϵ_s and ϵ_∞ are static- and infinite-frequency permittivities, respectively, τ represents relaxation time, and $(1-\alpha)$ determines the Cole-Cole relaxation effect. Fig. 2 plots the measured and modeled relaxation spectra of the LUT's, Table I tabulates the relaxation parameters for each sample, along with its ϵ^* values at the proposed frequencies for the *E*-field analysis.

III. E-FIELD DISTRIBUTION AND POWER DENSITY

A. E-field inside the LUT's

The LUT's and the used coaxial probe are configured in simulations using *Ansys*® *HFSS*, for three frequency points of 1 GHz, 10 GHz, and 20 GHz, each; LUT ϵ^* values are taken from Table I. Initially, a large LUT volume of 4.7 mL is used in a cylindrical form having 10 mm base radius and 15 mm

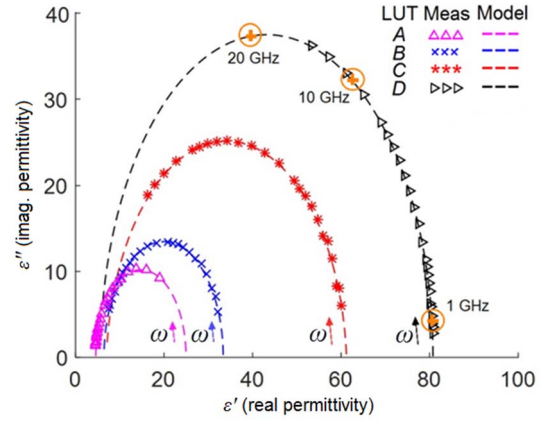


Fig. 2. Measured and modeled relaxation curves of the LUT's.

height; the coaxial probe, with outer radius of 0.97 mm and characteristic impedance $Z_0 = 50 \Omega$, is inserted 5 mm deep and fed with 0 dBm input power.

Figs. 3 and 4 show lateral *x-z*, and radial *x-y* planes of the *E*-field distribution around the probe-end in LUT's *A* and *D*, at 1 GHz and 20 GHz, respectively, with the purpose of illustrate the electrical distribution with the lowest and highest ϵ^* values and frequencies.

As seen in Figs. 3 and 4, the maximum *E*-field is obtained exactly below the end of the coaxial probe inside the LUT; at low frequencies (1 GHz) the *E*-field trends to propagate more towards the $-z$ direction compared to the radial (horizontal); on the other hand, at higher frequencies (20 GHz), the *E*-field seems to propagate similarly in both, depth and radial.

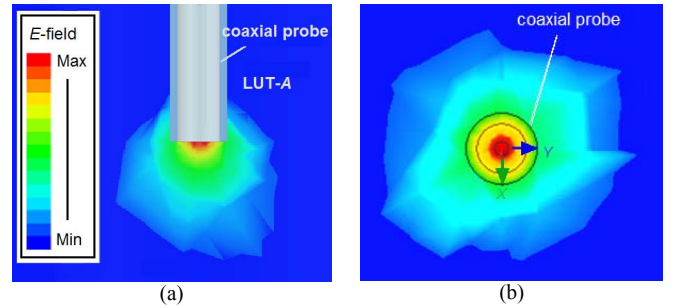


Fig. 3. *E*-field distribution in LUT *A* at 1 GHz, (a) *x-z* plane, (b) *x-y* plane.

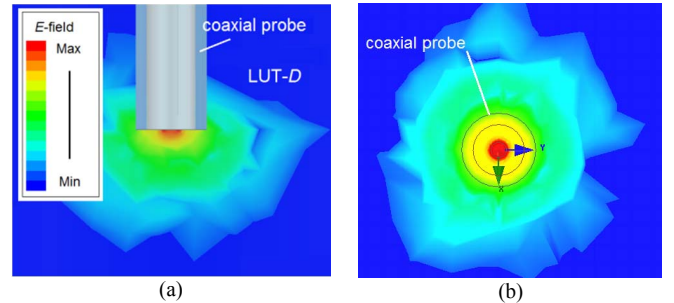


Fig. 4. *E*-field distribution at 20 GHz in LUT *D*, (a) *x-z* plane, (b) *x-y* plane.

TABLE I. RELAXATION PARAMETERS AND PROPOSED PERMITTIVITY VALUES OF THE LUT'S FOR THE ANALYSIS.

LUT	A	B	C	D
ϵ_s	24.79	33.50	61.13	80.75
ϵ_∞	4.37	6.57	7.08	5.62
τ (ps)	184.53	55.72	29.12	8.75
$1-\alpha$	1.000	1.000	0.955	1.000
$\epsilon^*_{1\text{-GHz}}$	13.32-j10.12	30.56-j8.61	58.68-j9.83	80.55-j4.27
$\epsilon^*_{10\text{-GHz}}$	4.56-j1.77	8.34-j7.13	20.75-j21.90	62.54-j32.30
$\epsilon^*_{20\text{-GHz}}$	4.63-j0.88	6.69-j3.90	12.10-j13.94	39.63-j37.30

*Although ϵ'' values are positive in the model, they are presented in negative form ($-j\epsilon''$) following the convention stated in [1].

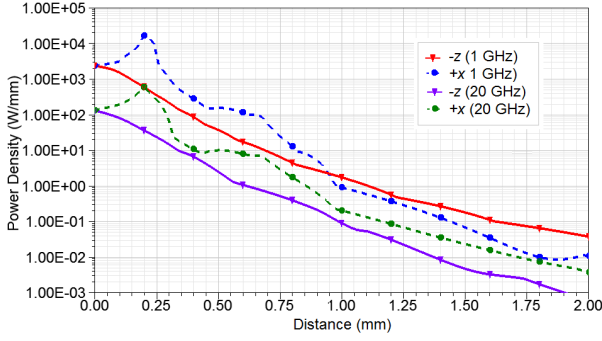


Fig. 5. Power density inside LUT-D at 1 GHz and 20 GHz.

B. Power density inside the LUT's

A quantification of the power inside the sample from the E -field, $P = |E|^2$, being dispersed from the center of the coaxial termination towards the boundaries of the liquid, is obtained for all the LUT's; two lines are defined for the readings: $-z$ (depth), and $+x$ (radial) directions. As a mean of example, Fig. 5 shows the power density along both lines for LUT-D (deionized water) at 1 GHz and 20 GHz in log-scale.

As seen from Fig. 5, the power density drops below 0.1% of its maximum at distances larger than 1 mm towards both directions. Intensity at 1 GHz is higher than that at 20 GHz; this could be explained from the imaginary permittivity, which is related to microwave absorption, having values of $\epsilon''_{1\text{-GHz}} = 4.27$, lower than $\epsilon''_{20\text{-GHz}} = 37.30$, for LUT-D.

IV. OPTIMIZATION OF LUT VOLUME

Following a more realistic setup scenario, the LUT is configured to have a fixed radius of 2 mm, and the coaxial probe is immersed 2 mm inside the liquid, emulating the borders of a cylindrical container, and varying only its height; the simulated setup is shown in the inset of Fig. 6. In order to make a first volume optimization, from power calculations along the $-z$ direction, the penetration depth d_p , being the distance at which the density drops to $1/e$ (36.8%) of its maximum inside a material, is obtained for each of the LUT's and frequencies; such value is proposed in the literature for accurate dielectric measurements [1], [11]. Showing the concept, Fig. 6 shows the normalized power density along the $-z$ direction for LUT-A at 1 GHz. Table II tabulates the height values for each of the LUT's achieving the d_p distance.

In an effort to further optimize the setup by enhancing accuracy of the measurements with a reasonably low amount of liquid being tested, a value of 5% of the maximum E -field inside the LUT is proposed as the limit for the sample height estimation. In this case, E -field is taken for the calculations (instead of power density or magnetic H -field) because it is directly influenced by the material dielectric parameters [1]. The normalized E -field distribution along $-z$ is shown also in Fig. 6 for LUT-A at 1 GHz. The proposed optimized height values of each LUT are presented in Table II.

As observed in Table II, the overall maximum height value following the d_p suggestion is of 2.19 mm, corresponding to LUT-A at 10 GHz; while that at the proposed 5% E -field depth

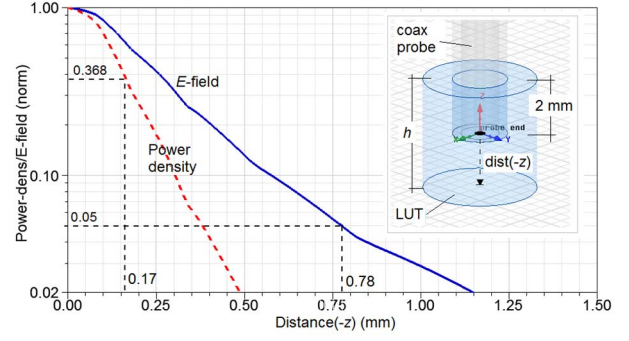


Fig. 6. Normalized P -density and E -field (log-scale) in LUT-A at 1 GHz.

TABLE II. OPTIMIZED HEIGHT VALUES OF THE LUT'S.

Freq. (GHz)	LUT height (mm)			
	A	B	C	D
1	2.17/2.78	2.17/2.77	2.16/2.77	2.16/2.89
10	2.19/2.81	2.16/2.83	2.16/2.97	2.17/3.22
20	2.17/3.09	2.16/3.2	2.16/2.91	2.17/3.01

Values presented as $d_p/d_{5\%}$, where d_p (penetration depth) is suggested in literature [1], [11]; $d_{5\%}$ is the proposal at which E -field drops to 5%.

is of 3.22 mm, occurring with LUT-D at 10 GHz. Those maximum height values are configured in simulations for all the LUT's and frequencies, and results of the normalized complex-impedance Z are obtained in the Smith chart; a de-embedding procedure of the coaxial probe is made in order to calculate Z at the probe-end plane. Impedances under the three LUT-volume scenarios are as follows: Z with the initial large LUT volume, $Z_{V \rightarrow \infty}$; that at which the power drops to $d_p = 1/e$, $Z_{P \rightarrow 36.8\%}$; and the proposal at which the E -field drops to 5%, $Z_{E \rightarrow 5\%}$. The first case is taken as the reference, assuming all the microwave power is consumed inside the LUT, thus, an infinite LUT volume and no error are assumed from the electromagnetic point of view. The second case uses an LUT volume of 21.61 mm³ or 0.02161 mL; while the last configuration requires an amount of 34.55 mm³ or 0.03455 mL. In order to illustrate the concept, Fig. 7 shows the Smith chart with impedances under the three scenarios using LUT-A. The reason of analyzing Z is that it is a direct token of the complex reflection coefficient, which in turn is used for the dielectric permittivity calculations [1], [10]-[11].

From Fig. 7, it can be observed that $Z_{V \rightarrow \infty}$ and the proposal of $Z_{E \rightarrow 5\%}$ are very close each other, while $Z_{P \rightarrow 36.8\%}$ trends to appear noticeable distant. All Z values are close to the open-circuit point, as expected from an open-ended coaxial, and they trend to get far from it while the frequency is increased, as wave dispersion becomes higher in such liquids. Fig. 8 shows deviation in Z (ΔZ in percentage) following both criteria (literature and proposal) for LUT-volume optimization.

As observed in Fig. 8, the largest errors are obtained for $Z_{P \rightarrow 36.8\%}$, following the d_p criteria, with average of 28.34% and maximum of 40.13% difference for the real part, and 31.34% average and 49.21% maximum for the imaginary part. Average and maximum error values for $Z_{E \rightarrow 5\%}$ are of 3.80% and 18.15% for the real part, respectively, and 2.06% and 10.05% for the imaginary part, average and peak quantities.

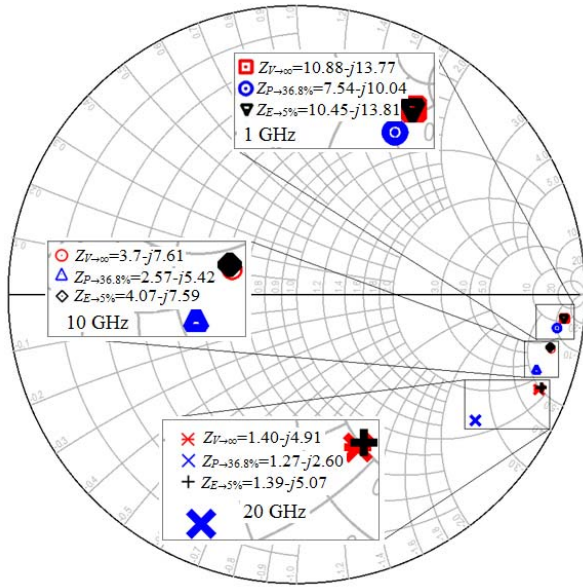


Fig. 7. Complex Z values for LUT-A at 1 GHz, 10GHz and 20 GHz.

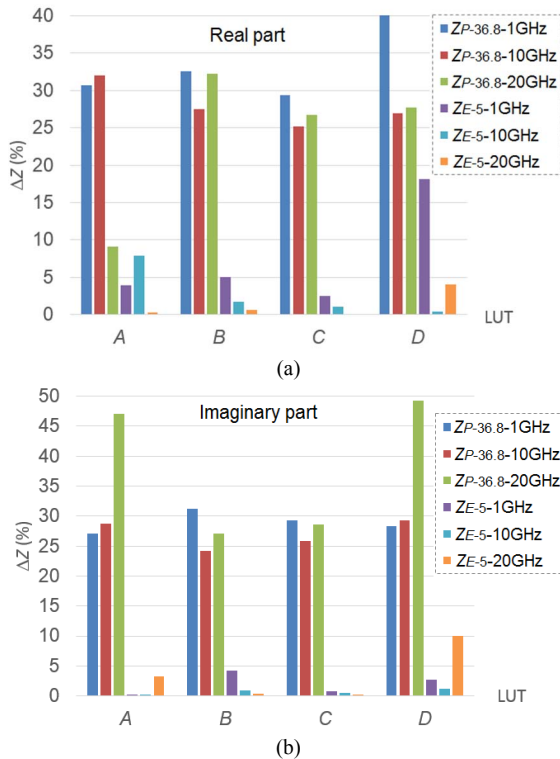


Fig. 8. Deviation values of Z of the optimized LUT-volumes (a) real part, and (b) imaginary part.

From the presented results, it is pertinent to state that the proposed criteria for optimization of the LUT volume, based on the distance at which the *E*-field (instead of the power density) drops to 5% of its maximum value, offers considerably higher accuracy when compared to the literature criteria, and by increasing only a few mm³ the LUT volume, 21.61 mm³ to 34.55 mm³ for the liquids used in this study.

Moreover, the presented analysis in terms of *E*-field distribution, complex impedance, and different frequency points result of high relevance for applications where the dielectric permittivity is to be obtained with the lowest possible amount of sample-under-test, such as in food, alcohol evaluation, blood plasma and cell suspensions in medical and chemical testing, among others.

V. CONCLUSIONS

An optimization in the volume amount of some liquids for its dielectric permittivity characterization using an open-ended coaxial probe at microwave frequencies has been presented. Four liquids having different dielectric permittivity values were first measured having a large volume and its dielectric parameters were configured in simulations at three frequency points, in order to be analyzed and tested. A proposed criteria, based on the *E*-field distribution inside the liquids has been defined and compared with the literature statement, finding the proposal to present higher accuracy while still using a relatively low amount of liquid volume; complex impedance parameters have been used for comparison of the simulations. Deviation in the normalized impedances using both criteria have been detailed and commented. The presented results and procedure can be useful for studies with other materials and frequencies within RF and microwave ranges, and different probe configurations.

REFERENCES

- [1] L. F. Chen, et al., *Microwave Electronics, Measurement and Materials Characterisation*, John Wiley & Sons, Chichester, England, 2004.
- [2] W. Guo, et al., "Effects of Milk Concentration and Freshness in Microwave Dielectric Properties", *Journ. Food Eng.*, Elsevier, vol. 99, March 2010.
- [3] X. Bohigas and J. Tejada, "Dielectric Characterization of Alcoholic Beverages and Solutions of Ethanol in Water under Microwave Radiation in the 1-20 GHz Range", *Food Res. Intl.*, Elsevier, vol. 43, April 2010.
- [4] T. Kaur-Kataria, et al., "Dielectric Properties of Tequila in the Microwave Frequency Range (0.5-20 GHz) using Coaxial Probe", *Intl. Journ. Food Prop.*, March 2017.
- [5] A. Megriche, A. Belhadj, and A. Mgaidi, "Microwave Dielectric Properties of Binary Solvent Water-Alcohol, Alcohol-Alcohol Mixtures at Temperatures between -35 C and +35 C and Dielectric Relaxation Studies", *Mediterranean Journ. Chemistry*, vol. 1, no. 4, 2012.
- [6] R. L. Smith Jr., et al., "Relative Permittivity and Dielectric Relaxation in Aqueous Alcohol Solutions", *Fluid Phase Equilibria*, Elsevier, no. 144, 1998.
- [7] M. Hofmann, et al., "Microwave-Based Noninvasive Concentration Measurements for Biomedical Applications", *IEEE Trans. Microw. Theory Techn.*, vol. 61, no. 5, May 2013.
- [8] E. Odelstad, et al., "Experimental Procedure for Determination of the Dielectric Properties of Biological Samples in the 2-50 GHz range", *IEEE Journ. Transl. Eng. Health Medicine*, vol. 2, July 2014.
- [9] P. M. Meaney, et al., "Open-Ended Coaxial Dielectric Probe Effective Penetration Depth Determination", *IEEE Trans. Microw. Theory Techn.*, vol. 61, no. 3, March 2016.
- [10] Keysight Technologies, *Keysight-Dielectric Probe Kit N1501A*, Tech. Overview, July 2017.
- [11] M. E. Sosa-Morales, et al., "Dielectric Properties of Foods: reported data in the 21st century and their potential applications", *LWT Food Sci. Technol.*, vol. 43, March 2010.