



**HAL**  
open science

## Capteur de corrosion passif et sans contact

Maria Yasri

► **To cite this version:**

Maria Yasri. Capteur de corrosion passif et sans contact. Electromagnétisme. Université de Bretagne occidentale - Brest, 2016. Français. NNT : 2016BRES0006 . tel-01410261

**HAL Id: tel-01410261**

**<https://theses.hal.science/tel-01410261>**

Submitted on 6 Dec 2016

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

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

**THÈSE / UNIVERSITÉ DE BRETAGNE OCCIDENTALE**

*sous le sceau de l'Université européenne de Bretagne*

pour obtenir le titre de

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE BRETAGNE OCCIDENTALE**

*Mention : Matériaux et Micro-ondes*

**École Doctorale SICMA**

présentée par

**Maria Yasri**

Préparée au Laboratoire de Magnétisme de  
Bretagne / Institut de la Corrosion, Brest

# Capteur de corrosion passif et sans contact

**Thèse soutenue le 1 février 2016**

Devant le jury composé de :

**Bernard Flechet**

Professeur, IMEP-LHAC, Université de Savoie, Chambéry / Rapporteur

**Smail Tedjini**

Professeur, Grenoble-INP / Rapporteur

**Stéphane Rioual**

Maître de conférence, Laboratoire de Magnétisme de Bretagne / Directeur de thèse

**François Gallée**

Maître de conférence, Télécom Bretagne - Lab-STIC / Examineur

**Benoit Lescop**

Maître de conférence, Laboratoire de Magnétisme de Bretagne / Examineur

**Ala Sharaiha**

Professeur, Université de Rennes 1 / Examineur

**Christian Person**

Professeur, Télécom Bretagne - Lab-STIC / Examineur

**Dominique Thierry**

Directeur, Institut de la corrosion / Examineur

**Gilles Zalamansky**

Docteur, Dassault Aviation / Invité

**Erwan Diler**

Ingénieur de Recherche, Institut de la corrosion / Invité



# Remerciements

Le travail présenté dans ce mémoire est le fruit d'une collaboration entre les Laboratoires LMB et Lab-STICC et l'entreprise Institut de la corrosion dans le cadre d'un contrat CIFRE.

Je tiens tout d'abord à remercier les personnes qui ont accepté de faire partie du jury :

**M. Christian PERSON**, directeur scientifique adjoint à Télécom Bretagne. Il m'a fait l'honneur d'accepter le rôle d'examineur de ce travail et de présider le jury de thèse.

**M. Smail TEDJINI**, professeur à l'Institut National Polytechnique de Grenoble. Il a accepté de juger et rapporter mon travail et m'a fait part de ses remarques constructives, ses conseils et ses encouragements.

**M. Bernard FLECHET**, professeur à l'Université de Savoie à Chambéry. Il m'a fait l'honneur d'accepter d'examiner ce travail et d'être rapporteur de cette thèse. Je tiens à le remercier pour la pertinence de ses remarques.

**M. Ala SHARAIHA**, professeur à l'université de Rennes, d'avoir accepté d'être examinateur de ce présent travail.

**M. Gilles ZALAMANSKY**, Ingénieur-chercheur chez Dassault Aviation d'avoir accepté de venir assister à la présentation de mes travaux.

**M. Stéphane RIOUAL**, maître de conférences à l'Université de Bretagne Occidentale, qui a efficacement dirigé ma thèse. Merci pour ton encadrement, ton soutien constant, tes conseils, tes idées qui m'ont permis de mener ces recherches à terme dans de bonnes conditions. Merci également pour avoir toujours trouvé rapidement des solutions à tous les problèmes rencontrés au cours de ces trois années. Je te remercie d'ailleurs pour la grande confiance que tu m'as témoignée tout au long de mes études. Merci de m'avoir donné l'opportunité de participer à des événements nationaux et internationaux très intéressants et fait rencontrer des doctorants, chercheurs et professeurs.

**M. Benoit LESCOP**, maître de conférences à l'Université de Bretagne Occidentale. Je tiens à te remercier vivement pour ta présence constante durant ces travaux, tes idées pertinentes et tes conseils avisés.

**M. François GALLEE**, maître de conférences à Télécom Bretagne à Brest. Je tiens à te remercier sincèrement pour ton suivi régulier pendant ces trois années, tes conseils et ta disponibilité ainsi que tes déplacements réguliers pour le suivi de ce travail.

Je voudrais aussi remercier mon directeur industriel **M. Dominique THIERRY** ainsi que **M. Erwan DILER**, ingénieur de recherche et développement. Merci Erwan pour ton encadrement et tes précieux conseils au niveau de la technique et de la gestion de mon travail. Merci également pour ta patience et tes encouragements. J'ai sincèrement regretté ton absence à ma soutenance de thèse.

Je remercie mes collègues de l'Institut de la corrosion pour m'avoir accueilli au sein de l'entreprise durant ces trois années et m'avoir fait partager leurs expertises et leurs connaissances. J'ai beaucoup appris à vos côtés.

Je tiens également à remercier tout le personnel du LMB, les enseignants, les chercheurs, les équipes administratives. Je remercie, sincèrement **M. Gael LE ROUX**, technicien et membre de cette équipe, pour sa disponibilité et ses conseils. Je remercie également mes amis, **Rania KHALIFEH**, **Léa ABI NASSIF**..., d'avoir toujours été là pour m'aider, me soutenir et me supporter. Grâce à eux, ces trois années de doctorat sont passées très rapidement. Je vous souhaite une bonne continuation à tous.

Je remercie vivement ma famille : mon mari et mes 3 garçons à qui je dois beaucoup, pour le soutien et l'affection qui m'ont exprimé tout au long de cette thèse.

Et enfin, je remercie tout particulièrement mes parents qui n'ont jamais cessé de me soutenir dans les projets que j'entreprenais. Un grand merci à vous deux...

## Table des matières

<b>Introduction générale.....</b>	<b>1</b>
<b>Bibliographie de l'introduction générale .....</b>	<b>7</b>
<b>Chapitre 1 : Généralités sur la corrosion et Etat de l'art des capteurs de corrosion .....</b>	<b>9</b>
1.1    Généralités sur la corrosion .....	11
1.1.1    Définitions.....	11
1.1.2    Facteurs influençant la corrosion atmosphérique .....	12
1.1.3    Principales formes de corrosion.....	14
1.2    Etat de l'art : Techniques de détection de la corrosion.....	15
1.3    Synthèse des différentes techniques .....	21
1.4    Application : Réseau de capteur .....	22
1.4.1    Capteur de corrosion actif : LUNA.....	23
1.4.2    Capteur de corrosion passif.....	24
1.4.3    Conclusion .....	26
1.5    Développement d'un capteur de corrosion totalement passif et sans contact inspiré de la technologie RFID .....	27
1.5.1    Technologie RFID .....	27
1.5.2    Capteur inspiré de la technologie RFID.....	33
1.5.3    Capteurs de corrosion basés sur la technologie RFID .....	35
1.6    Synthèse et objectif.....	38
<b>Bibliographie du chapitre 1 .....</b>	<b>39</b>
<b>Chapitre 2 : Développement de fonctions hyperfréquences sensibles à la corrosion atmosphérique .....</b>	<b>45</b>
2.1    Introduction .....	47
2.2    Etude de la propagation des ondes dans une ligne microruban soumise à la corrosion ..	47
2.2.1    Choix de la structure de propagation .....	47
2.2.2    Simulation électromagnétique sur HFSS des différents effets de la corrosion.....	54
2.2.3    Origine de l'atténuation du signal dans une ligne microruban .....	67
2.2.4    Mesure expérimentale du signal RF et l'évolution de la résistance électrique R au cours de la corrosion de la ligne microruban .....	71

2.2.5	Comparaison des résultats théoriques et expérimentaux .....	77
2.3	Evolution de la propagation des ondes électromagnétique dans un résonateur soumis à la corrosion .....	79
2.3.1	Simulation de la corrosion avec des outils numériques .....	80
2.3.2	Mesure expérimentale du signal RF au cours de la corrosion d'un stub .....	85
2.4	Développement de capteur de corrosion à partir des éléments sensibles .....	92
2.4.1	Capteur binaire basé sur un diviseur Wilkinson de puissance .....	93
2.4.2	Capteurs de corrosion basé sur un résonateur .....	98
2.4.3	Capteur de corrosion basé sur un multirésonateur à 2 états .....	101
2.5	Conclusion .....	103
<b>Bibliographie du chapitre 2 .....</b>		<b>105</b>
 <b>Chapitre 3 : Démonstrateur d'un capteur de corrosion passif et sans contact .....</b>		<b>107</b>
3.1	Introduction .....	109
3.2	Architecture utilisée.....	109
3.3	Caractéristiques des antennes utilisées .....	110
3.3.1	Antenne monopôle ULB .....	110
3.3.2	Antenne patch à polarisation circulaire.....	115
3.3.3	Antenne patch quart d'onde (PIFA).....	117
3.3.4	Récapitulatif .....	119
3.4	Réalisation d'un prototype.....	120
3.5	Amélioration de l'isolation Tx/Rx.....	122
3.5.1	Suppression de l'onde directe par déphasage .....	122
3.5.2	Isolation temporelle .....	124
3.6	Conclusion .....	125
<b>Bibliographie du chapitre 3 .....</b>		<b>127</b>
 <b>Chapitre 4 : Sonde RF à champ proche pour le contrôle de la dégradation des matériaux</b>		<b>129</b>
4.1	Introduction .....	131
4.2	La microscopie micro-onde en champ proche : définition et historique .....	131
4.3	Description de la sonde coaxiale .....	132
4.4	Simulations électromagnétiques et caractérisation de matériaux .....	135
4.4.1	Caractérisation d'un matériau diélectrique .....	135

4.4.2	Caractérisation d'un matériau métallique .....	138
4.5	Résultats expérimentaux.....	141
4.5.1	Corrosion de l'acier galvanisé .....	141
4.5.2	Caractérisation de l'anodisation de l'aluminium .....	143
4.5.3	Diffusion de l'eau dans un revêtement organique .....	144
4.6	Conclusion.....	146
<b>Bibliographie du chapitre 4.....</b>		<b>147</b>
<b>Conclusion générale et perspectives .....</b>		<b>153</b>
<b>ANNEXE .....</b>		<b>159</b>
<b>Bibliographie personnelle.....</b>		<b>171</b>

## Table des Figures

Figure i.1 : Architecture standard de capteur sans contact.....	4
Figure i.2 : Architecture, sans batterie, proposée pour un capteur d'environnement sans contact. .	5
Figure 1.1 : La corrosion se fait à l'interface entre l'environnement et le matériau. ....	11
Figure 1.2 : Corrosion de l'acier sous différentes atmosphères [1.3]. ....	12
Figure 1.3 : Courbe de la vitesse de corrosion du fer en fonction de l'humidité relative à la surface du métal [1.3].....	13
Figure 1.4 : Corrosion localisée (a) corrosion généralisée (b). ....	14
Figure 1.5 : Structure schématique d'une fibre optique [1.13]. ....	17
Figure 1.6 : Structure d'une fibre optique utilisée comme capteur de corrosion [1.16]. ....	17
Figure 1.7 : Emission acoustique générée par la création d'une fissure. ....	18
Figure 1.8 : Principe de mesure d'un capteur de corrosion à résistance électrique. ....	19
Figure 1.9 : AirCorr I, version d'intérieur, avec capteur de corrosion échangeable. ....	20
Figure 1.10 : Photographie des capteurs Aircorr O (ECAT) en acier 250 µm (gauche) et zinc 25 µm (droite) de dernière génération.....	21
Figure 1.11 : Insertion d'un réseau de capteur de corrosion au sein d'une éolienne marine (monopile) (a) et au sein d'un pont (b). ....	23
Figure 1.12 : Capteur de corrosion LUNA.....	23
Figure 1.13 : Capteur de corrosion passif. ....	24
Figure 1.14 : Capteur de corrosion passif à base de nano tube de carbone.....	25
Figure 1.15 : Exemples d'utilisation de la RFID. ....	27
Figure 1.16 : Principe de fonctionnement de la RFID. ....	28
Figure 1.17 : Architecture de base d'un lecteur RFID.....	29
Figure 1.18 : Architecture de base d'une Etiquette RFID.....	30
Figure 1.19 : Schéma du principe de couplage magnétique en champ proche [1.34].....	31
Figure 1.20 : Exemple de tags RFID à BF (a) et en bande HF (b).....	31
Figure 1.21 : Schéma du système RFID chipless.....	32
Figure 1.22 : Capteur de niveau de remplissage [1.43] (a) ; capteur de l'infiltration d'eau dans le béton [1.44] (b) ; capteur d'humidité intégrant un papier buvard [1.45] (c) ; capteur d'humidité avec des diélectriques sensibles [1.46] (d) ; capteur de température [1.47] (e). ....	34
Figure 1.23 : Diagramme schématique d'un capteur de corrosion passif sans contact [1.48]. ....	36
Figure 1.24 : Configuration de mesure d'un capteur de corrosion RFID [1.49]. ....	36
Figure 1.25 : Réponse du capteur en fonction de l'épaisseur de l'élément parasite (a), réponse du capteur en fonction du temps pour différentes conditions d'exposition et différents éléments sensibles (b) [1.49]. ....	37
Figure 2.1 : Structure de la ligne microruban.....	48
Figure 2.2 : Structure de la ligne coplanaire. ....	49
Figure 2.3 : Configuration des champs électriques (a) et magnétiques (b) dans une ligne microruban .....	50

Figure 2.4 : Coupe transversale d'une ligne microruban.....	52
Figure 2.5 : Simulation HFSS de la distribution du courant sur un ruban en zinc d'une épaisseur de 40 $\mu\text{m}$ (a) et de 0.2 $\mu\text{m}$ (b) de la ligne microruban. ....	53
Figure 2.6 : Calcul de la conductance électrique C en fonction de l'épaisseur t du zinc (a) et l'acier (b). ....	55
Figure 2.7 : Schéma d'une ligne microruban, vue de profil. ....	56
Figure 2.8 : Simulation HFSS: variation de S12 en fonction de l'épaisseur t du ruban de la ligne microruban en zinc (a) et en l'acier (b).....	57
Figure 2.9 : Variation de la transmission du signal en fonction de la résistivité électrique du ruban.....	58
Figure 2.10 : Variation de l'énergie totale en fonction de l'épaisseur et la résistivité électrique du ruban.....	59
Figure 2.11 : Schéma de la ligne microruban avec une couche des produits de corrosion déposée sur le ruban métallique. ....	60
Figure 2.12 : Simulation HFSS de la variation de S12, à 0.8 GHz, en fonction de la résistivité effective et de l'épaisseur du ruban (a) et la variation de S12 pour certaines résistivités et épaisseurs du ruban, Les résistances électriques sont également indiquées (b).....	61
Figure 2.13 : Ligne microruban à ruban coupé (a) et le décalage de la fréquence de coupure à différentes largeurs de gap (b).....	62
Figure 2.14 : Simulation de l'effet de la corrosion localisée sur le déphasage S11 et S22.....	63
Figure 2.15 : Ligne microruban avec un ruban en or coupé. ....	64
Figure 2.16 : Mesure de la transmission et la réflexion d'une ligne microruban à ruban coupé (a) et mesure du déphasage entre S11 et S22. ....	64
Figure 2.17 : Simulation d'une ligne microruban avec la présence des défauts sur le ruban (a) et la transmission du signal obtenue en fonction de la taille des défauts (b). ....	66
Figure 2.18 : Schéma électrique équivalent d'une ligne microruban. ....	69
Figure 2.19 : Circuit équivalent d'une ligne microruban à ruban coupé.....	71
Figure 2.20 : Mesure de la conductance électrique du zinc au cours de la corrosion. ....	72
Figure 2.21 : Morphologie de la ligne du Zn obtenue en MEB. ....	73
Figure 2.22 : Mesure de la conductance électrique du zinc, sur un substrat FR4, au cours de la corrosion.....	74
Figure 2.23 : Profil 3D de la surface d'un dépôt du zinc sur un substrat en verre (a) et sur un substrat FR4 (b).....	74
Figure 2.24 : Mesure de la transmission du signal de la ligne microruban au cours de la corrosion (a) et la transmission S12 mesurée à 0.8 GHz (b).....	75
Figure 2.25 : Mesure du paramètre S12 en fonction de la fréquence au cours de la corrosion. ....	76
Figure 2.26 : Ligne microruban, contaminée avec du NaCl, puis exposée à 97 % d'humidité pendant 6h. ....	77

Figure 2.27 : Simulation HFSS de la variation de S12 en fonction de l'épaisseur t du zinc ( $\rho = 4.4 \times 10^{-7} \Omega.m$ ) (a) et la variation de S12 en fixant une épaisseur totale de 2,3 $\mu m$ et en considérant des produits de corrosion ( $\rho' = 10^{-3} \Omega.m$ ) sur le zinc d'une épaisseur t (b). .....	78
Figure 2.28 : Points noir : conductance électrique et la transmission S12 mesurée à 0.8 GHz en fonction de la durée d'exposition à partir de la Figure 2.20 et la Figure 2.24 (b). Etoiles rouge : résultats de simulations HFSS extraits de la Figure 2.27 (b). .....	79
Figure 2.29 : Stub résonateur après corrosion (a) et le décalage de la fréquence de résonance provoqué par le processus de corrosion (b). .....	81
Figure 2.30 : Simulation HFSS de la baisse de l'épaisseur du stub (a) et le résultat fréquentiel obtenu (b). .....	82
Figure 2.31 : Simulation HFSS en fonction de la résistivité électrique du stub (a) et le décalage fréquentiel obtenu (b). .....	83
Figure 2.32 : Schéma du stub avec une couche de produits de corrosion sur le zinc (a) et le résultat obtenu par une simulation HFSS en fonction de la résistivité électrique $\rho_2$ des produits de corrosion (b). .....	84
Figure 2.33 : Simulation HFSS d'une coupure sur le stub (a) et le décalage fréquentiel obtenu en fonction du gap g (b). .....	85
Figure 2.34 : Simulation HFSS d'un stub résonateur avec défaut. ....	85
Figure 2.35 : Résonateur stub basé sur un coaxial T et une ligne microruban en zinc. ....	86
Figure 2.36 : Mesure de la variation de la fréquence de résonance du stub en zinc au cours de la corrosion. ....	87
Figure 2.37 : Mesure de la fréquence (a) et du niveau de la transmission S12 (b) en fonction de temps d'exposition du zinc à la corrosion. ....	87
Figure 2.38 : Ligne en zinc après 25 jours d'exposition (vue d'ensemble) (a) et la morphologie de la surface d'une zone corrodé (b). .....	88
Figure 2.39 : Spectre de diffraction X de deux zones du Zn après corrosion. ....	89
Figure 2.40 : Mesure du décalage de fréquence de résonance au cours de la corrosion. ....	90
Figure 2.41 : Mesure de la fréquence (a) et du niveau de la transmission S12 (b) en fonction de temps d'exposition de l'aluminium à la corrosion. ....	91
Figure 2.42 : MEB de la surface de l'aluminium après 16 jours d'exposition à la corrosion au chlore. ....	91
Figure 2.43 : Morphologie et cartographie élémentaire EDX de la surface de 2 zones d'aluminium après 16 jours d'exposition à la corrosion au chlore. ....	92
Figure 2.44 : Principe du diviseur Wilkinson à 2 sorties. ....	93
Figure 2.45 : Simulation du diviseur Wilkinson sur ADS. ....	94
Figure 2.46 : La variation de la transmission du signal en fonction de la résistivité électrique de la 2ème ligne du diviseur Wilkinson. ....	95
Figure 2.47 : Diviseur Wilkinson avec une ligne en zinc (a) et la réponse du diviseur au cours de la corrosion (0.8 GHz) (b). ....	95
Figure 2.48 : Diviseur Wilkinson à 3 sorties. ....	96

Figure 2.49 : Résultat attendu de la transmission du signal d'un diviseur Wilkinson à plusieurs états.....	97
Figure 2.50 : Schéma démonstratif de la topologie d'un diviseur Wilkinson à plusieurs états de corrosion.....	97
Figure 2.51 : Répartition des bandes ISM en France et en Europe. ....	98
Figure 2.52 : Stub résonateur avant corrosion (a) et après corrosion (b). ....	99
Figure 2.53 : Décalage de la fréquence de résonance provoqué par le processus de corrosion... 100	
Figure 2.54 : Mesure de la transmission du signal au cours de la corrosion à 2 fréquences (a) et la pente obtenue entre ces 2 fréquences (b). ....	101
Figure 2.55 : Simulation ADS d'un multirésonateur à base de 2 stubs. ....	102
Figure 2.56 : Simulation ADS du décalage fréquentiel de 2 stubs. ....	102
Figure 2.57 : Le dispositif multirésonateur avant corrosion (en haut) et après corrosion (en bas) (a) et le décalage fréquentiel mesuré : avant corrosion (courbe rouge) et après corrosion (courbe bleue) (b). ....	103
Figure 3.1 : Schéma de principe du capteur de corrosion sans contact.....	109
Figure 3.2 : Schéma descriptif (a) et exemple de la réalisation (b) de l'antenne monopôle ULB. ....	111
Figure 3.3 : Simulation HFSS (a) et la mesure (b) du fonctionnement de l'antenne monopôle ULB.....	112
Figure 3.4 : Simulation HFSS des diagrammes de rayonnements du gain de l'antenne monopôle ULB à 0,8 GHz (a) et à 2,4 GHz (b). ....	113
Figure 3.5 : Mesure dans une chambre anéchoïque du gain de l'antenne ULB en polarisation principale (a) et mesure de l'isolation entre les 2 antennes en polarisation croisée (b). ....	114
Figure 3.6 : Antenne patch à polarisation circulaire. ....	115
Figure 3.7 : Mesure du paramètre S11 de l'antenne patch. ....	116
Figure 3.8 : Mesure de la transmission entre 2 antennes patch à polarisation circulaire. ....	117
Figure 3.9 : Structure réalisée de l'antenne patch quart d'onde (PIFA). ....	118
Figure 3.10 : Mesure des pertes de retour de 4 antennes patch quart d'onde. ....	119
Figure 3.11 : Photographie du démonstrateur. ....	121
Figure 3.12 : Technique du déphasage du signal Tx/Rx directe. ....	123
Figure 3.13 : Démonstrateur basé sur le principe du déphasage en utilisant des antennes à polarisation circulaire.....	123
Figure 3.14 : Fonctionnement de la ligne SAW.....	125
Figure 3.15 : Démonstrateur basé sur des antennes patch (PIFA) et une ligne à retard SAW.....	125
Figure 4.1 : Synoptique d'un microscope à balayage micro-onde champ proche classique.....	132
Figure 4.2 : Schéma de la sonde résonante à champ proche [4.41-4.42]. ....	133
Figure 4.3 : Simulation HFSS de l'effet du gap g sur la fréquence de résonance. ....	134
Figure 4.4 : La cellule du résonateur coaxial sans (a) et avec (b) un matériau à caractériser. ....	135
Figure 4.5 : Caractérisation du FR4 par le résonateur coaxial. ....	136
Figure 4.6 : Simulation HFSS de l'effet de la permittivité du diélectrique à caractériser. ....	136

Figure 4.7 : Simulation HFSS de l'effet de l'épaisseur $e$ du FR4 (a) et l'effet de l'espacement $h$ entre le diélectrique et la cellule résonante (b).....	137
Figure 4.8 : Simulation HFSS de l'effet de l'épaisseur $e$ du cuivre. ....	139
Figure 4.9 : Simulation HFSS de l'effet de l'espacement $h$ (air) entre le cuivre et la cellule résonante (a), variation de la fréquence de résonance pour des matériaux diélectriques ( $\epsilon=1$ et 3.5) entre la sonde et le métal (b) pour $e = 1$ mm. ....	139
Figure 4.10 : Simulation HFSS de l'évolution de la fréquence en fonction de la permittivité pour $\rho = 10^{-2} \Omega.m$ . ....	140
Figure 4.11 : Photos des aciers galvanisés étudiés.....	141
Figure 4.12 : Mesure de la fréquence de résonance d'un acier avant et après sa corrosion dans 2 solutions. ....	142
Figure 4.13 : Spectres de diffraction X de l'acier avant corrosion (a) et après corrosion dans une solution de NaCl (b) et dans NaOH (c). ....	143
Figure 4.14 : Mesure de la fréquence de résonance de l'aluminium avant et après son anodisation. ....	144
Figure 4.15 : Image confocal de l'aluminium anodisé.....	144
Figure 4.16 : Mesure de la fréquence de résonance d'un FR4 époxy trempé dans l'eau. ....	145
Figure 4.17 : Mesure de la fréquence de résonance d'une plaque en aluminium peinte immergée dans l'eau. ....	146
Figure A.1 : Processus de la réalisation d'une ligne microruban.....	161
Figure A.2 : Enceinte d'essai, 97% d'humidité relative. ....	163
Figure A.3 : Schéma complet du bloc de mesure RF et DC. ....	164
Figure A.4 : Photographie d'USRP N200 (a) et architecture d'USRP N200 avec la carte fille WBX.....	165
Figure A.5 : Dispositif de mesure, 4 pointes, de la résistance électrique R. ....	167
Figure A.6 : Circuit d'un filtre LC. ....	167
Figure A.7 : Principe de la microscopie électronique à balayage. ....	169
Figure A.8 : Principe de la diffraction des Rayons X. ....	170

## Liste des Tableaux

Tableau 1.1 : Récapitulatif de différentes techniques de suivi de la corrosion. ....	22
Tableau 1.2 : Synthèse des caractéristiques du capteur LUNA et les capteurs passifs. ....	26
Tableau 1.3 : Comparaison des différents systèmes RFID à bande étroite. ....	33
Tableau 2.1 : Variation de l'énergie en fonction du gap $g$ à 2 fréquences. ....	63
Tableau 2.2 : Variation de l'énergie en fonction de l'épaisseur $t$ d'une partie de stub à la fréquence de résonance. ....	88
Tableau 3.1 : Récapitulatif des différentes caractéristiques des antennes étudiées. ....	120
Tableau 3.2 : Mesure de l'isolation et de la distance de lecture $d_2$ de différentes antennes. ....	122
Tableau 3.3 : Mesure de l'isolation et de la distance de lecture $d_2$ . ....	124
Tableau 4.1 : Fréquences de résonances mesurées en fonction du diélectrique. ....	138
Tableau A.1 : Mesure des caractéristiques de l'USRP N200. ....	166



# Introduction générale



La corrosion est un processus physico-chimique qui affecte la plupart des matériaux, notamment dans de nombreux secteurs d'activités, tels que le transport, l'énergie, la construction .... Outre le préjudice économique, la dégradation des matériaux peut engendrer des risques importants pour la sécurité des biens et des personnes. Dans ce cadre, réaliser un suivi de la corrosion des infrastructures en temps réel est primordial. Les techniques utilisées sur site industriel pour effectuer ce contrôle peuvent être séparées en 2 catégories :

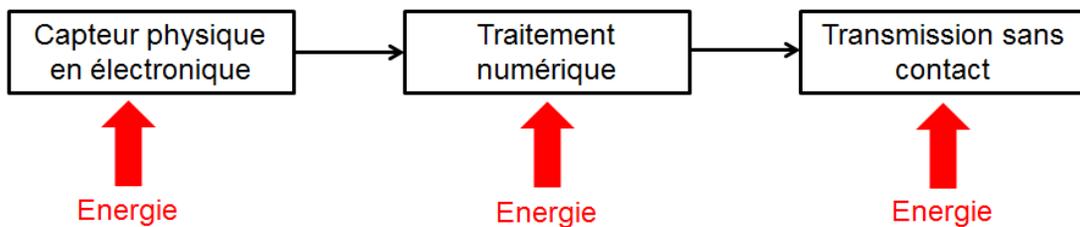
- a) Les sondes locales qui permettent une mesure à un instant donné, à titre d'exemple la mesure à onde acoustique ou la radiographie [i.1-i.15].
- b) Les capteurs sensibles à la dégradation des matériaux qui peuvent être déployés sur les structures en réseau.

L'objectif de cette thèse est de développer des sondes et capteurs radiofréquences répondant à ces deux besoins. La première partie de la thèse porte sur le développement des capteurs sensibles à la dégradation des matériaux, pouvant être déployés sur les structures, et autorisant un suivi en continu de la corrosion. Actuellement, les capteurs de corrosion atmosphérique sont basés sur une variation de la résistance électrique des matériaux. La technique consiste alors à mesurer la variation de résistance électrique d'une ligne métallique : l'augmentation de la résistance peut alors être corrélée avec la perte de l'épaisseur du métal dans le cas d'une corrosion uniforme [i.16-i.17]. Ce type de capteur, a été, en autres, développé et est actuellement commercialisé avec succès, depuis plusieurs années, par l'Institut de la Corrosion à Brest, en partenariat avec nke Instrumentation. Dans ce cas, le capteur permet de déterminer, de manière non destructive, la vitesse de corrosion des métaux et des alliages dans divers environnements. Contrairement aux mesures électrochimiques, le capteur résistif peut fonctionner en l'absence d'électrolyte, ce qui lui permet d'être utilisé pour la surveillance de la corrosion atmosphérique.

Deux facteurs limitant sont associés à la méthode résistive. Le premier concerne la capacité à fournir des informations fiables lors d'une corrosion localisée. Récemment, en utilisant des capteurs multi-lignes [i.17], des auteurs ont démontré la possibilité de faire la distinction entre la corrosion localisée et uniforme. Cependant, la méthode implique l'utilisation de plusieurs capteurs et n'a jamais vraiment été développée. Le second facteur limitant concerne l'utilisation

d'une architecture standard. De manière générale, les architectures utilisées pour les capteurs peuvent être représentée sur la Figure i.1. Elles comprennent :

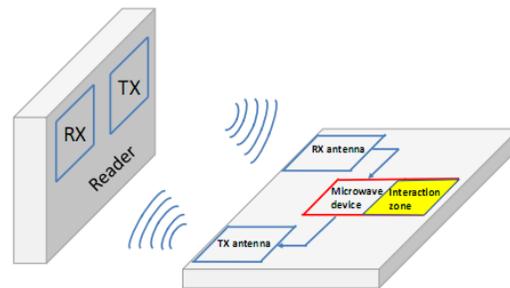
- Un capteur en contact avec l'environnement
- Une partie associée au traitement du signal
- Une transmission sans contact de l'information (Bluetooth, RFID, WIFI, LORA,...). Notons que cette partie peut être supprimée dans le cas de capteurs filaires.



**Figure i.1 : Architecture standard de capteur sans contact.**

Comme le montre la Figure i.1, ce type d'architecture fait intervenir différents composants électroniques (générateur de courant, convertisseurs analogique/numérique, batteries,...) et demande donc suffisamment d'énergie pour un bon fonctionnement. Cependant, par exemple lorsqu'il n'y a pas possibilité de remplacer la batterie et qu'aucune autre source d'énergie n'existe, son utilisation devient restreinte voire impossible. C'est le cas du suivi de la corrosion de structure ou infrastructure qui doit être réalisé sur plusieurs décennies et/ou dans des zones inaccessibles. En outre, la présence de batterie ou de composant électronique aux abords de la partie sensible, limite également le domaine d'application du capteur à une certaine gamme de température. Certaines applications, notamment dans l'aéronautique et aérospatiale requièrent des solutions pouvant être utilisées à basse température ( $<-50^{\circ}\text{C}$ ). Tandis que certaines industries, comme la pétrochimie, nécessitent des solutions à haute température ( $>80^{\circ}\text{C}$ ), parfois en milieu explosifs. Dans ce contexte, la conception d'un capteur sans contact, autonome d'un point de vue énergétique et de faible taille est essentielle. Récemment, afin de répondre à cette préoccupation, quelques auteurs ont proposé des capteurs de corrosion basés sur la technologie RFID (Radio Frequency Identification) [i.18-i.19]. Cependant, comme nous le décrirons dans le manuscrit, ces

derniers ne sont pas applicables. Notre objectif principal a donc été de répondre aux deux points décrits ci-dessus, à savoir proposer un capteur de corrosion inspiré de la technologie RFID tout en se posant la question sur les informations réellement fournies par ce type de capteur. La distinction entre mécanismes de corrosion localisée et uniforme est alors fondamentale. Pour cela, nous avons choisi de nous inspirer de l'architecture présentée sur la Figure i.2.



**Figure i.2 : Architecture, sans batterie, proposée pour un capteur d'environnement sans contact.**

Elle est basée sur l'architecture RFID *chipless* proposée notamment par Preradovic et Karmakar [i.20] ou Tedjini [i.21]. Ce système fonctionne sur la rétrodiffusion du signal d'interrogation. En effet, un signal radiofréquence est envoyé du lecteur vers un capteur via les antennes Tx/Rx. Le signal est retourné au lecteur après que l'onde radiofréquence ait interagit avec le milieu extérieur au sein du capteur. Afin de réaliser un capteur de corrosion basé sur ce principe, notre objectif a été de réaliser des fonctions radiofréquences (RF) sensibles à la corrosion du même métal que la structure sous surveillance.

Dans un premier temps, notre approche consistera donc à produire des fonctions RF sensibles à la corrosion relativement simples telle que la ligne de transmission ou un résonateur, dans ce contexte 4 annexes décrivent les matériels et procédés utilisés lors de la thèse.

L'objectif sera de démontrer la sensibilité de la méthode à la corrosion et de déterminer les informations pertinentes que peut procurer ce type de capteur. A cet effet, des mesures expérimentales ainsi que les simulations électromagnétiques seront présentées. Ensuite, afin de proposer un démonstrateur, le développement d'antennes associées à l'élément sensible et permettant la communication à distance sera considéré. Le capteur proposé répondra alors aux

critères formulés préalablement, car il est entièrement passif et ne nécessite aucune alimentation électrique pour fonctionner.

Une seconde partie de la thèse, plus réduite, porte sur le développement d'une sonde locale radiofréquence permettant la caractérisation électrique des surfaces. Elle repose sur l'utilisation d'une sonde RF à champ proche. Cette technique a été dans le passé souvent utilisée, notamment dans le domaine de la microscopie ou de la caractérisation de matériaux diélectriques. L'originalité de l'étude proposée dans ce travail réside dans les applications associées à la corrosion des matériaux. Celles-ci concernent la caractérisation des produits de corrosion sur un métal ainsi que le contrôle de la diffusion de l'eau dans des revêtements organiques.

Ce manuscrit s'articule autour de quatre chapitres :

- **Le premier chapitre** dresse quelques rappels sur la corrosion suivi par un état de l'art des différentes méthodes de mesures de la corrosion. Les problématiques ainsi que les objectifs de la thèse sont alors définis.

- **Le deuxième chapitre** présente les effets associés à la propagation d'une onde électromagnétique dans une fonction RF exposée à la corrosion. L'objectif de ce chapitre est de prouver que la méthode proposée est viable et qu'elle permet d'obtenir des informations pertinentes sur le processus de corrosion. En particulier, nous nous focaliserons sur la distinction entre corrosion localisée et uniforme.

- **Le troisième chapitre** sera consacré au développement d'un prototype. Pour cela, différentes antennes seront caractérisées puis utilisées afin de proposer un capteur de corrosion passif et sans contact.

- **Le quatrième chapitre** présente une technique de détection de la corrosion, complètement différente des techniques étudiées précédemment et basée sur une sonde RF à champ proche.

- **La conclusion générale** portera sur la synthèse du travail mené. Cela nous permettra de dégager quelques pistes de réflexion constituant les perspectives d'avenir pouvant contribuer à compléter ce travail de recherche que nous présentons.

## Bibliographie de l'introduction générale

- [i.1] H. Uhlig, "Corrosion et protection", DUNOD, Paris, 1970.
- [i.2] T. Liu, R.W. Weyers, "Modeling the Dynamic Corrosion Process in Chloride Contaminated Concrete Structures", Cement and Concrete research, Vol.28; Issue 3; Mars 1998, pp.365-379.
- [i.3] T.E. Graedel, R.P. Frankenthal, "Corrosion Mechanism for Iron and Low Alloy Steels Exposed to the Atmosphere", Journal of the Electrochemical Society, 1990. 137: p. 2385-2394.)
- [i.4] P. Lacombe, B. Baroux, G. Beranger, "Les aciers inoxydables", 2ème édition , Les Ulis : Les éditions de physique ; 1990.ba
- [i.5] G. Beranger, F. Dabose, B. Barouxx, "Corrosion localisée", Ecole d'automne Banyuls, 1992, Les Editions de Physique, 1994.
- [i.6] J. Philibert, A. Vignes, Y. Bréchet, P. Combrade, "Métallurgie : du minerai au matériau", 1998, Paris: Masson. 1107 pages.
- [i.7] M.G. Fontana, "Corrosion engineering", 1987. McGraw-Hill, 3 :454457.
- [i.8] C.A. Apostolopoulos, D. Michalopoulos, "Effect of corrosion on mass loss and high and low cycle fatigue of reinforcing steel", Journal of materials engineering and performance, vol. 15, N°6, 2006, pp. 742-748.
- [i.9] P.W. Brown, L.W. Masters, "Factors aecting the corrosion of metals in the atmosphere", Atmospheric Corrosion, pages 3149, 1980.
- [i.10] C. Leygraf, "Atmospheric corrosion", Encyclopedia of Electrochemistry, 2000.
- [i.11] J. Jankowski, " Monitoring methods of cathodic protection of pipelines", J. of Corrosion Measurements, 2(2), 2002, pp. 12.

- [i.12] S. Dong, Y. Liao, Q. Tian, Z. Qiu, Y. Luo, S. Song, "Study on different preparing methods of the metallized fiber core for optical fiber corrosion sensor", Proceedings of SPIE. 5634 (2005) 627-633.
- [i.13] M. Benounis, N. Jaffrezic-Renault, G. Stremstoerfer, R. Kherrat, "Elaboration and standardization of an optical fibre corrosion sensor based on an electroless deposit of copper", Sensors and Actuators B: Chemical. 90 (2003) 90-97.
- [i.14] S. Dong, Y. Liao, Q. Tian, Y. Luo, Z. Qiu, S. Song, "Optical and electrochemical measurements for optical fibre corrosion sensing techniques", Corrosion Science. 48 (2006) 1746-1756.
- [i.15] P.R. Roberge, "Handbook of corrosion engineering", 2000: Mc Graw-Hill. 1140 pages.
- [i.16] J.P. Cai, S.B. Lyon, "A mechanistic study of initial atmospheric corrosion kinetics using electrical resistance sensors", Corros. Sci. 47 (2005) 2956–2973.
- [i.17] S.Y. Li, Y.G. Kim, S. Jung, H.S. Song, S.M. Lee, "Application of steel thin film electrical resistance sensor for in situ corrosion monitoring", Sensors and actuators B 120 (2007) 368-377.
- [i.18] J.F. Dante, A. Steiner, F. Friedersdorf, "RF system for corrosivity monitoring", Corrosion 2008 conference, paper# 08204, New Orleans.
- [i.19] N.F. Materer, A.W. Apblett, "Passive wireless corrosion sensor", US 7,675,295 B2, Mar.9, 2010.
- [i.20] S. Preradovic, N.C. Karmakar, "Design of fully printable planar chipless RFID transponder with 35-bit data capacity", in European Microwave Conference, Oct. 2009, pp. 013–016.
- [i.21] A. Vena, E. Perret, S. Tedjini, "Chipless RFID tag using hybrid coding technique," IEEE Trans. Microw. Theory Tech., vol. 59, no. 12, pp. 3356– 3364, Dec. 2011.

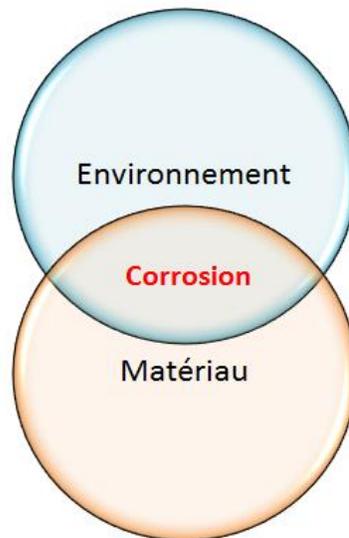
**Chapitre 1**  
*Généralités sur la corrosion et Etat de l'art des  
capteurs de corrosion*



## 1.1 Généralités sur la corrosion

### 1.1.1 Définitions

Le terme corrosion provient du latin *corrodere*, qui signifie attaquer, ronger. La corrosion affecte tous les métaux. Comme le montre la Figure 1.1, elle résulte d'une interaction physico-chimique entre le métal et l'environnement, et provoque des modifications des propriétés et la dégradation du matériau [1.1]. Le plus souvent, la première manifestation de la corrosion est d'ordre visuel : nous constatons ce phénomène par la modification de l'aspect extérieur de l'objet. La corrosion est dite sèche lorsque les agents oxydants ne sont pas en solution et elle est dite humide dans le cas contraire. Il s'agit d'un processus complexe qui dépend de nombreux facteurs. Nous citons ci-dessous les mécanismes de corrosion de quelques matériaux simples.



**Figure 1.1 : La corrosion se fait à l'interface entre l'environnement et le matériau.**

- **La corrosion du cuivre** : le cuivre se corrode au contact de l'air : il se couvre d'une couche verdâtre appelée vert-de-gris. Cette couche est imperméable et isole le cuivre de l'air et des réactifs responsables de sa corrosion. La corrosion du cuivre diminue donc dès l'apparition du vert-de-gris. La corrosion du cuivre reste donc superficielle, elle modifie seulement son aspect

extérieur. A titre d'exemple : La statue de la liberté doit sa couleur verdâtre au vert-de-gris qui s'est formé sur le cuivre dont elle est constituée.

- **La corrosion du zinc** : la corrosion du zinc est du même type que celle du cuivre et de l'argent : elle n'attaque que la surface du métal sur lequel se forme une couche d'oxyde relativement protectrice (oxyde et hydroxyde de zinc). La couche qui se forme est de couleur grisâtre. Il est par conséquent difficile de la distinguer du métal qu'elle recouvre et de se rendre compte de sa présence. Elle rend simplement le métal un peu plus terne.

### 1.1.2 Facteurs influençant la corrosion atmosphérique

La plupart des métaux ne sont pas stables au contact de l'air. En effet, les différents constituants de celui-ci que sont l'oxygène, l'eau, les polluants... réagissent avec le métal et entraîne sa dégradation. La vitesse de la corrosion dépend alors de l'atmosphère d'exposition. Nous constatons généralement que les objets exposés en milieu industriel se corrodent beaucoup plus rapidement que ceux situés en milieu urbain. Cet effet est présenté sur la Figure 1.2 et s'explique par la présence de polluants atmosphériques différents dans les deux cas. Graedel et Frankenthal [1.2] ne dénombrent pas moins de 14 polluants (oxyde de carbone, hydrocarbures, oxyde d'azote...) impliqués dans le processus de corrosion atmosphérique des métaux.

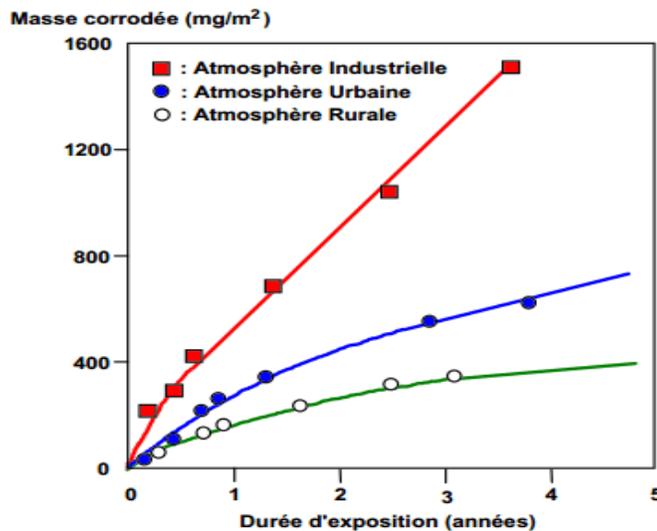


Figure 1.2 : Corrosion de l'acier sous différentes atmosphères [1.3].

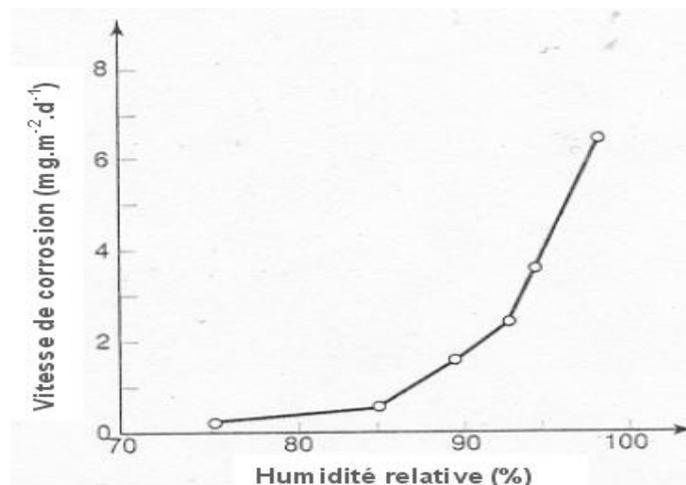
Les facteurs les plus courants contribuant au développement de la corrosion atmosphérique dépendent essentiellement des paramètres relatifs à l'environnement et au matériau lui-même [1.4]. Les plus importants sont :

#### A. D'ordre climatique

- L'humidité relative : par exemple, la corrosion atmosphérique du fer débute pour une humidité relative (HR) d'environ 60 % avec une vitesse relativement lente, puis la vitesse de corrosion augmente avec une humidité relative comme le montre la Figure 1.3.

- La température : d'après Liu et Weyers, une augmentation de la température accroît la vitesse de corrosion [1.5].

- Les polluants atmosphériques : le dioxyde de soufre  $\text{SO}_2$  et les ions chlorures sont les deux principaux polluants [1.6].



**Figure 1.3 : Courbe de la vitesse de corrosion du fer en fonction de l'humidité relative à la surface du métal [1.3].**

#### B. D'ordre géographique

- L'influence du littoral marin : les chlorures présents dans l'atmosphère particulièrement en bordure de mer constituent des agents corrosifs importants [1.7].

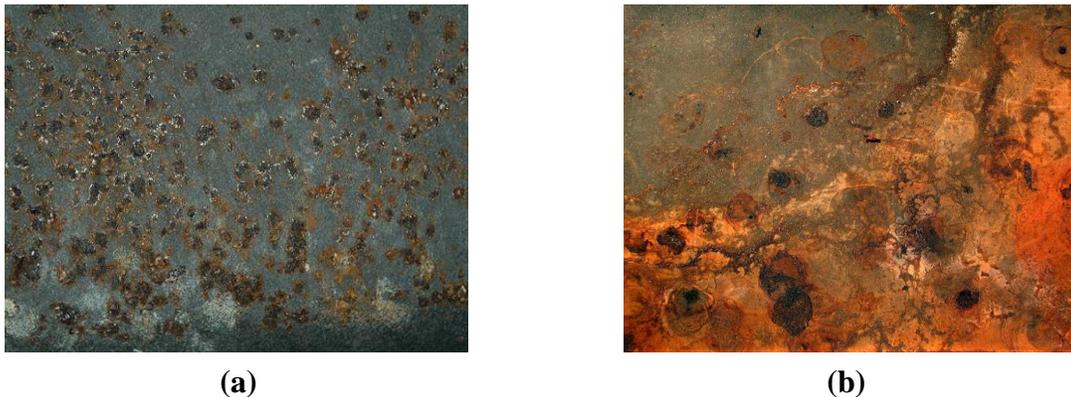
#### C. Paramètres liés au matériau

- La nature du matériau [1.8-1.9].

- La composition des alliages.
- Les impuretés du matériau.

### 1.1.3 Principales formes de corrosion

Les facteurs cités précédemment génèrent différentes formes de corrosion [1.10], nous pouvons citer deux types de corrosion : localisée et généralisée, présentées sur la Figure 1.4:



**Figure 1.4 : Corrosion localisée (a) corrosion généralisée (b).**

#### **A. La corrosion localisée :**

Il s'agit d'un phénomène qui survient lorsque le matériau est mis en présence d'un environnement présentant vis à vis de ce matériau un comportement sélectif. Cette sélectivité peut avoir des origines multiples tant au niveau du matériau (alliage ...) qu'au niveau de l'environnement. Dans certaines conditions d'environnement, les métaux et alliages protégés par un film passif peuvent subir une attaque par piqûre, lorsqu'il se produit une rupture localisée du film. Ces piqûres se localisent en certains points de la surface métallique, elles se développent de façon insidieuse et s'auto propagent.

#### **B. La corrosion généralisée ou uniforme :**

C'est le phénomène de corrosion le mieux connu et le plus simple. Il y a corrosion uniforme si toute la surface du métal est attaquée de la même façon. La corrosion uniforme ou généralisée se manifeste avec la même vitesse en tous les points du métal entraînant une diminution régulière de l'épaisseur de celui-ci ou simplement un changement de coloration.

## 1.2 Etat de l'art : Techniques de détection de la corrosion

Cette partie a pour objectif de faire un état de l'art des capteurs de corrosion disponibles sur le marché ou en cours de développement. Cette étude bibliographique fera plus particulièrement le point sur les capteurs de corrosion adaptés au suivi de la corrosion atmosphérique qui font l'objet de cette thèse. Plusieurs techniques expérimentales permettant de détecter et/ou mesurer la corrosion sont décrites dans ce paragraphe.

### 1.2.1 Mesure gravimétrique

Parmi les méthodes d'évaluation de la corrosion, la perte de masse (essai gravimétrique) est la méthode la plus ancienne de mesure de la corrosion [1.11]. Son principe est d'intégrer l'échantillon à étudier dans le milieu corrosif considéré, après l'avoir préalablement pesé, pendant une durée bien définie. Ensuite, après dissolution des produits de corrosion, l'échantillon est de nouveau pesé pour déterminer la masse métallique perdue. Cette technique consiste à suivre au cours du temps, la variation de masse d'échantillons exposés dans le milieu considéré. La courbe "variation de masse - temps" est convertie en épaisseur corrodée en fonction du temps. Cette méthode permet la mesure du taux de corrosion qui se définit comme une perte de masse, par unité de surface et de temps, exprimé en (g/cm<sup>2</sup>/an). L'Equation 1.1 exprime le taux de corrosion :

$$\tau = (365 \times \Delta m) / (S \times t) \text{ avec } \Delta m = m_1 - m_2 \quad \text{Equation 1.1}$$

Où :

- $m_1$  est la masse de l'échantillon avant essai en g,
- $m_2$  est la masse de l'échantillon après essai en g,
- $S$  est la surface totale de l'échantillon en cm<sup>2</sup>,
- $t$  est le temps de l'expérience en jours.

Cette technique présente comme principal avantage d'être simple et peu coûteuse à mettre en œuvre pour la détermination de la vitesse de corrosion d'une structure métallique. Les procédures de pesées et de détermination de la vitesse de corrosion sont standardisées (ISO 8407

ou ASTM G1) et relativement simples à appliquer. Cependant, cette méthode nécessite un temps important de main d'œuvre, ainsi que l'usage de locaux spécifiques, pour réaliser le décapage chimique des produits de corrosion. D'autre part, la vitesse de corrosion déterminée est cumulative et moyennée sur la durée totale de l'exposition. Cette technique nous renseigne sur la vitesse de corrosion *a posteriori* et non pas sur la vitesse de corrosion en temps réel. De plus, les coupons de corrosion nécessitent une exposition relativement longue avant de fournir des résultats exploitables. La durée d'exposition des coupons dépendra de la vitesse de corrosion effective et selon de la norme ASTM G4 ; pour déterminer une vitesse de corrosion de 1  $\mu\text{m}/\text{an}$ , l'exposition du coupon doit durer quasiment 6 ans. Malgré ces inconvénients, cette technique reste couramment utilisée en complément de techniques et de capteurs de corrosion plus évolués. Par exemple, les coupons de corrosion sont notamment utilisés pour contrôler l'efficacité de la protection cathodique de pipelines enterrés, par comparaison de la vitesse de corrosion de coupons protégés et de coupons non protégés [1.12].

### 1.2.2 Capteur de corrosion à fibres optiques

Une des premières applications des fibres optiques, dans le domaine des capteurs de corrosion, a consisté à surveiller la déformation de structures métalliques soumises à la corrosion. La connaissance de la déformation de structures, telles que des tubes, permet ensuite d'en déduire une perte d'épaisseur liée à la corrosion. Pour mesurer ces déformations, une fibre optique est enroulée autour de la structure monitorée et les modifications de la longueur de cette fibre sont estimées par mesure du temps de parcours de l'onde lumineuse dans cette fibre. Les fibres optiques ont été initialement développées pour des applications dans les domaines des communications mais depuis une dizaine d'années, leur utilisation comme capteurs de corrosion s'est considérablement développée [1.13]. L'intérêt porté pour les fibres optiques réside dans leur structure particulière. Comme le montre la Figure 1.5, elles sont constituées de différentes couches de matériaux : le cœur optique, la gaine optique et une ou plusieurs couches de protection. Les fibres optiques peuvent aussi être utilisées pour l'évaluation directe de la corrosion. Nous parlons alors d'Optical Fibre Corrosion Sensor (OFCS). Dans ce cas, la gaine optique est remplacée par une couche métallique comme indiqué sur la Figure 1.6 généralement déposée par Physical Vapor Deposition (PVD) [1.14-1.16]. La corrosion de cette couche va

modifier progressivement la réflexion de la lumière dans la fibre, ce qui permet d'évaluer directement la corrosion [1.16]. La lumière diffusée dans le cœur optique et réfléchi par la gaine optique est caractérisée par son intensité, sa phase, sa longueur d'onde et sa polarisation. Toute perturbation de la gaine optique entraîne la modification d'une des caractéristiques du signal lumineux. Ce type de capteur de corrosion est prometteur mais, pour obtenir une mesure fiable de corrosion, il est nécessaire de déposer une couche métallique similaire au matériau constituant la structure métallique à monitorer.

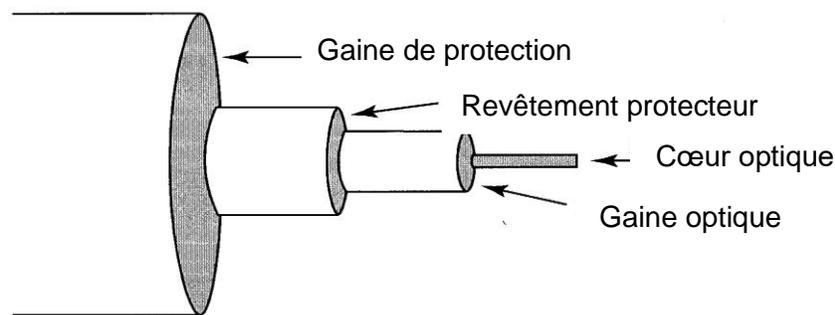


Figure 1.5 : Structure schématique d'une fibre optique [1.13].

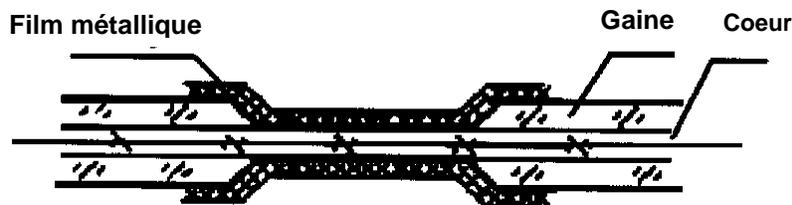


Figure 1.6 : Structure d'une fibre optique utilisée comme capteur de corrosion [1.16].

### 1.2.3 Sonde à onde acoustique

De nouvelles techniques acoustiques ont été mises au point pour évaluer des défauts induits par la corrosion. L'émission acoustique est un phénomène de libération d'énergie sous forme d'ondes élastiques transitoires, résultant des micro-déplacements locaux internes à un matériau (fissures) [1.17]. L'onde acoustique se propageant dans le matériau dans toutes les directions à

partir de son point d'émission peut être détectée, généralement des transducteurs piézoélectriques, qui permettent la conversion des mouvements de surface du matériau en signaux électriques, comme le montre la Figure 1.7. Bien que plus particulièrement adaptée à l'enregistrement de déformation du matériau, cette technique peut également être utilisée pour détecter l'apparition et la propagation de corrosion localisée [1.17]. Ces signaux sont traités par des instruments adaptés en vue d'indiquer et de localiser les sources d'émission acoustique. A partir de l'analyse des signaux recueillis, il est également possible de caractériser la nature et la gravité des endommagements [1.18-1.20].

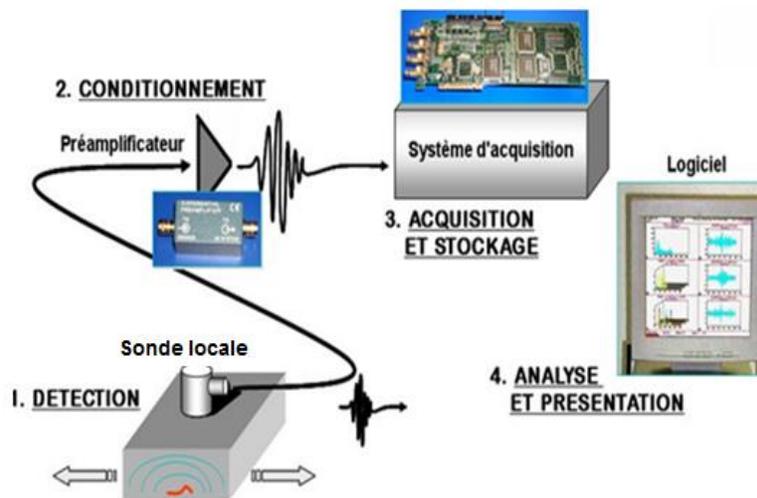


Figure 1.7 : Emission acoustique générée par la création d'une fissure.

### 1.2.4 Mesure de la résistance électrique

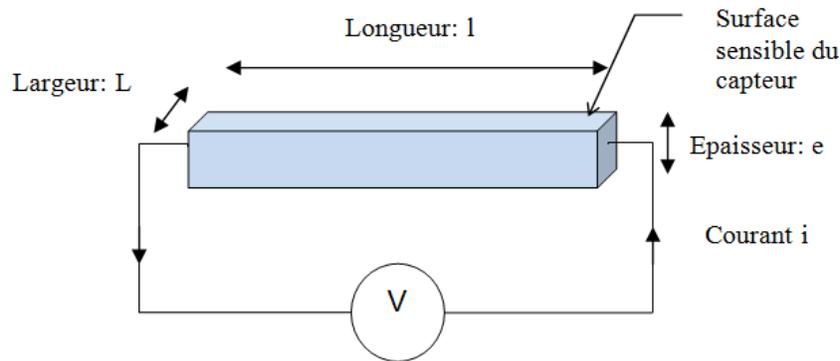
A la différence de la sonde à onde acoustique basée sur une sonde locale, cette technique permet la mesure en temps réel de l'épaisseur d'une piste métallique déployée sur la structure à contrôler. Le capteur de corrosion (résistif) atmosphérique mesure et enregistre la résistance électrique  $R$  d'une fine piste métallique appliquée sur un substrat isolant. Si le métal se corrode de manière uniforme, la réduction de la section  $t$  de la piste sera accompagnée d'une augmentation proportionnelle de la résistance électrique de l'élément [1.21-1.22]. La variation de  $R$  correspond à une profondeur de corrosion et dans le temps, une vitesse de corrosion.

La résistance électrique en  $\Omega$  d'un élément en métal est donnée par l'Equation 1.2 :

$$R = \frac{\rho \times L}{t \times W}$$

Equation 1.2

- $\rho$  est la résistivité électrique en ( $\Omega \cdot m$ ),
- $L$  est la longueur du métal en (m),
- $t$  est l'épaisseur du métal en (m),
- $W$  est la largeur du métal en (m).



**Figure 1.8 : Principe de mesure d'un capteur de corrosion à résistance électrique.**

Ce principe simple, montré sur la Figure 1.8, a été utilisé pour développer des capteurs permettant un suivi de la corrosion. Les capteurs ER sont composés d'une partie métallique exposée à l'environnement corrosif et d'une autre partie, de géométrie et nature identique, mais protégée du milieu corrosif. Ainsi, les variations de résistance liées aux changements de température peuvent être compensées et la vitesse de corrosion calculée aisément. Cette technique est utilisée par de nombreux capteurs disponibles sur le marché (tel que les capteurs AirCorr I et Aircorr O (nke instrumentation), Microcor (Rohrback Cosasco), Metricorr ICL (Metricorr)). De très nombreuses géométries, matériaux et configurations de capteurs sont disponibles [1.17-1.22]. Parmi les capteurs basés sur ce principe : le capteur AirCorr I présenté sur la Figure 1.9, a été développé par l'Institut de la Corrosion, en partenariat avec d'autres entreprises et laboratoires, dans le cadre du projet européen Musecorr [1.23]. La partie sensible du capteur AirCorr I (Indoor), présenté sur la Figure 1.9, peut être composée d'un matériau mimétique de la structure à surveiller. Il est conçu pour être autonome pendant trois ans. En raison de la grande précision du dispositif électronique et de la géométrie de la piste métallique,

son temps de réponse est rapide et la mesure très sensible. C'est un capteur sans contact, et les données sont récupérées grâce à un stylet de communication inductif, qui permet au détecteur de rester en place tout en surveillant le milieu souhaité. Les applications de ce capteur d'intérieur concernent principalement la surveillance des objets présentés dans les musées, les expositions et les archives [1.24-1.25], ainsi que la surveillance de la qualité de l'air dans les salles blanches. Une version extérieure de ce capteur existe également, avec une partie sensible plus épaisse, pouvant être utilisée dans des milieux agressifs, par exemple industriels.



**Figure 1.9 : AirCorr I, version d'intérieur, avec capteur de corrosion échangeable.**

Les capteurs Aircorr O (Outdoor) ont été développés lors d'un programme Européen 'Corrlog' dont les travaux ont été publiés par Prosek *et al.* [1.26]. Des prototypes de capteurs Aircorr O ont été testés dans des environnements agressifs sur navires et sur sites terrestres marins. Dans un premier temps, des prototypes en acier et en zinc d'épaisseur 25  $\mu\text{m}$  ont été utilisés puis, pour l'acier, une épaisseur plus adaptée à la corrosivité très importante mesurée sur les navires a été adoptée (250  $\mu\text{m}$ ). Afin de protéger de façon efficace, la partie sensible non exposée, en milieu agressif, un surmoulage en polyuréthane a été appliqué. Ces capteurs de corrosion, présentés sur la Figure 1.10, ont permis de suivre avec succès la corrosivité des atmosphères sur navires en service et sur sites marins, avec une bonne corrélation avec les valeurs mesurées par gravimétrie selon la norme ISO 9223 [1.27].

Par rapport aux autres capteurs de corrosion présentés précédemment, ces capteurs ER présentent de nombreux avantages :

- la corrosion peut être estimée sans intervention sur le capteur.
- la corrosion peut être suivie en continue.
- la sensibilité du capteur permet une intervention rapide, en cas par exemple, d'une hausse soudaine de la vitesse de corrosion [1.17].

Cependant, les capteurs possèdent quelques limitations :

- La formation de produits de corrosion sur le capteur peut modifier sa résistance électrique [1.28].
- En cas de corrosion localisée, une modification très localisée de l'épaisseur du capteur induit une résistance très importante dans le circuit de mesure et entraîne une surestimation de la vitesse de corrosion [1.17].
- Une corrosion localisée importante peut conduire à une rupture du circuit de mesure et par conséquent limiter la durée de vie du capteur.



**Figure 1.10 : Photographie des capteurs Aircorr O (ECAT) en acier 250 µm (gauche) et zinc 25 µm (droite) de dernière génération.**

### 1.3 Synthèse des différentes techniques

Le Tableau 1.1 présente un récapitulatif des différents capteurs de corrosion présentés, avec leurs différents paramètres. Chaque capteur présente des avantages ainsi que des inconvénients.

**Tableau 1.1 : Récapitulatif de différentes techniques de suivi de la corrosion.**

Méthode	Type de corrosion	Avantages	Inconvénients
<b>Mesure gravimétrique</b>	Uniforme	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Simple, robuste</li> <li>• Faible coût initial</li> <li>• Applicable dans tous milieux</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Faible sensibilité</li> <li>• Main d'œuvre importante</li> <li>• Information cumulative</li> </ul>
<b>Fibre optique</b>	Uniforme Localisée	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Taille (diamètre &lt; 0.2mm)</li> <li>• Flexibilité</li> <li>• Légèreté</li> <li>• robustesse</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Technologie non mature pour les mesures directes de la corrosion</li> </ul>
<b>Sonde à onde acoustique</b>	Uniforme Localisée	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Applicables à de nombreux types de matériaux</li> <li>• Permet le suivi de surfaces de grandes dimensions</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Enregistre uniquement la corrosion active (pas la corrosion existante)</li> <li>• Interprétation complexe</li> </ul>
<b>Résistance électrique</b>	Uniforme	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Suivi en continu</li> <li>• Grande variété de capteurs disponibles commercialement</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Adaptée uniquement à la corrosion uniforme</li> <li>• Perturbation possible de la mesure par les produits de corrosion</li> </ul>

## 1.4 Application : Réseau de capteur

Après avoir étudié les avantages et les inconvénients des différentes techniques citées dans le Tableau 1.1, nous pouvons souligner que celles-ci nécessitent un appareillage, parfois important pour la mesure, ainsi qu'une source d'alimentation. Ces deux facteurs limitent leur champ d'application, notamment en termes de manutention, autonomie énergétique et récupération de l'information. Ce dernier point est particulièrement important, puisque la récupération des données nécessite la présence de câbles dans la structure sous surveillance. Cette dernière peut se trouver parfois dans des endroits difficiles d'accès, à titre d'exemple une éolienne marine (monopile) comme illustré sur la Figure 1.11 (a) ou sur un pont comme présenté sur la Figure 1.11 (b).

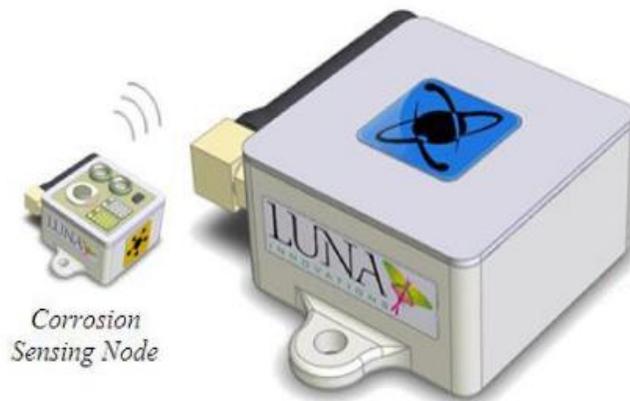


**Figure 1.11 : Insertion d'un réseau de capteur de corrosion au sein d'une éolienne marine (monopile) (a) et au sein d'un pont (b).**

Afin de résoudre le problème décrit ci-dessus, le développement de corrosion sans contact est essentiel. Plusieurs capteurs de ce type existent. Nous les décrivons ici brièvement.

#### **1.4.1 Capteur de corrosion actif : LUNA**

LUNA Innovation propose un capteur de corrosion **actif sans contact** pour la surveillance de la corrosion des avions. Il est présenté sur la Figure 1.12.



**Figure 1.12 : Capteur de corrosion LUNA.**

Le capteur LUNA est basé sur une architecture radiofréquence standard IEEE. Le système se compose d'un ensemble d'interfaces de capteurs intelligents qui contient des éléments sensibles à la corrosion (électrodes interdigitées), et au moins un processeur de réseaux [1.29]. L'interrogation de ce capteur à longue portée et la surveillance de l'état de la corrosion en temps réel sont les principaux avantages de ce capteur. L'inconvénient de ce capteur est qu'il utilise des composants actifs, ainsi, une batterie d'alimentation doit être intégrée dans le capteur. La corrosion étant un processus très long (plusieurs années), le capteur doit avoir une longue durée de vie. Ceci est restrictif pour ce type de capteurs quand ils sont intégrés dans la structure et potentiellement inaccessibles. Dans ce contexte, la possibilité de suivre la corrosion via une méthode passive est intéressante.

### 1.4.2 Capteur de corrosion passif

Dans la littérature, relativement peu d'études se sont intéressées aux capteurs de corrosion passifs.

➤ En 2011, P. Pasupathy et al [1.30]. De l'université de Texas ont proposé un capteur de corrosion totalement passif comme le présente la Figure 1.13.

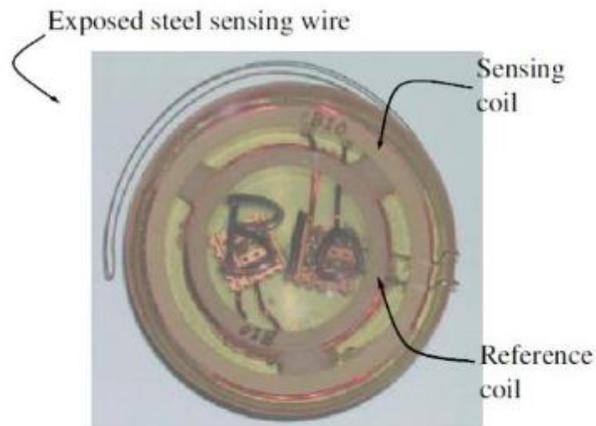
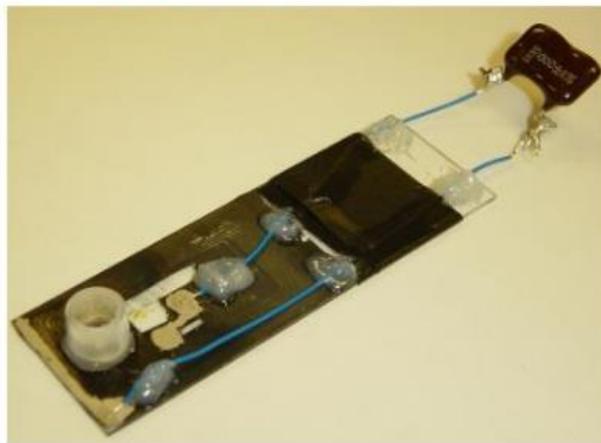


Figure 1.13 : Capteur de corrosion passif.

Ce capteur, destiné à la surveillance de la corrosion de l'acier dans le béton armé, est basé sur un transducteur à couplage inductif. Le transducteur est exposé à l'environnement et couplé inductivement au résonateur. L'environnement affecte les propriétés du matériau du transducteur et entraîne un décalage fréquentiel de résonance du résonateur. Ce capteur fonctionne à 2,5 MHz. D'un point de vue économique, le coût de fabrication de ce capteur est faible. Néanmoins, l'interrogation de ce capteur n'est possible qu'à quelques centimètres. De même, ce capteur ne donne pas d'informations sur le niveau de la corrosion, et il existe une transition entre les deux modes (non corrodé, corrodé), l'utilisateur ne connaissant donc pas le début d'apparition d'une éventuelle corrosion.

➤ Kenneth Loh *et al.* de l'université de Michigan [1.31] ont développé un capteur de corrosion à base d'un film mince de nano tube de carbone. Le film est fabriqué par une technique d'auto-assemblage polyvalent, couche par couche. Le film mince est déposé sur une antenne miniature plane pour obtenir un circuit résonant comme le montre la Figure 1.14. La présence de la corrosion induit un changement de propriété du film mince de nano tube de carbone, et ceci entraîne un changement fréquentiel du circuit résonant. Ce capteur fonctionne à 2 MHz et l'interrogation se fait à quelques centimètres.



**Figure 1.14 : Capteur de corrosion passif à base de nano tube de carbone.**

### 1.4.3 Conclusion

La plateforme multi-capteurs de LUNA innovation permet de répondre à de nombreux besoins. Elle est basée sur une architecture classique de capteur sans contact radiofréquence. Dans ce cas, le capteur est actif et donc à longue portée. Des solutions alternatives permettant le développement de capteurs passifs existent. Cependant, dans ce cas, la distance de lecture est très faible, de l'ordre du centimètre. Le Tableau 1.2 montre les différents avantages et inconvénients des capteurs de corrosion sans contact.

**Tableau 1.2 : Synthèse des caractéristiques du capteur LUNA et les capteurs passifs.**

	<b>Energie</b>	<b>Portée</b>	<b>Autonomie</b>
<b>Capteur de corrosion LUNA</b>	Actif	+++	-
<b>Capteur de corrosion de l'acier dans le béton armé</b>	Passif	+	+++
<b>Capteur de corrosion à base de nano tube de carbone</b>	Passif	+	+++

A partir de ces données, il est clair que le développement d'un capteur totalement passif et à distance de lecture moyenne (quelques mètres) permettrait de couvrir l'ensemble des besoins. Ceci constitue l'objectif de cette thèse. Pour cela nous allons développer un capteur de corrosion inspiré de la technologie RFID.

## 1.5 Développement d'un capteur de corrosion totalement passif et sans contact inspiré de la technologie RFID

### 1.5.1 Technologie RFID

#### 1.5.1.1 Définition

RFID est l'acronyme de Radio Fréquence IDentification et désigne le principe de reconnaissance d'objets par transmission radiofréquence. Il s'agit d'une méthode d'identification basée sur l'extraction sans fil des données contenues dans des dispositifs appelés Tags RFID ou transpondeurs [1.32]. Un tag RFID est un petit objet qui peut être attaché ou incorporé à un produit, un animal, ou une personne. Ces dispositifs électroniques sont principalement utilisés pour des applications d'identification, d'antivol, et de suivi de production, d'individus, d'animaux, et de chemins.

#### 1.5.1.2 Exemple de domaine d'application

Les systèmes RFID sont utilisés, depuis plusieurs années, dans des applications relativement classiques comme les systèmes d'antivol dans les magasins. Récemment, les évolutions technologiques ont favorisé leur apparition dans des domaines moins classiques ; ce qui soulève d'importantes questions relatives au respect de la vie privée, de la protection des données ... [1.40]. La Figure 1.15 montre des exemples d'utilisation de la technologie RFID pour le contrôle d'accès au métro (a), l'identification des personnes (b), des matériels et des cartes magnétiques (c) et (d).



Figure 1.15 : Exemples d'utilisation de la RFID.

### 1.5.1.3 Composition d'un système RFID

La technologie RFID est basée sur le principe d'émission de champs électromagnétiques par une antenne couplée à une puce électronique (transpondeur ou Tag). Ces ondes ont pour rôle de véhiculer l'information (entre la puce et son lecteur) et l'énergie nécessaire à l'activation de la puce. L'étiquette RFID ou tag est activée par les ondes à fréquences variables émises par un lecteur composé lui-même d'une antenne. Comme le montre la Figure 1.16, le système RFID est composé principalement des éléments ci-après :

- Les lecteurs RFID
- Unité de collection et de gestion d'information
- Les étiquettes RFID (Tag)

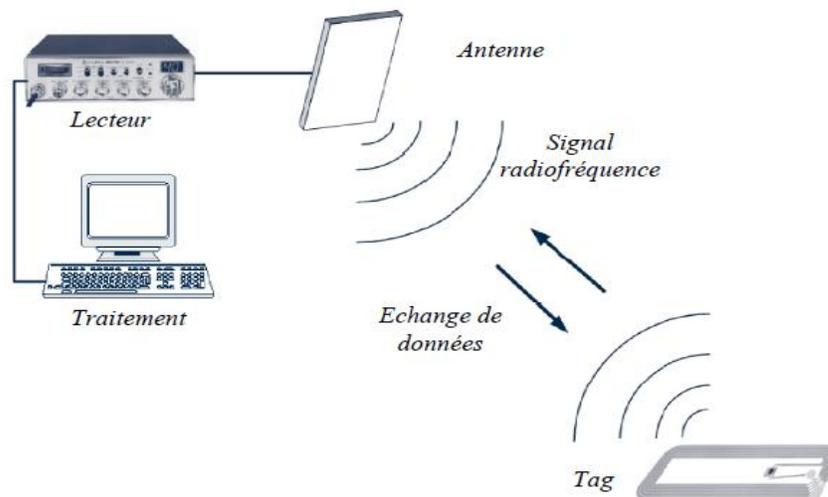


Figure 1.16 : Principe de fonctionnement de la RFID.

#### ▪ Les lecteurs RFID

Un lecteur avec une antenne communique avec l'étiquette pour envoyer et recevoir de l'information. Le lecteur est généralement constitué par une partie analogique regroupant :

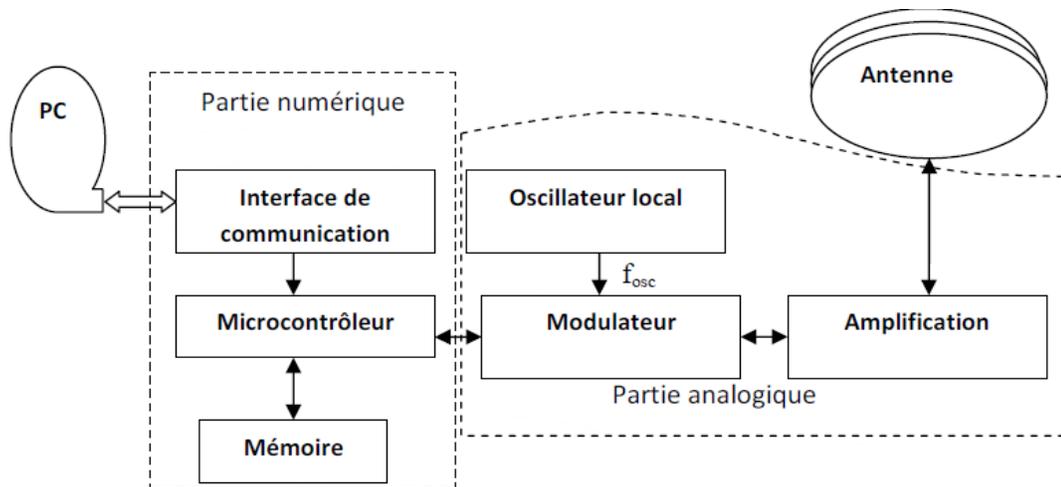
- Un oscillateur local accordé sur la fréquence du signal.
- Un modulateur démodulateur pour transmettre ou recevoir les messages numériques.

- Un amplificateur de puissance adapté à l'antenne d'émission/réception.

Aussi le lecteur RFID est formé d'une partie numérique composée :

- D'un microcontrôleur pour la gestion des protocoles de communication, des collisions, du cryptage, du décryptage des informations.
- Des interfaces de communication, et une mémoire locale.

Le schéma général d'une chaîne de réception dans le cas d'un système de réception RFID est représenté à la Figure 1.17 [1.33].



**Figure 1.17 : Architecture de base d'un lecteur RFID.**

Un lecteur RFID exécute une variété de fonctions ; il permet :

- D'activer les puces passives en envoyant les signaux nécessaires.
- Le codage et le décodage de l'information nécessaire.

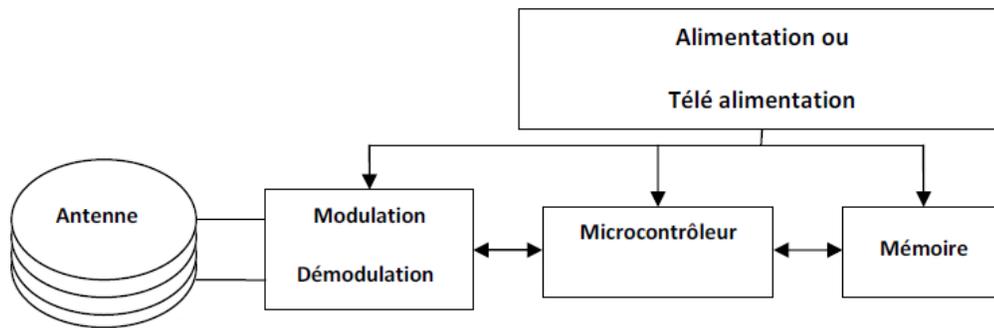
#### ▪ **Unité de collection et de gestion d'information**

Cette unité représente le troisième composant d'un système RFID, elle est formée par des équipements informatiques et des logiciels de gestion qui convertissent multiples entrées en données d'identification. Cette unité enregistre et traite les renseignements de l'étiquette avec des logiciels spécifiques. La technologie RFID a la particularité de fonctionner à distance sur le

principe suivant : un lecteur émet un signal radio et reçoit en retour les réponses des étiquettes qui se trouvent dans son champ d'action.

▪ **Les étiquettes RFID**

Les étiquettes RFID comprenant les informations relatives à un produit, qui sont entreposées dans une base de données. L'architecture de ces dispositifs RFID est constituée d'un étage de modulation / démodulation du signal support de la communication, d'un étage de mémorisation des informations transmises par le signal modulant ou des informations stockées localement, et d'une intelligence locale dévolue à un microcontrôleur [1.33]. La Figure 1.18 montre l'architecture de base d'une étiquette RFID.



**Figure 1.18 : Architecture de base d'une Etiquette RFID.**

Un système RFID est formé de trois types d'étiquettes :

- **Les étiquettes actives** sont alimentées par une pile interne, et transmettent les données aux lecteurs localisés. Elles ont une durée de vie limitée par la durée de vie des batteries. Ce type d'étiquette est basé sur un système à couplage électromagnétique qui comprend la bande micro-onde (2.45 GHz) et la bande UHF (860 MHz) pour une distance de lecture de plusieurs mètres (8 m).
- **Les étiquettes passives** sont autoalimentées, elles ne possèdent ni batterie ni transmetteur radiofréquence. Elles sont activées par l'énergie électromagnétique rayonnée par le lecteur RFID et collectée par leurs antennes. L'étiquette passive peut avoir une durée de

vie illimitée [1.34]. Ce type d'étiquette est basé sur un système RFID à couplage magnétique. L'élément qui assure la communication de l'étiquette avec le lecteur est une bobine constituée de plusieurs spires métalliques, permettant de produire l'énergie nécessaire à l'alimentation de l'électronique embarquée de la puce en exploitant les phénomènes d'induction créés par le champ magnétique émis par le lecteur. La Figure 1.19 présente le principe du couplage magnétique. Ce système comprend une bande BF (125 KHz) avec une distance de lecture de quelques centimètres. La Figure 1.20 (a) présente 2 exemples d'étiquettes (Tag) BF. L'étiquette passive concerne aussi les systèmes fonctionnant en HF (13.56 MHz) qui restent à présent les plus répandus. Il y a aussi l'UHF à 900 MHz, 2.45 GHz et 5.8 GHz. La Figure 1.20 (b) présente un Tag HF.

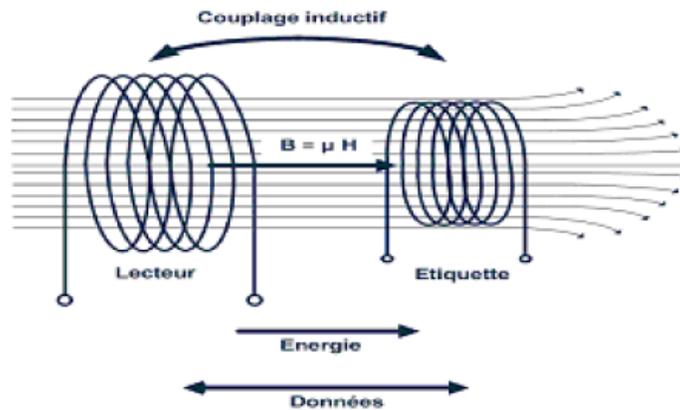


Figure 1.19 : Schéma du principe de couplage magnétique en champ proche [1.34].



Figure 1.20 : Exemple de tags RFID à BF (a) et en bande HF (b).

- **Le système sans puce *chipless*** est une technologie relativement récente qui permet de remplacer un circuit électronique du Tag par des principes physiques ou chimiques pour générer un code d'identification on/off dans le domaine temporel et fréquentiel [1.37]. A titre d'exemple, dans le domaine temporel, il existe le Tag SAW (*Surface Acoustic Wave* = Onde acoustique sur surface) [1.38]. Dans le domaine fréquentiel, nous proposons l'architecture RFID *chipless* proposée par Preradovic et Karmakar [1.39] qui est présentée sur la Figure 1.21. Ce système fonctionne sur la rétrodiffusion du signal d'interrogation. En effet, un signal radiofréquence est envoyé du lecteur vers un multirésonateur via les antennes Tx/Rx présentées en jaune. Le dispositif multirésonateur reçoit le signal pour répondre en fournissant un numéro d'identification en utilisant un codage binaire. Le code d'identification est obtenu en considérant un circuit multirésonateur. Ce dernier est constitué de plusieurs résonateurs sous forme de lignes microruban à stub, de différentes longueurs, dont chacun est soit actif (circuit ouvert = code 1) ou inactif (court-circuit = code 0). Enfin, le signal est renvoyé vers le lecteur par le second chemin en rouge.

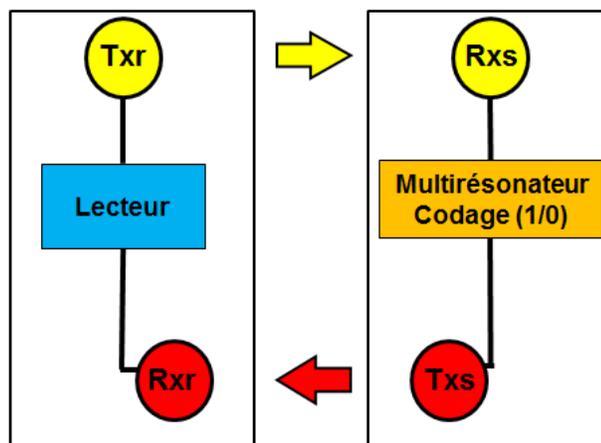


Figure 1.21 : Schéma du système RFID *chipless*.

Le Tableau 1.3 regroupe les différents systèmes RFID à bande étroite selon les fréquences utilisées, en fonction de leurs portées et type d'étiquette. Nous constatons que la technologie UF présente un handicap au terme de la distance de lecture. La bande UHF présente plus d'intérêt au niveau de la distance de lecture.

**Tableau 1.3 : Comparaison des différents systèmes RFID à bande étroite.**

Type	Fréquence	Type d'étiquette	Distance
<b>BF</b>	125 KHz	Passive	+
<b>HF</b>	13.56 MHz	Passive	++
<b>UHF</b>	860 MHz	Active/Passif	+++
<b>Micro-ondes</b>	2.45	Active/Passif	++

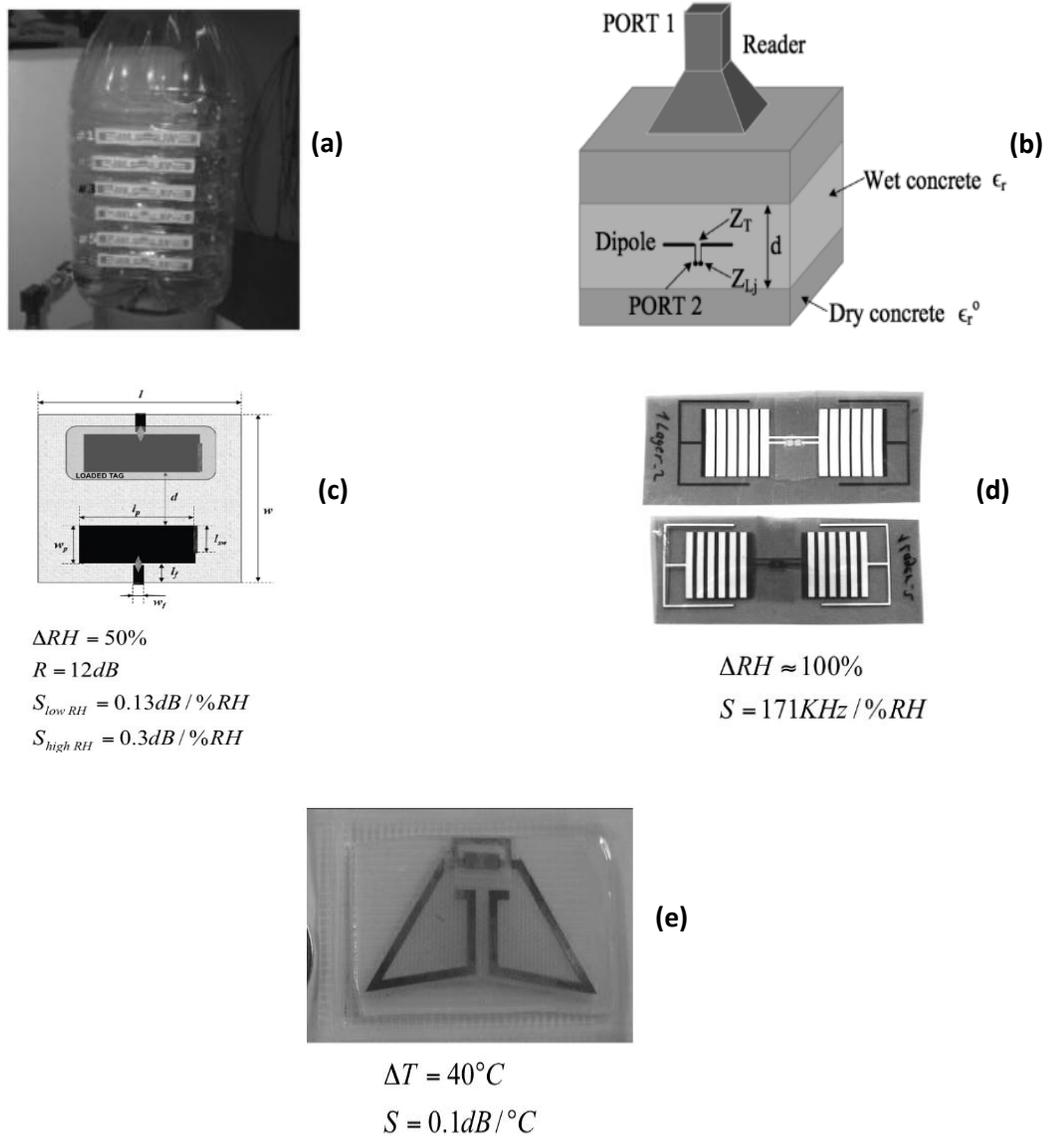
### 1.5.2 Capteur inspiré de la technologie RFID

Basés sur l'utilisation d'une puce électronique, les tags RFID, sont à l'origine, utilisés pour des applications d'identification. Partant d'un simple circuit électronique, il n'est pas très compliqué d'imaginer de lui ajouter des fonctionnalités. Parmi ces fonctionnalités, les plus répandues sont les capteurs. On trouve aujourd'hui des applications permettant le suivi de la température, de l'humidité [1.41] ou encore des capteurs de qualité de la nourriture [1.42].

La Figure 1.22 montre quelques exemples de tags récemment proposés pour une application dans le domaine des capteurs [1.41].

a) Un ensemble de six étiquettes RFID disponibles dans le commerce sont utilisées comme détecteurs discrets de niveau de l'eau dans une bouteille [1.43]. Puisque les tags ont été accordés pour le fonctionnement dans l'air, l'état ON, par exemple, se produit lorsqu'il n'y a pas de liquide autour du tag. Ce dernier passe à l'état OFF lorsque la bouteille est remplie d'eau. En analysant l'ensemble spécifique reçu par le lecteur, il est possible de récupérer le niveau de remplissage du réservoir.

b) Un capteur passif RFID est utilisé pour la détection des infiltrations d'eau dans le béton [1.44]. La présence de l'eau change sensiblement le rayonnement du tag noyé dans le béton, jusqu'à dysfonctionnement complet. Une détection binaire de l'eau est donc proposée en rapportant l'activation du tag à l'absence d'eau dans cet environnement.



**Figure 1.22 : Capteur de niveau de remplissage [1.43] (a) ; capteur de l'infiltration d'eau dans le béton [1.44] (b) ; capteur d'humidité intégrant un papier buvard [1.45] (c) ; capteur d'humidité avec des diélectriques sensibles [1.46] (d) ; capteur de température [1.47] (e).**

c) Un capteur d'humidité chargé par des espèces chimiques [1.45]. Dans ce cas, le matériau sensible est tout simplement un papier buvard, éventuellement dopé avec du NaCl (sel), couvrant un patch du tag RFID. Lorsque le papier absorbe l'eau les performances de rayonnement du tag se dégradent, produisant ainsi des variations sensibles de la liaison entre le tag et le lecteur.

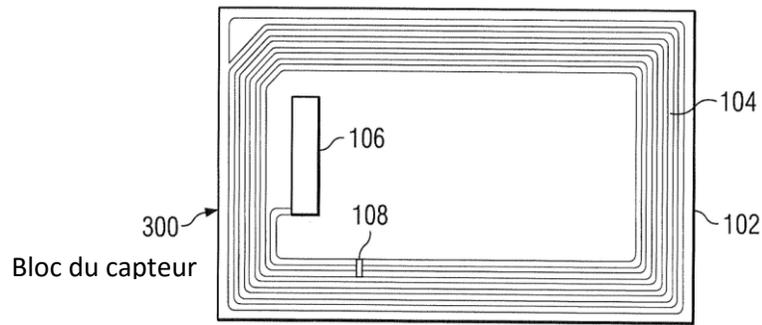
d) Dipôle imprimé chargé par des condensateurs distribués [1.46] pour la détection d'humidité. Les condensateurs convertissent la variation de la permittivité du substrat en un changement de l'impédance de l'antenne, détectable à distance par l'intermédiaire du décalage de fréquence des mesures.

e) Tag imprimée sur le dessus d'un substrat multicouche incluant la cire de paraffine pour la surveillance de la température. Lorsque la température augmente, les propriétés électriques de la cire de paraffine changent, conduisant à un fonctionnement incompatible pour le tag [1.47].

### 1.5.3 Capteurs de corrosion basés sur la technologie RFID

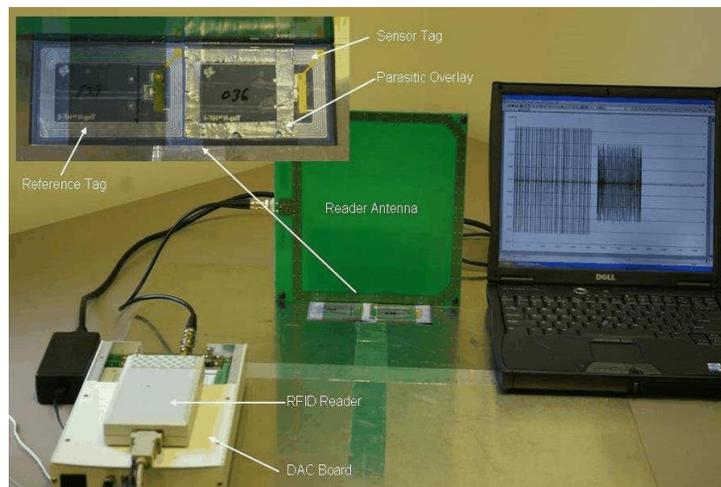
Récemment, quelques auteurs ont proposé de nouveaux procédés de détection de la corrosion basés sur l'identification en radiofréquence (RFID).

Dans une première étude, Materer *et al.* [1.48] ont proposé un capteur de corrosion basé sur un Tag RFID, illustré sur la Figure 1.23. Le capteur (300) est passif puisqu'il ne contient pas de source d'alimentation et reste inactif tant qu'il n'est pas excité par une énergie micro-onde. Le substrat (102) peut être en plastique ou en caoutchouc sur lequel est gravée l'antenne (104). Cette dernière est connectée au microcontrôleur (106) par l'intermédiaire d'un conducteur (108) sensible à la corrosion. L'antenne est utilisée pour recevoir l'énergie radiofréquence sans contact et donc pour alimenter la puce (106). Lorsque cette dernière est excitée, elle est capable de retourner un signal RF contenant un numéro d'identification qui peut être unique au capteur. Le principe de ce capteur est le suivant : lorsque l'élément sensible (108) est exposé à la corrosion, il passe électriquement de conducteur à isolant. L'antenne devient complètement isolée du circuit et donc la puce n'est plus alimentée. Le capteur ne parvient donc plus à répondre au lecteur RFID.



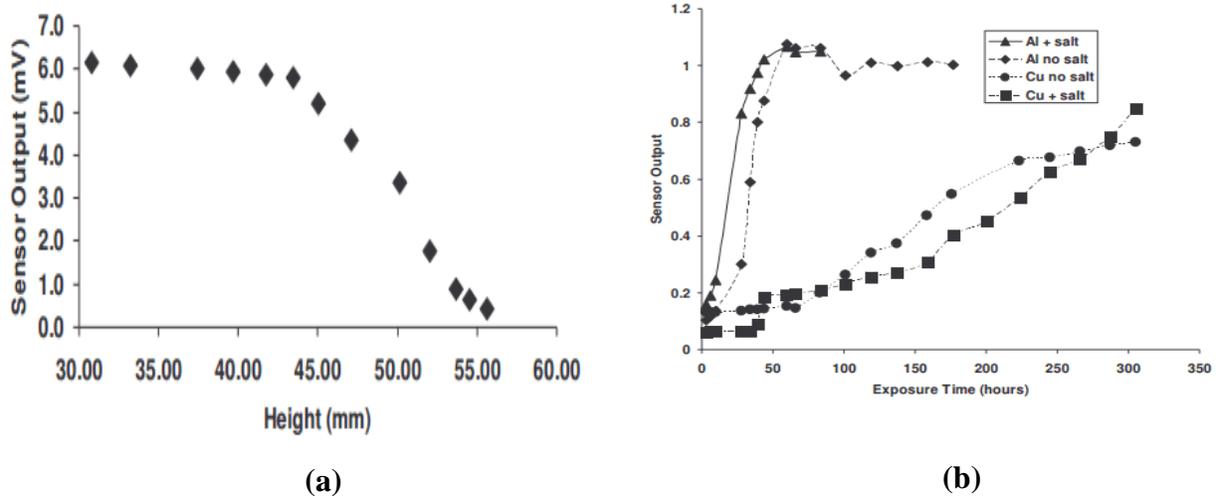
**Figure 1.23 : Diagramme schématique d'un capteur de corrosion passif sans contact [1.48].**

➤ Dans une seconde étude, Dante *et al.* [1.49] ont recouvert l'antenne avec un élément métallique parasite, tel que reporté sur la Figure 1.24. L'élément parasite d'une épaisseur de l'ordre du micromètre consiste en un film métallique de cuivre ou d'aluminium. Avant corrosion du film, les ondes RF sont absorbées par cet élément métallique en raison de la formation de courants de Foucault dans le revêtement. Les signaux entrants et sortants sont donc faibles puisque l'étiquette RFID ne reçoit pas assez d'énergie pour répondre correctement. Du fait de la transformation du conducteur métallique en un isolant lors de la corrosion, une augmentation du signal associé à la corrosion du métal est attendue.



**Figure 1.24 : Configuration de mesure d'un capteur de corrosion RFID [1.49].**

La Figure 1.25 (a) montre l'amplitude du signal retournée au lecteur pour différentes épaisseurs de métal. Une augmentation de l'épaisseur entraîne la disparition du signal. Pour valider le concept, les capteurs ont été immergés dans une solution à 0.6 M de NaCl puis exposés en atmosphère humide à 50°C. Ceci a conduit à la dégradation du caractère métallique du film. Ce changement est accompagné par une augmentation de l'amplitude du signal émis par le capteur comme le montre la Figure 1.25(b). Ce type de capteur apparaît donc adapté pour le suivi de corrosion. Ces travaux ont été suivis en 2012 par ceux d'Alamin *et al.* [1.50] qui, après exposition en milieu naturel, confirment une réponse du capteur en accord avec l'état de corrosion du matériau étudié.



**Figure 1.25 : Réponse du capteur en fonction de l'épaisseur de l'élément parasite (a), réponse du capteur en fonction du temps pour différentes conditions d'exposition et différents éléments sensibles (b) [1.49].**

Les dépôts de brevets sur ce type de capteurs RFID marquent l'intérêt des industriels pour cette technologie émergente [1.51-1.53]. En l'état actuel de leur développement, les capteurs de corrosion RFID s'apparentent à des coupons de corrosion (élément parasite) interrogeables à distance (puce RFID) et sans destruction de l'échantillon. Cette technique apparaît donc comme très prometteuse et peu coûteuse à l'emploi, mais elle n'est encore qu'aux premiers stades de développement.

Les principaux défauts de ces capteurs de corrosion basés sur la technologie RFID sont :

- Le fonctionnement limité à quelque MHz et la nature des antennes (induction magnétique) limite la portée à quelques cm.
- L'étude en variation d'amplitude reste sensible par rapport à la position du lecteur vis-à-vis du Tag.
- L'information reçue dépend de l'état de fonctionnement du microcontrôleur (puce). Ils sont donc incapables de donner directement des informations sur l'état de la corrosion du matériau considéré.

Pour pallier à cet handicap, nous nous proposons dans la suite de considérer une technologie RFID sans microcontrôleur, dite *chipless*, afin de s'affranchir d'une défaillance du transpondeur et donc d'une interprétation erronée de l'état de la corrosion. Dans ce cas nous nous inspirons de l'architecture RFID *chipless* proposée par Preradovic et Karmakar [1.39].

## 1.6 Synthèse et objectif

Après avoir étudié les différentes techniques de capteurs de corrosion classiques, nous pouvons constater que leur champ d'application est limité par deux facteurs, autonomie énergétique et portée. Un des objectifs de cette thèse est donc d'élaborer un capteur de corrosion en s'inspirant de la technologie RFID *chipless*. Les caractéristiques du capteur de corrosion souhaitées:

- Passif (autonome énergiquement)
- Sans contact
- Fonctionne dans la bande UHF (860 MHz)
- Moyenne portée (quelques mètres)

# Bibliographie du chapitre 1

- [1.1] H. Uhlig, "Corrosion et protection", DUNOD, Paris, 1970.
- [1.2] T.E. Graedel, R.P et Frankenthal, "Corrosion Mechanism for Iron and Low Alloy Steels Exposed to the Atmosphere", Journal of the Electrochemical Society, 1990. 137: p. 2385-2394.
- [1.3] J. Philibert, A. Vignes, Y. Bréchet, P. Combrade, "Métallurgie : du minerai au matériau", 1998, Paris: Masson. 1107 pages.
- [1.4] P.W. Brown, L.W. Masters, "Factors affecting the corrosion of metals in the atmosphere", Atmospheric Corrosion, pages 3149, 1980.
- [1.5] T. Liu, R.W. Weyers, "Modeling the Dynamic Corrosion Process in Chloride Contaminated Concrete Structures", Cement and Concrete research; Vol.28; Issue 3; Mars 1998; pp.365-379.
- [1.6] T.E. Graedel, R.P. Frankenthal, "Corrosion Mechanism for Iron and Low Alloy Steels Exposed to the Atmosphere", Journal of the Electrochemical Society, 1990. 137: p. 2385-2394.
- [1.7] C. Leygraf, "Atmospheric corrosion", Encyclopedia of Electrochemistry, 2000.
- [1.8] P. Lacombe, B. Baroux, G. Beranger, "Les aciers inoxydables", 2ème édition ; Les Ulis : Les éditions de physique ; 1990.
- [1.9] G. Beranger, F. Dabose, B. Barouxx, "Corrosion localisée", Ecole d'automne Banyuls, 1992; Les Editions de Physique; 1994.
- [1.10] M.G. Fontana, "Corrosion engineering" 1987. McGraw-Hill, 3 :454457.

- [1.11] C.A. Apostolopoulos, D. Michalopoulos, "Effect of corrosion on mass loss and high and lowcycle fatigue of reinforcing steel", *Journal of materials engineering and performance*, vol. 15, N°6, 2006, pp. 742-748.
- [1.12] J. Jankowski, "Monitoring methods of cathodic protection of pipelines, *J. of Corrosion Measurements*", 2(2), 2002, pp. 12.
- [1.13] P.R. Roberge, "Handbook of corrosion engineering", 2000: Mc Graw-Hill. 1140 pages.
- [1.14] S. Dong, Y. Liao, Q. Tian, Z. Qiu, Y. Luo, S. Song, "Study on different preparing methods of the metallized fiber core for optical fiber corrosion sensor", *Proceedings of SPIE*. 5634 (2005) 627-633.
- [1.15] M. Benounis, N. Jaffrezic-Renault, G. Stremsoerfer, R. Kherrat, "Elaboration and standardization of an optical fibre corrosion sensor based on an electroless deposit of copper", *Sensors and Actuators B: Chemical*. 90 (2003) 90-97.
- [1.16] S. Dong, Y. Liao, Q. Tian, Y. Luo, Z. Qiu, S. Song, "Optical and electrochemical measurements for optical fibre corrosion sensing techniques", *Corrosion Science*. 48 (2006) 1746-1756.
- [1.17] V.S. Agarwala, S. Ahmad, "Corrosion detection and monitoring", A review in *Proc. of Corrosion/2000*, Orlando, NACE International, 2000.
- [1.18] J.R. Cahoon, M.N. Bassim, E. Genelle Oman, "Acoustic emission during corrosion", *Canadian metallurgical quarterly*, 1986, vol. 25, n°1, pp. 73-77.
- [1.19] R. Fenn, C. Condello, "Monitoring corrosion by acoustic emission", *Non destructive testing communications*, 1986, vol. 2, n°5-6, pp. 169-176.
- [1.20] P. Fleischmann, "Emission acoustique et endommagement des matériaux métalliques", *INSA de Lyon, CAST*, chapitre IV. 1992, p. 33.

- [1.21] M. Kouril, T. Prosek, B. Scheffel, F. Dubois, “High-sensitivity electrical resistance sensors for indoor corrosion monitoring”, *Corros. Eng. Sci. Technol*, 48 (4) (2013), pp. 282–287 p. 48.
- [1.22] S. Li, Y.G. Kim, S. Jung, H.S. Song, S.M. Lee, “Application of steel thin film electrical resistance sensor for in situ corrosion monitoring”, *Sensors and Actuators B: Chemical*. 120 (2007) 368-377.
- [1.23] <http://www.musecorr.eu/>.
- [1.24] “Protection of cultural heritage by real-time corrosion monitoring (MUSECORR)”, Collaborative Project, 7th Framework Programme, Contract No. 226539, 06/2009–07/2012.
- [1.25] T. Prosek, M. Kouril, M. Dubus, M. Taube, V. Hubert, B. Scheffel, Y. Degres, M. Jouannic, D. Thierry, “Real-time monitoring of indoor air corrosivity in cultural heritage institutions with metallic electrical resistance sensors Stud”, *Conserv.*, 58 (2013), pp. 117–128.
- [1.26] T. Prosek, D. Thierry, M. Kouril, Y. Degres, “Automated corrosion loggers for corrosion monitoring in the atmosphere”, in: *Corrosion 2008*, NACE International, 2008: pp. 1-6.
- [1.27] N. Le Bozec, D. Thierry, “Connaissance de l’agressivité des conditions environnementales d’exploitation des anvires” recueil des données, 2009.
- [1.28] C. Brossia, “Electrical resistance techniques, in: *Techniques for Corrosion Monitoring*”, Cambridge, England, 2008.
- [1.29] J. Demo, et al., “Wireless corrosion monitoring for evaluation of aircraft structural health”, *Aerospace Conference*, 3-10 March 2012.
- [1.30] E. Yosef Ali, P. Pasupathy, L.S. Wood, P.D. Neikirk, “Low-cost passive sensors for monitoring corrosion in concrete structures”, *Proceedings of the SPIE*, Volume 7983, id. 79831Q (2011).

- [1.31] J. Kenneth Loh et al, “Passive Wireless Sensing Using SWNT based Multifunctional Thin Film Patches”, International journal of Applied Electromagnetics and Mechanics 28, 2008, 87-94.
- [1.32] C.Englund and H.Wallin, “RFID in Wireless Sensor Network ”, Communication Systems Group Department of Signals and Systems, CHALMERS UNIVERSITY OF TECHNOLOGY GÄoteborg, Sweden, April 2004.
- [1.33] N.Nasri, A.Kachouri , M.Samet, L.Andrieux, “Radio Frequency Identification (RFID) Working, design considerations and modelling of antenna”, IEEE 2008 5<sup>th</sup> International Multi-Conference on Systems, Signals and Devices.
- [1.34] Department of Commerce Washington D.C,“Radio Frequency Identification Opportunities and Challenges in Implementation”, April 2005.
- [1.35] S. Garfinkel , H.Holtzman, “understanding rfid technology”, june 2005.
- [1.36] G.André Dessenne, “ Etat de la normalisation RFID au 15-10-2005”, par du Pôle Traçabilité.
- [1.37] A. Vena, E. Perret, S. Tedjini, “Chipless RFID tag using hybrid coding technique,” IEEE Trans. Microw. Theory Tech., vol. 59, no. 12, pp. 3356– 3364, Dec. 2011.
- [1.38] S. Harma, V.P. plessky, L. Xianyi, P. Hartogh, “Feasibility of ultra-wideband SAW RFID tags meeting FCC rules”, IEEE Transactions on Ultrasonics,Ferroelectrics and Frequency Control, vol. 56, no. 4, pp:812-820, April 2009.
- [1.39] S. Preradovic, N.C. Karmakar, “Design of fully printable planar chipless RFID transponder with 35-bit data capacity”, in European Microwave Conference, Oct. 2009, pp. 013–016.
- [1.40] J.Curty , “L’identification par radio fréquence (RFID), présentation et implications pour la vie privée”,Jusletter 3. october 2005.

- [1.41] C. Occhiuzzi, S. Caizzone, G. Marrocco, “Passive UHF RFID Antennas for Sensing Applications: Principles, Methods and Classifications”, IEEE Antennas and Propagation Magazine, Feb. 2014.
- [1.42] D.S. Nguyen, N.N. Le, T.P. Lam, E. Fribourg-Blanc, M.C. Dang, S. Tedjini, “Development of novel wireless sensor for food quality detection”, Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology, Volume 6, Issue 4, December 2015, Article number 045004.
- [1.43] S. Capdevila, L. Jofre, J. Romeu, and J. Bolomey, “Passive rfid based sensing,” in RFID-Technologies and Applications (RFID-TA), 2011 IEEE International Conference on, sept. 2011, pp. 507 –512.
- [1.44] S. Capdevila, G. Roqueta, M. Guardiola, L. Jofre, J. Romeu, and J.C. Bolomey, “Water infiltration detection in civil engineering structures using rfid,” in Antennas and Propagation (EUCAP), 2012 6th European Conference on, march 2012, pp. 2505 –2509.
- [1.45] S. Johan, X. Zeng, T. Unander, A. Koptug, and H.-E. Nilsson, “Remote moisture sensing utilizing ordinary rfid tags,” in Sensors, 2007 IEEE, oct. 2007, pp. 308 –311.
- [1.46] J. Virtanen, L. Ukkonen, T. Bjoandrninen, A. Z. Elsherbeni, and L. Sydaandnheimo, “Inkjet-printed humidity sensor for passive uhf rfid systems,” Instrumentation and Measurement, IEEE Transactions on, vol. PP, no. 99, pp. 1–10,2011.
- [1.47] A. Babar, S. Manzari, L. Sydanheimo, A. Elsherbeni, and L. Ukkonen, “Passive uhf rfid tag for heat sensing applications,” Antennas and Propagation, IEEE Transactions on, vol. 60, no. 9, pp. 4056 –4064, sept. 2012.
- [1.48] N.F. Materer, A.W. Aplett, “Passive wireless corrosion sensor”, US 7,675,295 B2, Mar.9, 2010.
- [1.49] J.F. Dante, A. Steiner, F. Friedersdorf, “RF system for corrosivity monitoring, Corrosion 2008 conference”, paper# 08204, New Orleans.

- [1.50] M. Alamin, G.Y. Tian, A. Andrews, P. Jackson, “Corrosion detection using low-frequency RFID technology”, *Insight*. 54 (n.d.) 72-75.
- [1.51] J.P. Bommer, G. Pena, M.C. Malkin, “RFID-based corrosion and moisture detection”, U.S. Patent US 8,040,243 B2, 2011.
- [1.52] A.W. Apblett, M.T. Ley, N.F. Materer, “Embedded wireless corrosion sensor”, U.S. Patent US 2012/0007579 A1, 2012.
- [1.53] T.A. Wavering, F.J. Friedersdorf, C.L. Bopp, “Wireless corrosion sensor”, U.S. Patent US 8,085,165 B2, 2011.

## **Chapitre 2**

### ***Développement de fonctions hyperfréquences sensibles à la corrosion atmosphérique***



## 2.1 Introduction

L'objectif de ce chapitre est de développer des fonctions hyperfréquences sensibles à la corrosion des métaux. Afin de réaliser le contrôle de la corrosion d'une infrastructure, la fonction hyperfréquence sera alors constituée du même métal que la structure à étudier. Nous nous focaliserons ici sur des matériaux réalisés en zinc et aluminium du fait de leur forte utilisation dans de nombreux domaines. Les fonctions étudiées pourront être ensuite insérées dans une architecture du type RFID *Chipless* comme celle proposée par Preradovic et Karmakar [2.1] pour la réalisation de capteurs RF incluant des antennes. Dans ce contexte, nous étudions dans cette partie la variation de la propagation des ondes électromagnétiques au sein d'une ligne microruban et d'un résonateur lorsque le métal constituant ces fonctions est exposé à la corrosion. Pour la ligne microruban, l'impact de la corrosion du métal sur la propagation des ondes RF est réalisé en considérant les pertes de transmission RF. Les résultats obtenus ont été ensuite appliqués à un résonateur stub pour réaliser le suivi de la corrosion par une variation fréquentielle. Dans les deux cas, les études intègrent les résultats des simulations électromagnétique HFSS et expérimentaux. Comme nous le montrerons, il est possible de détecter la dégradation des matériaux en étudiant la variation de propagation des ondes sur une bande de fréquence bien définie. Afin de prendre en compte les contraintes imposées par l'existence des bandes ISM et l'utilisation d'antennes, nous proposons dans une dernière partie des modes de fonctionnements possibles des éléments sensibles.

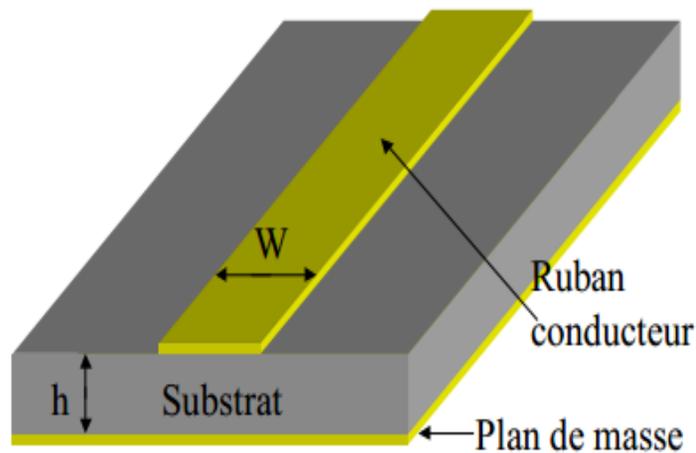
## 2.2 Etude de la propagation des ondes dans une ligne microruban soumise à la corrosion

### 2.2.1 Choix de la structure de propagation

De la même façon que Preradovic et Karmakar [2.1], notre choix pour la réalisation du capteur s'est porté sur la technologie microruban (voir Annexe 1). En effet, cette dernière permet de façon simple de relier antennes et fonctions hyperfréquences. Outre cet avantage, dans notre cas, la ligne microruban étant une structure ouverte, elle doit permettre une interaction entre le métal qui la constitue et l'environnement.

### 2.2.1.1 La ligne microruban

La ligne micro-ruban est la plus utilisée parmi toutes les lignes de transmissions planaires dans les bandes de fréquences classiques ( $<20$  GHz). Conçue dans les années 1950 par Grieg et Engelman. La structure de la ligne microruban est représentée sur la Figure 2.1. Elle se compose d'un plan de masse ou métallisation face arrière, d'un substrat isolant de hauteur  $h$ , et d'un ruban métallique de largeur  $W$ . Nous l'utilisons à des fréquences allant de quelques mégahertz à quelques dizaines de gigahertz.



**Figure 2.1 : Structure de la ligne microruban.**

Cette technologie offre à la fois la simplicité et la facilité pour la réalisation d'un capteur de corrosion. Grâce à la nature de sa structure, La ligne microruban permet de déposer facilement le ruban conducteur en matériau sensible à la corrosion sur une face du substrat sans perturber le plan masse. Le fait que le ruban conducteur est isolé de la masse permet aussi une contamination plus facile du métal qui est en forte interaction avec le milieu extérieur, en général l'air. Ce n'est pas le cas, par exemple, d'une ligne coplanaire qui est présenté sur la Figure 2.2 dont son plan de masse ainsi que le ruban conducteur sont déposés sur la même face du substrat isolant.

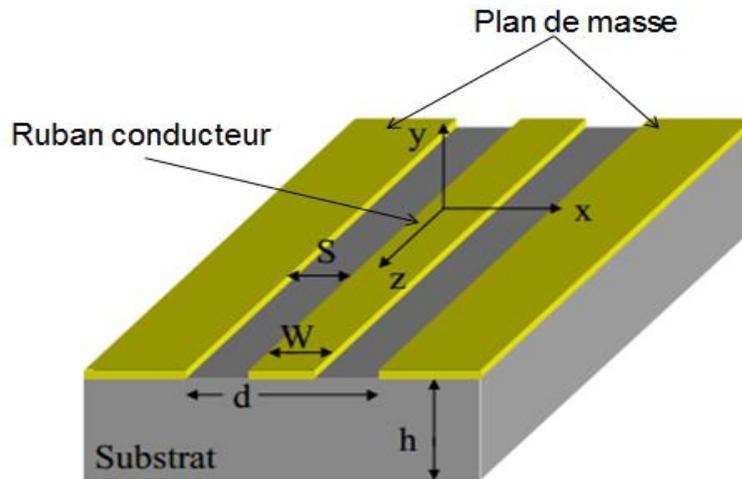


Figure 2.2 : Structure de la ligne coplanaire.

### 2.2.1.2 Mode de propagation dans une ligne microruban

Par définition un mode transverse électromagnétique (TEM) est non dispersif et n'a pas de fréquence de coupure. C'est un mode de transmission où les champs magnétiques et électriques ne possèdent pas de composantes longitudinales ( $E_z = H_z = 0$ ). Il se produit en présence de deux conducteurs métalliques baignant dans un milieu homogène. La ligne microruban ne baigne pas dans un substrat homogène puisqu'il existe une interface entre le substrat et l'air. La ligne microruban ne peut donc pas supporter de mode de propagation TEM. Cependant la propagation étant peu dispersive et les champs longitudinaux quasiment nuls, l'approximation quasi-TEM peut être faite pour la ligne microruban. La Figure 2.3 représente une carte de champs électromagnétiques pour la ligne microruban. L'approximation quasi-TEM nous permet de définir une permittivité relative effective.

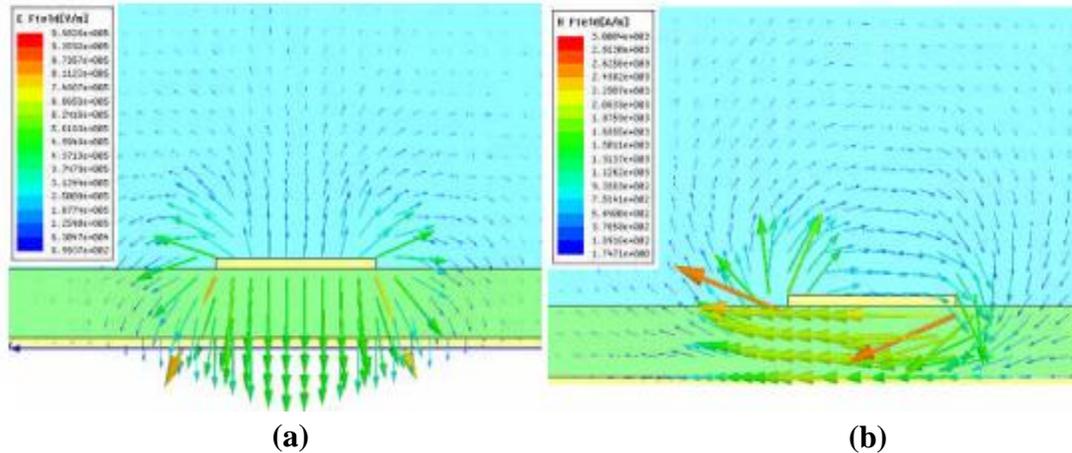


Figure 2.3 : Configuration des champs électriques (a) et magnétiques (b) dans une ligne microruban

### 2.2.1.3 Impédance caractéristique

La ligne microruban peut-être définie par son impédance caractéristique  $Z_c$ . L'adaptation de la ligne microruban permet d'optimiser le transfert de la puissance électrique. Afin d'éviter toute réflexion du signal, nous avons fixé  $Z_c$  à  $50 \Omega$  qui égale à l'impédance d'entrée et de sortie souhaitée. Cette impédance caractéristique est déterminée par les Equations 2.1 et 2.2 [2.2] basées sur la géométrie de la ligne  $W$  et  $h$  ainsi que la permittivité effective  $\epsilon_{\text{reff}}$ .

$$\text{Si } \frac{W}{h} \geq 1 \quad Z_c = \frac{120\pi}{\sqrt{\epsilon_{\text{reff}}} \left( \frac{W}{h} + 1.393 + 0.667 \ln \left( \frac{W}{h} + 1.444 \right) \right)} \quad \text{Equation 2.1}$$

$$\text{Si } \frac{W}{h} \leq 1 \quad Z_c = \frac{60}{\sqrt{\epsilon_{\text{reff}}}} \ln \left( \frac{8h}{W} + \frac{W}{4h} \right) \quad \text{Equation 2.2}$$

La permittivité diélectrique effective,  $\epsilon_{\text{reff}}$ , liée à la présence d'une discontinuité des milieux (air - substrat), est calculée à partir des relations des Equations 2.3 et 2.4 d'Hammerstad [2.2], en fonction du rapport  $W/h$  ( $W$  étant la largeur du ruban et  $h$  la hauteur du substrat) et de la permittivité diélectrique du substrat  $\epsilon_r$ .

$$\text{Si } \frac{W}{h} \geq 1 \quad \varepsilon_{\text{reff}} = \frac{1}{2}(\varepsilon_r + 1) + \frac{1}{2}(\varepsilon_r - 1) \left(1 + 12 \cdot \frac{h}{W}\right)^{-1/2} \quad \text{Equation 2.3}$$

$$\text{Si } \frac{W}{h} \leq 1 \quad \varepsilon_{\text{reff}} = \frac{1}{2}(\varepsilon_r + 1) + \frac{1}{2}(\varepsilon_r - 1) \left[ \left(1 + 12 \cdot \frac{h}{W}\right)^{-1/2} + 0.04 \left(1 - \frac{W}{h}\right)^2 \right] \quad \text{Equation 2.4}$$

#### 2.2.1.4 Les différentes pertes dans une ligne microruban

La ligne microruban présente des pertes qui atténuent le signal. Elles ont des origines diverses. En effet, nous distinguons trois sortes de pertes [2.3-2.5] :

- les pertes dans les diélectriques
- les pertes par rayonnement
- les pertes dans les conducteurs

**Les pertes dans les diélectriques :** proviennent du fait que le diélectrique utilisé comme substrat n'est pas parfait. Il a une permittivité complexe caractérisée par la tangente des pertes du diélectrique définie par l'Equation 2.5 :

$$\tan \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} = \frac{\sigma}{\omega \times \varepsilon'} \quad \text{Equation 2.5}$$

- $\sigma$  est la conductivité du matériau c'est l'inverse de  $\rho$ ,
- $\tan \delta$  est la tangente de l'angle de pertes,
- $\varepsilon_r$  est la permittivité relative,
- $\varepsilon''$  est la partie imaginaire de la permittivité relative,
- $\varepsilon'$  est la partie réelle de la permittivité relative,
- $\omega$  est la pulsation de l'onde à la fréquence  $f$ .

Les pertes diélectriques pour une ligne microruban sont données par l'Equation 2.6 ci-dessous :

$$\alpha_d \text{ (dB / m)} = 4.34 \times \frac{120 \times \pi}{\sqrt{\varepsilon_{\text{eff}}}} \times \frac{\varepsilon_{\text{eff}} - 1}{\varepsilon_r - 1} \sigma \quad \text{Equation 2.6}$$

- $\varepsilon_{\text{reff}}$  est la permittivité effective.

**Pertes par rayonnement :** Théoriquement dans une ligne microruban, le champ électromagnétique se propage entre le ruban et la masse dans le substrat et dans l'air comme le montre la Figure 2.4. Les discontinuités d'interface et d'impédance engendrent des pertes par rayonnement, liées aux lignes de champ qui sont dans l'air. Elles sont proportionnelles à la hauteur du substrat et inversement proportionnelles à la constante diélectrique  $\epsilon_{\text{reff}}$ .

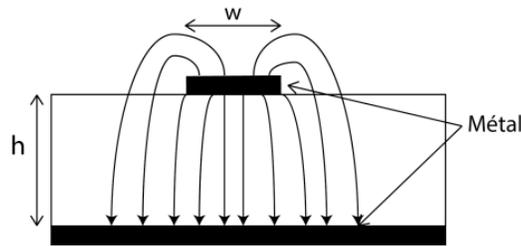


Figure 2.4 : Coupe transversale d'une ligne microruban.

**Pertes dans les conducteurs :** Elles sont inhérentes au passage des électrons dans les conducteurs métalliques au passage de l'onde électromagnétique. Il y a échauffement des conducteurs et dissipation de la chaleur par effet Joule. Il s'agit des pertes ohmiques liées à la résistance définie par l'Equation 2.7. Cette résistance est proportionnelle à l'inverse de l'épaisseur de peau, la résistance augmente lorsque la profondeur de peau diminue. L'effet de peau est un phénomène électromagnétique lié aux courants à haute fréquence se propageant dans les conducteurs. Au lieu d'utiliser la totalité de la section du conducteur, ils se cantonnent dans les couches proches de la surface du conducteur. La densité de courant décroît de façon exponentielle au fur et à mesure que le courant pénètre le conducteur et s'éloigne de sa surface, ce qui conduit à des pertes par effet Joule. L'épaisseur moyenne  $e$  (en m) de la « peau » dans laquelle circulent les courants HF peut être estimée à l'aide de l'Equation 2.8.

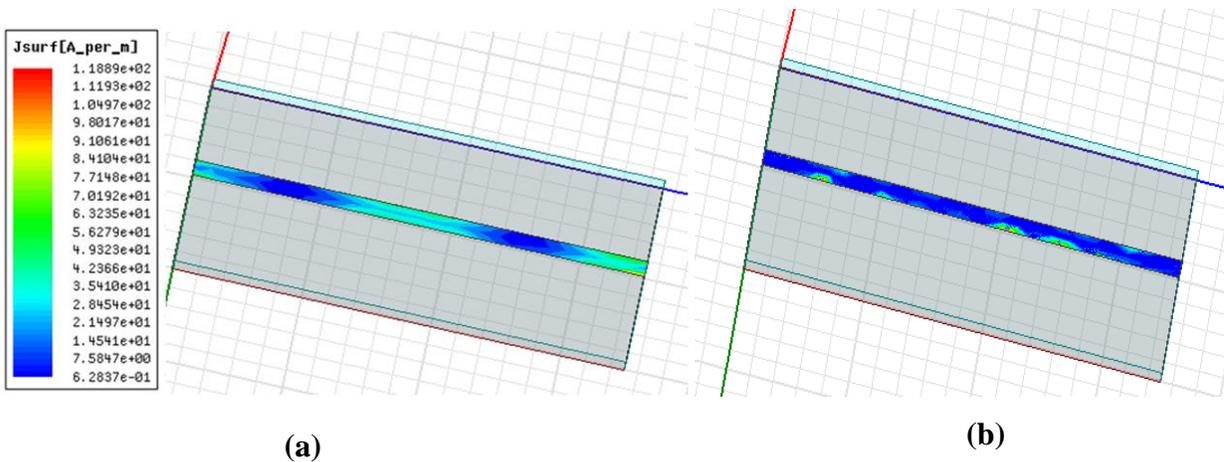
$$R_s = \frac{\rho}{e} \quad \text{Equation 2.7}$$

$$e = \frac{1}{\sqrt{\pi \cdot \mu_0 \cdot \mu_r \cdot \sigma \cdot f}} \quad \text{Equation 2.8}$$

- $\rho$  est la résistivité électrique en  $\Omega \cdot m$ ,

- $e$  est l'épaisseur de peau,
- $\mu_0$  est la perméabilité magnétique du vide  $= 4\pi \cdot 10^{-7} \text{ H m}^{-1}$ ,
- $\mu_r$  est la perméabilité magnétique relative du conducteur  $= 1$ ,
- $f$  est la fréquence en Hz,
- $\sigma$  est la conductivité électrique en S/m.

La corrosion d'un métal entraîne une perte de la matière métallique, au profit de la création de produits de corrosion isolants. Cet effet appliqué au métal constituant une ligne microruban doit entraîner une variation de la distribution du courant présentée sur la Figure 2.5 (a) ( $t_{\text{zinc}} = 40\mu\text{m}$ ), cela va modifier la propagation de l'onde dans la ligne (Figure 2.5 (b)  $t_{\text{zinc}} = 0.2 \mu\text{m}$ ) et ainsi permettre le monitoring du processus.



**Figure 2.5 : Simulation HFSS de la distribution du courant sur un ruban en zinc d'une épaisseur de 40 µm (a) et de 0.2 µm (b) de la ligne microruban.**

Afin de valider ce principe, la variation de propagation des micro-ondes dans une ligne microruban sera étudiée dans le chapitre suivant lors de sa corrosion sur une large bande fréquentielle. Cette étude sera réalisée avec le logiciel de simulation HFSS.

### 2.2.1.5 Paramètres de la ligne microruban

La ligne microruban est réalisée sur un substrat en verre en considérant les dimensions suivantes :

- la largeur du ruban métallique :  $W = 1.6 \text{ mm}$
- Epaisseur du ruban :  $t = 2\mu\text{m}$
- la hauteur du substrat :  $h = 1\text{mm}$
- la permittivité relative du diélectrique (verre) :  $\epsilon_r = 5.5$
- Hauteur de la masse :  $E = 40 \mu\text{m}$
- Longueur de la ligne microruban :  $l = 5 \text{ cm}$
- Largeur du substrat :  $L = 3.5 \text{ cm}$

### 2.2.2 Simulation électromagnétique sur HFSS des différents effets de la corrosion

Afin d'évaluer les changements induits par la corrosion sur la propagation des micro-ondes transmises par une ligne microruban, nous avons utilisé le logiciel de simulation électromagnétique Ansoft HFSS. Au cours des simulations, nous avons considéré un diélectrique sans perte, cela n'est bien sûr pas réaliste, il permet cependant d'identifier clairement les effets liés à la corrosion du métal.

Les simulations HFSS ont été réalisées en prenant en compte différents effets pouvant se produire lors de la corrosion du métal :

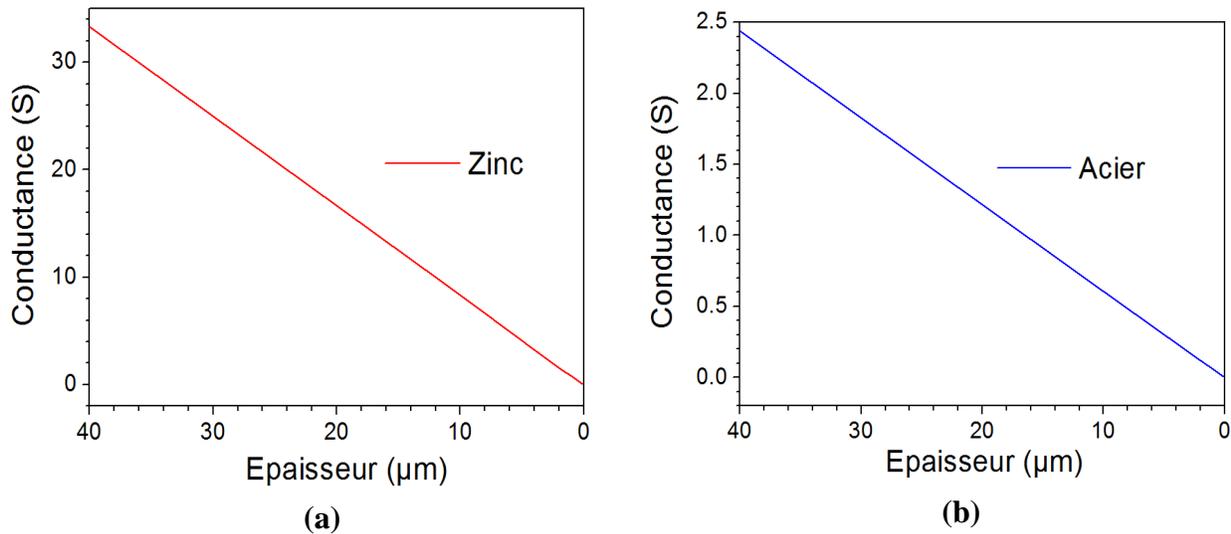
- Variation de l'épaisseur et de la résistivité de la ligne.
- Etablissement d'un modèle associé à une résistivité électrique effective due à la présence des produits de corrosion.
- Influence de coupure et création de défaut.

Les résultats issus de la modélisation seront comparés aux valeurs de résistances électriques DC, du fait de l'existence des capteurs résistifs. Nous faisons donc tout d'abord quelques rappels sur la détermination de la résistance électrique  $R$  et son application dans le cadre de la détection

de la corrosion uniforme. Pour cela, nous considérons un processus de corrosion simple et uniforme qui s'explique par une perte homogène de métal. La baisse de l'épaisseur du matériau conducteur conduit à une variation de la résistance électrique  $R$  de la ligne [2.6], cette résistance électrique  $R$  est calculée à partir de l'Equation 2.9 :

$$R = \frac{1}{C} = \frac{\rho \times l}{t \times W} \quad \text{Equation 2.9}$$

- $C$  est la conductance électrique,
- $R$  est la résistance électrique,
- $\rho$  est la résistivité électrique du métal :  $\rho_{\text{zinc}} = 6 \times 10^{-8} \Omega.m$ ,  $\rho_{\text{Acier}} = 7.5 \times 10^{-7} \Omega.m$



**Figure 2.6 : Calcul de la conductance électrique  $C$  en fonction de l'épaisseur  $t$  du zinc (a) et l'acier (b).**

La Figure 2.6 (a) présente le calcul via l'équation 2.9 de la conductance électrique d'un ruban de zinc en fonction de son épaisseur allant de 40 μm à 100 nm. La Figure 2.6 (b) présente quant à elle cette variation pour de l'acier. Pour les deux matériaux, la baisse d'épaisseur provoque une augmentation de la résistance électrique  $R$  et une baisse de la conductance  $C$ . Pour une même épaisseur, la valeur de la conductance électrique du zinc est élevée par rapport à

l'acier. Ceci s'explique par des résistivités électriques différentes des 2 matériaux étudiés :  $\rho_{\text{Acier}} = 7.5 \times 10^{-7} \Omega.m$  et  $\rho_{\text{Zinc}} = 6 \times 10^{-8} \Omega.m$ .

### 2.2.2.1 Etude de l'influence de l'épaisseur et de la résistivité de la ligne

La largeur  $W$  de la ligne étant du millimétrique, sa variation de quelques  $\mu m$  au cours de la corrosion n'a pas d'effet sur la propagation du signal RF. Nous nous focaliserons donc sur une variation d'épaisseur. Au cours des simulations HFSS, comme le montre la Figure 2.7, nous faisons varier l'épaisseur  $t$  du ruban métallique de la ligne microruban entre 40  $\mu m$  et 100 nm, tout en gardant une hauteur de substrat fixe.

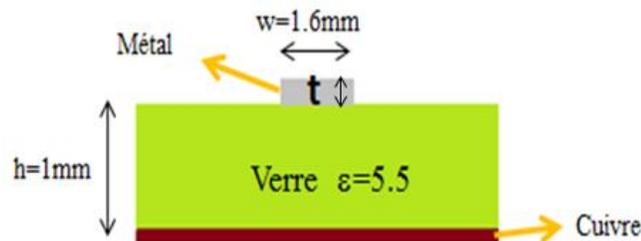
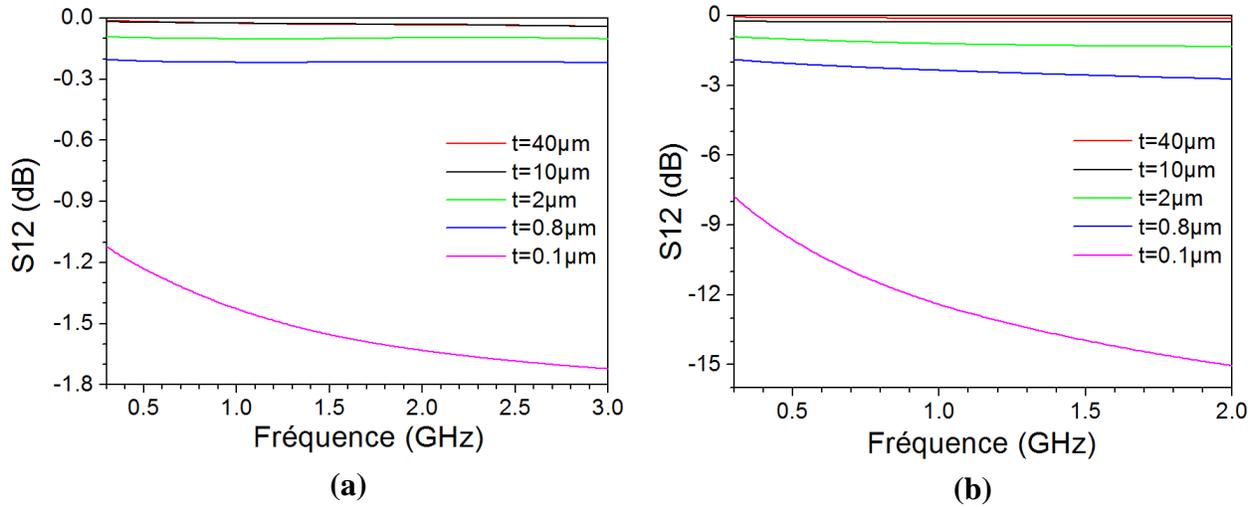


Figure 2.7 : Schéma d'une ligne microruban, vue de profil.

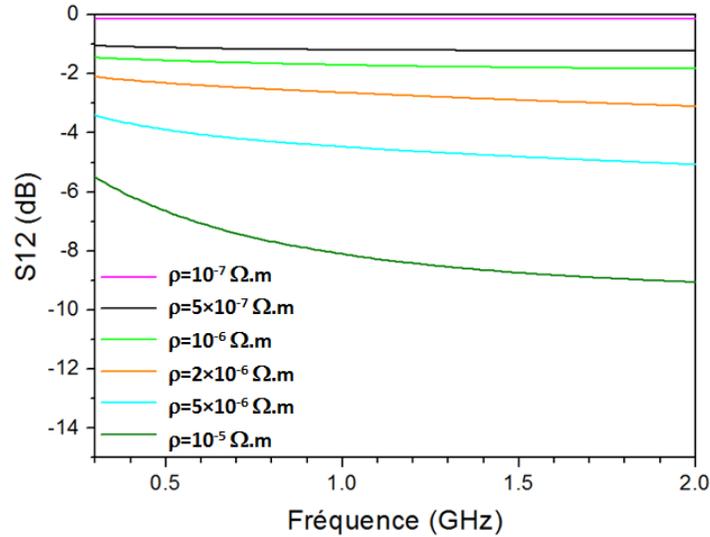
Nous considérons des rubans de zinc et d'acier possédant les résistivités électriques données précédemment ( $6 \times 10^{-8} \Omega.m$  pour le zinc et  $7.5 \times 10^{-7} \Omega.m$  pour l'acier). Les simulations HFSS des lignes microrubans pour des épaisseurs  $t$  allant de 40  $\mu m$  à 100 nm sont présentées sur la Figure 2.8. Ceci est réalisé dans une bande de fréquence allant de 0.3 GHz à 3 GHz. En ce qui concerne la propagation électromagnétique dans la ligne microruban en zinc sur la Figure 2.8 (a), la transmission d'ondes RF est presque idéale pour des épaisseurs variant entre 40  $\mu m$  et 10  $\mu m$ . En effet, les courbes en rouge et noire associées à ces épaisseurs affichent de très faibles pertes, elles ne peuvent pas être distinguées puisqu'elles sont superposées. Pour des épaisseurs plus faibles, une augmentation des pertes est observée notamment en haute fréquence.



**Figure 2.8 : Simulation HFSS: variation de S12 en fonction de l'épaisseur t du ruban de la ligne microruban en zinc (a) et en l'acier (b).**

Pour l'acier, sur la Figure 2.8 (b), les pertes RF observées sont plus élevées pour les mêmes épaisseurs t. La baisse de la transmission RF observée pour l'acier est associée à sa forte résistivité électrique par rapport au zinc. La comparaison entre les deux graphiques semble montrer que pour un niveau de pertes donné, par exemple -1 dB, l'évolution fréquentielle du paramètre S12 est différente pour le zinc et l'acier. Une variation fréquentielle plus importante est observée sur la courbe rose de la Figure 2.8 (a) par rapport à la verte de la Figure 2.8 (b). Ce résultat montre donc qu'une étude fréquentielle de la transmission peut donner des informations quant à la résistivité et l'épaisseur du matériau. Afin de mieux comprendre l'influence de la résistivité du métal sur les pertes, il est intéressant d'étudier une ligne microruban dans laquelle le ruban présente une résistivité électrique  $\rho$  variable pour une épaisseur fixe.

Ainsi, au cours des simulations HFSS, l'épaisseur du ruban est fixée à 2  $\mu\text{m}$  et des rubans de différentes résistivités électriques allant de  $\rho=10^{-7} \Omega\cdot\text{m}$  à  $\rho=10^{-5} \Omega\cdot\text{m}$  ont été choisis. La Figure 2.9 présente les résultats. Elle montre que le paramètre S12 diminue lorsque la résistivité électrique ( $\rho$ ) du ruban augmente, en accord avec la discussion menée précédemment. Lorsque la valeur de la résistivité électrique atteint  $10^{-5} \Omega\cdot\text{m}$ , les pertes deviennent plus importantes en haute fréquence.



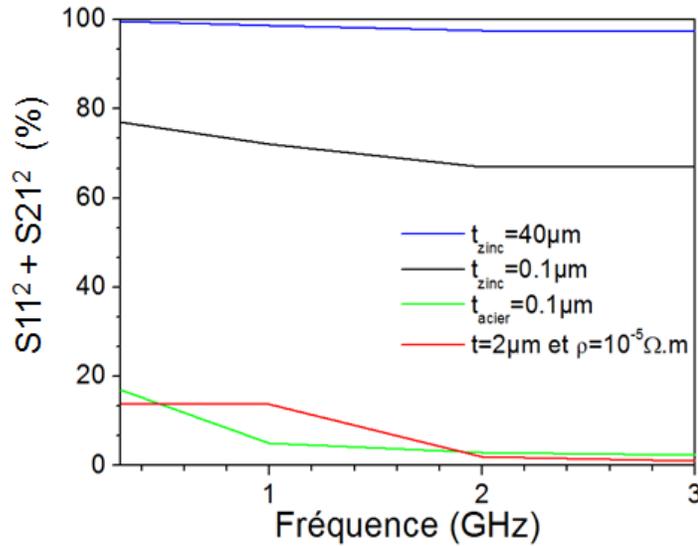
**Figure 2.9 : Variation de la transmission du signal en fonction de la résistivité électrique du ruban.**

Avant de discuter de l'origine de ces pertes, nous nous posons la question de savoir si les effets observés sur le paramètre S12 correspondent à des pertes énergétique ou alors à des réflexions. D'une manière générale, lorsqu'une onde incidente n'est pas totalement transmise dans une ligne microruban, une partie de cette onde incidente est réfléchi. Le coefficient de réflexion, S11, et le coefficient de transmission, S12, quantifient ces deux parties, respectivement. Ces deux coefficients sont reliés par l'Equation 2.10 qui traduit la conservation de l'énergie :

$$|S11|^2 + |S21|^2 = 1 \quad \text{Equation 2.10}$$

Au cours des simulations qui prennent en compte l'épaisseur et la résistivité électrique du ruban, nous avons observé une atténuation de la transmission. Afin de comprendre l'origine de cette atténuation, nous présentons sur la Figure 2.10 le niveau de l'énergie ( $S11^2 + S21^2$ ) en fonction de la fréquence pour différentes configurations utilisées sur la Figure 2.8 et Figure 2.9.

La Figure 2.10 montre que l'énergie n'est pas conservée dans la ligne microruban lorsque l'épaisseur du ruban diminue et la résistivité électrique augmente. Pour une épaisseur très faible d'acier (courbe verte), à 2 GHz, nous observons une perte quasi-totale de l'énergie. Lorsque la résistivité est de l'ordre de  $10^{-5} \Omega.m$  (courbe rouge), à 2 GHz, le signal transmis dans la ligne microruban est complètement perdu. Les baisses de S12 observées sur la Figure 2.8 et la Figure 2.9 sont donc associées à des pertes et non pas à une réflexion du signal.



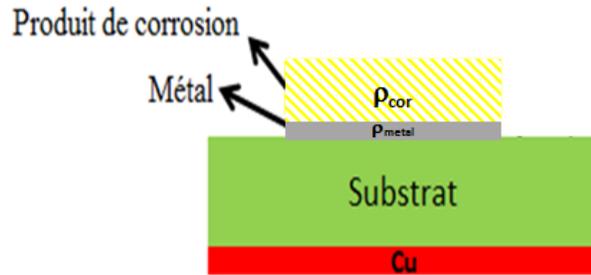
**Figure 2.10 : Variation de l'énergie totale en fonction de l'épaisseur et la résistivité électrique du ruban.**

### 2.2.2.2 Etablissement d'un modèle associé à une résistivité électrique effective due à la présence des produits de corrosion

La représentation théorique de la corrosion par une diminution uniforme de l'épaisseur du métal est une approximation assez grossière. En effet, la corrosion peut aussi influencer la conductivité électrique du ruban par la création des produits de corrosion semi-conducteurs et ainsi la propagation électromagnétique dans la ligne microruban. Afin d'être le plus réaliste possible par rapport à l'évolution d'un ruban soumis à la corrosion, nous considérons que pendant la corrosion, l'épaisseur de métal  $t_{\text{metal}}$  diminue tandis que l'épaisseur des produits corrodés  $t_{\text{cor}}$  augmente de 0 à sa valeur finale. Cela conduit à une augmentation de la résistivité effective  $\rho_{\text{eff}}$  du ruban, à partir de la résistivité électrique du métal  $\rho_{\text{metal}}$  à une valeur finale.  $\rho_{\text{eff}}$  dépend de  $t_{\text{metal}}$ ,  $t_{\text{cor}}$ ,  $\rho_{\text{metal}}$  et de la résistivité électrique des produits de corrosion  $\rho_{\text{cor}}$  comme le montre l'Equation 2.11 que nous avons développée :

$$\rho_{\text{eff}} = \frac{(\rho_{\text{metal}} \cdot \rho_{\text{cor}}) \cdot (t_{\text{metal}} + t_{\text{cor}})}{\rho_{\text{cor}} \cdot t_{\text{metal}} + \rho_{\text{metal}} \cdot t_{\text{cor}}} \quad \text{Equation 2.11}$$

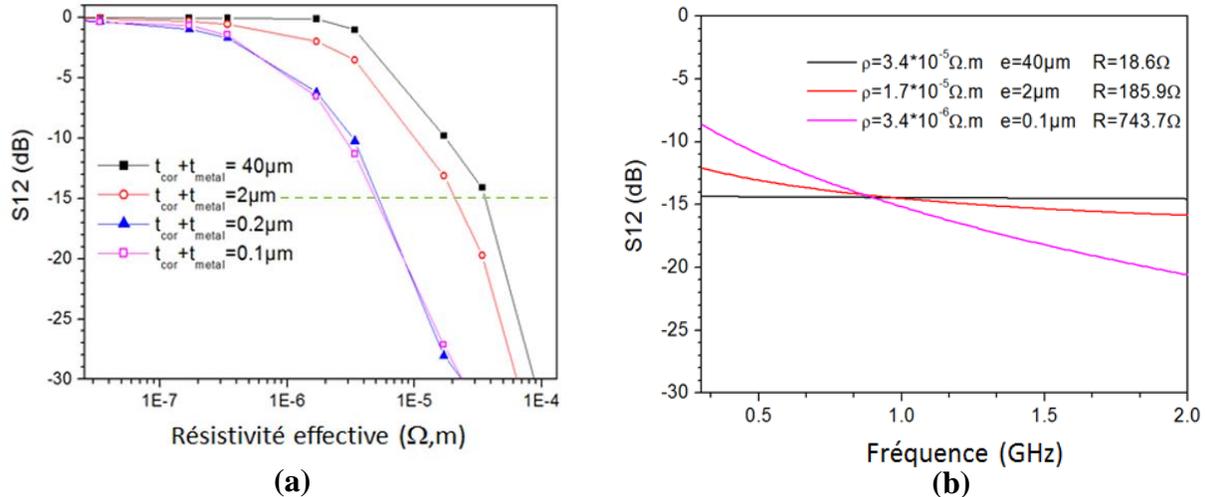
La valeur finale de l'épaisseur totale ( $t_{\text{total}} = t_{\text{metal}} + t_{\text{cor}}$ ) de la ligne est plutôt inconnue, puisque cette dernière est fortement affectée par les conditions d'exposition à la corrosion. En effet, la croissance des produits de corrosion est liée à des paramètres caractéristiques métalliques et environnementaux, comme la température, la présence de chlorure, pH ... La Figure 2.11 présente le schéma de la ligne microruban considérée.



**Figure 2.11 : Schéma de la ligne microruban avec une couche des produits de corrosion déposée sur le ruban métallique.**

Afin de présenter l'évolution de la propagation électromagnétique dans ce modèle de résistivité effective, des simulations HFSS ont été effectuées à 0,8 GHz sur une ligne microruban pour une épaisseur totale variante de 40  $\mu\text{m}$  à 0,1  $\mu\text{m}$  en fonction de la résistivité effective  $\rho_{\text{eff}}$ . La Figure 2.12 (a) présente les résultats. De façon logique, le paramètre S12 diminue lorsque la résistivité électrique  $\rho_{\text{eff}}$  augmente et l'épaisseur  $t_{\text{total}}$  diminue. Afin de prouver qu'une étude fréquentielle du paramètre S12 peut aider à la détermination de la résistivité et de l'épaisseur de la ligne, nous considérons un niveau de perte d'environ -15 dB sur la Figure 2.12 (b). Les simulations HFSS montrent que cette valeur du paramètre S12 peut être obtenue avec différentes configurations ( $\rho_{\text{eff}}$ ,  $t_{\text{total}}$ ) du ruban. Pour illustrer ce point, la Figure 2.12 (b) présente la transmission S12 pour 3 cas différents. Comme observé sur cette figure, une perte d'environ -15 dB est atteinte à 0,8 GHz pour les 3 configurations. Pour la courbe noire, lorsque la résistivité du ruban est de  $3.4 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{m}$  et son épaisseur est de 40  $\mu\text{m}$ , nous obtenons des pertes indépendantes de la fréquence entre 0.3 GHz et 2 GHz. Dans le cas de la courbe rose, la résistivité est égale à  $3.4 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{m}$  et l'épaisseur du ruban est de 0.1  $\mu\text{m}$ . Les pertes obtenues à 0.3 GHz sont de -9 dB et augmentent en haute fréquence afin d'atteindre -21 dB à 2 GHz. Nous constatons donc clairement que l'évolution fréquentielle du paramètre S12 permet de discriminer

les effets associés à la résistivité électrique  $\rho$  et à l'épaisseur  $e$  de la ligne. En particulier, lorsque la résistivité électrique et l'épaisseur du ruban sont fortes, les pertes obtenues sont indépendantes de la fréquence. Notons que pour les 3 cas considérés sur la Figure 2.12 (b), bien qu'un niveau  $S_{12}$  unique soit obtenu à 0.8 GHz (-15 dB), la résistance électrique  $R$  calculée à partir de l'Equation 2.9 est différente dans chacun des cas.

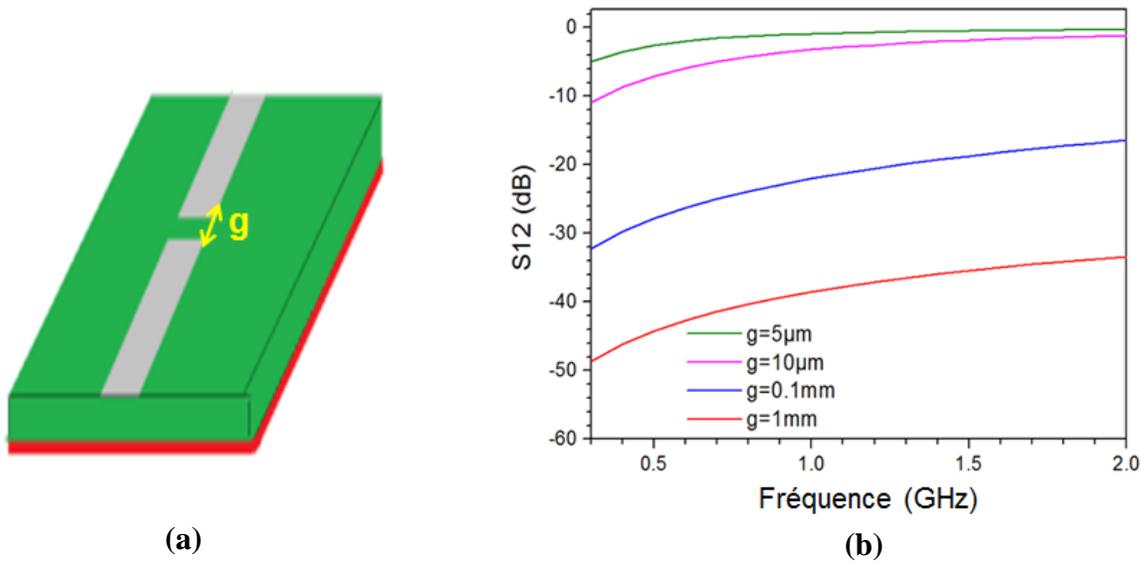


**Figure 2.12 : Simulation HFSS de la variation de  $S_{12}$ , à 0.8 GHz, en fonction de la résistivité effective et de l'épaisseur du ruban (a) et la variation de  $S_{12}$  pour certaines résistivités et épaisseurs du ruban, Les résistances électriques sont également indiquées (b).**

### 2.2.2.3 Etude de l'influence de coupure et la création de défaut

Le mécanisme de la corrosion uniforme est limité à certains métaux et type d'exposition. Une corrosion localisée, peut être observée pour une ligne gravée sur une couche mince en zinc, en présence du chlore. En effet, les zones anodiques, enrichies en chlore, sont fortement corrodées et par conséquent la corrosion est hétérogène à l'échelle micrométrique et peut donc être considérée comme localisée [2.7]. Dans un premier temps, afin d'étudier l'influence de la corrosion localisée sur la propagation des ondes RF, des simulations HFSS ont été réalisées en considérant une coupure brute au niveau du ruban, telle que représentée sur la Figure 2.13 (a). L'influence de la coupure sur la variation  $S_{12}$  est présentée sur la Figure 2.13 (b). La simulation de la coupure entraîne un effet capacitif qui se traduit par l'apparition de perte importante à basse

fréquence. Les courbes obtenues dépendent de la capacité ajoutée sur la ligne et donc de la largeur du gap  $g$ .



**Figure 2.13 : Ligne microruban à ruban coupé (a) et le décalage de la fréquence de coupure à différentes largeurs de gap (b).**

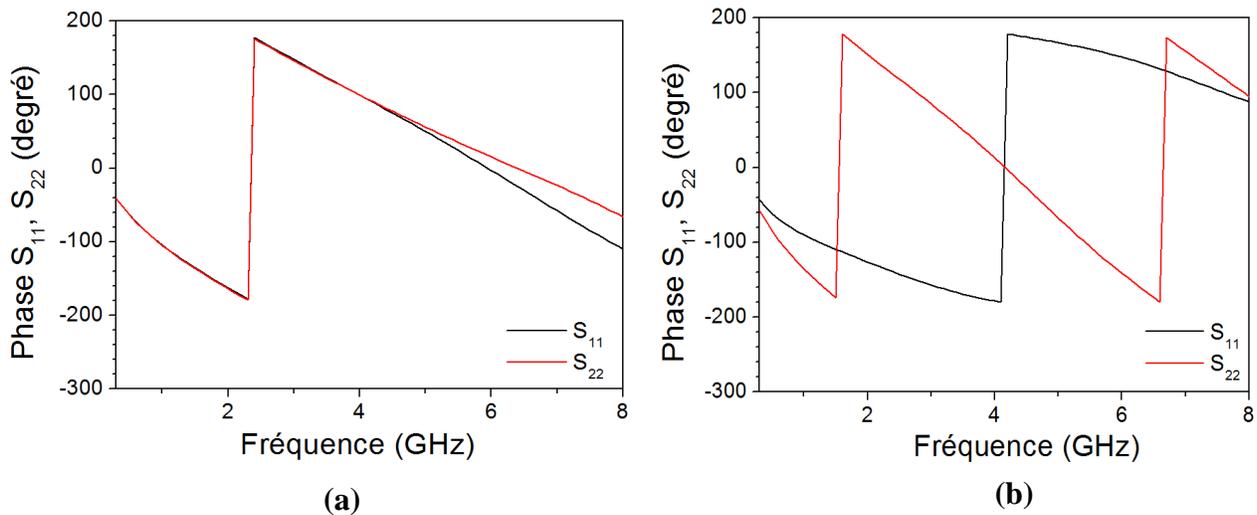
En effet, pour un gap faible dans la ligne,  $5\ \mu\text{m}$  par exemple, une forte diminution du  $S_{12}$  est prévue pour les basses fréquences et, à haute fréquence, la propagation des ondes électromagnétique n'est pas affectée. Comme précédemment, à partir de ces résultats, il apparaît que la dépendance fréquentielle de la transmission peut être utilisée pour la détection de coupure dans la ligne. La présence de pertes importante à basse fréquence indique clairement le fait que la ligne est entièrement coupée. Ce comportement est associé à une corrosion localisée et diffère des résultats précédents associés à la corrosion uniforme. Notons que le comportement observé, avec des pertes à basse fréquence, est également obtenu lorsqu'un matériau isolant remplace le gap d'air. Si plusieurs coupures sont présentes sur le ruban, le même comportement sera également observé. Par contre, d'autres simulations HFSS ont permis de démontrer que si un matériau métallique d'une épaisseur supérieure à  $100\ \text{nm}$  est présent dans la coupure, le paramètre  $S_{12}$  ne varie pas par rapport à la ligne idéale.

**Tableau 2.1 : Variation de l'énergie en fonction du gap g à 2 fréquences.**

Gap	5 $\mu\text{m}$	100 $\mu\text{m}$	1 mm	5 mm
$ S_{11} ^2 +  S_{21} ^2$ (%) à 0.3 GHz	96	96	96	98
$ S_{11} ^2 +  S_{21} ^2$ (%) à 3 GHz	98	98	98	98

Sur le Tableau 2.1, la variation de l'énergie ( $|S_{11}|^2 + |S_{21}|^2$ ) est présentée pour différents gaps g. Nous observons une conservation de l'énergie quel que soit la dimension du gap. De ce fait dans le cas d'une corrosion localisée, la puissance est totalement réfléchi. Ce résultat diffère de la corrosion uniforme.

Le déphasage entre les 2 paramètres de réflexions S11 et S22 permet de localiser la coupure sur le ruban. L'effet de la position du gap est observé sur la Figure 2.14. S11 et S22 sont en phase lorsque la coupure est au milieu du ruban ceci est démontré sur la Figure 2.14 (a). Si la coupure se situe à droite ou à gauche du ruban, nous obtenons un déphasage entre les 2 paramètres de réflexions comme illustré sur la Figure 2.14 (b).



**Figure 2.14 : Simulation de l'effet de la corrosion localisée au milieu du ruban (a) et à l'extrémité (b) sur le déphasage S11 et S22.**

La Figure 2.15 présente une coupure de 1 mm sur un ruban en or. Cette coupure est située à L = 3.5 cm de l'entrée (port 1) et 3 cm de la sortie (port 2). Sur la Figure 2.16 (a), nous

présentons la mesure de la transmission et de la réflexion qui montre clairement la baisse de la transmission à basse fréquence. D'après les simulations précédentes, à partir de la Figure 2.14 (b) qui présente le déphasage entre S11 et S22, nous pouvons dire que la coupure n'est pas complètement centrée sur le ruban.

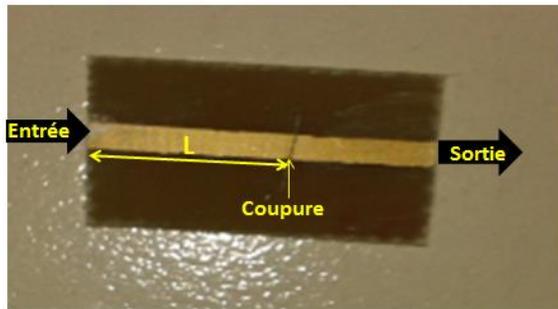


Figure 2.15 : Ligne microruban avec un ruban en or coupé.

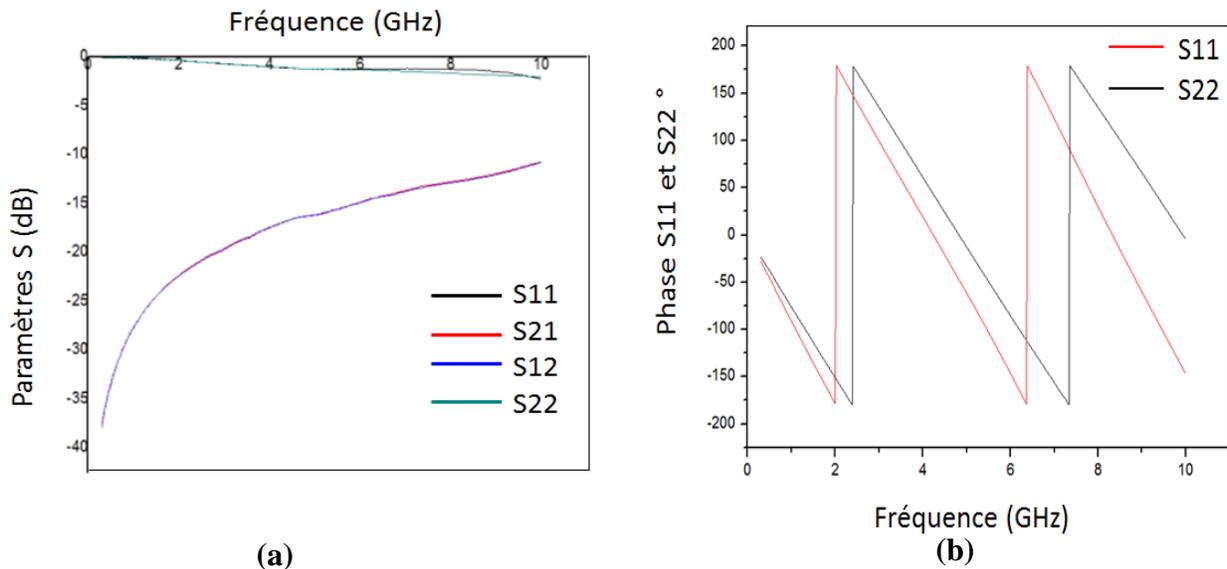


Figure 2.16 : Mesure de la transmission et la réflexion d'une ligne microruban à ruban coupé (a) et mesure du déphasage entre S11 et S22 (b).

L'Equation 2.13, déduite à partir de l'Equation 2.12, présente la distance L entre la coupure est le port1 de l'entrée du signal.

$$S_{11} = |S_{11}| \times e^{-j\varphi_{S_{11}}} = |S_{11}| \times e^{-j2\beta L} \quad \text{Equation 2.12}$$

- $S_{11}$  est le coefficient de réflexion,
- $|S_{11}|$  est le module du coefficient de réflexion,
- $\varphi_{S_{11}}$  est la phase du coefficient de réflexion,
- $\beta$  est la constante de propagation,
- $L$  est la distance entre le port 1 et la coupure.

Nous obtenons donc :

$$L = \frac{c \times \varphi_{s11}}{4 \times \pi \times f \times \sqrt{\epsilon_{reff}}} \quad \text{Equation 2.13}$$

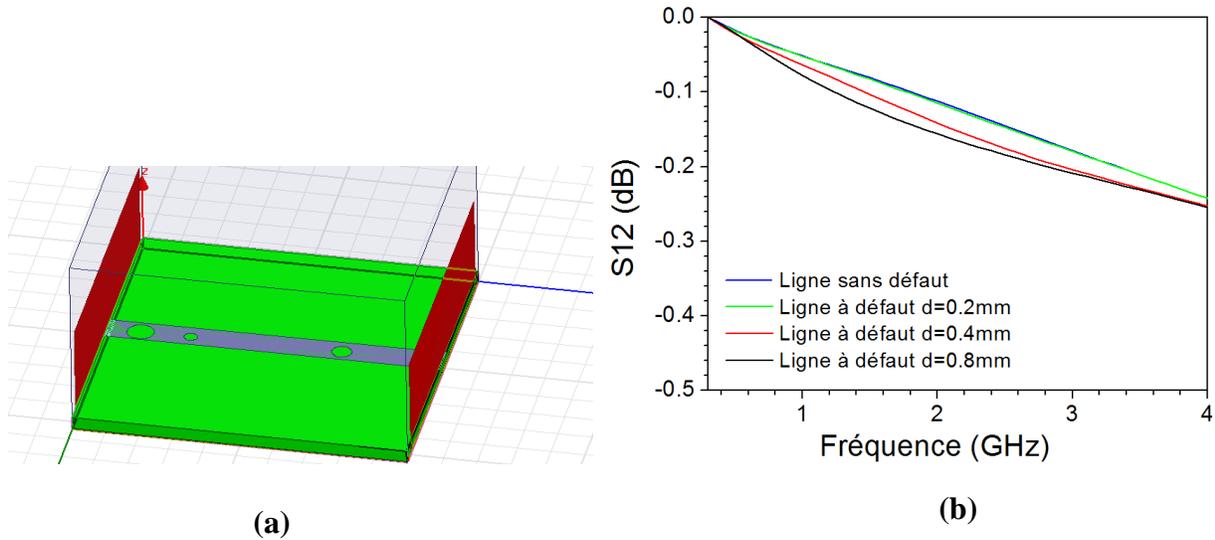
- $c$  est la vitesse de la lumière,
- $f$  est la fréquence,
- $\epsilon_{reff}$  est la permittivité effective.

A partir de ces Equations et de la valeur de la phase mesurée en radian sur la Figure 2.16 (b), la position de la coupure a été déterminée : une distance  $L$  de 3.6 cm du port 1 est obtenue en accord avec la réalité.

De toute évidence, la corrosion localisée peut se produire sans conduire à une coupure schématisée par la création d'un espace d'air sur le ruban d'une ligne microruban. Dans le but d'étudier l'influence d'un défaut, des simulations ont été effectuées en considérant des défauts de différentes formes (cercles, carrés ...). La Figure 2.17 (a) présente 3 défauts sous forme de cercles d'un diamètre  $d$ . Les simulations HFSS sont présentées sur la Figure 2.17 (b). A partir de ces résultats, il apparaît que la présence des défauts sur un ruban n'a pas d'effet remarquable sur la transmission du signal tant que leurs diamètres  $d$  reste inférieurs à la longueur d'onde. A titre d'exemple, à  $f = 1$  GHz la longueur d'onde, calculée à partir de l'Equation 2.14, est de  $\lambda = 0,15$  m. Donc afin de visualiser les défauts créés par la corrosion à cette fréquence, il faut que la taille des défauts soit égale ou supérieure à la longueur d'onde 0.15 m.

$$\lambda = \frac{c}{f} \quad \text{Equation 2.14}$$

- $\lambda$  est la longueur d'onde (m),
  - $c$  est la vitesse de la lumière  $3 \times 10^8$  m/s,
- $f$  est la fréquence (Hz).



**Figure 2.17 : Simulation d'une ligne microruban avec la présence des défauts sur le ruban (a) et la transmission du signal obtenue en fonction de la taille des défauts (b).**

#### 2.2.2.4 Synthèse

Suite à ces simulations, l'étude de la propagation microonde sur la région fréquentielle étudiée fait apparaître les résultats suivants :

- La corrosion uniforme :
  - Une baisse de la transmission à haute fréquence.
  - l'épaisseur et de la résistivité de la ligne peuvent être déduite de la dépendance fréquentielle observée
- La corrosion localisée :
  - La largeur d'une coupure, causée par la corrosion, peut être détectée en visualisant le module du paramètre de transmission.
  - La position de la coupure peut être à son tour estimée par une analyse de la phase des paramètres de réflexions.

### 2.2.3 Origine de l'atténuation du signal dans une ligne microruban

Les pertes observées par les simulations HFSS lors de l'étude de la corrosion uniforme sont associées à la variation de l'épaisseur  $t$  et à la résistivité électrique  $\rho$ . En examinant les 3 types de pertes de la ligne microruban, citées précédemment, nous constatons que les pertes observées en simulations HFSS, ne correspondent pas aux pertes diélectriques puisque le facteur de dissipation du substrat en verre utilisé reste constant. Les pertes par rayonnement sont quant à elle faibles devant les pertes observées. Les pertes conducteurs sont donc les responsables de l'atténuation du signal observée au cours des simulations. La description mathématique des pertes conducteurs doit donc nous permettre de mieux comprendre les résultats obtenus par les simulations.

#### 2.2.3.1 Modélisations des pertes conducteurs dans une ligne microruban

Les formules des pertes pour une ligne microruban dans les conducteurs de surface métallique plane sont détaillées dans « Losses in microstrip » de Pucel et al [2.8] :

- Pour  $1/2\pi < W/h \leq 2$  :

$$\alpha_c \propto \frac{R_s}{Z_0 \times h} \cdot A \quad \text{Equation 2.14}$$

- $W$  est la largeur du ruban,
- $R_s$  est la résistance de surface donnée par l'Equation 2.7,
- $Z_0$  est l'impédance caractéristique,
- $h$  est la hauteur du substrat.

Le facteur géométrique  $A$  est donné par l'Equation 2.15:

$$A = \frac{8.68}{2\pi} \times \left[ 1 - \left( \frac{w'}{4h} \right)^2 \right] \times \left\{ 1 + \frac{h}{w'} + \frac{h}{\pi w'} \left[ \ln\left( \frac{2h}{t} \right) - \frac{t}{h} \right] \right\} \quad \text{Equation 2.15}$$

La largeur équivalente du ruban  $W'$  est donnée par l'Equation 2.16 :

$$w' = w + \frac{t}{\pi} \ln\left(\frac{2h}{t} + 1\right) \quad \text{Equation 2.16}$$

- $t$  est l'épaisseur de métallisation.

Les équations précédentes permettent une discussion des résultats obtenus par les simulations. En diminuant l'épaisseur  $t$  du ruban métallique, les simulations HFSS prédisent une augmentation importante des pertes RF. Elles sont interprétées par la présence de l'épaisseur de peau à la surface de la ligne conductrice où l'onde RF se propage. D'après l'Equation 2.8, pour le zinc utilisé en simulation HFSS ( $\rho = 6 \times 10^{-8} \Omega.m$ ), l'épaisseur de peau est de  $5,5 \mu m$  à  $0,5 \text{ GHz}$ . D'après les résultats obtenus sur la Figure 2.8 (a), pour une épaisseur  $t$  de  $40 \mu m$  et  $10 \mu m$ , nous n'obtenons pas d'atténuation du signal. Lorsque l'épaisseur  $t$  de la ligne conductrice est du même ordre ou inférieure à cette valeur, la propagation RF est perturbée et les pertes augmentent. La baisse de transmission observée s'explique alors parfaitement dans ce cas par des épaisseurs des conducteurs inférieures à l'épaisseur de peau. L'augmentation des pertes à haute fréquence représentée sur la Figure 2.8 pour  $t = 0,1 \mu m$  est également expliquée par les effets de peau. En effet, lorsque la fréquence augmente, l'épaisseur de peau devient très faible et limite le courant à la surface du conducteur. Ceci entraîne une augmentation de la résistance électrique de la couche conductrice.

Les pertes associées à l'effet de peau sont inclus dans les équations 2.14-2.16. Elles dépendent des paramètres géométriques de la ligne (facteur  $A$  et donc  $t$ ), de sa résistivité électrique et de la fréquence. La variation fréquentielle de la transmission peut permettre donc via ces équations de remonter aux paramètres de la ligne et donc déterminer l'épaisseur et la résistivité de la ligne. Cependant, malgré la capacité des équations (2.7, 2.8, 2.14, 2.16) à fournir les explications sur les simulations observées, il est à noter qu'ils sont issus de la règle d'inductance détaillée par Wheeler [2.9] qui est relativement simple mais inapplicable pour des couches de faibles épaisseurs. Récemment, un modèle pour représenter les lignes microrubans en couches minces a été proposé par Schnieder et Heinrich [2.10]. Les approximations ont été réalisées en :

- En basse fréquences où toutes les dimensions de la ligne sont inférieures à l'épaisseur de peau.
- A haute fréquence, où toutes les dimensions sont supérieures à l'épaisseur de peau.

Dans notre cas, pour le zinc, l'épaisseur de peau est égal à 5,5  $\mu\text{m}$  à 0,5 GHz, une valeur supérieure à l'épaisseur  $t = 0.1 \mu\text{m}$  dont les pertes sont observées, mais inférieure à la largeur du ruban  $W = 1.6 \text{ mm}$ . La ligne microruban étudiée appartient donc à un cas intermédiaire où aucune simplification théorique ne peut être appliquée. Ce problème peut néanmoins être résolu, mais exige un long développement [2.10].

### 2.2.3.2 Modélisation de la ligne microruban soumise à la corrosion

Les résultats issus de capteurs de corrosion doivent être facilement interprétables, sans avoir recours à des simulations. Pour cela, dans cette partie, nous présentons les schémas équivalents possibles de ligne microruban lors de sa corrosion.

#### ➤ Ligne microruban : effet corrosion uniforme

Comme détaillé dans l'étude [2.10], la ligne microruban peut être modélisée par un circuit équivalent comme le montre la Figure 2.18.

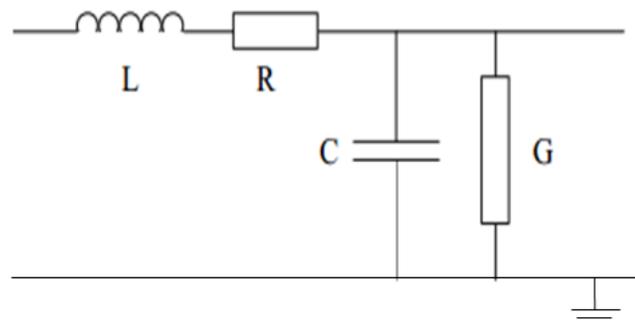


Figure 2.18 : Schéma électrique équivalent d'une ligne microruban.

Les équations caractéristiques de la ligne microruban ont été largement étudiées et décrites notamment dans l'ouvrage de référence « Microstrip Lines and Slotlines » de Gupta [2.12]. Les principales caractéristiques de la ligne sont :

- L'impédance caractéristique est donnée par Equation 2.17 :

$$Z_c = \sqrt{\frac{R + jL\omega}{G + jC\omega}} \quad \text{Equation 2.17}$$

Avec :

- R est la résistance en série ( $\Omega/m$ ), représente les pertes du conducteur.
- L est l'inductance en série (H/m).
- G est la conductance parallèle (S/m), représente les pertes du diélectrique ( $= \infty$ ).
- C est la capacité parallèle (F/m),
- $\omega$  est la pulsation en fonction de la fréquence.

- La constante de propagation  $\gamma$  est définie par l'Equation 2.18 :

$$\gamma = \sqrt{(R + jL\omega)(G + jC\omega)} = \alpha + j\beta \quad \text{Equation 2.18}$$

- $\alpha$  représente les pertes de la ligne (Np/m),
- $\beta$  la constante de phase (rad/m).

$$\beta = \frac{2\pi}{\lambda}, \lambda \text{ étant la longueur d'onde guidée dans la ligne.}$$

Dans ce contexte, nous avons utilisé le simulateur ADS développé par Agilent Technologies. Ce logiciel offre une simulation rapide de circuits complexes comportant des éléments localisés (selfs, capacités...) représentés par des circuits équivalents. Les simulations ADS ont confirmé les résultats obtenus dans le cas d'une baisse d'épaisseur du ruban, de l'augmentation de sa résistivité de la création d'un gap. Mais cette méthode ne prend pas en compte les interactions électromagnétiques, tel que la superposition d'une couche de produit de corrosion.

Comme détaillé précédemment, la variation de l'épaisseur  $t$  et de la résistivité électrique  $\rho$  du ruban provoquent des pertes RF, qui doivent affecter principalement la résistance R du circuit équivalent.

### ➤ **Ligne microruban : effet de la coupure sur le ruban**

Pour expliquer les pertes observées à basse fréquence lors de la coupure de la ligne, nous considérons le circuit équivalent représenté sur la Figure 2.19 [2.11]. Le circuit équivalent est constitué des condensateurs C, C1 et C2 responsables de l'effet capacitif créé par le gap.

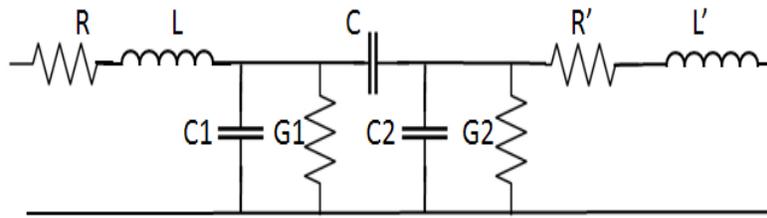


Figure 2.19 : Circuit équivalent d'une ligne microruban à ruban coupé.

## 2.2.4 Mesure expérimentale du signal RF et l'évolution de la résistance électrique R au cours de la corrosion de la ligne microruban

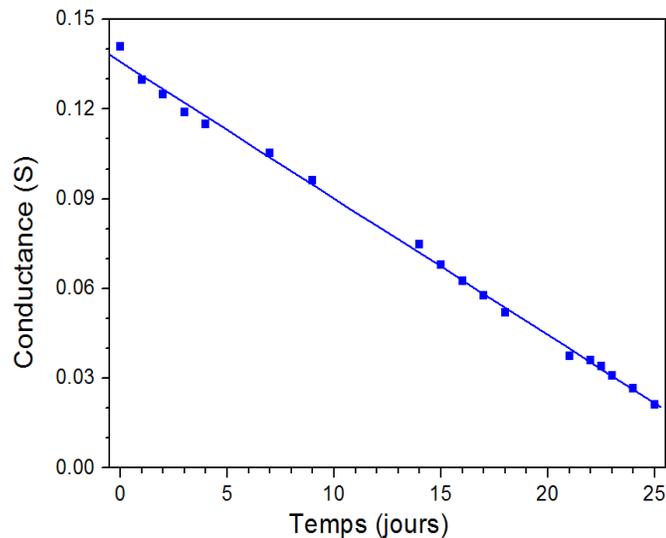
Au cours de cette étude, le contrôle de l'évolution de la corrosion s'effectue en mesurant les paramètres S en transmission à hautes fréquences, ainsi que la variation de la résistance électrique du matériau en contact avec un milieu corrosive de manière simultanée. Afin de valider les simulations, une ligne microruban constituée d'un ruban en zinc a été exposée à 97 % d'humidité (voir Annexe 2). Sous une telle condition d'exposition (pas trop agressive), la corrosion peut être considérée comme uniforme. Nous considérons un ruban de  $2 \mu\text{m}$  d'épaisseur et 1.6 mm de largeur déposé sur un substrat en verre d'une hauteur de 1 mm et 5 cm de longueur totale de la ligne microruban, ces dimensions doivent être respectées afin d'obtenir une ligne microruban adaptée à  $50 \Omega$ .

### 2.2.4.1 Evolution de la résistance électrique R

Sur la Figure 2.20, la variation de la conductance électrique de la ligne conductrice est clairement mise en évidence par une baisse linéaire et une vitesse constante de la corrosion confirmant le processus de corrosion uniforme. Dans une première approche, comme détaillé dans [2.13], ce comportement peut être attribué à une variation de l'épaisseur du métal  $t$  : La variation de la conductance est expliquée par une diminution de l'épaisseur initiale de  $2 \mu\text{m}$  ( $R = 7 \Omega$  mesurée) de métal à 300 nm ( $R = 47 \Omega$  mesurée) après 25 jours d'exposition à la corrosion. L'épaisseur finale est calculée grâce à l'Equation 2.19 suivante :

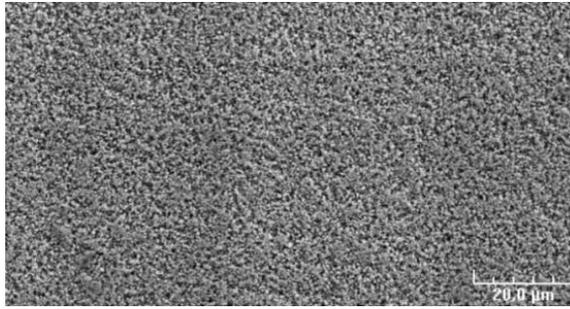
$$\Delta e = e_0 \left( 1 - \frac{1}{\frac{\Delta R}{R_i} + 1} \right) \quad \text{Equation 2.19}$$

- $\Delta e$  est la différence entre l'épaisseur initiale et la finale,
- $e_0$  est l'épaisseur initiale = 2  $\mu\text{m}$ ,
- $\Delta R$  est la variation de la résistance électrique au cours de la corrosion = 40  $\Omega$ ,
- $R_i$  est la résistance initiale = 7  $\Omega$ .



**Figure 2.20 : Mesure de la conductance électrique du zinc au cours de la corrosion.**

En considérant l'Equation 2.9 de la résistance électrique  $R$  et avec une valeur initiale de 7  $\Omega$ , la valeur expérimentale de la résistivité électrique du zinc est de  $4.4 \times 10^{-7} \Omega \cdot \text{m}$ . Cette valeur est supérieure à la valeur théorique. Cette différence est expliquée par la nature poreuse des surfaces du film mince de zinc déposé par pulvérisation cathodique comme le montre la Figure 2.21.



**Figure 2.21 : Morphologie de la ligne du Zn obtenue en MEB.**

Au cours d'un 2<sup>ème</sup> essai, nous avons corrodé une ligne microruban en zinc, de 2 µm d'épaisseur, sur un substrat FR4 pendant 10 jours. La Figure 2.22 présente la variation de la conductance électrique, nous notons que la résistance électrique avant corrosion de la ligne est égale à 14 Ω ( $C = 0.07$  S). Après 10 jours de corrosion la résistance électrique atteint 60 Ω ( $C = 0.16$  S). La courbe bleue obtenue n'est pas une droite. Ceci indique une vitesse de corrosion variable. En comparant la Figure 2.20 et la Figure 2.22, nous voyons clairement l'effet du substrat FR4 sur la morphologie du dépôt métallique (14 Ω au lieu de 7 Ω) et sur la cinétique de la corrosion. Avec un substrat FR4, la corrosion du zinc est beaucoup plus rapide, ce résultat est expliqué par la nature rugueuse du FR4 par rapport au verre. La Figure 2.23 présente une étude au profilomètre optique, Wyko NT1100, de la surface d'un dépôt en zinc sur un substrat en verre (Figure 2.23 (a)) et sur un substrat FR4 (Figure 2.23 (b)). Nous observons clairement une rugosité forte du substrat FR4 par rapport au verre, par conséquent le dépôt du zinc n'est pas bien distingué sur le FR4. Afin de s'affranchir des effets du substrat sur la nature du film, nous considérerons par la suite uniquement des substrats en verre, ayant un excellent état de surface.

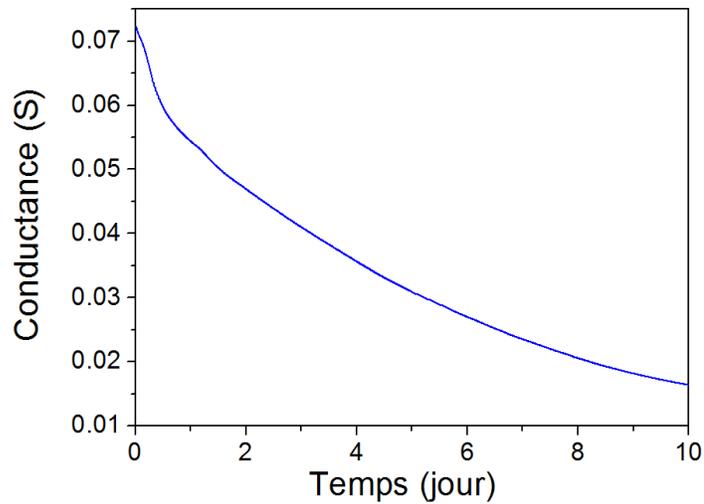


Figure 2.22 : Mesure de la conductance électrique du zinc, sur un substrat FR4, au cours de la corrosion.

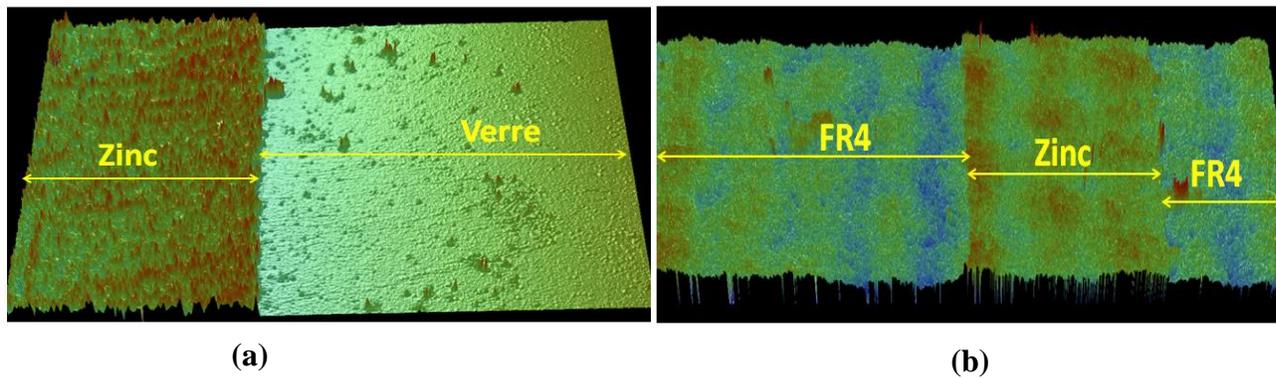
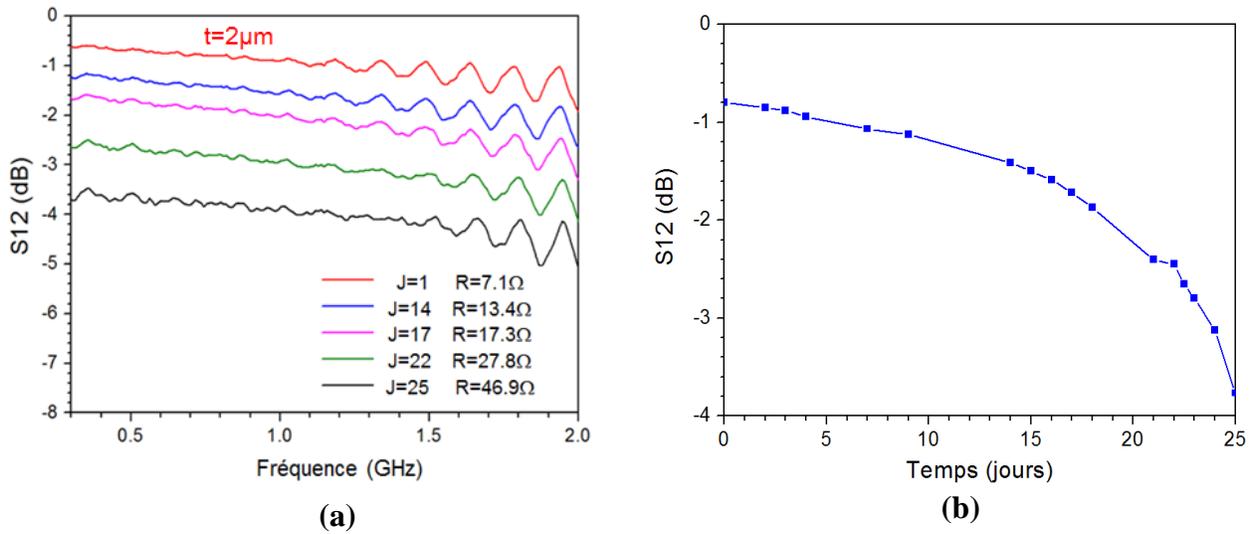


Figure 2.23 : Profil 3D de la surface d'un dépôt du zinc sur un substrat en verre (a) et sur un substrat FR4 (b).

#### 2.2.4.2 Evolution de la propagation des ondes électromagnétique

L'augmentation de la résistance au cours de la corrosion, observée dans la partie précédente doit également entraîner des modifications de la propagation des micro-ondes dans la ligne microruban. Sur la Figure 2.24, nous présentons la variation de la transmission de la ligne, lors de son exposition pendant 25 jours à 97 % d'humidité.

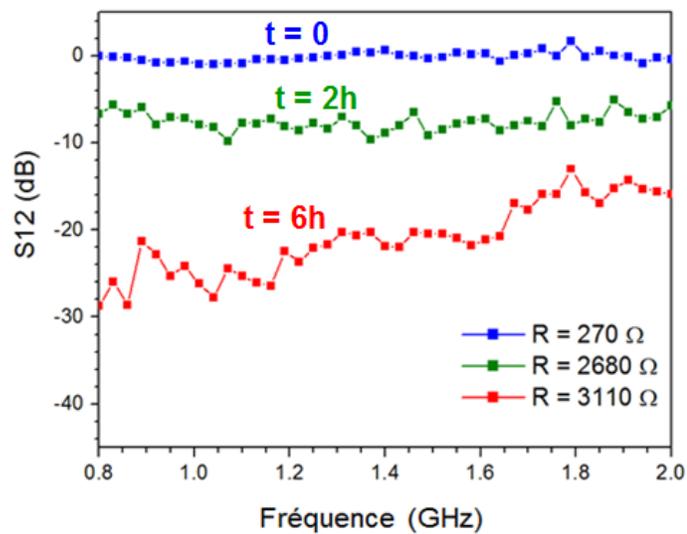


**Figure 2.24 : Mesure de la transmission du signal de la ligne microruban au cours de la corrosion (a) et la transmission  $S_{12}$  mesurée à 0.8 GHz (b).**

La Figure 2.24 (a) présente le paramètre  $S_{12}$  mesuré en fonction de la fréquence dans une bande de fréquence de 0,3 GHz à 2 GHz. Avant corrosion, la propagation des ondes RF est déjà légèrement perturbée (à 0.8 GHz  $S_{12} = -0.8$  dB) en raison de la faible épaisseur du ruban en zinc ( $t = 2 \mu\text{m}$  et  $\rho = 4.4 \times 10^{-7} \Omega\cdot\text{m}$ ) par rapport à l'épaisseur de peau calculée à partir de l'Equation 2.8 ( $12 \mu\text{m}$  à 0,8 GHz). Des pertes supplémentaires dues à la perte diélectrique du substrat en verre, sont observées à haute fréquence conduisant à une pente constante de la courbe  $S_{12}$ . La corrosion conduit à une diminution du signal RF à partir de -0,6 dB à -4 dB aux basses fréquences. Une telle variation de 3,2 dB est clairement indépendante de la fréquence. Cette baisse du signal RF est accompagnée par une augmentation de la résistance électrique mesurée simultanément. Les données expérimentales mesurées pendant 25 jours à 0,8 GHz sont rapportées sur la Figure 2.24 (b). Comme représentée sur cette figure, la transmission  $S_{12}$  peut être séparée en deux régions. Un comportement presque linéaire est observé pendant les 15 premiers jours, suivie d'une forte baisse de  $S_{12}$ . Ce résultat est expliqué par la forme non linéaire des Equations 2.14 à 2.16. Il semble alors que la surveillance de la corrosion soit possible à travers des mesures du paramètre  $S_{12}$ .

Afin d'accélérer la corrosion et d'atteindre plus rapidement son état final, une ligne microruban en zinc a été contaminée avec 3.3 g/l d'une solution salée à base de méthanol et de

sel, puis placée à 97 % d'humidité. Les résultats sont présentés sur la Figure 2.25. Une diminution de la transmission du signal RF est observée conduisant à une perte de -9 dB à 0.8 GHz durant les 2 premières heures de la corrosion. Cette interprétation est également soutenue par la valeur élevée de la de résistance électrique mesurée. Ceci s'explique, d'après les résultats présentés précédemment, par une corrosion uniforme conduisant à une baisse de la matière et la résistivité électrique des produits de corrosion. Après 6 h d'exposition à la corrosion, nous observons une forte perte du signal en basses fréquences traduisant un effet capacitif dû sûrement à une coupure du ruban.



**Figure 2.25 : Mesure du paramètre S12 en fonction de la fréquence au cours de la corrosion.**

Une inspection visuelle de la ligne microruban, après sa corrosion, est présentée sur la Figure 2.26. Nous voyons clairement l'apparition d'une fissure et de quelques défauts, cela confirme le comportement passe haut dû à la coupure. Ce dernier est entièrement expliqué par la dégradation totale et rapide de la ligne en présence de NaCl.

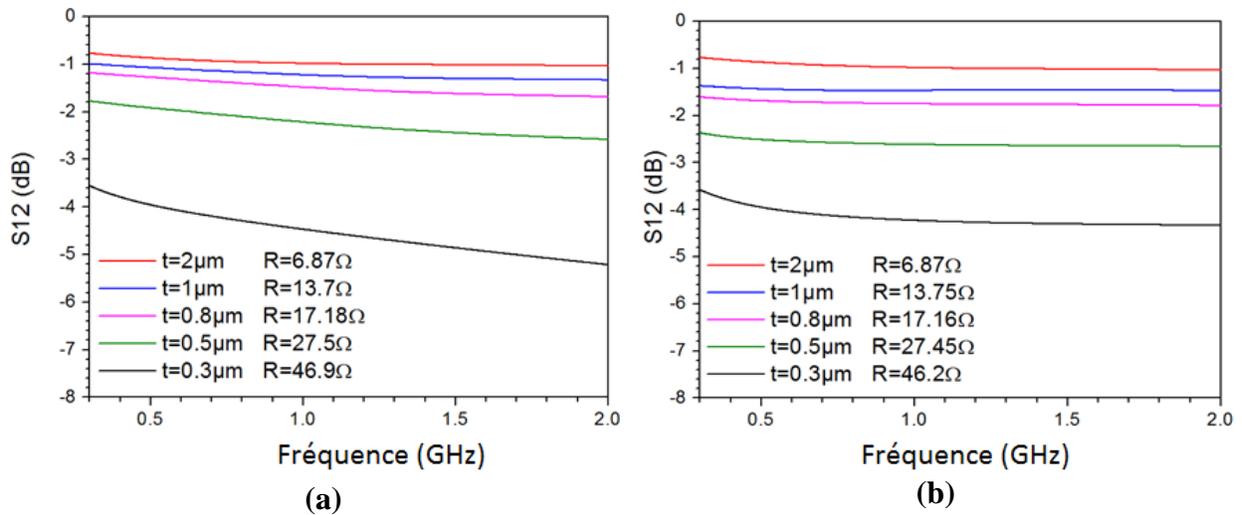


**Figure 2.26 : Ligne microruban, contaminée avec du NaCl, puis exposée à 97 % d'humidité pendant 6h.**

### **2.2.5 Comparaison des résultats théoriques et expérimentaux**

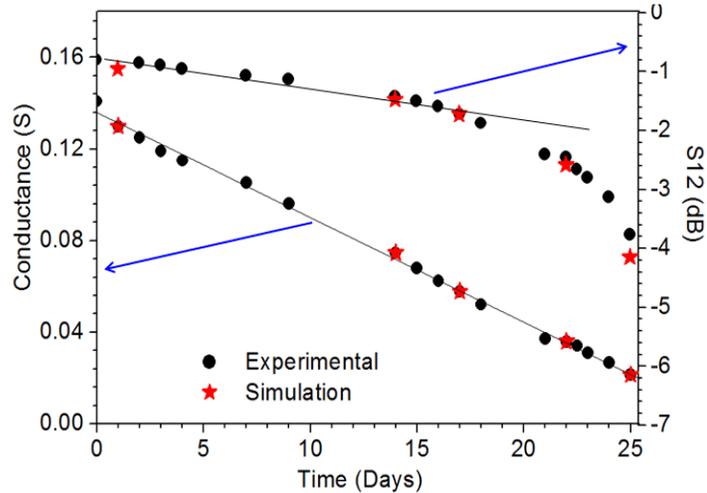
Afin d'exploiter davantage les résultats expérimentaux obtenus pour la surveillance de la corrosion, il est de la première importance d'extraire les paramètres physiques associés à la ligne conductrice à partir des données. Ceci est réalisé dans cette partie en comparant les résultats théoriques et expérimentaux. Pour cela, nous présentons sur la Figure 2.27 (a) les simulations HFSS effectuées avec la résistivité électrique mesurée expérimentalement ( $4.4 \times 10^{-7} \Omega.m$ ) pour la ligne microruban en zinc et en considérant une perte d'épaisseur homogène. Les valeurs de la résistance électrique  $R$  sont également données. Comme attendu, les pertes sont plus importantes que sur la Figure 2.8 (a) du fait d'une plus forte résistivité électrique.

Sur la Figure 2.27 (a), avant corrosion, en rouge, une épaisseur de  $t = 2 \mu m$  conduit à une perte initiale d'environ -0,6 dB à basse fréquence et une résistance électrique de  $6.87 \Omega$ , ce résultat est en bon accord avec les mesures de la Figure 2.24 (a). Comme nous nous y attendions, la diminution de l'épaisseur de la ligne conductrice induit une augmentation des pertes et des valeurs de la résistance électrique. Les pertes sont plus importantes à haute fréquence, ce résultat n'est pas en accord avec les résultats expérimentaux. Par conséquent, la représentation de la corrosion par une simple perte de matière homogène n'est pas valide et il est nécessaire de prendre en compte des effets supplémentaires afin de faire converger les mesures expérimentales et les simulations.



**Figure 2.27 : Simulation HFSS de la variation de S12 en fonction de l'épaisseur  $t$  du zinc ( $\rho = 4.4 \times 10^{-7} \Omega.m$ ) (a) et la variation de S12 en fixant une épaisseur totale de  $2,3 \mu m$  et en considérant des produits de corrosion ( $\rho' = 10^{-3} \Omega.m$ ) sur le zinc d'une épaisseur  $t$  (b).**

Pour atteindre une perte de S12 indépendante de la fréquence, un ruban à haute résistivité électrique et forte épaisseur doit être considéré, comme observé sur la Figure 2.12 (b). Cela implique la prise en compte dans les simulations HFSS d'un zinc métallique couvert par une couche de produits de corrosion. Ce résultat est d'ailleurs confirmé par une analyse, effectuée par un profilomètre. Sur la piste corrodée, l'épaisseur peut aller de  $2,3$  à  $2,8 \mu m$ , au lieu de  $300 \text{ nm}$  prévu par l'Equation 2.19. Pour confirmer ce comportement, nous présentons sur la Figure 2.27 (b) des simulations obtenues avec une épaisseur totale constante de  $2,3 \mu m$  constituée d'une couche de zinc métallique d'épaisseur  $t$  recouverte d'une couche d'une résistivité électrique  $\rho' = 10^{-3} \Omega.m$ . Les résistances électriques  $R$  correspondantes sont également affichées sur la Figure 2.27 (b). Comme observé, les pentes des courbes obtenues, notamment pour des faibles épaisseurs de zinc métallique, sont maintenant en grande partie supprimées menant, à un meilleur accord avec les données expérimentales. En comparant les valeurs de résistance électrique sur la Figure 2.27 (a) et (b), il apparaît que le rajout d'une couche de produits de corrosion, au cours des simulations, n'a aucune incidence sur la résistance électrique (DC) des lignes conductrices. L'interprétation des mesures de résistance reste donc valable avec une simple perte de matière.



**Figure 2.28 : Points noir : conductance électrique et la transmission S12 mesurée à 0.8 GHz en fonction de la durée d'exposition à partir de la Figure 2.20 et la Figure 2.24 (b). Etoiles rouge : résultats de simulations HFSS extraits de la Figure 2.27 (b).**

Pour mettre en évidence ce bon accord, les valeurs de simulation S12 obtenues à 0,8 GHz de la Figure 2.24 (b) sont rapportées sur la Figure 2.28 qui reprend également les données expérimentales S12 en fonction du temps d'exposition. Les étoiles rouges et les cercles noirs correspondent respectivement aux simulations et aux mesures. Un très bon accord est clairement affiché à la fois pour la résistance électrique R et les pertes du paramètre S12 à 0.8 GHz. Ce résultat démontre la sensibilité de la méthode RF aux produits de corrosion créés. De nombreuses simulations avec d'autres valeurs de  $\rho'$  ont été réalisées afin de parvenir à un tel résultat. Ce point est très important puisque les propriétés électriques de produits de corrosion jouent un rôle majeur dans les mécanismes de protection des matériaux contre la corrosion [2.14]. La simulation des résultats expérimentaux permet donc de déterminer la résistivité moyenne des produits de corrosion formés en surface.

### 2.3 Evolution de la propagation des ondes électromagnétique dans un résonateur soumis à la corrosion

Nous considérons dans cette partie les variations de la propagation microondes d'un résonateur stub soumis à la corrosion. Le résonateur étant constitué physiquement d'un ruban

conducteur, les résultats obtenus dans le chapitre précédent reste applicables. En particulier, la diminution de l'épaisseur du métal, la création des produits de corrosion isolants et la présence des coupures doivent entrainer un changement de propagation microonde dans le résonateur. Nous présentons donc tout d'abord les simulations HFSS des différents effets de la corrosion sur le résonateur stub. Des résultats expérimentaux sont ensuite comparés aux simulations. Afin de bien différencier les mécanismes de corrosion uniforme et localisée, deux exemples ont été sélectionnés. La corrosion du zinc et de l'aluminium, respectivement avec et sans chlorure à 97 % d'humidité, illustre respectivement des mécanismes uniformes et localisés.

### 2.3.1 Simulation de la corrosion avec des outils numériques

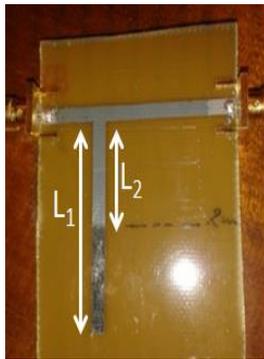
#### 2.3.1.1 Principe du résonateur sensible à la corrosion

Nous présentons sur la Figure 2.26 (a) un résonateur stub circuit ouvert en zinc, d'une épaisseur de 2  $\mu\text{m}$ , sur un substrat FR4 d'une permittivité de 4.6 et une épaisseur de 0.8 mm. Afin d'obtenir une structure adaptée à 50  $\Omega$ , la largeur du ruban conducteur est fixée à 1.5 mm. Le stub résonateur est divisé en deux parties ( $L_1$  et  $L_2$ ) comme le montre la Figure 2.29 (a). La partie supérieure du stub, notée  $L_2$ , de 0.6 cm de long, est protégée contre la corrosion, tandis que la partie inférieure du stub, notée  $L_1$ , mesurant 0.7 cm, est soumise à la corrosion. Pour étudier la réponse du capteur à la corrosion, nous avons inséré l'ensemble dans un milieu à 97 % d'humidité. Au cours de l'exposition, la partie protégée reste intacte tandis que la partie exposée devient noire. Le changement de couleur indique la transformation du zinc métallique en des produits de corrosion relativement isolants. D'un point de vue électrique, la corrosion conduit donc à une variation de la longueur initiale du stub de  $L_1 = 1.3$  cm à  $L_2 = 0.6$  cm et par conséquent à un décalage de fréquence de résonance, mesuré grâce aux paramètres S du VNA, comme l'indique la Figure 2.29 (b). La courbe en bleu indique une fréquence de résonance initiale  $F_{r1}$  mesurée à 3 GHz. En considérant l'Equation 2.20, nous vérifions bien que cette fréquence de résonance correspond à la longueur initiale du stub  $L_1 = 1.3$  cm.

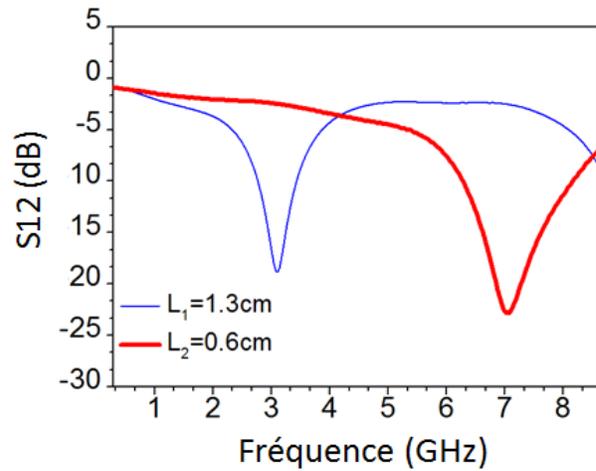
$$L_{stub} = \frac{\lambda}{4} = \frac{c}{4 \times F_r \times \sqrt{\epsilon_{eff}}} \quad (m) \quad \text{Equation 2.20}$$

- $L_{stub}$  est la longueur du stub,
- $\lambda$  est la longueur d'onde,

- $c$  est la vitesse de la lumière,
- $F_r$  est la fréquence de résonance,
- $\epsilon_{\text{eff}}$  est la permittivité effective du milieu = 3.4 pour FR4.



(a)



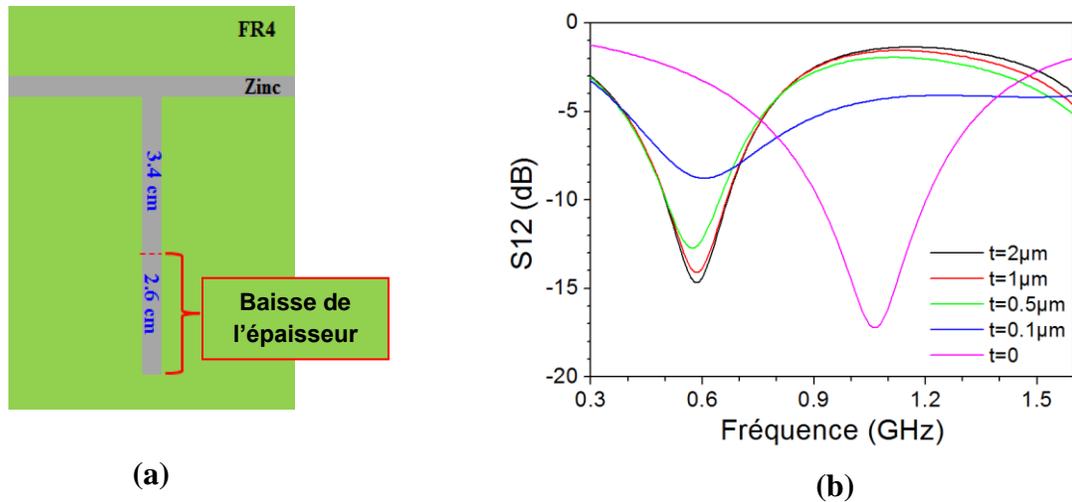
(b)

**Figure 2.29 : Stub résonateur après corrosion (a) et le décalage de la fréquence de résonance provoqué par le processus de corrosion (b).**

Après corrosion à l'humidité, la mesure de la transmission du signal du résonateur permet d'obtenir un décalage fréquentiel vers  $F_{r2} = 7$  GHz présenté par la courbe rouge. Ce résultat correspond à la longueur  $L_2 = 0.6$  cm, soit la longueur de la partie protégée du stub.

### 2.3.1.2 Etude de l'influence de l'épaisseur et de la résistivité électrique du stub

Afin d'étudier le passage de la fréquence  $F_{r1}$  à  $F_{r2}$  lors de la corrosion d'un stub, des simulations HFSS ont été réalisées. Pour cela, un stub en zinc de longueur 6 cm, comportant une partie protégée de 3.4 cm et une partie exposée de 2.6 cm a été considéré. La résistivité du zinc utilisé pour les simulations est, celle obtenue précédemment, de  $4.4 \times 10^{-7} \Omega.m$ . La Figure 2.30 présente la géométrie du stub, ainsi qu'une simulation de la diminution de l'épaisseur, de la partie exposée, de  $2 \mu m$  à  $0.1 \mu m$ .



**Figure 2.30 : Simulation HFSS de la baisse de l'épaisseur du stub (a) et le résultat fréquentiel obtenu (b).**

La Figure 2.30 (b) présente la transmission S12 sur une plage de fréquence 0.3/1.6 GHz pour différentes épaisseur  $t$ . Nous observons pour  $t = 2 \mu\text{m}$  une résonance à 0.6 GHz qui correspond à la longueur du stub de 6 cm, cette longueur représente le quart de la longueur d'onde à 0.6 GHz. La baisse de l'épaisseur du stub est accompagnée par une désadaptation à la fréquence de résonance (changement du niveau S12) suivie par un décalage de fréquence de résonance, lorsque  $t$  devient faible. La fréquence de résonance finale, une fois la partie exposée est complètement corrodée (épaisseur nulle), est de 1.05 GHz. Cette fréquence de résonance correspond à celle d'un stub de longueur 3.4 cm. Au cours de la corrosion, la transformation du métal conduit à un changement de propriétés électriques, en passant d'un conducteur à un isolant. Nous avons donc simulé sur HFSS cet effet en augmentant la résistivité électrique de la partie inférieure du stub comme présenté sur la Figure 2.31 (a). La Figure 2.31 (b) présente le résultat obtenu pour une résistivité électrique  $\rho$  variant de  $10^{-8} \Omega\cdot\text{m}$  à  $10^{-2} \Omega\cdot\text{m}$ . Un comportement similaire à celui observé sur la Figure 2.30 (b) pour une perte d'épaisseur est obtenu. En effet, une dégradation du coefficient de qualité suivi d'un décalage en fréquence est observée.

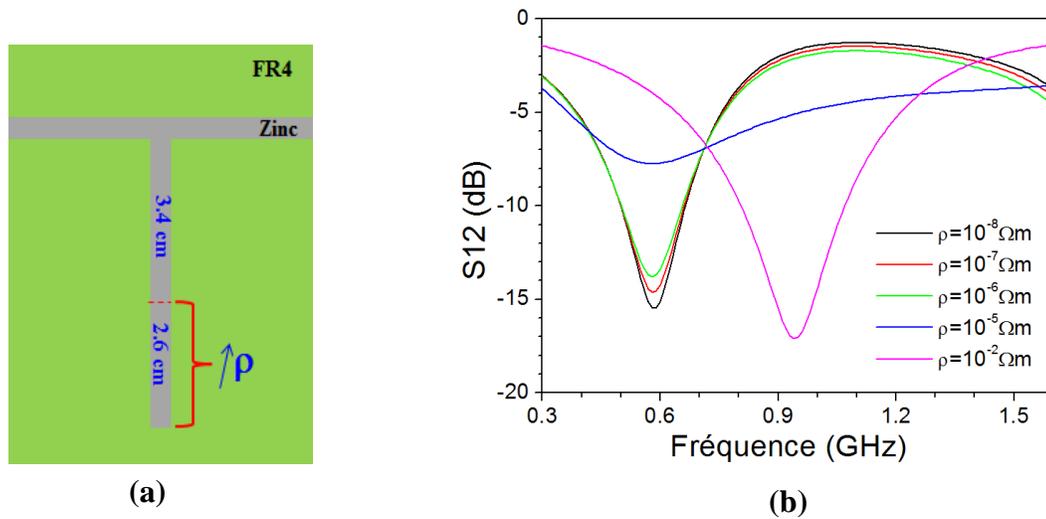
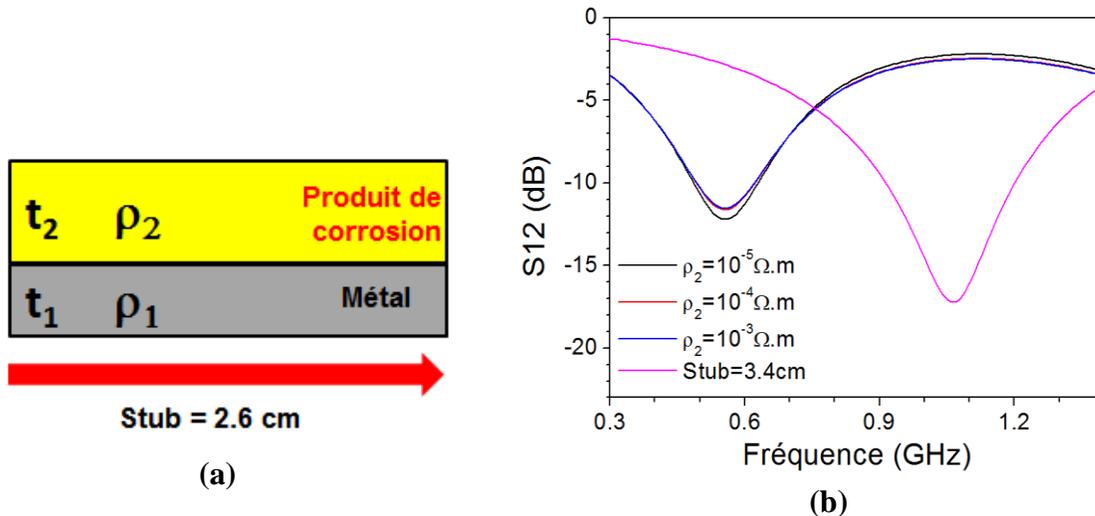


Figure 2.31 : Simulation HFSS en fonction de la résistivité électrique du stub (a) et le décalage fréquentiel obtenu (b).

### 2.3.1.3 Effet des produits de corrosions sur un stub

De la même façon que pour la ligne microruban, la Figure 2.32 (a) présente l'effet de la création d'une couche de produits de corrosion sur une faible épaisseur de stub. Le métal possède une résistivité électrique  $4.4 \times 10^{-7} \Omega.m$  et une épaisseur de  $0.3 \mu m$ , tandis que la couche de produit de corrosion a une épaisseur fixe de  $2 \mu m$  et une résistivité  $\rho_2$ . Au cours de la simulation HFSS la résistivité électrique  $\rho_2$  des produits de corrosion a été augmentée de  $10^{-5} \Omega.m$  à  $10^{-3} \Omega.m$ . Sur la Figure 2.32 (b), nous constatons que les produits de corrosion n'influence pas la propagation des ondes.



**Figure 2.32 : Schéma du stub avec une couche de produits de corrosion sur le zinc (a) et le résultat obtenu par une simulation HFSS en fonction de la résistivité électrique  $\rho_2$  des produits de corrosion (b).**

#### 2.3.1.4 Etude de l'influence de coupure et la création de défaut sur un stub

La Figure 2.33 (a) présente une simulation HFSS d'une coupure sur le stub située à 4.7 cm de son extrémité. Comme le montre la Figure 2.33 (b), lorsque la largeur du gap augmente à partir de 10  $\mu\text{m}$ , nous obtenons un décalage successif de la fréquence de résonance vers les hautes fréquences. Dès que le gap atteint 1 mm, la résonance finale obtenue correspond à la longueur 4.7 cm du stub restant. Le comportement observé est complètement différent de celui obtenu pour une perte de métal ou encore une augmentation de résistivité. Une telle différence peut être exploitée pour différencier les mécanismes de corrosion uniforme et localisé. La corrosion localisée ne s'effectue pas par la création de gap aussi parfait que ceux utilisés dans les simulations. D'autres types de défauts ont donc été créés sur le stub. A titre d'exemple, la Figure 2.34 présente la création d'un défaut circulaire sur le stub. Ce dernier n'a aucun effet sur la fréquence de résonance. En effet, tant que la taille du défaut créé est inférieure à la longueur d'onde  $\lambda$ , la résonance du stub reste inchangée. Si nous créons un défaut en cercle d'un diamètre de 1.2 mm comme le montre la Figure 2.34, en calculant la longueur d'onde à 0.3 GHz, nous obtenons  $\lambda = 54$  cm. Cette longueur d'onde est 45 fois plus grande que le défaut créé.

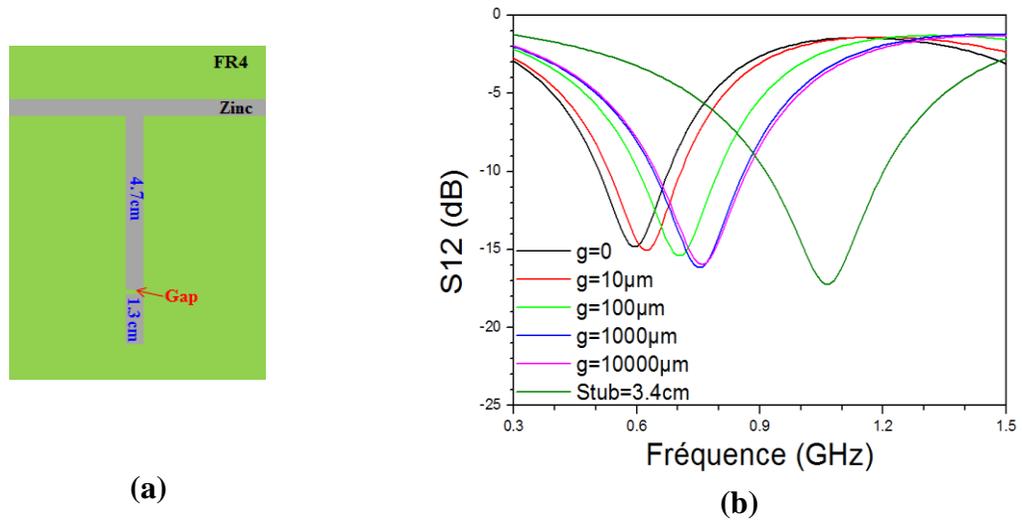


Figure 2.33 : Simulation HFSS d'une coupure sur le stub (a) et le décalage fréquentiel obtenu en fonction du gap g (b).

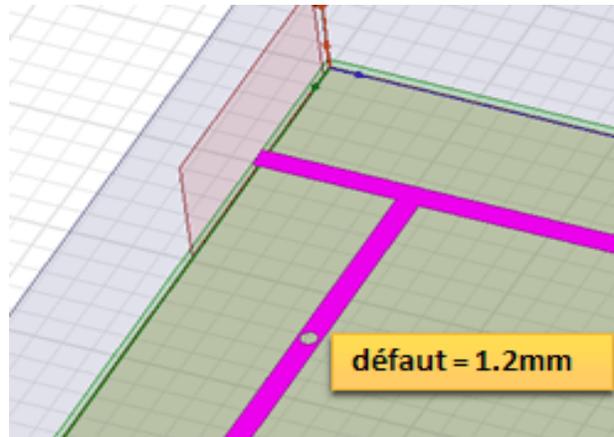


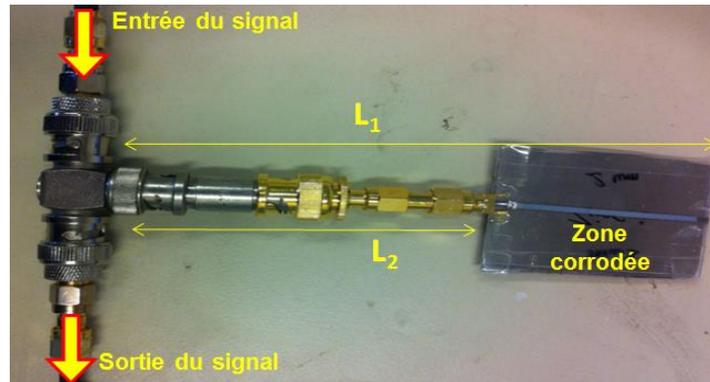
Figure 2.34 : Simulation HFSS d'un stub résonateur avec défaut.

## 2.3.2 Mesure expérimentale du signal RF au cours de la corrosion d'un stub

### 2.3.2.1 Stub en zinc

Sur la Figure 2.35, le résonateur stub est basé sur un coaxiale T, lié à une ligne en zinc de 2 μm d'épaisseur sur un substrat en verre. Avant corrosion la longueur totale du stub, qui prend en compte le coaxial ainsi que la ligne en zinc, est de  $L_1 = 13$  cm, cette longueur correspond à une

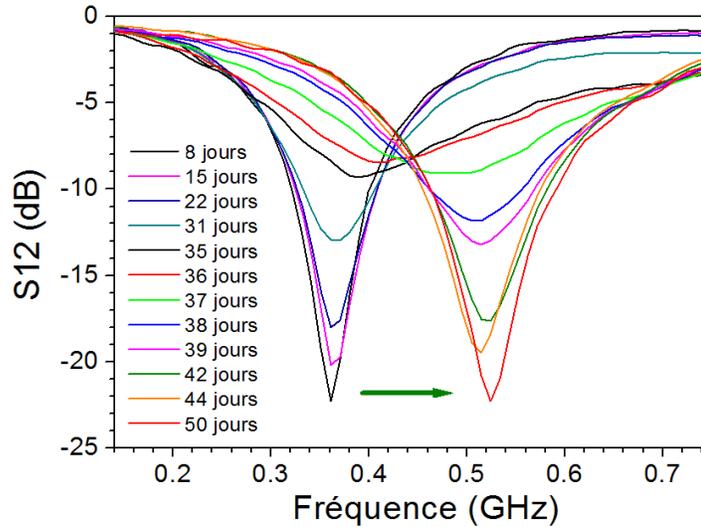
fréquence de résonance de 0.36 GHz. Après corrosion de la ligne microruban en zinc, nous nous attendons à une fréquence finale de 0.55 GHz qui correspond à la longueur  $L_2 = 9$  cm du coaxial.



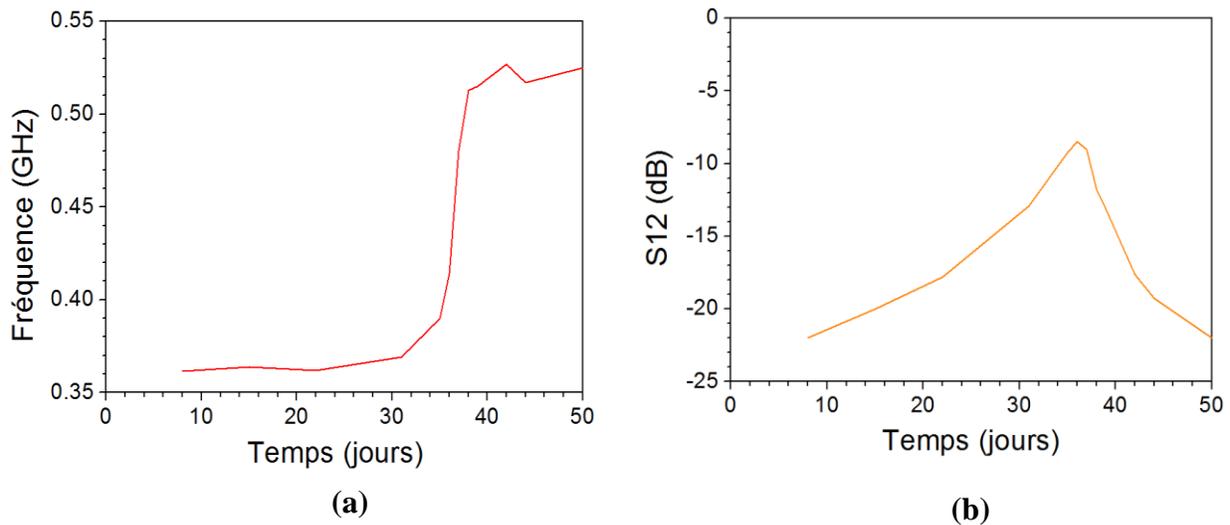
**Figure 2.35 : Résonateur stub basé sur un coaxial T et une ligne microruban en zinc.**

Comme le montre la Figure 2.36, avant corrosion, une fréquence de résonance de 0.36 GHz est obtenue. Au cours des premiers jours de la corrosion, une dégradation du facteur de qualité est observée associée à un changement du niveau S12 allant de -22 dB à -6 dB. Un décalage de fréquence de 0.36 GHz à 0.52 GHz est ensuite mis en évidence.

Nous présentons sur la Figure 2.37 (a) l'évolution de la fréquence de résonance pendant 50 jours de corrosion. Nous voyons clairement qu'au cours des premiers jours de corrosion, la fréquence initiale reste constante. Après 30 jours, un décalage fréquentiel est observé. Le niveau de la transmission du signal en S12 est présenté sur la Figure 2.37 (b). Une variation de transmission S12 est obtenue lors du changement de fréquence. Ces résultats sont très proches de ceux obtenus par simulation HFSS, présentés sur la Figure 2.30 et la Figure 2.31, et correspondant à baisse d'épaisseur et/ou une augmentation de la résistivité électrique du stub. Un bon accord est donc obtenu entre l'expérience et les simulations HFSS de corrosion uniforme, c'est-à-dire associées à une perte de métal. Notons que les simulations basées sur une perte de matière et sur un changement de résistivité sont identiques. Ceci s'explique, comme nous l'avons montré pour la ligne microruban, par une augmentation de la résistance lors de la baisse de l'épaisseur de métal.



**Figure 2.36 : Mesure de la variation de la fréquence de résonance du stub en zinc au cours de la corrosion.**



**Figure 2.37 : Mesure de la fréquence (a) et du niveau de la transmission S12 (b) en fonction de temps d'exposition du zinc à la corrosion.**

Sur le Tableau 2.2, nous présentons la variation de l'énergie à la fréquence de résonance d'un stub, lorsque l'épaisseur de la partie exposée du stub diminue de  $40\ \mu\text{m}$  à  $0.1\ \mu\text{m}$ . Malgré la baisse de l'épaisseur  $t$ , l'énergie n'est pas perdue mais conservée dans la ligne microruban. Ce résultat diffère de celui obtenu sur la ligne microruban où des pertes étaient identifiées.

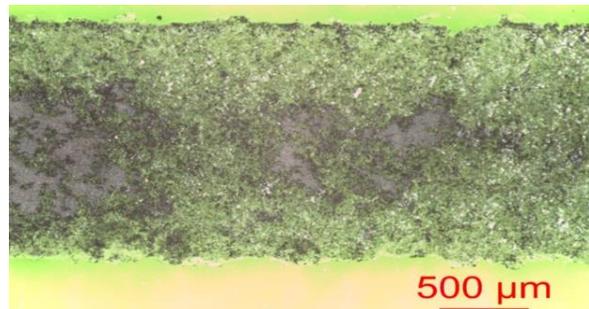
**Tableau 2.2 : Variation de l'énergie en fonction de l'épaisseur  $t$  d'une partie de stub à la fréquence de résonance.**

Epaisseur de la partie exposée du stub	$S11^2 + S21^2$ (%)
$t = 40 \mu\text{m}$	94
$t = 0.1 \mu\text{m}$	95

Afin de mieux comprendre les résultats obtenus, nous avons réalisé une caractérisation de la ligne en zinc par microscopie optique et par diffraction de rayon X. La Figure 2.38 (a) présente la ligne en zinc corrodée, après 50 jours en humidité. Comme le montre cette figure, la corrosion du zinc semble relativement uniforme. Cependant, certaines zones, présentent un stade plus avancé de corrosion. La Figure 2.38 (b) présente la morphologie d'une zone de la surface de zinc fortement corrodé. Différents type de produits de corrosion, possédant des couleurs différentes, apparaissent clairement. De plus, leur répartition spatiale n'est pas uniforme.



(a)



(b)

**Figure 2.38 : Ligne en zinc après 25 jours d'exposition (vue d'ensemble) (a) et la morphologie de la surface d'une zone corrodé (b).**

Afin de clarifier la nature des matériaux présents sur la ligne, nous présentons sur la Figure 2.39 les diagrammes de diffraction X de 2 zones de la ligne de zinc après exposition (Annexe 4). Cette étude fait apparaître sur les deux zones des pics de diffraction, qui sont attribués au zinc métallique (Zn) et aux produit de corrosion  $\text{Zn}_5(\text{CO}_3)_2(\text{OH})_6$  (hydrozincite). Néanmoins, la

proportion de zinc métallique, associée à l'intensité globale des pics de diffractions, en zone 1 est nettement supérieure, en comparaison de la zone 2. En conséquence, les espèces présentes sur la Figure 2.39 (b) sont certainement du zinc métallique (en gris) et de l'hydrozincite (blanc/transparent). Cependant, nous ne pouvons pas exclure la présence d'autres espèces sous forme amorphes, comme le ZnO. Cette analyse confirme donc la présence des produits de corrosion sur la ligne, en accord avec les résultats discutés précédemment. Elle montre également une corrosion nonuniforme sur l'ensemble de la ligne et l'apparition de zones où le métal a quasiment totalement disparu. Cet effet non homogène est cependant difficile à évaluer du fait de la difficulté de mesurer l'épaisseur du zinc métallique restant sur la ligne.

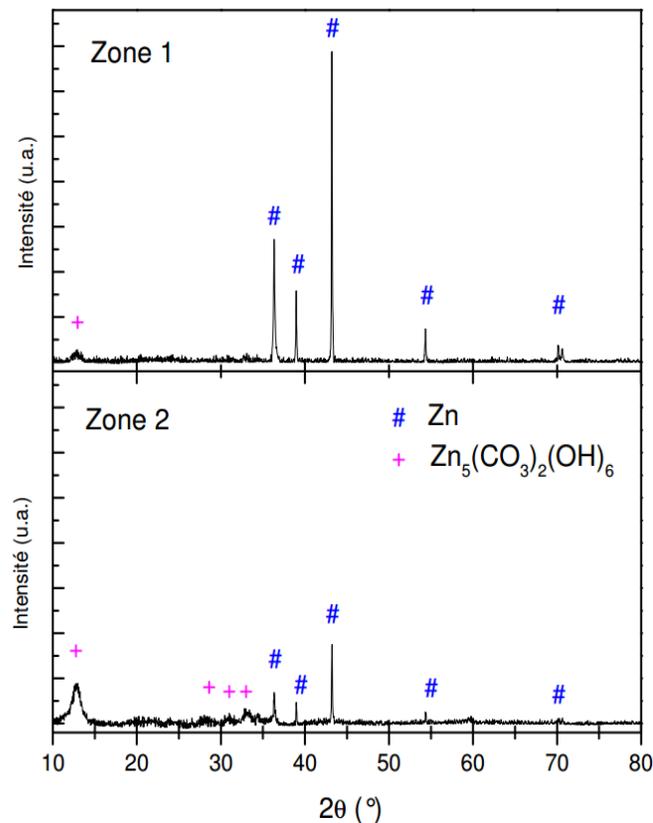
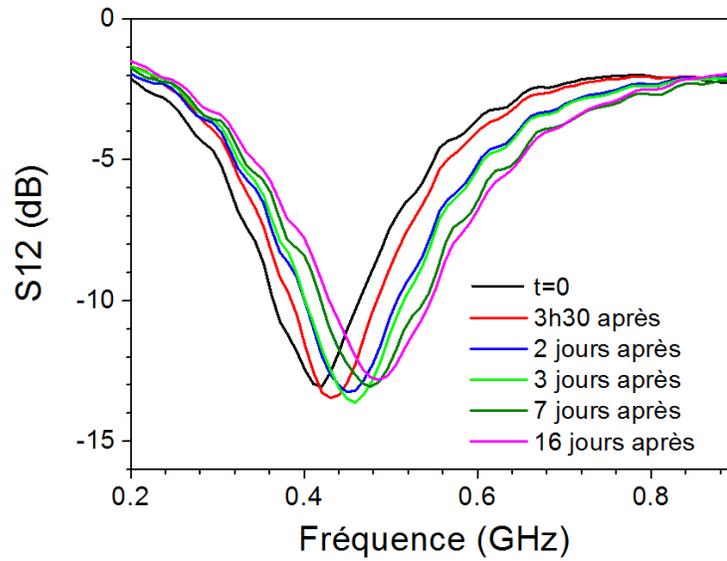


Figure 2.39 : Spectre de diffraction X de deux zones du Zn après corrosion.

### 2.3.2.2 Stub en aluminium

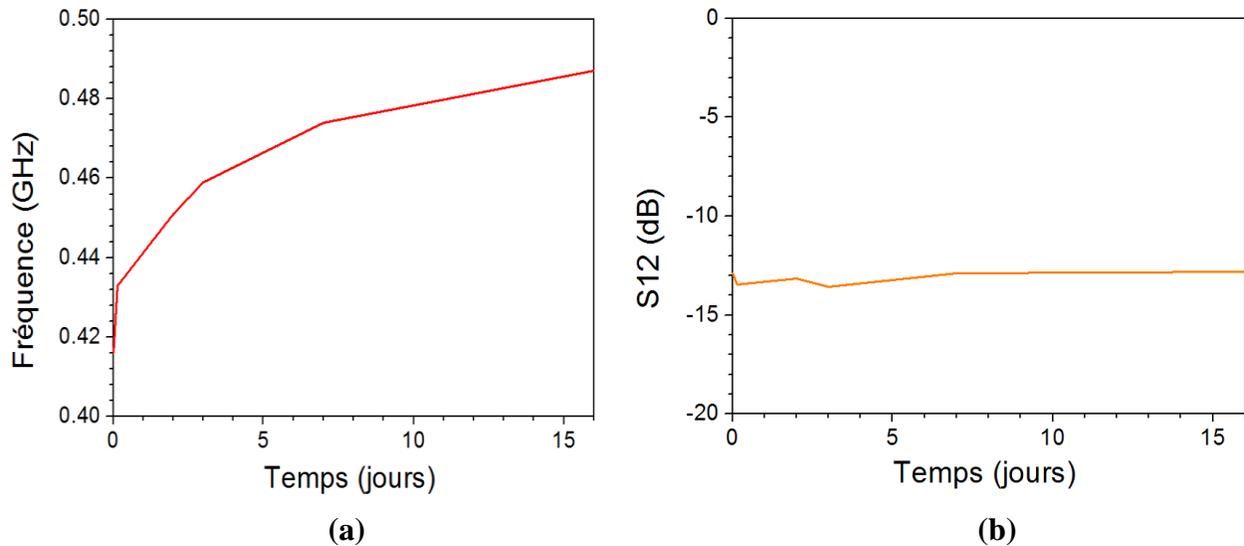
Nous présentons ici le résultat obtenu pour la corrosion d'un résonateur stub en aluminium d'une épaisseur de 300 nm déposé par PVD. Afin de simuler une corrosion localisée,

nous avons contaminé le métal avec 3.3 g/l d'une solution saline, l'ensemble est inséré ensuite dans un milieu de 97 % d'humidité. La Figure 2.40 présente la transmission du résonateur durant 16 jours de corrosion. La fréquence de résonance initiale est de 0.415 GHz. Contrairement aux résultats obtenus sur le zinc, un décalage en fréquence successif et régulier vers 0.487 GHz est observé.



**Figure 2.40 : Mesure du décalage de fréquence de résonance au cours de la corrosion.**

La variation de la fréquence de résonance est présentée sur la Figure 2.41 (a) au cours des 16 jours de corrosion. Un décalage régulier de fréquence de résonance est évident. Il s'explique par un changement d'impédance en bout de stub du fait de la création de capacités initiées par les défauts ou coupures. La Figure 2.41 (b) donne la transmission S12 en fonction du temps. Contrairement aux expériences menées sur le zinc, ce paramètre reste ici stable tout au long de la mesure. En comparant les résultats des simulations sur la Figure 2.33 et les données expérimentales, un très bon accord est clairement obtenu. Ceci confirme la possibilité de séparer les mécanismes de corrosion uniforme et localisée par l'utilisation du résonateur. L'utilisation de cette méthode peut être réalisée sur une plage fréquentielle nettement plus réduite.



**Figure 2.41 : Mesure de la fréquence (a) et du niveau de la transmission S12 (b) en fonction de temps d'exposition de l'aluminium à la corrosion.**

Afin de mieux comprendre les résultats RF obtenus lors de la corrosion de l'aluminium, une caractérisation microscopique de la ligne est réalisée. La Figure 2.42 présente la ligne en aluminium après 16 jours de corrosion.



**Figure 2.42 : MEB de la surface de l'aluminium après 16 jours d'exposition à la corrosion au chlore.**

La Figure 2.43 présente la morphologie de 3 zones de la ligne en aluminium après corrosion obtenue en MEB. Les cartographies élémentaires associées sont aussi présentées, de gauche à droite, aluminium, oxygène et silicium. La zone 1 présente un aluminium métallique avec une absence d'oxygène et de silicium. Les zones 2 et 3 présentent quelques coupures sur la surface. La zone 2 fait apparaître 2 aspects, le premier riche d'oxygène et de silicium et pauvre d'aluminium, ceci traduit clairement une fissure qui fait apparaître le substrat en verre ( $\text{SiO}_2$ ). Le

deuxième est pauvre en oxygène, sans Si mais riche en Al ce qui correspond à un aluminium métallique. Même observation en ce qui concerne la zone 3. La présence des fissures traduit clairement l'apparition du passe haut lors de la mesure de la transmission du signal RF.

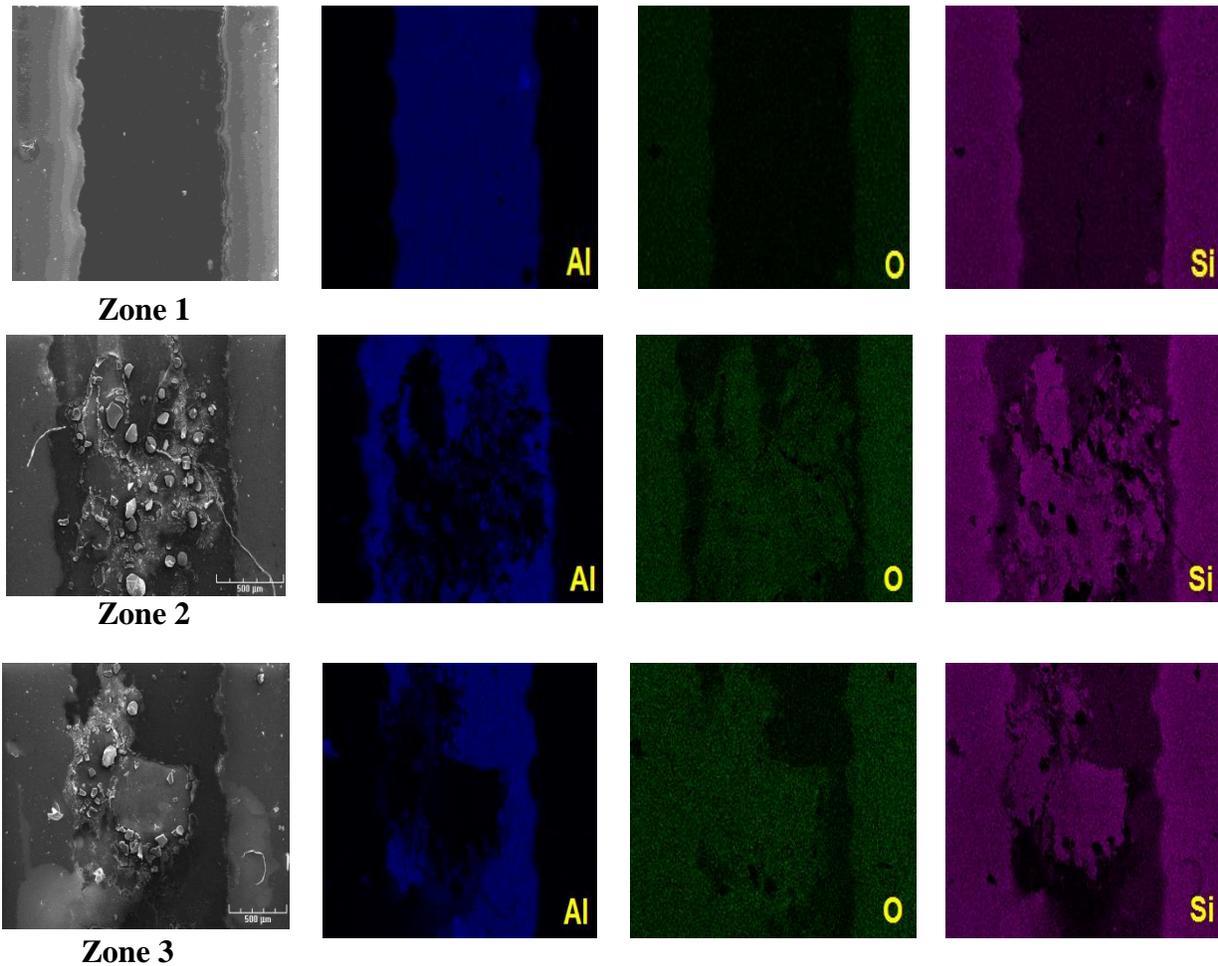


Figure 2.43 : Morphologie et cartographie élémentaire EDX de la surface de 3 zones d'aluminium après 16 jours d'exposition à la corrosion au chlore.

## 2.4 Développement de capteur de corrosion à partir des éléments sensibles

La partie précédente montre qu'il est possible de détecter la dégradation de métaux par une méthode RF. Afin de séparer les mécanismes uniformes et localisés, l'étude doit se faire sur une plage fréquentiel plus ou moins large. Cependant, en fonction de l'utilisation choisie, une telle

distinction n'est pas forcément obligatoire et un simple changement fréquentielle ou d'amplitude peut suffire. Dans ce contexte, nous proposons quelques applications associées aux éléments sensibles qui viennent d'être étudiés.

### 2.4.1 Capteur binaire basé sur un diviseur Wilkinson de puissance

Nous avons vu dans ce chapitre, le suivi de la corrosion pouvait être effectué par un contrôle de la propagation d'onde EM dans une ligne microruban. La dégradation de la ligne, au cours de la corrosion, induit des pertes et une baisse de l'amplitude du signal. Lorsque la ligne est complètement corrodée, une forte chute du signal transmis est observée suivie par une absence du signal, comme présenté sur la Figure 2.24 (b). L'absence du signal peut-être également expliqué par un dysfonctionnement du capteur. Pour éviter ce problème, nous proposons un mode de fonctionnement basé sur un capteur binaire à 2 états. Afin d'observer l'effet de la corrosion sur la propagation d'onde par variation d'amplitude, nous avons travaillé ici avec un diviseur de puissance Wilkinson 3 dB. Ce dispositif à trois ports est présenté sur la Figure 2.44. Il divise le signal d'entrée en deux signaux de sortie égaux, il a également l'avantage d'isoler le signal entre les deux ports de sortie port 2 et port 3.

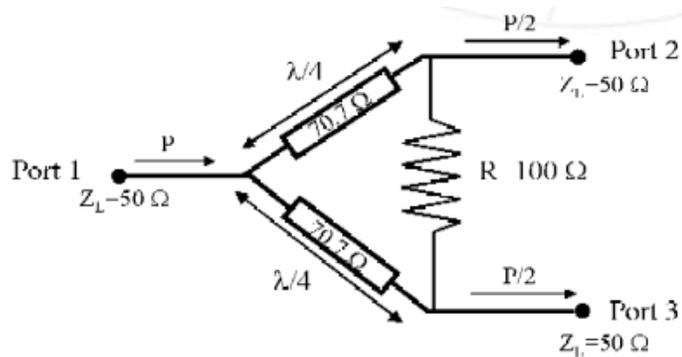


Figure 2.44 : Principe du diviseur Wilkinson à 2 sorties.

En utilisant le logiciel de simulation ADS, nous avons pu simuler ce dispositif, comme présenté sur la Figure 2.45. Les deux lignes de transmission du diviseur Wilkinson se composent de lignes microruban adaptées à 50 Ω. Ces dernières sont constituées d'un ruban d'une largeur de 1,5 mm sur un substrat FR4 d'une épaisseur de 0,8 mm. Les 2 signaux de sorties, sont séparés et

égaux grâce aux 2 lignes quart d'onde adaptées à  $70.7 \Omega$ . Une résistance de  $100 \Omega$  est ajoutée entre les 2 lignes quart d'onde.

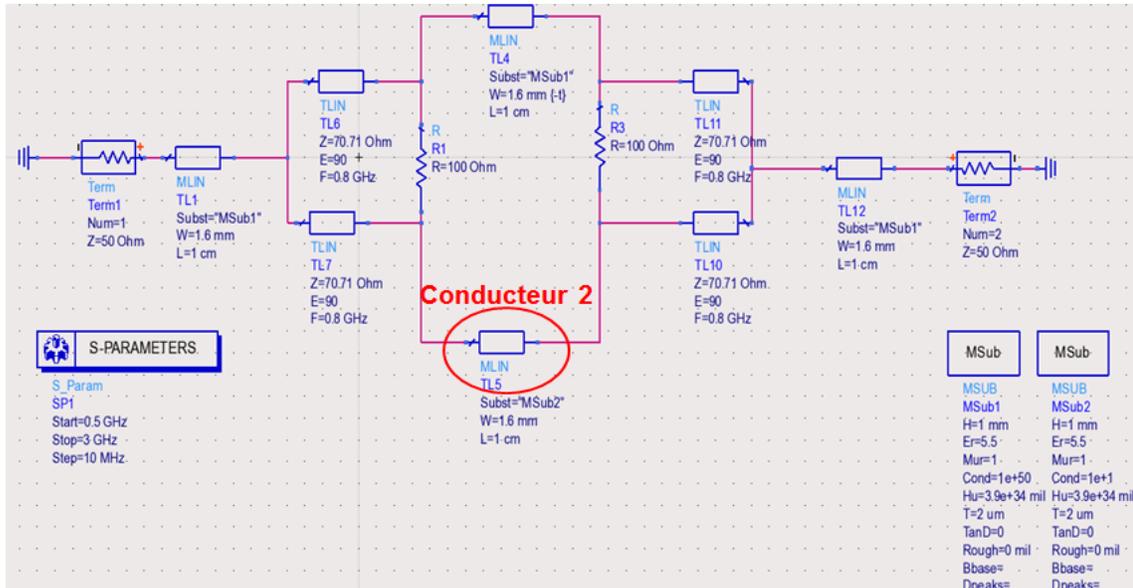
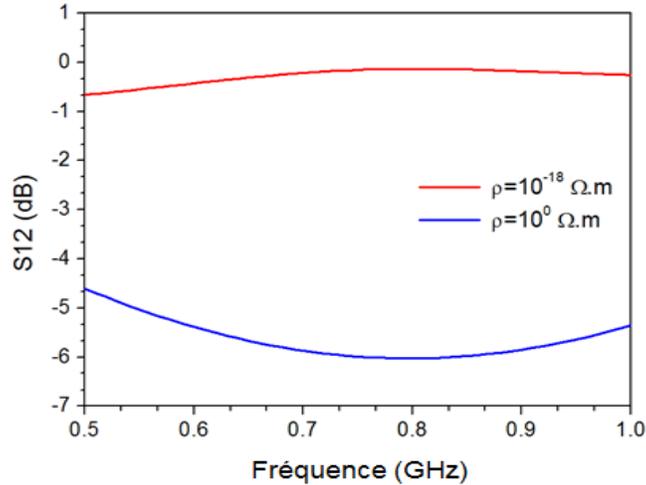


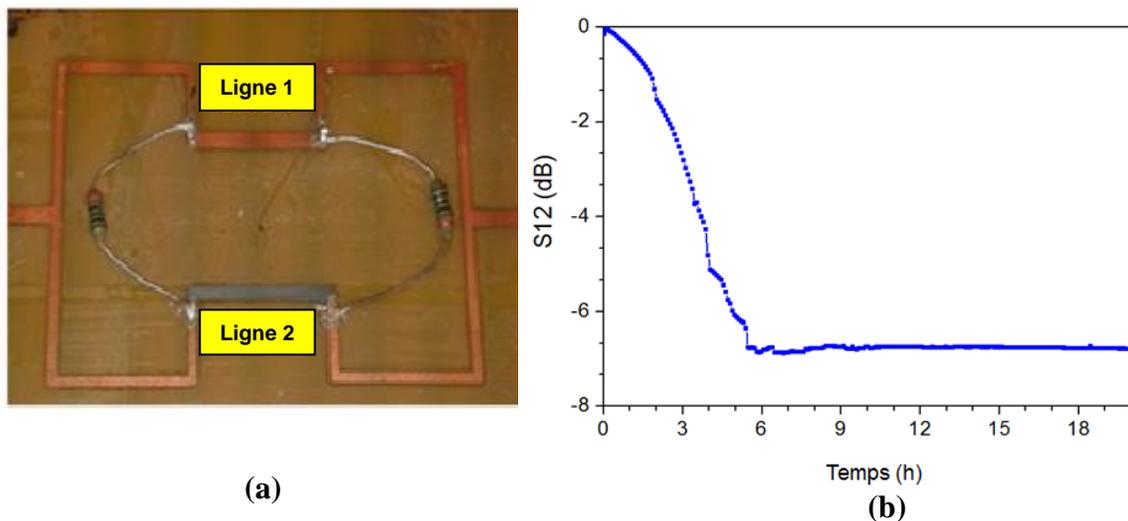
Figure 2.45 : Simulation du diviseur Wilkinson sur ADS.

Pour simuler le phénomène de la corrosion, nous avons augmenté la valeur de la résistivité électrique de la 2<sup>ème</sup> ligne microruban du diviseur Wilkinson, à partir d'un état conducteur ( $\rho = 10^{-18} \Omega.m$ ) à un état semi-conducteur ( $\rho = 1 \Omega.m$ ). Sur la Figure 2.46, nous présentons la transmission du signal entre le port d'entrée et le port de sortie en fonction de la fréquence. A la fréquence de résonance 0.8 GHz, une transmission parfaite est obtenue pour une faible résistivité. Lorsque la résistivité électrique de la 2<sup>ème</sup> ligne microruban est forte (corrosion), une atténuation de 6 dB est observée. Cela signifie la perte de la moitié du signal dans le 2<sup>ème</sup> conducteur. L'autre moitié du signal est conservée dans la 1<sup>ère</sup> ligne microruban.



**Figure 2.46 : La variation de la transmission du signal en fonction de la résistivité électrique de la 2<sup>ème</sup> ligne du diviseur Wilkinson.**

Afin de valider les simulations expérimentalement, nous avons déposé 2  $\mu\text{m}$  de zinc sur la 2<sup>ème</sup> ligne du diviseur Wilkinson. La 1<sup>ère</sup> ligne est constituée de cuivre et protégée de la corrosion, comme le montre la Figure 2.47 (a). La ligne 2, en zinc a été, pré-contaminée avec du NaCl, puis exposée à 97 % d'humidité.



**Figure 2.47 : Diviseur Wilkinson avec une ligne en zinc (a) et la réponse du diviseur au cours de la corrosion (0.8 GHz) (b).**

Sur la Figure 2.47 (b), en raison de la corrosion de la ligne en zinc, une atténuation du signal est observée en fonction du temps. Au total, une atténuation de 6,7 dB est obtenue, ce résultat correspond à la simulation ADS. Cette atténuation du signal est expliquée par une diminution de l'épaisseur du zinc métallique et / ou la croissance de produit de corrosion relativement résistifs.

Par la suite, nous pouvons imaginer un capteur de corrosion à plusieurs états. Pour cela, nous nous basons sur la proposition faite dans l'article [2.15] proposé par Qaroot et Dib. Ils ont conçu un diviseur de puissance Wilkinson, présenté sur la Figure 2.48, à 3 sorties. La puissance d'entrée est divisée comme suit: 50% au port2, 25% au port3, et 25% au port4. L'intérêt du système est développer une ligne en zinc très épaisse, puis 2 autres possédant des épaisseurs plus faibles. Lorsqu'une perte de métal connue sera atteinte, une transition similaire à celle observée sur la Figure 2.47 (b) sera détectée, mais avec un état transitoire supplémentaire.

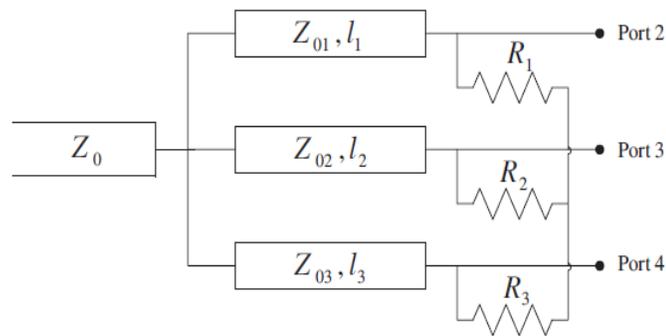
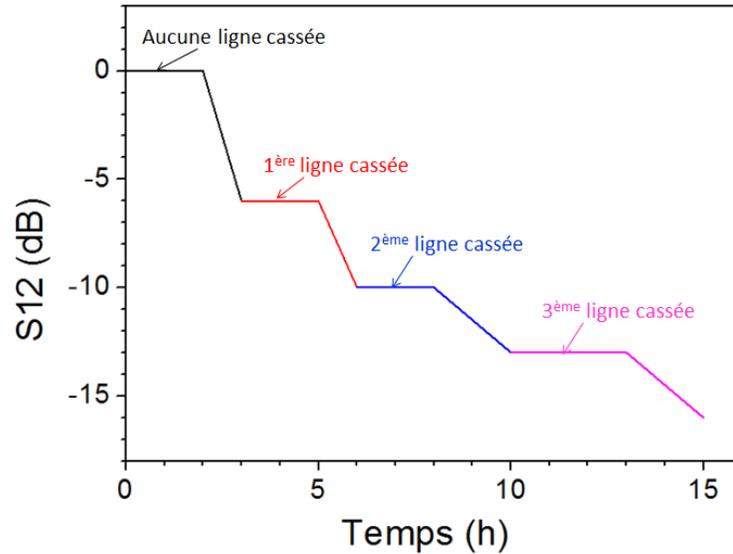


Figure 2.48 : Diviseur Wilkinson à 3 sorties.

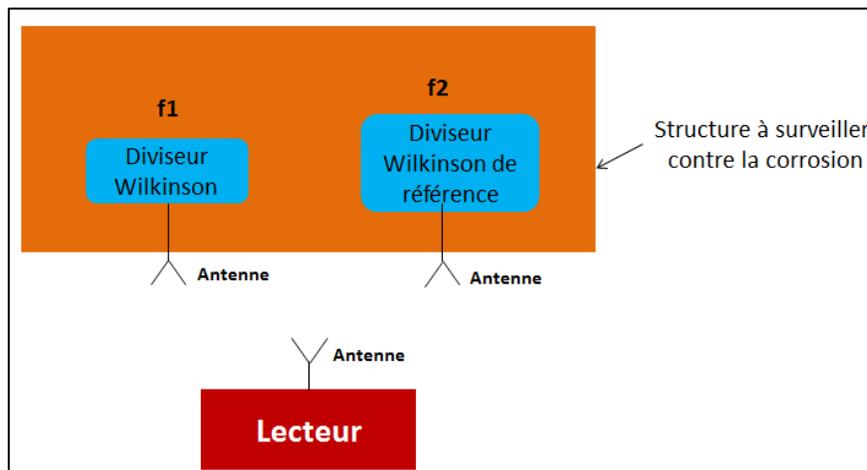
### *Mode de fonctionnement*

Au cours de cette partie, nous avons pu démontrer que le suivi de la corrosion peut se faire avec plusieurs états. Pour cela, le capteur Wilkinson peut être réalisé avec des lignes microruban de différentes épaisseurs. Par exemple la Figure 2.49 présente le résultat attendu de l'atténuation du signal en fonction de l'état de chaque ligne du diviseur Wilkinson. A  $t = 0$ , la totalité du signal est transmise cela signifie que toutes les lignes microruban du Wilkinson ne sont pas complètement corrodées. Après 3h de corrosion, la ligne la moins épaisse est coupée est donc une atténuation de 6 dB (en rouge) est enregistrée. La corrosion des autres rubans entraîne ensuite l'apparition de valeurs discrètes de S12.



**Figure 2.49 : Résultat attendu de la transmission du signal d'un diviseur Wilkinson à plusieurs états.**

L'utilisation du diviseur de Wilkinson impose de travailler sur une variation d'amplitude du signal. Dans ce cas, il n'est pas possible de distinguer une variation associée à la corrosion et une autre variation, par exemple associée à un déplacement de l'antenne. Pour cela un second diviseur Wilkinson doit être utilisé comme référence dans la mesure de l'amplitude du signal pour des mesures différentielles. Ce capteur de référence ne devra pas subir l'effet de la corrosion.



**Figure 2.50 : Schéma démonstratif de la topologie d'un diviseur Wilkinson à plusieurs états de corrosion.**

La Figure 2.50 présente le démonstrateur intégrant le capteur Wilkinson ainsi que le capteur de référence. Afin de distinguer ces 2 capteurs, l'interrogation se fera à 2 fréquences  $f_1$  et  $f_2$  et chaque capteur répond à une fréquence donnée. Cela est réalisable grâce à l'ajout d'un filtre passe bande basé sur des composants passifs.

### 2.4.2 Capteurs de corrosion basé sur un résonateur

Dans ce chapitre, nous avons également montré qu'un monitoring de la corrosion, basé sur une variation de fréquence, était possible, en utilisant une géométrie de capteur déterminée (résonateur stub). Compte tenu des restrictions actuelles sur l'utilisation des bandes de fréquences, ce capteur doit pouvoir fonctionner sur une plage de fréquences bien spécifiée. La norme actuelle des bandes ISM est présentée sur la Figure 2.51, plusieurs bandes de fréquences sont disponibles avec différentes largeurs. Deux solutions d'applications du résonateur peuvent être envisagées. La première est d'utiliser le décalage de fréquence à l'intérieur d'une bande de fréquences. L'autre solution consiste à utiliser deux fréquences dans deux bandes de fréquences différentes. Les informations obtenues sur le processus de corrosion ne seront pas les mêmes dans les deux cas. Le suivi de la résonance tel qu'il a été réalisé dans la partie 3 est difficilement réalisable au sein d'une bande ISM unique avec le résonateur proposé ici, du fait d'un facteur de qualité moyen du stub. Cependant, en concevant un résonateur plus performant, ceci pourrait être possible [2.16]. Ce point n'est cependant pas un facteur crucial car l'objectif d'un capteur de corrosion est de détecter une corrosion mais pas forcément de l'analyser comme cela a été fait au chapitre 2. Nous proposons donc ici des applications compatibles avec les résonateurs stubs et l'existence de bandes ISM.

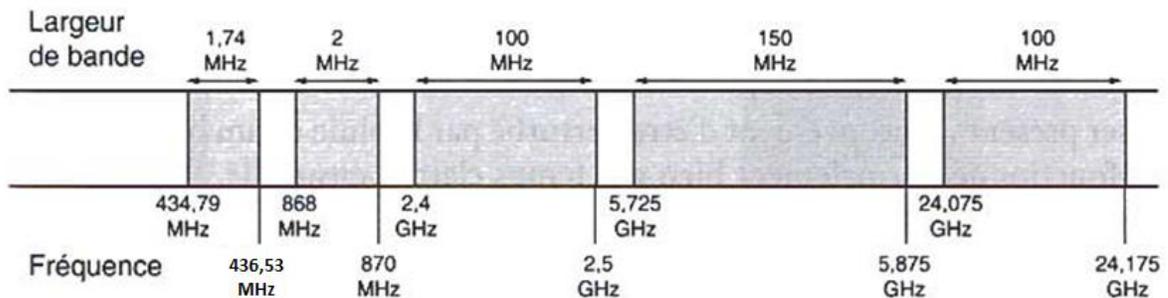


Figure 2.51 : Répartition des bandes ISM en France et en Europe.

### Stub binaire

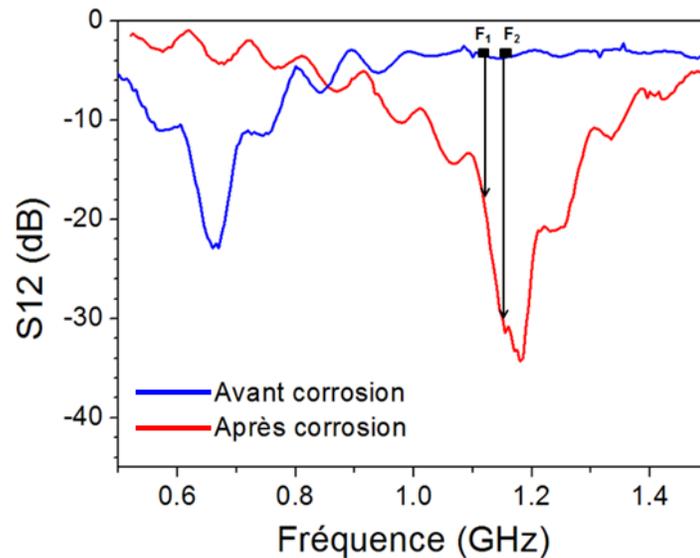
Nous présentons sur la Figure 2.52 (a), un résonateur stub d'une largeur de 1.5 mm, sur un substrat FR4 d'une épaisseur de 0.8 mm. Le stub résonateur est divisé en deux parties comme le montre la Figure 2.52 (a), la partie en cuivre est protégée contre la corrosion et mesure 3.4 cm. La partie inférieure du stub, mesurant 2.6 cm, est composée de zinc en gris. Pour étudier la réponse du capteur à la corrosion, nous avons inséré l'ensemble dans un milieu à 97 % d'humidité. Au cours de l'exposition, comme nous le voyons sur la Figure 2.52 (b), la première partie en cuivre, protégée contre la corrosion, reste intacte, tandis que la seconde en zinc gris devient noire. La corrosion du zinc conduit à une variation de la longueur initiale du stub de  $L_1 = 6$  cm à  $L_2 = 3.4$  cm et par conséquent à un décalage de fréquence de résonance mesuré grâce aux paramètres S comme l'indique la Figure 2.53. Notons que l'expérience a été réalisée avec un module USRP et non un analyseur de réseaux.



**Figure 2.52 : Stub résonateur avant corrosion (a) et après corrosion (b).**

Afin d'obtenir une information sur une plage de fréquence la plus faible possible et donc répondant au critère des bandes ISM, nous avons suivi l'évolution de la propagation du signal en fonction du temps aux deux fréquences :  $F_1 = 1.13$  GHz et  $F_2 = 1.15$  GHz (Figure 2.54). Elles sont séparées de 40 MHz et sont expérimentalement utilisables, en se plaçant dans une bande ISM possédant une telle largeur. La transmission du signal est présentée aux deux fréquences sur la Figure 2.54 (a). La courbe en rose représente la mesure à 1.13 GHz et la courbe verte à 1.15 GHz. Nous observons une atténuation du signal à chacune des deux fréquences. Nous présentons sur la Figure 2.54 (b) la différence entre ces deux mesures de transmission. La variable obtenue

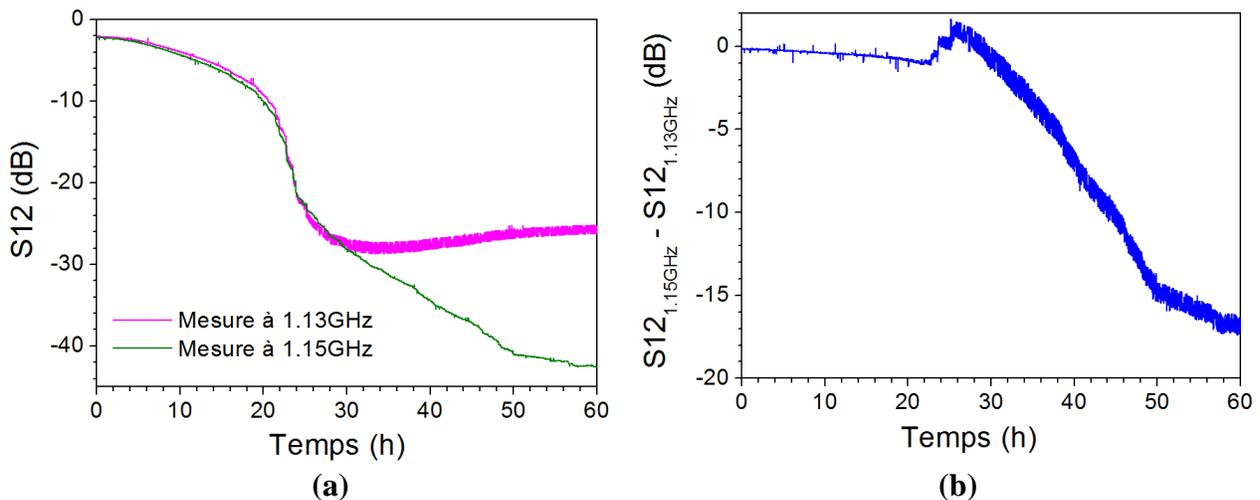
correspond alors à la pente de la courbe présentée sur la Figure 2.53. En effet, une pente nulle est observée avant corrosion. Tandis qu'après corrosion, nous obtenons une pente négative. A partir de ses résultats, nous constatons que l'évolution de la résonance peut être suivie en considérant 2 fréquences au sein d'une bande ISM unique. Ceci peut être réalisé par un lecteur portable, basé sur un module USRP, par exemple. L'avantage de détecter un changement de pente s'explique par la suppression d'un bruit additif par cette technique. Les résultats obtenus par cette technique montrent un changement entre l'état initial (pente nulle) et l'état final (pente négative). Le capteur réalisé agit alors comme un capteur binaire permettant de savoir si une certaine épaisseur de zinc a disparue.



**Figure 2.53 : Décalage de la fréquence de résonance provoqué par le processus de corrosion.**

Afin d'obtenir une information sur une plage de fréquence la plus faible possible et donc répondant au critère des bandes ISM, nous avons suivi l'évolution de la propagation du signal en fonction du temps aux deux fréquences :  $F_1 = 1.13$  GHz et  $F_2 = 1.15$  GHz (Figure 2.54). Elles sont séparées de 40 MHz et sont expérimentalement utilisables, en se plaçant dans une bande ISM possédant une telle largeur. La transmission du signal est présentée aux deux fréquences sur la Figure 2.54 (a). La courbe en rose représente la mesure à 1.13 GHz et la courbe verte à 1.15 GHz. Nous observons une atténuation du signal à chacune des deux fréquences. Nous présentons

sur la Figure 2.54 (b) la différence entre ces deux mesures de transmission. La variable obtenue correspond alors à la pente de la courbe présentée sur la Figure 2.53. En effet, une pente nulle est observée avant corrosion. Tandis qu'après corrosion, nous obtenons une pente négative. A partir de ses résultats, nous constatons que l'évolution de la résonance peut être suivie en considérant 2 fréquences au sein d'une bande ISM unique. Ceci peut être réalisé par un lecteur portable, basé sur un module USRP, par exemple. L'avantage de détecter un changement de pente s'explique par la suppression d'un bruit additif par cette technique. Les résultats obtenus par cette technique montrent un changement entre l'état initial (pente nulle) et l'état final (pente négative). Le capteur réalisé agit alors comme un capteur binaire permettant de savoir si une certaine épaisseur de zinc à disparue.



**Figure 2.54 : Mesure de la transmission du signal au cours de la corrosion à 2 fréquences (a) et la pente obtenue entre ces 2 fréquences (b).**

### 2.4.3 Capteur de corrosion basé sur un multirésonateur à 2 états

La méthode du stub utilisé, peut être étendue en considérant plusieurs résonateurs. L'objectif est alors de créer deux résonateurs possédant des épaisseurs différentes et donc des évolutions temporelles différentes. La Figure 2.55 présente une simulation ADS d'un capteur de corrosion à 2 états basé sur un résonateur à 2 stubs. Afin d'obtenir une fréquence de résonance à partir de 2 stubs égaux, il faut respecter une distance, entre les 2 tronçons de ligne, égale à la longueur de ses 2 stubs. A 0.8 GHz, nous obtenons la première fréquence de résonance qui

correspond aux 2 stubs. Comme le montre la Figure 2.56, lorsque la longueur du premier stub à gauche se réduit de 5 cm à 3 cm, nous obtenons  $F_1 = 1.34$  GHz. Lorsque le deuxième stub se réduit de 5 cm à  $L_2 = 4$  cm, nous obtenons  $F_2 = 1$  GHz.

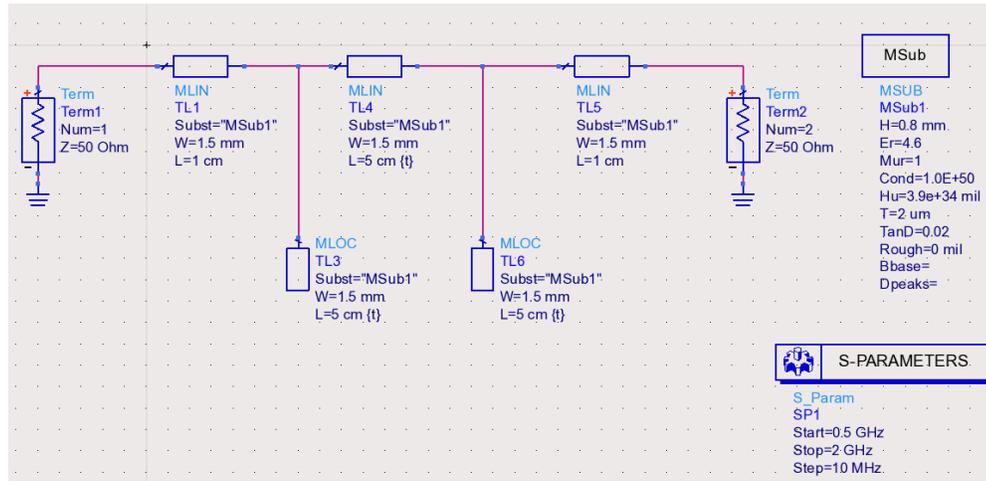


Figure 2.55 : Simulation ADS d'un multirésonateur à base de 2 stubs.

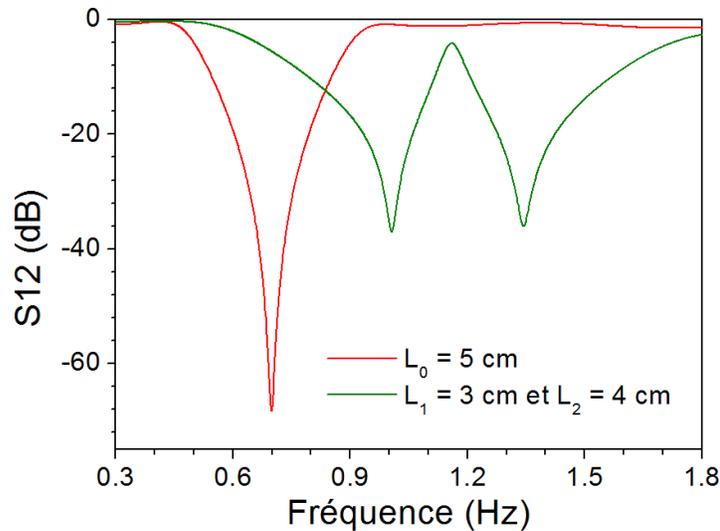
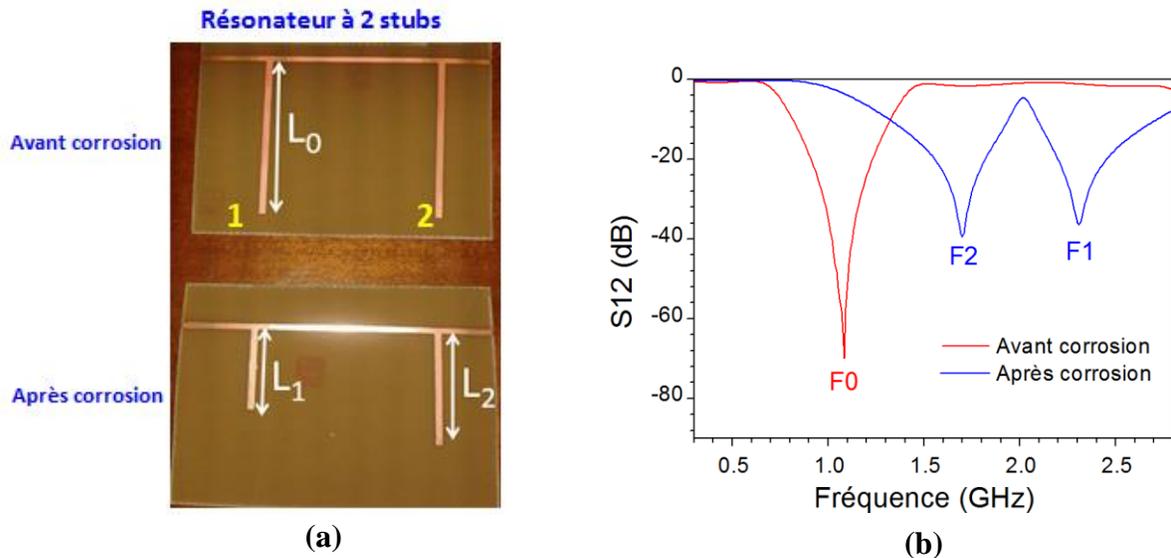


Figure 2.56 : Simulation ADS du décalage fréquentiel de 2 stubs.

À titre d'exemple, nous présentons sur la Figure 2.57 (a) un capteur à deux états avant et après corrosion. Contrairement aux résultats précédents, les stubs ici sont totalement en cuivre et

le changement de leur longueur simule la corrosion des matériaux non protégés. Sur la Figure 2.57 (a), le stub<sub>1</sub> à gauche du multi-résonateur est réalisé avec une épaisseur plus faible que le second stub<sub>2</sub>. Dans ce cas le stub<sub>1</sub> sera donc corrodé en premier. Avant corrosion, la longueur des 2 stubs est de 3.9 cm. Comme nous le voyons sur la Figure 2.57 (b), la fréquence de résonance du dispositif est  $F_0 = 1.1$  GHz, elle correspond à la longueur initiale  $L_0$  des deux stubs. Après corrosion, la fréquence de résonance du dispositif passe de  $F_0$  à  $F_1 = 2.3$  GHz en raison de la variation de la longueur  $L_0$  à  $L_1 = 1.8$  cm du stub<sub>1</sub>, le deuxième stub<sub>2</sub> reste inchangé. Dans une seconde étape, la longueur du deuxième stub<sub>2</sub> est également réduite à 2.5 cm conduisant à des fréquences de résonance  $F_1 = 2.3$  GHz et  $F_2 = 1.7$  GHz.



**Figure 2.57 : Le dispositif multirésonateur avant corrosion (en haut) et après corrosion (en bas) (a) et le décalage fréquentiel mesuré : avant corrosion (courbe rouge) et après corrosion (courbe bleue) (b).**

## 2.5 Conclusion

Une ligne microruban et un résonateur ont été développés.

### A. Variation d'amplitude :

Les caractérisations hyperfréquences des lignes micro-rubans montrent qu'il est possible d'exploiter les variations électriques pour le contrôle de la corrosion. Cette dernière entraîne une baisse de l'amplitude de signal RF au sein de la ligne microruban :

- i. Une corrosion uniforme correspond à des pertes par l'effet de peau et à une augmentation de  $R$  dans le schéma équivalent de la Figure 2.18.
- ii. Une corrosion localisée entraîne l'apparition d'une capacité  $c$  dans le schéma équivalent de la Figure 2.19.

Compte tenu de ces différents paramètres, une étude large bande permet de discriminer les 2 effets de la corrosion. Cette information n'existe pas actuellement dans le cas de l'utilisation de capteurs résistifs.

L'application du diviseur Wilkinson comme capteur de corrosion nécessite le rajout d'un capteur de référence. Chaque capteur fonctionne à une fréquence donnée. Les 2 fréquences sont séparées, grâce à un filtre passif, et peuvent appartenir à une même bande ISM.

## **B. Variation fréquentielle**

Une deuxième fonction hyperfréquence, basée sur un stub, a été utilisée pour surveiller la corrosion, son fonctionnement est basé sur une variation de fréquence. Cette étude est réalisée sur une gamme de fréquence plus réduite que la variation d'amplitude. En fonction du matériau corrodé, nous avons pu distinguer entre une corrosion uniforme et localisée. Les principes sont identiques à la ligne microruban : augmentation de  $R$  (corrosion uniforme) et apparition de  $c$  (corrosion localisée).

L'application des capteurs dans les bandes ISM peut se faire de 2 façons différentes :

- 1) les résonances initiale et finale peuvent être positionnées dans 2 bandes ISM différentes. Dans ce cas, nous avons un capteur binaire avec l'utilisation de 2 antennes mono-bandes.
- 2) Dans le cas d'un capteur continu, les résonances doivent être dans une seule bande ISM. Une application sur la bande ULB doit être possible du fait de sa largeur importante. Dans ce cas le coefficient de qualité du résonateur doit être élevé et l'utilisation d'une antenne large-bande est obligatoire.

## Bibliographie du chapitre 2

- [2.1] S. Preradovic and N. C. Karmakar, "Design of fully printable planar chipless RFID transponder with 35-bit data capacity", in European Microwave Conference, Oct. 2009, pp. 013–016.
- [2.2] E. Hammerstad and Ø. Jensen, "Accurate Models for Microstrip Computer-Aided Design," Symposium on Microwave Theory and Techniques, pp. 407-409, June 1980.
- [2.3] F. Gardiol. Traite d'electricite Volume 13 : hyperfrequences. Paris : Dunod, 1991, 3eme edition, 440 pages.
- [2.4] P.F. Combes. Micro-onde, Cours et Exercices, Tome1, Lignes, guides et cavites. Paris : Dunod, 1996, 374 pages.
- [2.5] M. Helier, M. Ney, C. Pichor. "Structures de guidage HF, Propagation et geometrie", Techniques de l'ingenieur, 10 fevrier 2003, dossier E1170.
- [2.6] S. Li, Y.-G. Kim, S. Jung, H.-S. Song, S.-M. Lee, "Application of steel thin film electrical resistance sensor for in situ corrosion monitoring", Sensors and Actuators B: Chemical. 120 (2007) 368-377.
- [2.7] E. Diler, S. Rioual, B. Lescop, D. Thierry, B. Rouvellou, "Chemistry of corrosion products of Zn and MgZn pure phases under atmospheric conditions", Corrosion sci. 65 (2012) 178-186.
- [2.8] R.A. Pucel, D. Masse, C.P. Hartwig, "Losses in Microstrip, IEEE Trans", Microwave theory & Tech., vol. MTT-16, No. 6, pp. 342-350, 1968.
- [2.9] H. A. Wheeler, "Formulas for the skin effect" Proc IRE, vol 30, pp 412-424, (1942).

- [2.10] F. Schnieder, W. Heinrich, “Model of Thin-Film Microstrip Line for Circuit Design”, IEEE Trans. Microwave theory & Tech, vol. 49, No. 1, p 104 (2001).
- [2.11] K.C. Gupta, R. Gang, J.J. Bahl. “Microstrip Lines and Slotlines”, Norwood (USA): Artech House Publishers, 1996, 2nde edition, 560 pages.
- [2.12] M. Maeda, “An Analysis of Gap in Microstrip Transmission Lines”, IEEE Trans. Microwave theory & Tech., vol. MTT-20, No. 6, p. 390, 1972.
- [2.13] H.Uhlig, “Corrosion et protection”, J.VOELTLEL, DUNOD, Paris, 1970.
- [2.14] T. Prosek, A. Nazarov, U. Bexell, D. Thierry, J. Serak, “Corrosion mechanism of model zinc–magnesium alloys in atmospheric conditions”, Corros. Sci. 50 (2008) 2216–2231.
- [2.15] A.M. Qaroot, N.I. Dib, “General design of n-way multi-frequency unequal split Wilkinson power divider us-ing transmission line transformers”, electrical engineering department, Jordan University of science and technology, P. O. box 3030, Irbid 22110, Jordan.
- [2.16] J. Rammal et al., “New passive ceramic sensor for corrosion detection”, Proceedings of the 44<sup>rd</sup> European Microwave Conference – European Microwave Conference, IEEE (2014).

**Chapitre 3**  
*Démonstrateur d'un capteur de corrosion passif  
et sans contact*



### 3.1 Introduction

Les résultats précédents montrent qu'il est possible de contrôler l'état de corrosion d'un matériau via une baisse de transmission micro-onde ou encore via une variation de fréquence. L'objectif de ce chapitre est, à partir des résultats du chapitre 2, de considérer l'architecture globale d'un capteur de corrosion passif énergétiquement. Pour cela, nous proposons d'inclure la ligne ou le résonateur dans une architecture inspirée par la technologie RFID *chipless*. Les points importants associés à la conception d'un démonstrateur sont discutés ici.

### 3.2 Architecture utilisée

Afin d'illustrer un exemple d'architecture de capteur qui comprend un élément sensible, nous proposons d'insérer une ligne microruban dans le dispositif RFID sans puce proposé par Preradovic et Karmakar [3.1]. Le capteur, présenté sur la Figure 3.1, fonctionne sur la rétrodiffusion du signal d'interrogation. En effet, un signal RF est envoyé par le lecteur au capteur de corrosion via des antennes de Tx1 à Rxc, en jaune sur la Figure 3.1. Il se propage ensuite dans un élément sensible à la corrosion, ici la ligne microruban ou le stub. Enfin, le signal est retourné au lecteur par le second canal en rouge de Txc à Rx1. Avec une telle architecture, l'exigence principale est de séparer le signal qui contient l'information sur l'état de corrosion et celui indésirable qui se propage directement de Tx1 vers Rx1. Afin d'obtenir une bonne isolation (Rx1 et Tx1), la polarisation croisée des antennes est utilisée dans le travail de karmakar [3.1].

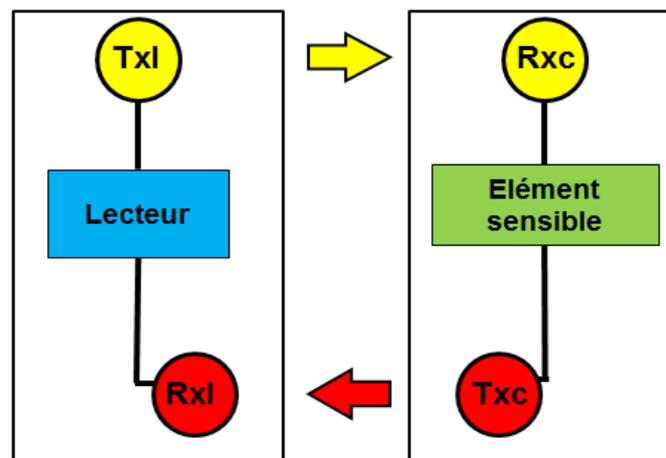


Figure 3.1 : Schéma de principe du capteur de corrosion sans contact.

Le dispositif proposé par Karmakar est basé sur l'identification sans puce *chipless* en utilisant un codage binaire. Au cours de cette étude, nous allons s'inspirer de la technique de karmakar en améliorant l'isolation Tx/Rx, pour cela différentes antennes de plus en plus directive seront étudiées. Une autre solution consiste à supprimer le signal direct par rapport à celui portant l'information. Enfin une isolation temporelle sera proposée.

### 3.3 Caractéristiques des antennes utilisées

Le rôle d'une antenne est de convertir l'énergie électrique d'un signal en énergie transportée par une onde électromagnétique (ou inversement pour une réception). Au cours de cette étude, nous avons utilisé trois types d'antennes possédant des caractéristiques différentes:

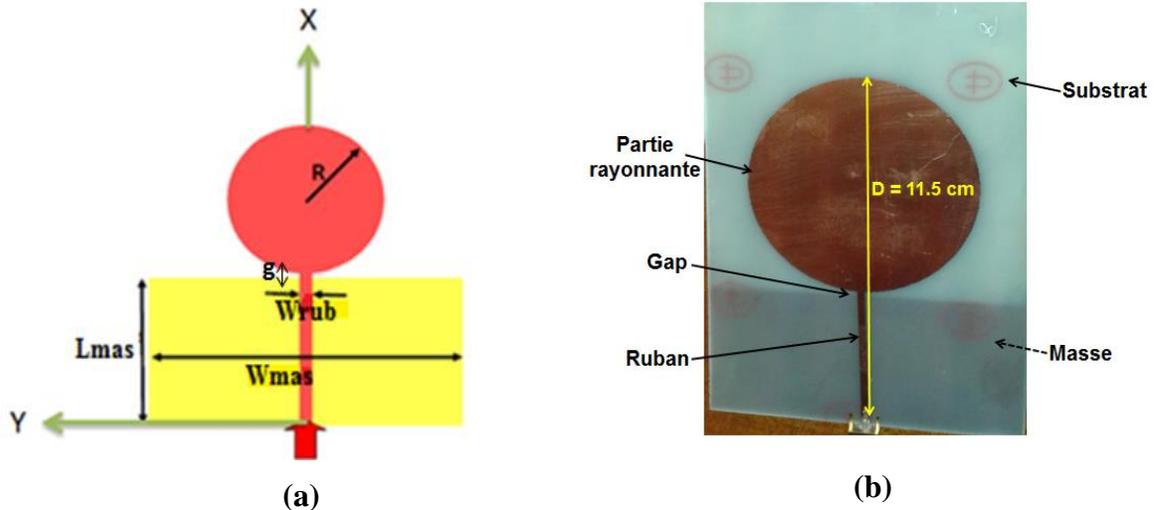
- Antenne monopôle ULB (Ultra Large Bande)
- Antenne à polarisation circulaire
- Antenne patch quart d'onde

Dans cette partie, l'objectif est de déterminer pour chaque antenne son gain et son isolation. Ces paramètres, comme nous le verrons plus tard, sont les éléments les plus importants à considérer pour la réalisation d'un prototype.

#### 3.3.1 Antenne monopôle ULB

##### 3.3.1.1 Description

L'antenne monopôle ultra large bande (ULB) présente les caractéristiques suivante: une bande passante importante, une polarisation linéaire et un diagramme de rayonnement omnidirectionnel dans le plan azimutal. Comme le montre la Figure 3.2, l'antenne est composée d'une ligne microruban adaptée à  $50 \Omega$ , liée à un disque circulaire. La couche inférieure, en jaune sur la figure, se compose d'un plan de masse qui s'arrête au niveau du disque circulaire. Dans notre application, nous avons réalisé une antenne, en photolithographie directe, fonctionnant sur une bande de fréquence de 0,8 GHz à 2,8 GHz, dans laquelle plusieurs bandes ISM (industriel, scientifique et médical) existent.



**Figure 3.2 : Schéma descriptif (a) et exemple de la réalisation (b) de l'antenne monopôle ULB.**

Le fonctionnement de l'antenne monopôle est lié à sa géométrie comme indiqué dans les références [3.2-3.3]. La Figure 3.2 (a) présente le schéma descriptif de l'antenne ainsi que les paramètres associés :

- $W_{mas}$  est la largeur de la masse. Ce paramètre détermine le niveau de rayonnement à la fréquence de résonance. De plus  $W_{mas}$  augmente, de plus le niveau de rayonnement baisse.
- $L_{mas}$  est la longueur de la masse.
- $W_{rub}$  est la largeur du ruban de la ligne microruban.
- $g$  est le gap entre l'antenne et la ligne microruban. Ce paramètre contrôle la largeur de la bande passante de l'antenne ULB. Lorsque le gap diminue, la largeur de la bande de fréquence augmente.
- $R$  est le rayon de l'antenne. Il est associé à la fréquence centrale. Lorsque  $R$  augmente, la fréquence centrale se décalage vers les basses fréquences.

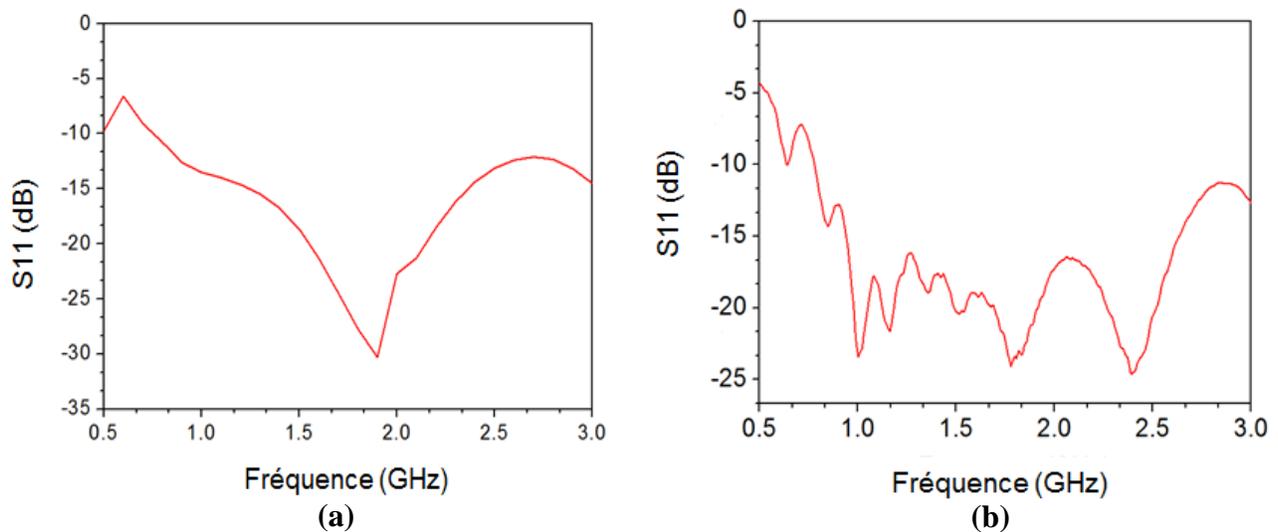
La Figure 3.2 (b) présente l'antenne monopôle ULB réalisée, en cuivre sur un substrat FR4, à partir des dimensions ci-dessous:

- $W_{mas} = 100$  mm.
- $L_{mas} = 44$  mm.
- $W_{rub} = 1,5$  mm.

- $g = 1 \text{ mm}$ .
- $R = 35 \text{ mm}$ .

### 3.3.1.2 Fonctionnement

La Figure 3.3 (a) présente le paramètre de réflexion  $S_{11}$  de l'antenne simulée sur HFSS, dans le plan (XOY) en fonction de la fréquence. Ce paramètre montre un bon niveau de rayonnement sur une large bande passante de 0.75 GHz à 2.78 GHz. En effet, dans cette région, le coefficient de réflexion est inférieur à 10 dB. Afin de valider ces résultats par des mesures, l'antenne est branchée au port 1 de l'analyseur vectoriel. La Figure 3.3 (b) la mesure du paramètre  $S_{11}$ . Ce résultat expérimental correspond bien au résultat théorique de la simulation HFSS.

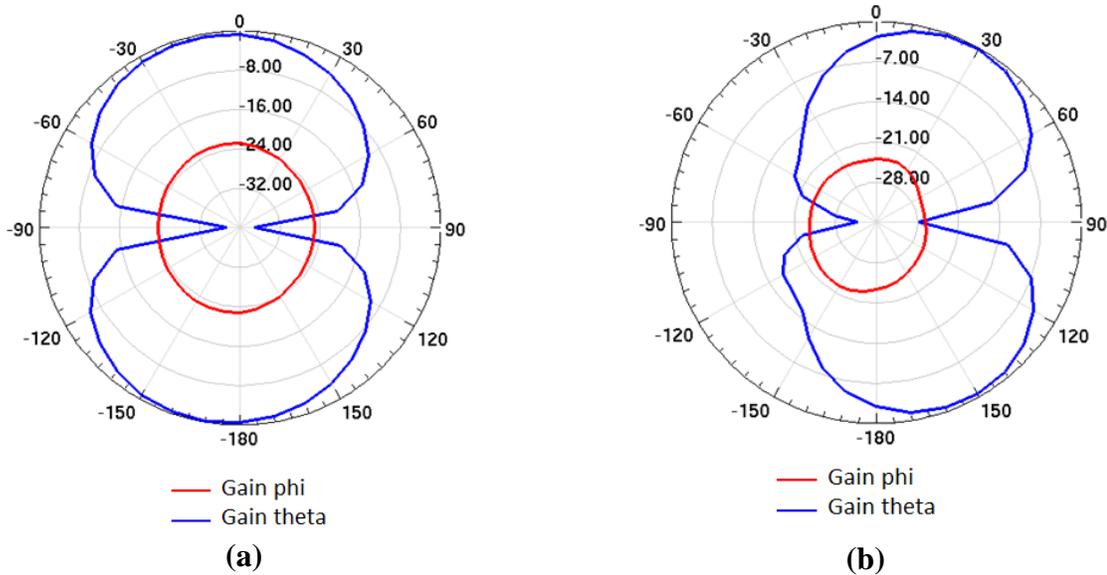


**Figure 3.3 : Simulation HFSS (a) et la mesure (b) du fonctionnement de l'antenne monopôle ULB.**

### 3.3.1.3 Gain et isolation

Le diagramme de rayonnement et le gain sont des facteurs importants pour évaluer la performance de l'antenne ULB. Le diagramme de rayonnement est la répartition dans l'espace de la puissance rayonnée. Le gain de l'antenne en dBi est représenté dans l'espace. Les diagrammes de rayonnement simulés sur HFSS sont présentés sur la Figure 3.4 à 0.8 GHz et 2.4 GHz. Dans le plan du champ  $\vec{E}$  (plan XY), 2 lobes en bleu sont obtenus, ceci correspond bien à un diagramme

de rayonnement d'une antenne monopôle. Dans le plan  $\vec{H}$  (plan XZ), le diagramme de rayonnement présenté en rouge peut être considéré comme omnidirectionnel. A partir de la Figure 3.4, nous pouvons déduire le gain de l'antenne monopôle par rapport à une antenne de référence isotrope. Sur la Figure 3.4 (a), la valeur du gain maximale à 0.8 GHz est de -0,2 dBi à 10 degrés par rapport à l'axe principal. À 0 degré, nous obtenons -0,4 dBi. Sur la Figure 3.4 (b), à 2.4 GHz, la valeur du gain maximale est de -0,1 dBi à 30 degrés par rapport à l'axe principal. À 0 degré, le gain est de -2.6 dBi.



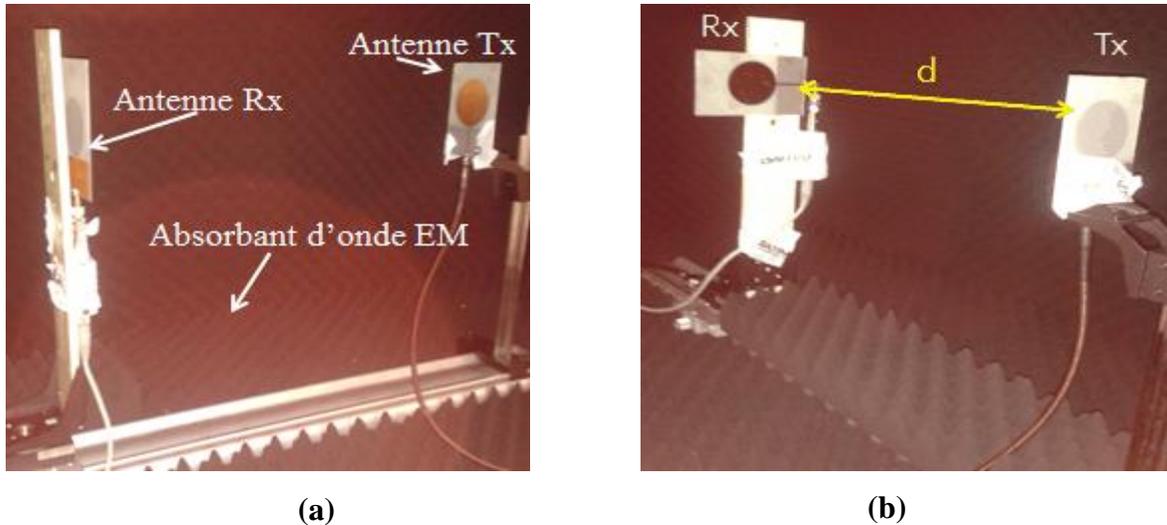
**Figure 3.4 : Simulation HFSS des diagrammes de rayonnements du gain de l'antenne monopôle ULB à 0,8 GHz (a) et à 2,4 GHz (b).**

Afin de déterminer expérimentalement le gain de l'antenne monopôle ULB, comme le montre la Figure 3.5 (a), deux antennes identiques ont été utilisées pour émettre et recevoir la puissance rayonnée. L'antenne de réception doit être positionnée dans une région de champ lointain afin que la forme de l'onde soit plane. Ces conditions propres au champ lointain s'appliquent à une distance  $d$  donnée par à l'Equation 3.1 :

$$d > 2 D^2 / \lambda \quad \text{Equation 3.1}$$

- $D$  est la dimension linéaire maximale de l'antenne,
- $\lambda$  est la longueur d'onde.

Dans notre cas à 0.8 GHz, la distance  $d$  entre les 2 antennes doit être supérieure à 7 cm. A 2.4 GHz,  $d$  doit être supérieure à 21 cm.



**Figure 3.5 : Mesure dans une chambre anéchoïque du gain de l'antenne ULB en polarisation principale (a) et mesure de l'isolation entre les 2 antennes en polarisation croisée (b).**

La puissance  $P_e$  est émise par un générateur de puissance. A 0.8 GHz, la puissance émise est de 8.72 dBm ; alors qu'à 2.4 GHz, elle est de 8.12 dBm. A différente distance  $d > 21$  cm, la puissance reçue  $P_r$  est mesurée, par un analyseur de spectre, dans une chambre anéchoïque comme le montre la Figure 76 (a). Dans ce cas, le bilan des puissance est réalisée via l'Equation 3.2 de Friis :

$$P_r(dB) = P_e + G_e + G_r - P_L(dB) \quad \text{Equation 3.2}$$

$P_L$  est les pertes en espace libre, elles sont données par l'Equation 3.3 :

$$P_L(dB) = 20 \log \left( \frac{4 \times \pi \times d \times f}{c} \right) \quad \text{Equation 3.3}$$

- $P_r$  est la puissance reçue,
- $P_e$  est la puissance émise,
- $G_e$  est le gain de l'antenne émettrice,

- $G_r$  est le gain de l'antenne réceptrice,
- $d$  est la distance entre les 2 antennes,
- $f$  est la fréquence,
- $c$  est la vitesse de la lumière.

Le gain  $G = G_e = G_r$ , calculé en utilisant l'Equation 2.1 de Friis est de -2 dBi et -1,3 dBi, à 0,8 GHz et 2,4 GHz, respectivement. Ces valeurs sont compatibles avec celles obtenues dans la littérature [3.4] et par les simulation HFSS. De la même façon, l'isolation entre les 2 antennes monopôle a été mesurée en plaçant une des 2 antennes en polarisation croisée comme illustré sur la Figure 3.5 (b). A une distance  $d = 30$  cm, l'isolation entre les 2 antennes est égale à -33 dB à 0.8 et 2.4 GHz.

### 3.3.2 Antenne patch à polarisation circulaire

#### 3.3.2.1 Description

La plupart des antennes ont une polarisation linéaire. Cependant, l'intérêt d'avoir une polarisation circulaire est, dans certaines applications, primordiale ou fortement intéressante. Le principe de cette polarisation est que la norme du vecteur du champ électrique ne change pas alors que son orientation change selon un mouvement de rotation. L'antenne patch commerciale, fonctionnant en polarisation circulaire, est présentée sur la Figure 3.6.

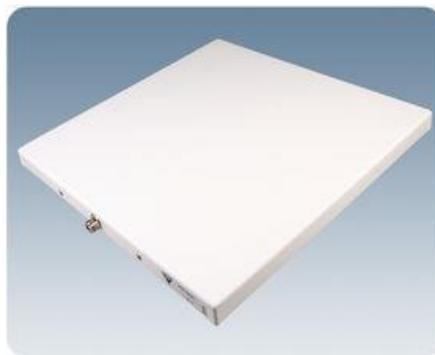


Figure 3.6 : Antenne patch à polarisation circulaire.

### 3.3.2.2 Fonctionnement

Nous avons mesuré le paramètre S11 de l'antenne patch commerciale à polarisation circulaire droite et circulaire gauche. Le résultat présenté sur la Figure 3.7 donne les caractéristiques de l'antenne. La puissance maximale rayonnée est observée à 0.86 GHz. Elle possède une faible bande passante de 90 MHz.

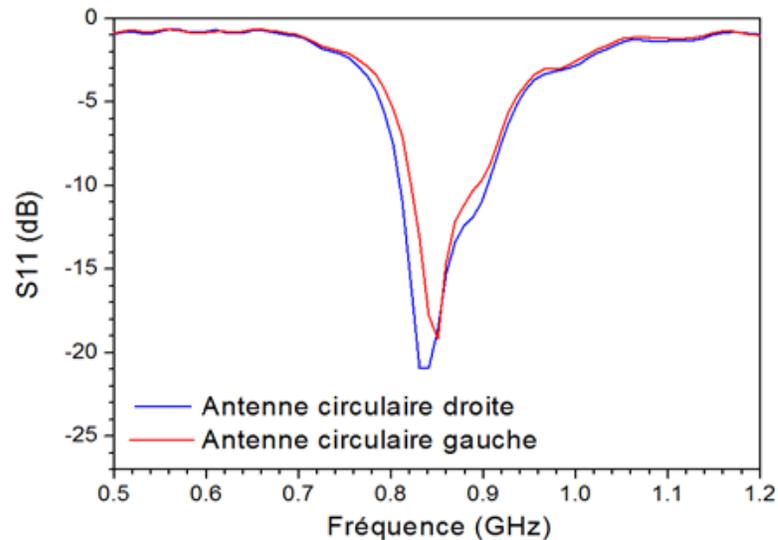


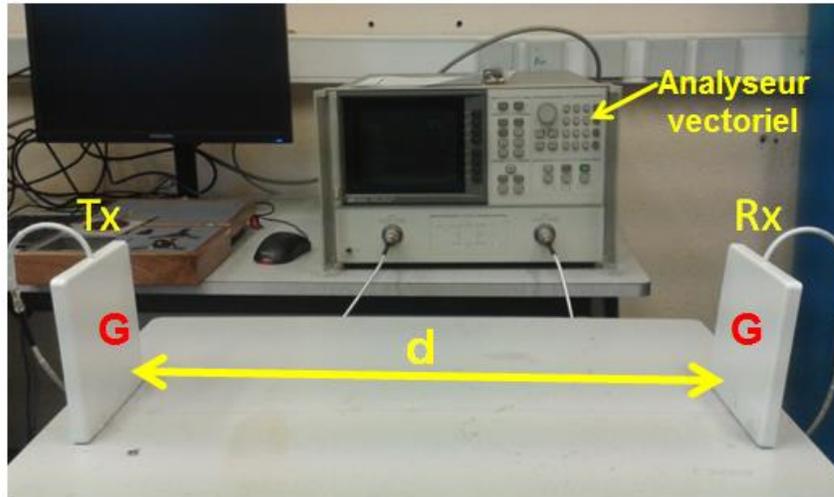
Figure 3.7 : Mesure du paramètre S11 de l'antenne patch.

### 3.3.2.3 Gain et isolation

Le diagramme de rayonnement, non mesuré ici, devrait être directif avec un lobe principal dans une direction unique. Le gain est obtenu ici en mesurant la transmission par le paramètre S12 entre 2 antennes, comme illustré sur la Figure 3.8. Les 2 antennes doivent être de la même polarisation, soit droite soit gauche. Nous mesurons des valeurs de S12 à différentes distances  $d$ . Le gain ( $G_e = G_r$ ) de l'antenne est calculé par l'Equation 3.4:

$$S12 = G_e + G_r - P_L \quad \text{Equation 3.4}$$

A la fréquence de résonance 0.86 GHz, le gain obtenu est égal à 5.6 dBi. Ce résultat correspond aux données fournies par le constructeur.



**Figure 3.8 : Mesure de la transmission entre 2 antennes patch à polarisation circulaire.**

L'isolation est obtenue par la mesure de la transmission entre 2 antennes patch en polarisation croisée : une antenne est à polarisation circulaire droite et la deuxième à polarisation circulaire gauche. L'isolation obtenue est d'une valeur de -38.5 dB à  $d = 30$  cm.

### 3.3.3 Antenne patch quart d'onde (PIFA)

#### 3.3.3.1 Description

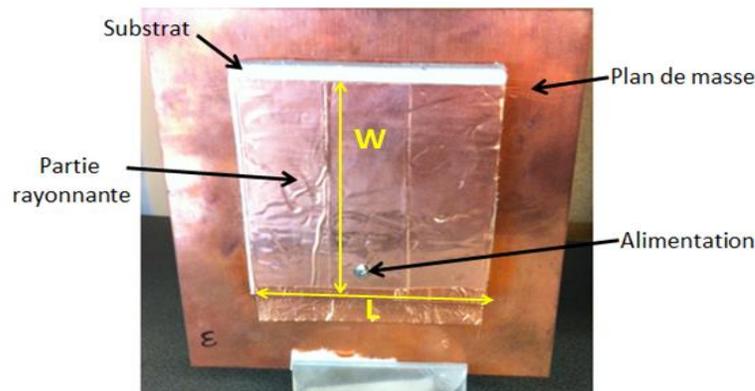
Les antennes patches sont des antennes planaires généralement réalisées sur circuits imprimés. L'antenne patch se compose d'un élément rayonnant, d'un plan de masse et d'un substrat diélectrique de permittivité  $\epsilon_r$  et de perméabilité  $\mu_r$ . Le patch peut être excité soit à l'aide d'une alimentation coaxiale soit à l'aide d'une ligne microruban. Ici, nous avons choisi de travailler avec une antenne quart d'onde court-circuitée appelée PIFA (Planar Inverted-F Antenna). L'objectif est de réaliser une antenne patch fonctionnant à 0.895 GHz, pour cela nous avons obtenu par simulations ADS les dimensions de l'antenne permettant ce fonctionnement. L'antenne, présentée sur la Figure 3.9, est réalisée à partir des dimensions données par ADS. Elle est constituée d'un patch en cuivre d'une largeur  $W = 10$  cm, une longueur  $L = 7.8$  cm et une hauteur  $h = 0.2$  mm. Le patch qui est la partie rayonnante de l'antenne est placé sur un substrat diélectrique de mêmes dimensions  $W$  et  $L$ . Le substrat est une mousse d'une épaisseur  $e = 1$  cm, caractérisée par une permittivité relative de 1 et des pertes diélectriques presque nulles. Le patch

est lié au plan de masse en cuivre à travers un court-circuit de même hauteur que le substrat. Le plan de masse a comme dimensions 16 cm sur 12 cm. Le patch est alimenté via une ligne coaxiale d'impédance caractéristique  $50 \Omega$ . Lorsque la longueur de l'antenne  $L$  est de la même largeur que le court-circuit, la fréquence de résonance  $f_r$  peut être calculée par l'Equation 3.5 [3.5-3.6]:

$$L + e = \frac{\lambda}{4} = \frac{c}{4 \times f_r} \quad \text{Equation 3.5}$$

- $L$  est la longueur de l'antenne patch,
- $e$  est la hauteur du substrat,
- $\lambda$  est la longueur d'onde,
- $c$  est la vitesse de la lumière,
- $f_r$  est la fréquence de résonance.

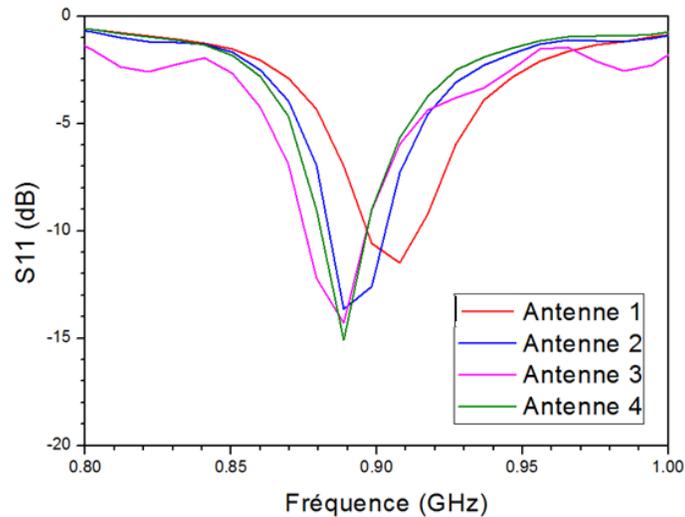
La largeur  $W$  joue sur l'impédance caractéristique de l'antenne à la fréquence de résonance.



**Figure 3.9 : Structure réalisée de l'antenne patch quart d'onde (PIFA).**

### 3.3.3.2 Fonctionnement

La Figure 3.10 présente la mesure du paramètre  $S_{11}$  de 4 antennes (PIFA) réalisées. Les résultats obtenus montre bien le bon fonctionnement des antennes à 0.895 GHz, cette valeur correspond au résultat théorique.



**Figure 3.10 : Mesure des pertes de retour de 4 antennes patch quart d'onde.**

### 3.3.3.3 Gain et isolation

Le gain de l'antenne patch est mesuré dans la chambre anéchoïque comme décrit précédemment. Cette antenne est considérée comme une antenne directive puisque la valeur du gain obtenue est de 6.5 dBi. L'isolation entre 2 antennes patch est mesurée à 30 cm en polarisation croisée. Nous obtenons un bon niveau d'isolation de -46 dB.

### 3.3.4 Récapitulatif

Le Tableau 3.1 résume les résultats obtenus lors de la caractérisation des 3 antennes. Il fait apparaître deux types d'antennes :

- Une antenne monopôle ultra large bande de fréquence, avec un gain et une isolation faibles.
- 2 antennes patch, une en polarisation circulaire et la deuxième une quart d'onde (PIFA). Les 2 antennes sont mono-bande avec une faible bande passante, un gain et un niveau d'isolation élevés.

**Tableau 3.1 : Récapitulatif des différentes caractéristiques des antennes étudiées.**

	Fréquence de résonance (GHz)	Gain (dBi)	Isolation à 30 cm (dB)
Antenne monopôle ULB	0.8 – 2.7	-2 à 0.8 GHz -1.3 à 2.4 GHz	-33
Antenne patch à polarisation circulaire	0.86	5.6	-38.5
Antenne patch quart d'onde (PIFA)	0.895	6.5	-46

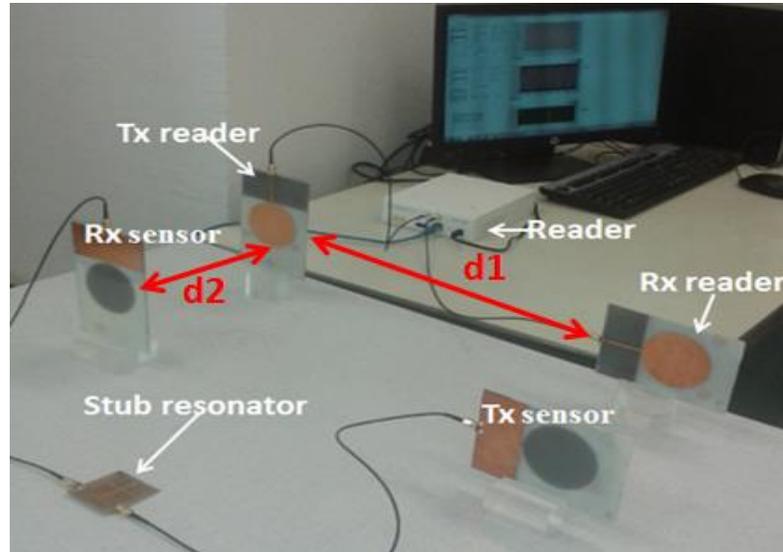
### 3.4 Réalisation d'un prototype

Après la caractérisation des capteurs de corrosion et celle des antennes, le démonstrateur est présenté sur la Figure 3.11. Il est basé sur un lecteur qui communique avec le capteur par l'intermédiaire des antennes monopôles ULB. Comme le montre la Figure 3.11, les antennes monopôle ULB sont placées suivant une polarisation croisée afin d'obtenir une bonne isolation entre les ports Tx et Rx du lecteur. Le lecteur est un module Universal Software Radio Peripheral (USRP). En raison du temps important pour surveiller le processus réel de corrosion, les résultats présentés ici ont été obtenus en considérant une ligne microruban parfaite comme élément sensible. La puissance émise  $P_e$  par le module USRP est -8,61 dBm à 0,8 GHz et -19 dBm à 2,2 GHz. Afin de proposer un lecteur de taille réduite, la distance  $d_1$  entre les 2 antennes monopôles ULB, en polarisation croisée, est fixée à 10 cm. Sans élément sensible, les puissances reçues sont -43.6 dBm à 0.8 GHz et -54.7 dBm à 2.2 GHz. L'isolation Tx/Rx mesurée à partir de l'Equation 3.6 est donc de -35 dB aux 2 fréquences.

$$P_r = P_e + \text{Isolation} \quad \text{Equation 3.6}$$

Lorsqu'un élément sensible (système capteur) est ajouté à une distance de lecture  $d_2 = 5$  cm, les puissances reçues sont -30 dBm à 0.8 GHz et -53.5 dBm à 2.2 GHz. A  $d_2 = 15$  cm la puissance reçue est -35 à 0.8 GHz et -54 dBm à 2.2 GHz. Nous notons qu'à 0.8 GHz les puissances reçues, aux deux distances de lecture 5 cm et 15 cm, sont supérieures à la puissance reçue sans système capteur. Donc l'isolation Tx/Rx lecteur est suffisante pour la détection du

signal issu du capteur. Ce n'est pas le cas à 2,2 GHz, puisque les puissances reçues, après l'ajout du système capteur, sont inférieures à la  $P_r$  des antennes Tx/Rx lecteur. Ceci est dû aux fortes pertes en espace libre (-30 dB). A 0.8 GHz, en prenant en compte l'isolement Tx/Rx de -35 dB, il est possible de prédire la distance  $d_2$  maximale de 30 cm. Afin d'augmenter la distance  $d_2$  à 0,8 GHz et 2,2 GHz, il faut améliorer l'isolement Tx/Rx.



**Figure 3.11 : Photographie du démonstrateur.**

En utilisant d'autres antennes mono-bandes plus directives, nous obtenons des distances de lecture  $d_2$  plus importantes, les résultats obtenus sont présentés sur le Tableau 3.2. L'antenne à polarisation circulaire ( $G = 5.6$  dBi) et l'antenne patch (PIFA) ( $G = 6.5$  dBi) ont des gains importants, ce qui permet d'obtenir des bons niveaux d'isolations Tx/Rx. La distance de lecture est donc augmentée de 0.3 m à 0.7 m en utilisant l'antenne PIFA.

**Tableau 3.2 : Mesure de l'isolation et de la distance de lecture  $d_2$  de différentes antennes.**

	Antenne monopôle (à 0.8 GHz et 2.2 GHz)	Antenne patch à polarisation circulaire (à 0.86 GHz)	Antenne patch PIFA (à 0.895 GHz)
Isolation (dB)	-35	-38	-46
Distance de lecture $d_2$ (m)	0.3	0.52	0.7

### 3.5 Amélioration de l'isolation Tx/Rx

Afin d'améliorer l'isolation Tx/Rx, nous avons étudié différentes techniques totalement différentes :

- Suppression de l'onde directe par déphasage
- Isolation temporelle

#### 3.5.1 Suppression de l'onde directe par déphasage

Le principe de cette technique est présenté sur la Figure 3.12. Il consiste à soustraire à l'onde directe une partie du signal transmis déphasé. Elle est inspirée de la méthode utilisée dans la référence [3.7]. Le signal est tout d'abord divisé en 2 par un diviseur de puissance. La première moitié du signal est transmise par l'antenne Tx du lecteur. Le signal direct  $a$  non souhaité est donc reçu par l'antenne Rx du lecteur. La deuxième moitié du signal est déphasée et atténuée afin d'obtenir un signal  $b$ . L'objectif de cette technique est alors d'obtenir une somme des 2 signaux  $a$  plus  $b$  nulle. Dans ce cas, l'isolation Tx/Rx se trouve améliorée.

Expérimentalement, l'amélioration de l'isolation Tx/Rx a été testée avec les antennes à polarisation circulaire fonctionnant à 0.895 GHz. Sans élément sensible, la distance  $d_1$  entre ces 2 antennes est fixée à 10 cm. Le déphaseur et l'atténuateur sont ajoutés du côté lecteur, entre les antennes Tx/Rx, comme le montre la Figure 3.13. Grâce à cette technique, à 0.8 GHz et 2.2 GHz, l'isolation Tx/Rx est améliorée de -38 dB à -54 dB. L'élément sensible est donc détecté à partir d'une distance de lecture  $d_2 = 1.5$  m.

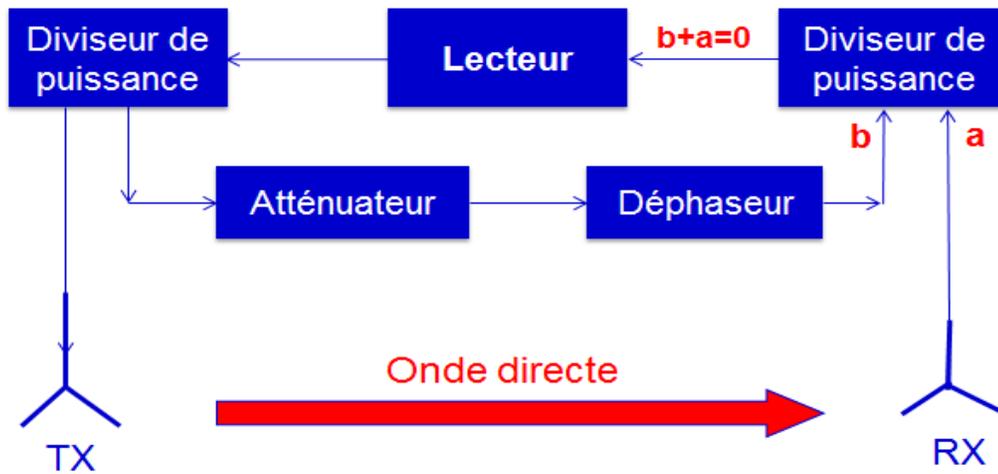


Figure 3.12 : Technique du déphasage du signal Tx/Rx directe.

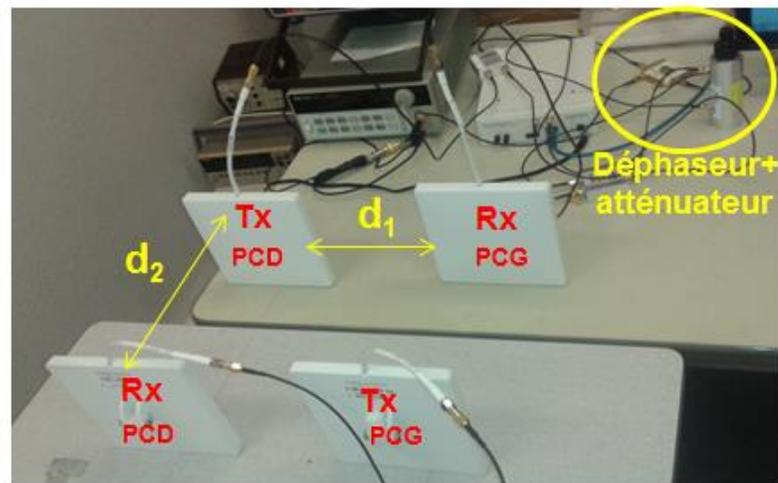


Figure 3.13 : Démonstrateur basé sur le principe du déphasage en utilisant des antennes à polarisation circulaire.

Les résultats obtenus de l'isolation Tx/Rx ainsi que la distance de lecture  $d_2$ , en utilisant d'autres antennes, sont présentés sur le Tableau 3.3. La distance la plus importante est obtenue à 2 m, grâce au bon niveau d'isolation -67 dB, en utilisant une antenne (PIFA) à 0.895 GHz.

**Tableau 3.3 : Mesure de l'isolation et de la distance de lecture  $d_2$ .**

	<b>Antenne monopôle (à 0.8 GHz et 2.2 GHz)</b>	<b>Antenne patch à polarisation circulaire (à 0.86 GHz)</b>	<b>Antenne patch PIFA (à 0.895 GHz)</b>
<b>Isolation (dB)</b>	-49	-54	-67
<b>Distance de lecture <math>d_2</math> (m)</b>	0.57	1.5	2

### 3.5.2 Isolation temporelle

Le principe de cette technique est de retarder le signal qui porte l'information de la corrosion du signal direct afin de pouvoir les séparer. Pour cela, dans un premier temps, nous avons simulé sur HFSS une ligne à retard basée sur la magnéto-inductance comme détaillé dans [3.8-3.9], les résultats obtenus ont démontré un retard insuffisant de 69 ns entre les 2 signaux. Dans un 2<sup>ème</sup> essai, nous avons ajouté, du côté capteur, une ligne à retard *Surface Acoustic Wave* (SAW), basée sur la création d'ondes acoustiques. Parmi les caractéristiques de la ligne SAW un fonctionnement à 0.895 GHz et un retard de 814 ns entre son entrée et sa sortie, son fonctionnement est démontré sur la Figure 3.14.

Le rajout de la ligne SAW, qui possède 10 dB de pertes, augmente les pertes du signal. Grâce à cette technique et en utilisant des antennes patch (PIFA) mono-bande résonant à 0.895 GHz, l'isolation Tx/Rx est infinie puisque nous pouvons distinguer le signal direct du signal passant par le capteur de corrosion. La distance  $d_1$  entre les antennes Tx/Rx lecteur est fixée à 10 cm. Comme illustré sur la Figure 3.15, en ajoutant l'élément sensible et la ligne SAW, la distance de lecture est de 2 m. Lorsqu'un amplificateur de 30 dB est ajouté coté capteur, la distance  $d_2$  est améliorée à 3.5 m. L'inconvénient d'ajouter un amplificateur, c'est que nous nous sommes plus dans un cas de capteur passif, pour cela il faut récupérer de l'énergie afin d'alimenter l'amplificateur. Nous proposons à titre d'exemple d'ajouter une alimentation ou bien d'utiliser la méthode de récupération d'énergie basée sur des diodes développée dans la référence [3.10].

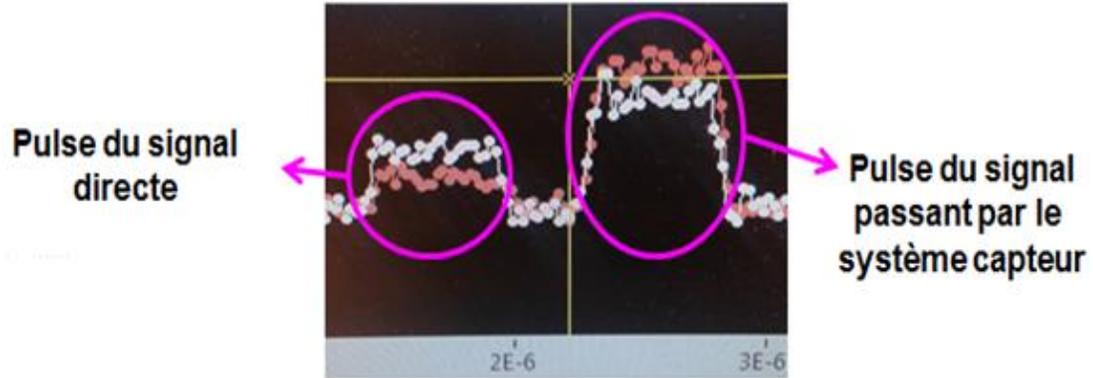


Figure 3.14 : Fonctionnement de la ligne SAW (fenêtrage temporel).

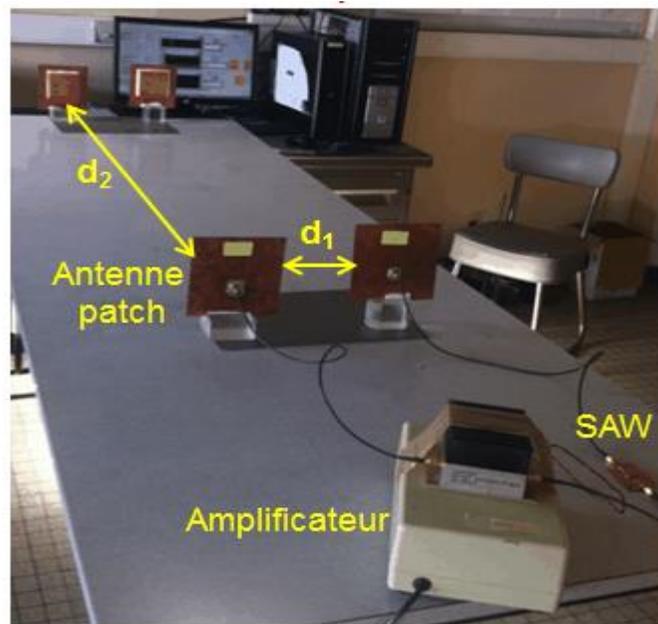


Figure 3.15 : Démonstrateur basé sur des antennes patch (PIFA) et une ligne à retard SAW.

### 3.6 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons développé un démonstrateur qui permet d'obtenir l'information sur la corrosion à une distance  $d_2$  entre le capteur de corrosion et le lecteur.

La distance de lecture mesurée entre le capteur et le lecteur augmente avec le niveau d'isolation de chaque antenne :

- ✓ Antenne monopôle ultra large bande (0.8 GHz) :  $G = -2$  dBi et  $IS = -33$  dB  
=>  $d_2 = 0.3$  m.
- ✓ Antenne à polarisation circulaire (0.86 GHz) :  $G = 5.6$  dBi et  $IS = -38.5$  dB  
=>  $d_2 = 0.52$  m.
- ✓ Antenne PIFA (0.895 GHz) :  $G = 6.5$  dBi et  $IS = -46$  dB  
=>  $d_2 = 0.7$  m.

De plus le gain et l'isolation de l'antenne sont importants, la distance de lecture augmente.

Afin d'augmenter cette distance de lecture, nous avons considéré le déphasage du signal direct par rapport au signal du capteur.

- ✓ Antenne monopôle ultra large bande =>  $d_2 = 0.57$  m.
- ✓ Antenne à polarisation circulaire =>  $d_2 = 1.5$  m.
- ✓ Antenne PIFA =>  $d_2 = 2$  m.

Ces résultats obtenus répondent au cahier de charge dont la distance de lecture est de quelques mètres.

## Bibliographie du chapitre 3

- [3.1] S. Preradovic and N. C. Karmakar, “Design of fully printable planar chipless RFID transponder with 35-bit data capacity”, in European Microwave Conference, Oct. 2009, pp. 013–016.
- [3.2] J. Liang, C. Chiau, X. Chen, G. Parini, “Study of a printed disc monopole antenna for UIWB systems”, IEEE TRANSACTIONS ON ANTENNAS AND PROPAGATION, VOL. 53, NO. 11, NOVEMBER 2005.
- [3.3] L. Zhong, B. Sun, J. Qiu, N. Zhang, “Study of a circular disc monopôle ultrawide-band miniature antenna”, Piers online, vol. 4, no. 3, (2008) 326.
- [3.4] R. Pillalamari, J. R. Panda, R. S. Kshetrimayum, “Printed UWB circular and modified circular disc monopole antennas”, International Journal of Recent Trends in Engineering, Issue. 1, Vol. 1, May 2009.
- [3.5] R. Chair, K. M. Luk, K. F. Lee, "Bandwidth and cross-polarization characteristics of quarter-wave shorted patch antennas" Microwave and Optical Technology Letters, Vol. 22, n°2, pp. 101-103, July 1999.
- [3.6] T. Taga, “Analysis of planar inverted-F antennas and antenna design for portable radio equipment,” in Analysis, Design, and Measurement of Small and Low Profile Antennas, K. Hirasawa and M. Haneishi, Eds. Boston, MA: Artech, 1992, ch. 5.
- [3.7] B. You, B. Yang, X. Wen, and L. Qu, “Implementation of low-cost UHF RFID reader front-ends with carrier leakage suppression circuit”, Hindawi publishing corporation, vol 2013, article ID 135203, 8 pages.
- [3.8] M.j. Freire, R. Marqués, F. Medina, M.AG. Laso, F. Martin “Planar magnetoinductive wave transducers : Theory and applications”, Applied physics letters volume 85, number 19, 8 novembre 2004.

- [3.9] F.J. Herraiz-Martinez, F. Paredes, G.Z. Gonzalez, F. Martin, J. Bonache “Printed magnetoinductive-wave (MIW) delay lines for chipless RFID applications”, IEEE Transactions on antennas and propagation, vol.60, NO. 11, Novembre 2012.
- [3.10] V. Kuhn, F. Seguin, C. Lahuec, C. Person, “A multi-tone RF energy harvester in body sensor area network context”, IEEE Loughborough antennas and propagation conference novembre 2013, UK.

## **Chapitre 4**

### ***Sonde RF à champ proche pour le contrôle de la dégradation des matériaux***



## 4.1 Introduction

Au cours des chapitres 2 et 3, nous avons présenté un capteur de corrosion reposant sur l'intégration d'un matériau mimétique de la structure à surveiller. Dans ce chapitre, une méthode de détection différente basée sur l'utilisation d'une sonde à champ proche est développée. Le principe de cette méthode est de considérer l'interaction entre un champ électromagnétique et une surface/matériau à analyser. L'objectif sera ici d'étudier l'application de cette technique à la caractérisation de surfaces métalliques recouvertes soit de matériaux corrodés soit de revêtements organiques.

## 4.2 La microscopie micro-onde en champ proche : définition et historique

La microscopie micro-onde champ proche a été mise en place depuis de nombreuses années dans diverses activités de groupes de recherche et d'industriels. Les travaux de Synge en 1928 [4.1] sont reconnus comme pionniers dans le domaine. La première démonstration expérimentale de l'imagerie utilisant les champs évanescents à des fréquences micro-ondes a été réalisée par Soohoo en 1962 [4.2], puis en 1972 Ash et Nicholls [4.3] ont démontré que les champs micro-ondes évanescents pouvaient être utilisés pour des caractérisations avec une résolution spatiale de l'ordre de  $\lambda/100$ .

Les sondes évanescentes dans la bande fréquentielle micro-onde, EMP (en anglais : Evanescent field Microwave Probes), ont été examinées en utilisant une ligne de transmission en 1987 par Gutmann [4.4] et en 1989 par M. Fee [4.5] pour le diagnostic d'une structure plane. En 1993, les EMP ont été reconsidérées par Tabib-Azar [4.6]. Un résonateur  $\lambda/2$  associé à une sonde a été utilisé pour cartographier les variations de la conductivité dans des lignes métalliques sur les cartes de circuits électroniques. Puis, Xiang et ses collègues ont développé en 1996 un microscope à balayage en champ proche à des fréquences micro-ondes, qui se composait d'un résonateur coaxial  $\lambda/4$  avec un conducteur central conique [4.7]. L'applicabilité et la versatilité des EMP pour leur utilisation avec différents types de matériaux sont illustrées par une série d'articles récents dans le groupe de Tabib-Azar [4.8- 4.13]. D'autres groupes se sont également intéressés aux EMPs et une littérature abondante existe [4.14-4.16].

La méthode de microscopie micro-onde à balayage champ proche est basée sur une technique multi-port, régissant les mesures des paramètres S du DST (dispositif sous test) [4.17-4.18]. Afin de situer le contexte de l'étude, nous redonnons ici le principe de fonctionnement d'un microscope 'conventionnel' à balayage hyperfréquence en champ proche [4.19-4.20]. L'architecture se compose usuellement d'un analyseur de réseaux vectoriel (VNA pour Vector Network Analyser en anglais) et d'une sonde résonante (Figure 4.1). Le principe de cette technique est de placer en contact l'extrémité d'une sonde résonante et un matériau à caractériser. Ce principe est démontré dans les références [4.21-4.22]. Le champ électromagnétique, fourni par la sonde résonante pénètre dans le matériau. Sous l'influence de l'état de surface du matériau l'amplitude et la phase du coefficient de réflexion évoluent. Les propriétés du matériau à caractériser peuvent alors être corrélées à la fréquence de résonance et au facteur de qualité [4.23-4.40].

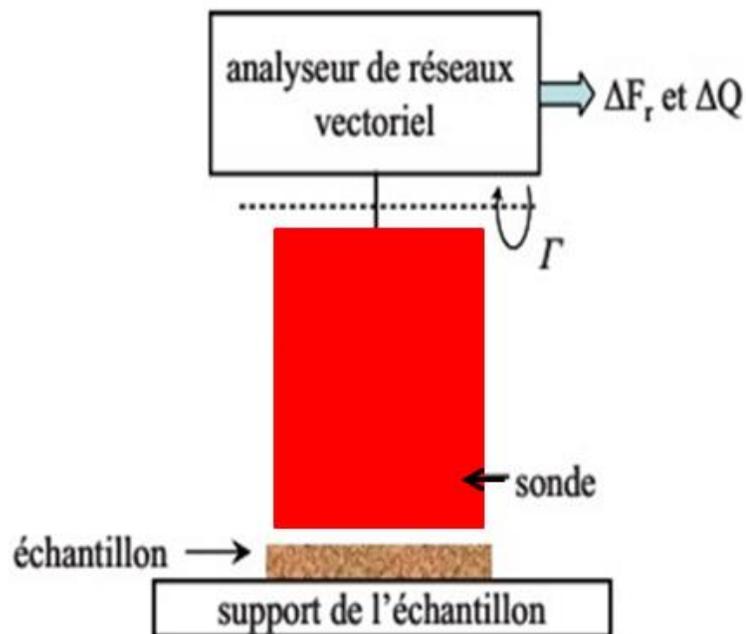


Figure 4.1 : Synoptique d'un microscope à balayage micro-onde champ proche classique.

### 4.3 Description de la sonde coaxiale

Afin de développer une sonde possédant un facteur de qualité le plus important possible, une sonde résonante coaxiale a été développée. La Figure 4.2 représente le schéma de la sonde résonante proposée par Garcia-Banos et al dans [4.41-4.42]. La structure est composée de :

- $a$  est le rayon du conducteur interne = 2 mm,
- $b$  est le rayon du conducteur externe = 7 mm,
- $l$  est la longueur totale du coaxial = 84.2 mm,
- $a_1$  est le rayon du conducteur interne à l'ouverture = 1.5 mm,
- $b_2$  est le rayon de l'ouverture = 20 mm,
- $g$  est le gap entre l'alimentation et le conducteur interne.

Comme le montre la Figure 4.2, l'extrémité de la sonde est composée d'un diélectrique Rogers RO4003C d'une permittivité  $\epsilon_{rc}$ . Ceci permet de positionner l'échantillon à analyser. Les caractéristiques et les dimensions du diélectrique sont les suivantes :

- $b_1$  et le rayon du diélectrique = 7.5 mm,
- $\epsilon_{rc}$  est la permittivité du diélectrique = 3.55,
- $L_1$  est l'épaisseur du diélectrique = 0.8 mm.

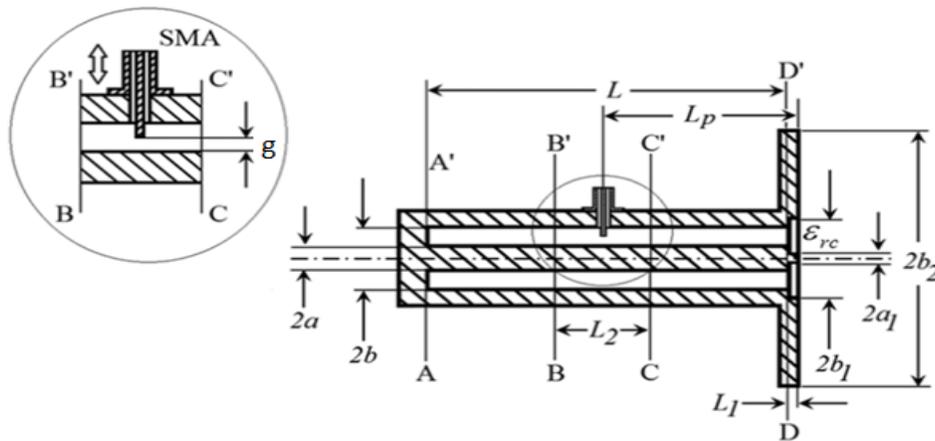
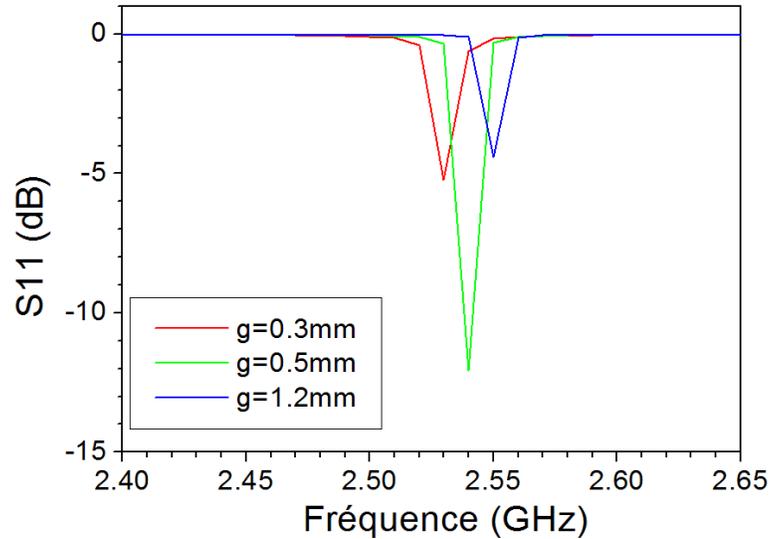


Figure 4.2 : Schéma de la sonde résonante à champ proche [4.41-4.42].

Comme le montre la Figure 4.2, l'énergie est fournie par une alimentation coaxiale, adaptée à  $50 \Omega$ , placée à une distance  $L_p$  de l'extrémité de la sonde via un couplage capacitif. En réalisant une simulation HFSS, pour  $L_p = 56,4$  cm, nous obtenons une fréquence de résonance de 2.54 GHz. La fréquence de résonance ainsi que son niveau peuvent être ajustés en modifiant l'écart  $g$  entre la sonde d'alimentation et le conducteur interne du résonateur coaxial. La Figure 4.3 présente l'effet du gap  $g$  sur la fréquence de résonance en fixant  $L_p$  à 56.4 mm. Lorsque le gap  $g$

augmente de 0.3 mm à 1.2 mm, la fréquence de résonance enregistre un léger décalage de 21 MHz vers les hautes fréquences. Ce résultat est expliqué avec l'effet capacitif du gap.



**Figure 4.3 : Simulation HFSS de l'effet du gap  $g$  sur la fréquence de résonance.**

Afin d'avoir un bon niveau de résonance,  $g$  est fixé à 0.7 mm et  $L_p$  à 56.4 mm. D'après la simulation HFSS le coefficient de qualité  $Q$  est très élevé, autour de 490.

La Figure 4.4 (a) présente la réalisation de la sonde. Le conducteur interne et externe sont composés de laiton, le diélectrique est un Roger possédant une permittivité de 3.55. La Figure 4.4 (a) présente la sonde réalisée. Le conducteur interne et externe sont composés de laiton, le diélectrique est un Roger possédant une permittivité de 3.55. La Figure 4.4 (b) présente la caractérisation d'un matériau placé en contact avec la cellule résonante. Expérimentalement, la sonde est caractérisée par une fréquence de résonance de 2.51 GHz et un facteur de qualité de 448.

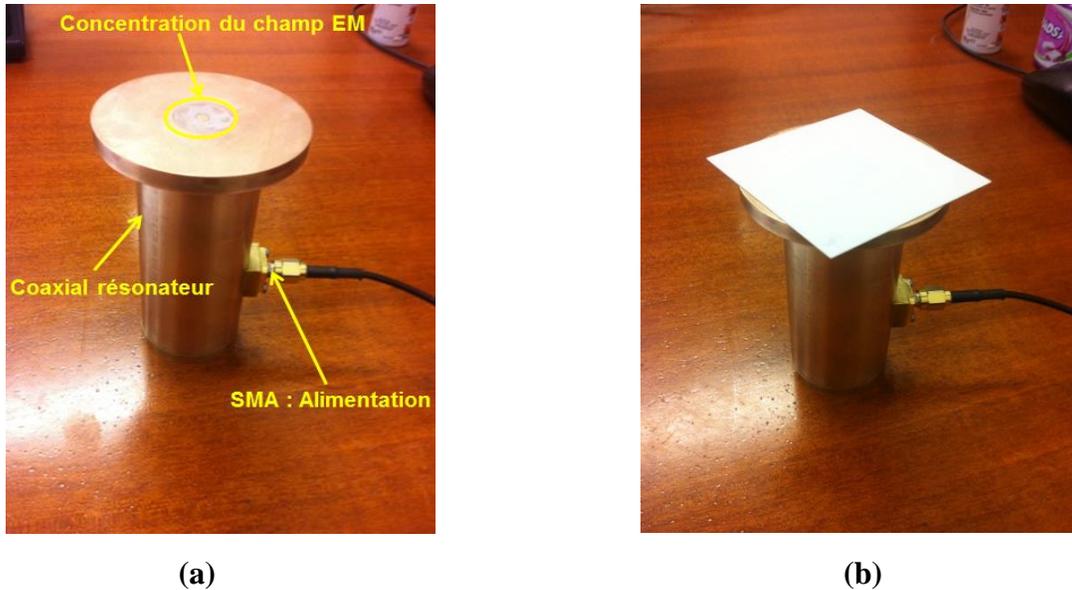


Figure 4.4 : La cellule du résonateur coaxial sans (a) et avec (b) un matériau à caractériser.

## 4.4 Simulations électromagnétiques et caractérisation de matériaux

L'objectif étant de caractériser des matériaux isolants ou faiblement conducteurs sur un métal, nous nous focalisons tout d'abord sur les effets induits par la présence de matériaux diélectriques au niveau de la sonde.

### 4.4.1 Caractérisation d'un matériau diélectrique

La Figure 4.5 présente un matériau diélectrique (FR4) d'épaisseur  $e$ , placé à une distance  $h$  de l'ouverture de la cellule résonante. Dans un premier temps, les effets de l'épaisseur  $e$  et de l'espacement  $h$  sont étudiés par des simulations HFSS.

La Figure 4.6 présente l'effet de la permittivité de différents diélectriques placés en contact avec la sonde ( $h = 0$ ). L'épaisseur du diélectrique est fixée à 10 mm. Lorsque la permittivité du diélectrique augmente de 1 à 16, un décalage fréquentiel de 2.54 GHz à 2.30 GHz est prévu. En supposant une variation linéaire pour  $\epsilon$  variant entre 4 et 9, la variation est de  $14.6 \text{ MHz}/\epsilon$ . Une variation de fréquence est détectable, lorsque celle-ci est de l'ordre de la largeur à -3dB. Ceci entraîne une sensibilité de la méthode à une variation de 0.07 pour  $\epsilon$ .

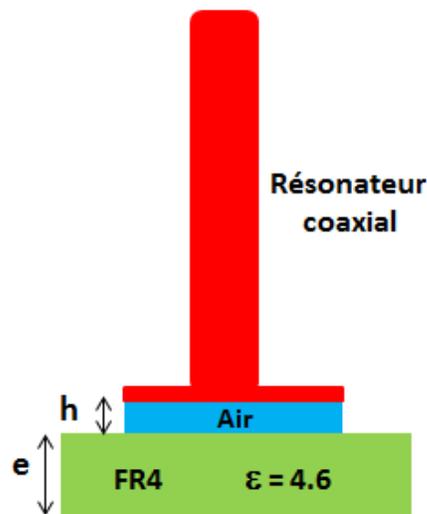


Figure 4.5 : Caractérisation du FR4 par le résonateur coaxial.

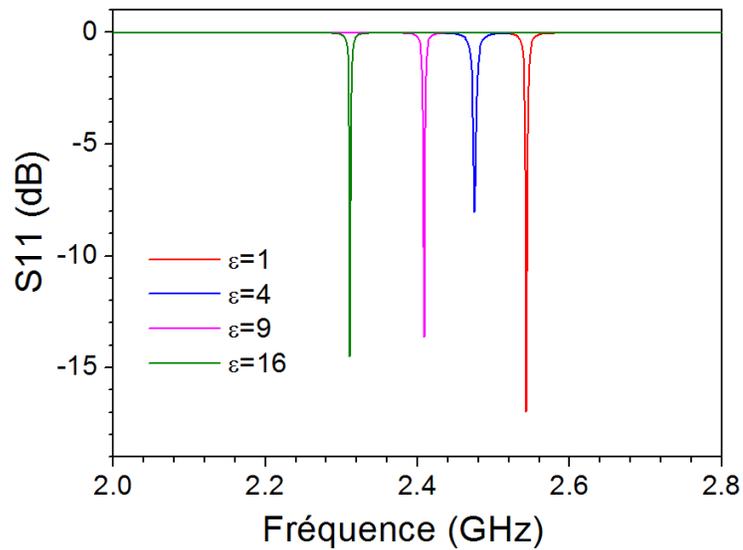
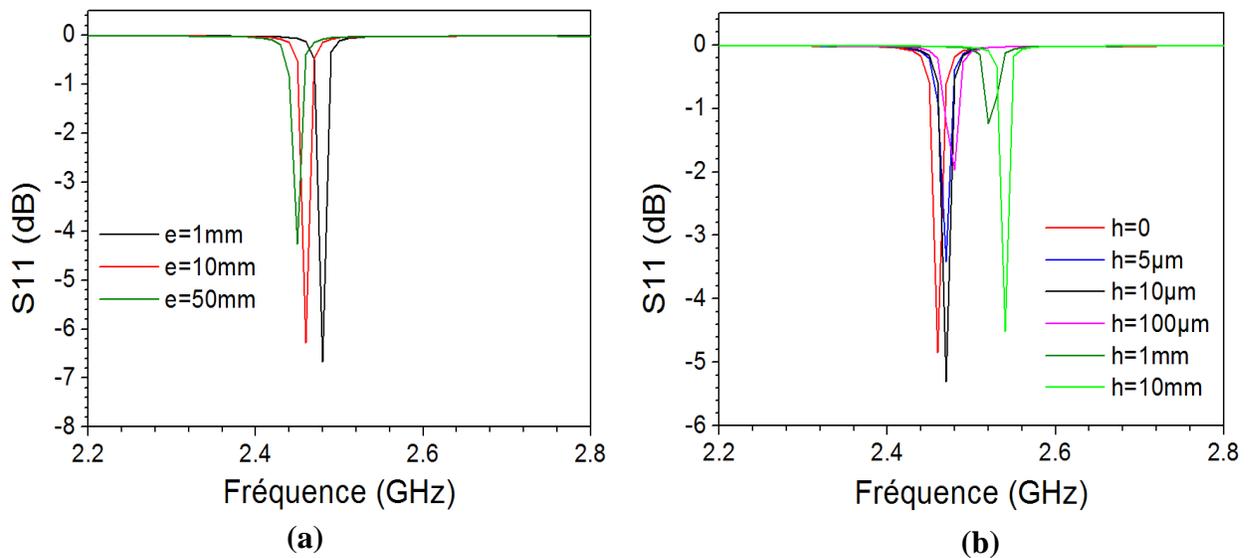


Figure 4.6 : Simulation HFSS de l'effet de la permittivité du diélectrique à caractériser.

La Figure 4.7 (a) présente l'effet de l'épaisseur  $e$  sur la fréquence de résonance lorsque le FR4 est en contact avec la cellule ( $h=0$ ). Des variations d'amplitude sont observées mais nous intéressons ici seulement à l'évolution fréquentielle. L'augmentation de l'épaisseur entraîne un décalage fréquentiel de 2.48 GHz vers 2.44 GHz. Cette variation s'explique par le remplacement

de l'air par un matériau de permittivité diélectrique de 4.5 à l'extrémité de la sonde. La Figure 4.7 (b) présente l'effet de l'espacement  $h$  entre le FR4 et la sonde résonante. L'espace  $h$  est rempli d'air (permittivité de 1 et résistivité électrique infinie), l'épaisseur  $e$  du FR4 étant fixée à 10 mm. Lorsque  $h$  augmente, une augmentation de la fréquence de résonance est observé. Ce résultat s'explique parfaitement, comme dans le cas précédent, par le remplacement du FR4 par de l'air qui possède une permittivité diélectrique plus faible. Lorsque  $h$  est compris entre 5  $\mu\text{m}$  et 100  $\mu\text{m}$  la fréquence de résonance est autour de 2.46 GHz, ce qui correspond à la fréquence de résonance du FR4 en contact avec la sonde. Pour  $h=10$  mm, la fréquence obtenu correspond à celle obtenue pour la sonde à vide.



**Figure 4.7 : Simulation HFSS de l'effet de l'épaisseur  $e$  du FR4 (a) et l'effet de l'espacement  $h$  entre le diélectrique et la cellule résonante (b).**

Afin de valider ces résultats, nous avons caractérisé des plaques de FR4 d'épaisseur  $e$  avec la sonde. Le Tableau 4.1 présente les fréquences des deux premières harmonique. Nous observons bien des décalages fréquentiels associés à des variations de permittivité diélectrique et d'épaisseur du diélectrique. En conclusion, la méthode développée permet de déterminer des changements de permittivité diélectrique effective du matériau par une variation de fréquence. Cependant, afin d'exploiter les résultats, il est nécessaire de disposer d'un matériau d'épaisseur importante, supérieure à 10mm.

**Tableau 4.1 : Fréquences de résonances mesurées en fonction du diélectrique.**

	e (mm)	F <sub>r1</sub> (GHz)	F <sub>r2</sub> (GHz)
<b>L'air</b>		2.50	4.20
<b>FR4</b>	0.4	2.47	4.15
	0.8	2.46	4.12
	1.6	2.43	4.08

#### 4.4.2 Caractérisation d'un matériau métallique

Dans cette partie, un matériau en cuivre d'une conductivité de  $58 \times 10^6$  S/m remplace le diélectrique FR4 sur la Figure 4.5. La Figure 4.8 présente le résultat du paramètre S11 en fonction de l'épaisseur e du cuivre. L'épaisseur e n'a aucun effet sur la fréquence de résonance obtenue à 3.46 GHz. En effet, lorsque le cuivre est en contact direct avec la cellule, un court-circuit est créé quel que soit son épaisseur e. Ici, nous ne sommes plus dans le cas de la caractérisation d'un diélectrique isolant avec une résonance à 2.5 GHz, mais avec des résonances à 1.8 GHz et 3.46 GHz.

La Figure 4.9 (a) présente l'effet d'un isolant d'épaisseur h entre la sonde et le cuivre, ce dernier ayant une épaisseur de 1 mm. Le matériau diélectrique utilisé est de l'air de résistivité infinie, il représente les produits de corrosion à la surface du métal. Une augmentation faible de h (5  $\mu$ m) entraîne un décalage fréquentiel de 3.46 GHz, lorsque h = 0, vers 3.57 GHz. Ce résultat démontre l'extrême sensibilité de la technique aux effets de surfaces. Lorsque h atteint une distance importante (5 mm), il n'y a plus de court-circuit, ce qui entraîne une résonance identique à celle de l'air (2.53 GHz). Comme nous l'avons montré précédemment, l'épaisseur du métal n'a aucune influence sur le décalage fréquentiel observé ici. Afin de mieux visualiser les résultats, nous présentons sur la Figure 4.9 (b) l'évolution de la fréquence en fonction de h pour deux matériaux diélectriques de permittivité  $\epsilon=1$  et 3,5. La sensibilité de la méthode aux très faibles

épaisseurs de diélectrique est démontrée. Une variation de fréquence vers les basses fréquences associées à un changement de permittivité de l'isolant est également observée.

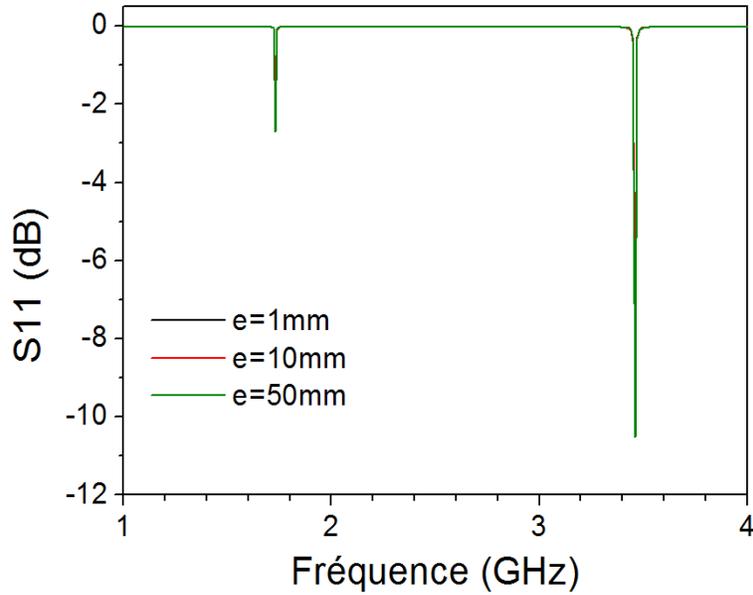


Figure 4.8 : Simulation HFSS de l'effet de l'épaisseur  $e$  du cuivre.

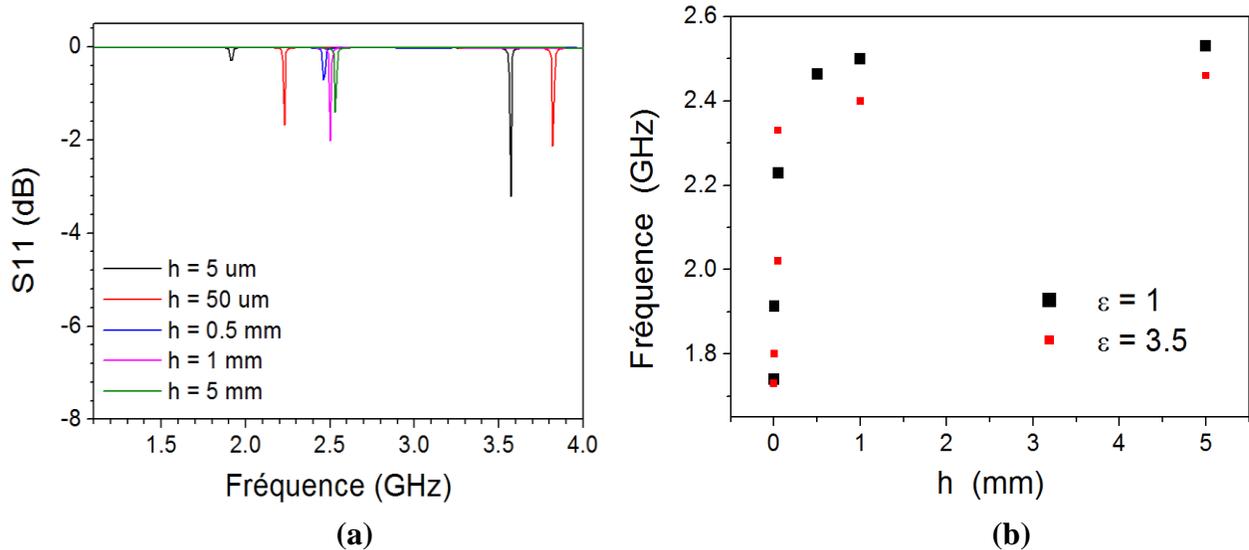


Figure 4.9 : Simulation HFSS de l'effet de l'espacement  $h$  (air) entre le cuivre et la cellule résonante (a), variation de la fréquence de résonance pour des matériaux diélectriques ( $\epsilon=1$  et  $3.5$ ) entre la sonde et le métal (b) pour  $e = 1$  mm.

Afin de simuler de façon plus précise l'impact que peut avoir la corrosion sur la caractérisation du matériau, nous présentons sur la Figure 4.10, la caractérisation d'un matériau en cuivre d'une épaisseur de 1 mm, recouvert d'un matériau caractérisé par  $\rho$  et  $\epsilon$ . L'espacement  $h$  est fixé à 5  $\mu\text{m}$ . La Figure 4.10 présente le résultat de la simulation HFSS  $\rho = 10^{-2} \Omega\cdot\text{m}$  quel que soit la permittivité diélectrique du matériau, le résultat reste fixe et correspond à une caractérisation d'un conducteur.

Après avoir étudié théoriquement la caractérisation de différents matériaux à l'aide de la sonde nous pouvons constater que :

- Lorsqu'un matériau isolant de résistivité infinie et d'épaisseur fine de l'ordre du micromètre est présent entre le métal et la sonde locale, une augmentation de la fréquence de résonance est observée. Une augmentation de la permittivité diélectrique donne alors un décalage vers les basses fréquences.
- Lorsque le matériau isolant ne présente pas une forte résistivité, comme un semi-conducteur, aucun décalage vers les hautes fréquences n'est attendu.

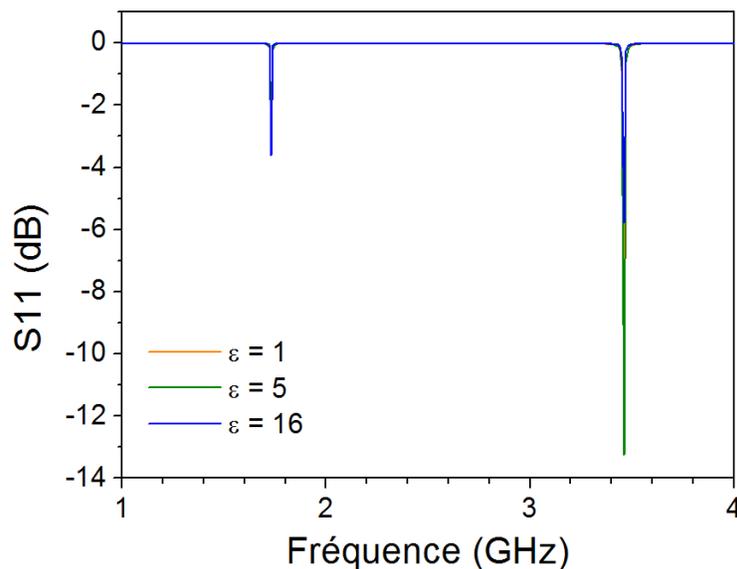


Figure 4.10 : Simulation HFSS de l'évolution de la fréquence en fonction de la permittivité pour  $\rho = 10^{-2} \Omega\cdot\text{m}$ .

## 4.5 Résultats expérimentaux

Plusieurs exemples présentant l'intérêt de la sonde en termes de caractérisation de surfaces sont présentés.

### 4.5.1 Corrosion de l'acier galvanisé

Afin d'étudier l'application potentielle de cette méthode au suivi de la corrosion, nous avons exposé de l'acier galvanisé à chaud, *i.e.* recouvert d'une couche de zinc, à deux types de solutions agressives. Nous avons donc mesuré la fréquence de résonance d'un acier galvanisé avant et après corrosion. Les plaques d'acier ont été immergées, pendant une semaine, dans deux solutions aqueuses, une première contenant du NaCl et seconde du NaOH (hydroxyde de sodium) chacune a une concentration de 0.6 M. L'objectif étant de favoriser la formation de produits de corrosion différents, dans chacune des conditions. La Figure 4.11 présente une photographie de 3 coupons en aciers galvanisés, le premier à gauche est non corrodé, celui du milieu a été plongé dans une solution de NaCl. Le dernier échantillon (à droite) est un acier galvanisé plongé dans une solution de NaOH.



**Figure 4.11 : Photos des aciers galvanisés étudiés.**

La Figure 4.12 présente le résultat de la mesure du paramètre S11 lorsque chaque échantillon est placé en contact avec la sonde. La caractérisation de l'acier galvanisé présente un résultat qui correspond à un court-circuit avec une fréquence de résonance de 3.52 GHz. Un

décalage de 91 MHz et 140 MHz, vers les hautes fréquences, est observé après une semaine dans une solution de NaCl et NaOH respectivement. Cet écart pourrait être attribué à la nature des produits de corrosion et/ou leur épaisseur.

Afin d'identifier ces produits de corrosion présents sur la surface de l'acier galvanisé, nous présentons sur la Figure 4.13 les spectres de diffraction X de l'acier galvanisé avant et après corrosion. Les résultats en DRX ne montrent pas de différence entre un acier galvanisé avant et après immersion dans une solution de NaCl. Ce résultat peut s'expliquer par la nature amorphe des produits de corrosion, compte tenu du faible temps d'exposition, non visible en DRX. En revanche, les produits de corrosion formés, en présence de NaOH, sont relativement structurés et principalement composés d'hydroxyde de zinc  $Zn(OH)_2$  et d'hydrozincite  $Zn_5(OH)_6(CO_3)_2$ . Les décalages fréquentiel présentés sur la Figure 4.12 sont dus à l'influence des produits de corrosion ( $\rho$  et  $\epsilon$ ) ainsi que leur épaisseur  $h$  entre le métal et la sonde.

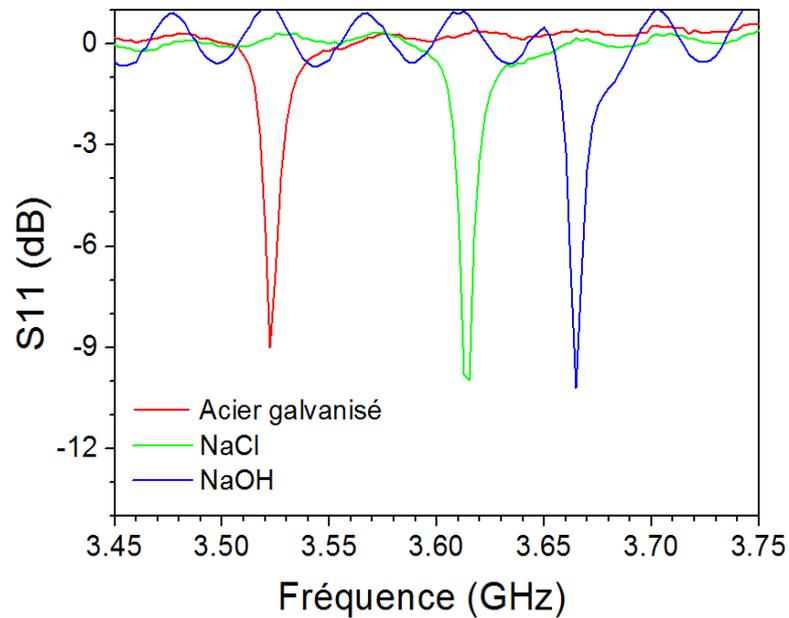


Figure 4.12 : Mesure de la fréquence de résonance d'un acier avant et après sa corrosion dans 2 solutions.

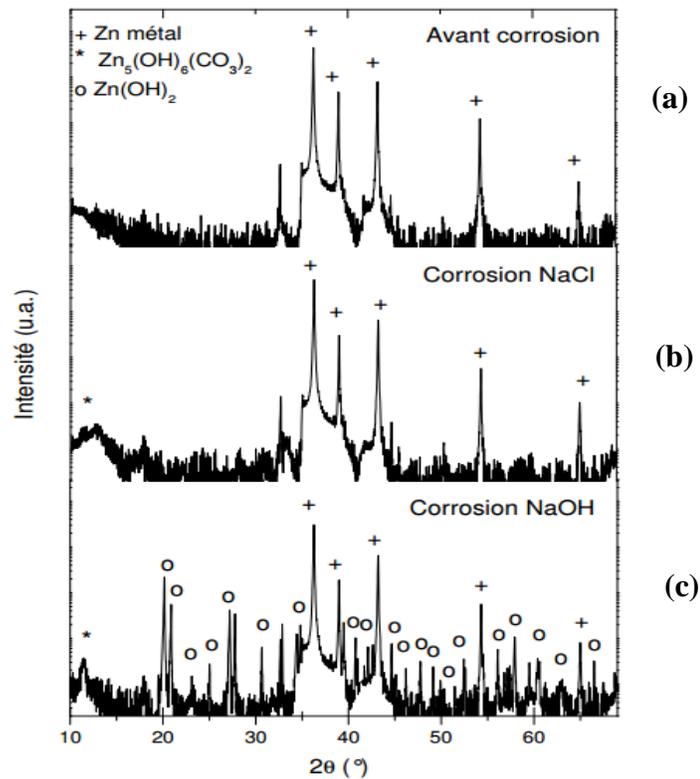
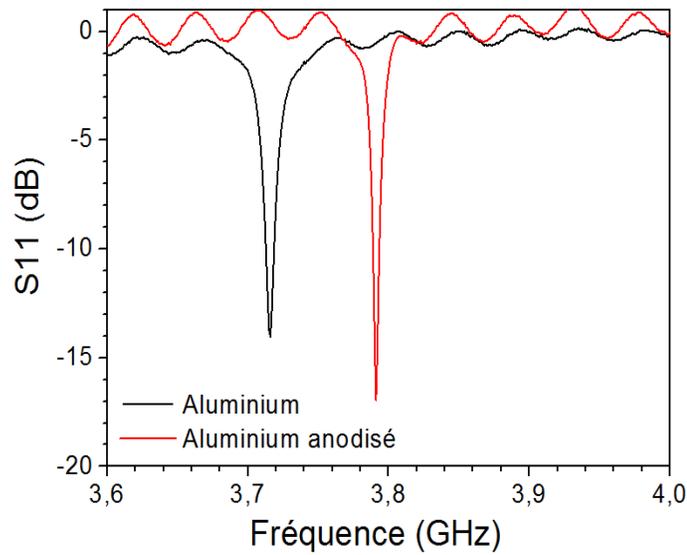


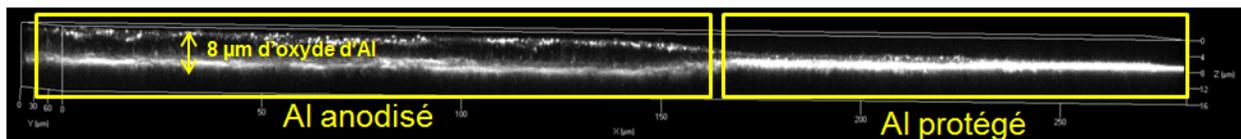
Figure 4.13 : Spectres de diffraction X de l'acier avant corrosion (a) et après corrosion dans une solution de NaCl (b) et dans NaOH (c).

#### 4.5.2 Caractérisation de l'anodisation de l'aluminium

Sur la Figure 4.14, nous présentons la caractérisation d'une plaque d'aluminium avant et après son anodisation (oxydation anodique de 5 à 50  $\mu\text{m}$ ). Le conducteur présente une fréquence de résonance de 3.71 GHz. Un décalage fréquentiel vers 3.79 GHz est enregistré, lorsque la sonde est positionnée sur l'aluminium anodisé. Dans ce cas, le décalage vers les hautes fréquences correspond à la présence de l'oxyde sur l'aluminium. La Figure 4.15 présente une étude microscopique qui confirme la présence d'une couche de 8  $\mu\text{m}$  d'épaisseur d'oxyde d'aluminium.



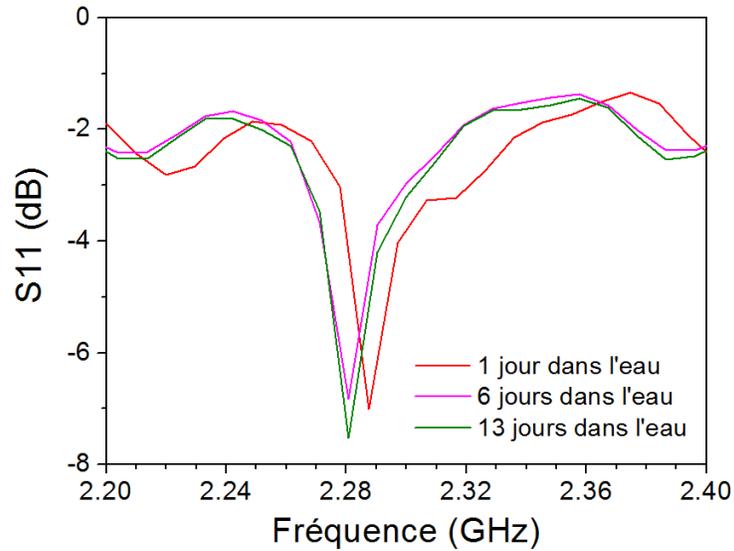
**Figure 4.14 : Mesure de la fréquence de résonance de l'aluminium avant et après son anodisation.**



**Figure 4.15 : Image confocale de l'aluminium anodisé.**

### 4.5.3 Diffusion de l'eau dans un revêtement organique

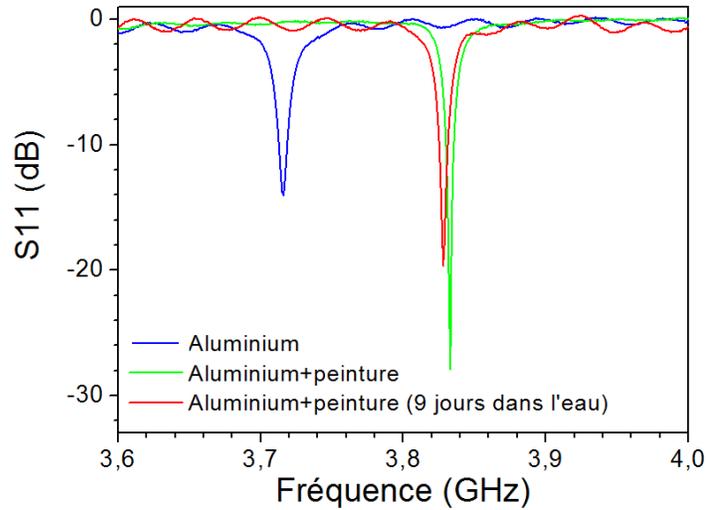
Afin de suivre l'infiltration de l'eau, nous avons caractérisé un époxy FR4 immergé dans l'eau. La Figure 4.16 illustre les mesures obtenues. L'immersion du FR4 dans l'eau pendant 1 jour donne une fréquence de résonance de 2.287 GHz, après 6 nous obtenons 2.280 GHz. Ce résultat reste le même après 13 jours dans l'eau. Cela montre que l'époxy FR4 est saturé d'eau.



**Figure 4.16 : Mesure de la fréquence de résonance d'un FR4 époxy trempé dans l'eau.**

Nous avons immergé une plaque, en aluminium peinte par une peinture époxy dans l'eau. La caractérisation de l'infiltration de l'eau dans la peinture est réalisée avec la sonde. Nous présentons sur la Figure 4.17 les résultats obtenus.

L'aluminium présente une fréquence de résonance de 3.71 GHz. Lorsque nous ajoutons une couche de peinture isolante, un décalage vers les hautes fréquences est enregistré (3.83 GHz). Ceci s'explique par la présence d'un isolant entre la sonde et le métal. Après avoir trempé la plaque pendant 9 jours dans l'eau, nous obtenons une fréquence de résonance à 3.82 GHz. Ce décalage est expliqué par la diffusion de l'eau dans la peinture. En effet, dans ce cas, une augmentation de la permittivité diélectrique effective de la peinture est attendue et donc un décalage vers les basses fréquences. Ceci peut être accompagné d'une augmentation de conductivité électrique de la peinture et donc, encore d'un décalage vers les basses fréquences. Ces résultats correspondent à ceux observés sur la Figure 4.6 des simulations HFSS. Nous pouvons donc constater que  $\epsilon$  et  $\rho$  des produits de corrosions sont linéaire et si la valeur de leur épaisseur  $h$  est connue, nous pouvons remonter aux valeurs de  $\epsilon$  et  $\rho$ .



**Figure 4.17 : Mesure de la fréquence de résonance d'une plaque en aluminium peinte immergée dans l'eau.**

## 4.6 Conclusion

La sonde locale utilisée dans ce chapitre permet une caractérisation des métaux recouverts de différents diélectriques.

1. La présence des produits de corrosion de l'anodisation et de la peinture sur un métal permet un décalage de la fréquence de résonance vers les hautes fréquences.
2. Les mesures ainsi que les simulations HFSS ont démontré une grande influence du gap d'air entre la sonde et le matériau à caractériser.

## Bibliographie du chapitre 4

- [4.1] E.H. Synge, “A suggested method for extending microstrip ultra-microscopic region”, *Philosophical Magazine*, C6, pp 356-6362, 1928.
- [4.2] R. F. Soohoo, “A microwave magnetic microscope”, *Journal of Applied Physics*, vol. 33, pp 1276-1277, 1962.
- [4.3] Ash, G. Nicholls, “Super-Resolution Aperture Scanning Microscope”, *Nature*, vol. 237, pp 510-512, 1972.
- [4.4] R. J. Gutmann, J. M. Borrego, P. Chakrabarty, M.S. Wang, “Microwave Scanning Microscopy for Planar Structure Diagnostics”, *IEEE Microwave Theory and Techniques society international digest*, pp 281, 1987.
- [4.5] E. L. Lud; M. Radmacher, B. Fleckd, H. E. Gaub, “Atomic force microscope with magnetic force modulation”, *Optics Communications*, vol. 69, n° 3, pp 219-224, 1989.
- [4.6] M. Tabib-Azar, N. Shoemaker, S. Harris, “Nondestructive characterization of materials by evanescent microwaves”, *IOP Measurement Science Technology*, vol. 3, pp. 583-590, 1993.
- [4.7] T. Wei, X. D. Xiang, “Scanning Tip Microwave Near-Field Microscope”, *Applied physics letters*, vol. 68, pp. 3506-3508, 1996.
- [4.8] M. Tabib Azar, R. Ciocan, G. Ponchak, S. R. Leclair, “Transient thermography using evanescent microwave microscope”, *Review of Scientific Instruments*, vol. 70, pp 3387, 1999.

- [4.9] M. Tabib-Azar, D. Akinwande, G. E. Ponchak, S. R. Leclair, “Evanescent microwave probes on high resistivity silicon and its application in characterization of semiconductors”, *Review of Scientific Instruments*, vol. 70, pp 3083-3086, 1999.
- [4.10] M. Tabib-Azar, D.P. Su, A. Pohar, S. R. Leclair, G. Ponchak, “Nondestructive superresolution imaging of defects and nonuniformities in metals, semiconductors, dielectrics, composites, and plants using evanescent microwaves”, *Review of Scientific Instruments*, vol. 70, pp 2783-2792, 1999.
- [4.11] M. Tabib-Azar, S. Bumrerraj, J. L. Katz, S. H. You, “Evanescent electromagnetics: a novel, super-resolution, and non-intrusive, imaging technique for biological applications”, *Biomedical Microdevices*, vol. 2, n° 1, 1999.
- [4.12] M. Tabib-Azar, “Nondestructive imaging of surface and sub-surface defects in thin-films with super spatial resolution using evanescent microwave fields”, *Proceedings of the Second International Conference on Intelligent Processing and Manufacturing of Materials*, vol. 2, pp 1249-1255, 1999.
- [4.13] M. Tabib-Azar, D.-P. Su, A. Pohar, S. R. Leclair, G. Ponchal, “0.4 mm spatial resolution with 1 GHz evanescent microwave probe”, *Review of Scientific Instruments*, vol. 70, pp 1725, 1999.
- [4.14] C. Gao, T. Wie, F. Duewer, Y. Lu, X.-D. Xiang, “High spatial resolution quantitative microwave impedance microscopy by a scanning tip microwave near-field microscope”, *Applied Physics Letters*, vol. 71, pp 1872, 1997.
- [4.15] C. Gao, F. Duewer, X.-D. Xiang, “Quantitative microwave evanescent microscopy”, *Applied Physics Letters*, vol. 75, pp 3005, 1999.
- [4.16] J. Kim, M. Kim, H. Kim, D. Song, K. Lee, B. Friedman, “Tip-sample distance control for near-field scanning microwave microscopes”, *Applied Physics Letters*, vol. 83, pp 1026, 2003.

- [4.17] G. F. Engen, “The six-port reflectometer : an alternative network analyzer”, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 25, n° 12, pp 1075-1079, December 1977.
- [4.18] G. F. Engen, “An improved circuit for implementing the six-port technique of microwave measurements”, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 25, n° 12, pp 1080-1083, December 1977.
- [4.19] M. Tabib-Azar, Y. Wang, “Design and fabrication of scanning near-field microwave probes compatible with atomic force microscopy to image embedded nanostructures” IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 52, n°3, pp 971-979, March 2004.
- [4.20] A. Imtiaie, S. M. Anlage, “Effect of tip geometry on contrast and spatial resolution of the near-field microwave microscope” Journal of Applied Physics, vol. 100, pp 044304, August 2006.
- [4.21] M.A. Stuchly, S.S. Stuchly, “Coaxial line reflection methods formeasuring dielectric properties of biological substances at radio and microwave frequencies”, IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. IM-29, no. 3, pp. 176–183, Sep. 1980.
- [4.22] J. R. Mosig, J.C.E. Besson, M. Gex-Fabry, F. E. Gardiol, “Reflection of an open-ended coaxial line and application to nondestructive measurement of materials” , IEEE Trans. Instrum. Meas. ,vol.IM-30, no. 1, pp. 46–51, Mar. 1981.
- [4.23] T.W. Athey, M. A. Stuchly, S. S. Stuchly, “Measurement of radio frequency permittivity of biological tissues with an open-ended coaxial line: Part I” , IEEE Trans. Microw. Theory Techn. , vol. MTT-30, no. 1, pp. 82–86, Jan. 1982.
- [4.24] M.A. Stuchly, T.W. Athey, G.M. Samaras, G.E. Taylor, “Measurement of radio frequency permittivity of biological tissues with an open-ended coaxial line: Part II—Experimental results”, IEEE Trans. Microw. Theory Techn. , vol. MTT-30, no. 1, pp. 87–92, Jan. 1982.

- [4.25] M.A. Stuchly, S.S. Stuchly, “Equivalent circuit of an open-ended coaxial line in a lossy dielectric”, *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. IM-31, no. 2, pp. 116–119, Jun. 1982.
- [4.26] A. Kraszewski, M.A. Stuchly, S.S. Stuchly, “ANA calibration method for measurements of dielectric properties”, *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. IM-32, no. 2, pp. 385–387, Jun. 1983.
- [4.27] J.P. Grant, R.N. Clarke, G.T. Symm, N.M. Spyrou, “A critical study of the open-ended coaxial line sensor technique for RF and microwave complex permittivity measurements”, *J. Phys. E, Sci. Instrum.*, vol. 22, no. 9, pp. 757–770, Sep. 1989.
- [4.28] D. Misra, M. Chhabra, B.R. Epstein, M. Microtznik, K.R. Foster, “Noninvasive electrical characterization of materials at microwave frequencies using an open-ended coaxial line: Test of an improved calibration technique”, *IEEE Trans. Microw. Theory Techn.*, vol. 38, no. 1, pp. 8–14, Jan. 1990.
- [4.29] H. Zheng, C.E. Smith, “Permittivity measurements using a short open-ended coaxial line probe”, *IEEE Microw. Guided Wave Lett.*, vol. 1, no. 11, pp. 337–339, Nov. 1991.
- [4.30] “User’s Manual, HP 85070B Dielectric Probe Kit,” Hewlett-Packard, Santa Rosa, CA, USA, 1993.
- [4.31] D.V. Blackham, “An improved technique for permittivity measurements using a coaxial probe”, *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 46, no. 5, pp. 1093–1099, Oct. 1997.
- [4.32] C. Gao and X.D. Xiang, “Quantitative microwave near field microscopy of dielectric properties”, *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 69, no. 11, pp. 3846–3851, Nov. 1998.
- [4.13] E. Tanabe and W.T. Joines, “A nondestructive method for measuring the complex permittivity of dielectric materials at microwave frequencies using an open transmission line resonator”, *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. IM-25, no. 3, pp. 222–226, Sep. 1976.

- [4.34] D. Xu, L. Liu, and Z. Jiang, "Measurement of the dielectric properties of biological substances using an improved open-ended coaxial line resonator method", *IEEE Trans. Microw. Theory Techn.*, vol. 35, no. 12, pp. 1424–1428, Dec. 1987.
- [4.35] A. Guo, "Measurement of liquid composition percent using coaxial cavity resonator", in *Proc. 2nd Int. Microw. Millimeter Wave Technol. Conf.*, 2000, pp. 541–544.
- [4.36] M. Werner, "Novel microwave sensors for detection of subsurface moisture and acid", *Subsurface Sensing Technol. Appl.*, vol. 1, no. 4, pp. 441–451, 2000.
- [4.37] R.J. King, J.C. Basuel, M.J. Werner, K.V. King, "Material characterization using microwave open reflection resonator sensors", in *Microwave Aquametry*. New York, NY, USA: IEEE Press, 1993, ch. 11.
- [4.38] R.J. King, "On-line industrial applications of microwave moisture sensors", *Sens. Update*, vol. 7, no. 1, pp. 109–170, Apr. 2001.
- [4.39] V.G. Duving, "A nondestructive technique for local measurement of dielectric loss in substrates of integrated circuits at microwaves", *Russ. J. Nondestruct. Test.*, vol. 41, no. 8, pp. 544–549, 2005.
- [4.40] R. Inoue, Y. Odate, E. Tanabe, H. Kitano, A. Maeda, "Data analysis of the extraction of dielectric properties from insulating substrates utilizing the evanescent perturbation method", *IEEE Trans. Microw. Theory Techn.*, vol. 54, no. 2, pp. 522–532, Feb. 2006.
- [4.41] A.J. Canos-Marin, B. Garcia-Banos, J.M. Catala-Civera, F.L. Penaranda-Foix, J.D. Gutiérrez-Cano, "Improvement in the accuracy of dielectric measurement of open-ended coaxial resonators by an enhanced de-embedding of the coupling network", *IEEE Trans. Microw. Theory Techn.*, vol. 61, no. 12, Dec. 2013.
- [4.42] R. Inoue, Y. Odate, E. Tanabe, H. Kitano, A. Maeda, "Accurate permittivity measurements with a coaxial resonator independently of coupling level", *IEEE 978-1-4673-2141-9*, 2013.



## **Conclusion générale et perspectives**



Cette étude a été menée dans le cadre d'une collaboration avec les partenaires suivants: l'Institut de la corrosion, le Laboratoire de Magnétisme de Bretagne (LMB) à l'UBO et le laboratoire Lab-STICC à Telecom Bretagne. Les travaux présentés dans ce manuscrit sont consacrés à la conception d'un capteur de corrosion passif, sans contact à moyenne portée. Comme nous le détaillons dans le chapitre 1, les solutions existantes sans fils concernent soit des capteurs à architectures classiques, soit des solutions passives. Dans le premier cas, le capteur de corrosion est actif et donc à longue portée. Dans le second cas, les solutions passives existantes ne fonctionnent qu'avec des distances de lectures de quelques centimètres du fait des basses fréquences utilisées. Aucune solution passive à moyenne portée (quelques mètres) n'existe actuellement, l'objectif de ce travail est de répondre à ce besoin.

Après avoir détaillé les technologies RFID, nous proposons de nous inspirer de la RFID passive *chipless* pour le développement d'un capteur en réalisant les tâches suivantes :

Chapitre 2 : La conception d'un élément sensible à la corrosion basé sur une fonction hyperfréquence

Chapitre 3 : Le fonctionnement du capteur en bande UHF ou ULB afin d'augmenter la portée par rapport aux solutions passives existantes.

Afin de suivre la corrosion atmosphérique, notre travail, détaillé dans le chapitre 2, consiste à élaborer une structure RF sensible à la corrosion.

La première structure réalisée est une ligne microruban dont le ruban est fabriqué à partir d'une couche mince d'un élément sensible à la corrosion. Dans ce cas, la corrosion de la ligne se traduit par une variation d'amplitude du fait de l'apparition de pertes expliquées principalement par l'effet de peau ou la création de défauts. Comme nous le montrons, la caractérisation dans une bande de fréquence allant jusqu'à 4 GHz permet de différencier les différents types de corrosion. Le fait de travailler à une seule fréquence autorise néanmoins le monitoring de la dégradation du matériau. Le diviseur Wilkinson est utilisé dans ce travail en tant qu'un capteur de corrosion discret, son application dans un démonstrateur nécessite le rajout d'un deuxième capteur Wilkinson de référence. La variation d'amplitude est mesurée à 2 fréquences séparées, chaque fréquence correspond à un capteur. Ces 2 fréquences doivent être suffisamment proches pour appartenir à la même bande ISM. Pour cela un filtre sélectif est ajouté à chaque capteur. Les 2 fréquences peuvent aussi appartenir à deux bandes ISM séparées.

Une deuxième structure hyperfréquence a été élaborée en se basant sur un stub (circuit ouvert) qui permet de suivre le processus de la corrosion par variation de fréquence. Comme le cas de la ligne microruban, cette structure nous permet de distinguer entre la corrosion uniforme et localisée. Cependant, dans ce cas, ceci peut être effectué dans une gamme de fréquence relativement réduite. Pour l'utilisation d'un stub résonateur, les résonances initiale et finale peuvent appartenir à 2 bandes ISM différentes, à titre d'exemple  $f_1 = 434$  MHz et  $f_2 = 868$  MHz. Pour cette application une antenne Patch bi-bande sera nécessaire dans le travail à venir. Une parmi les perspectives est de réaliser une tel antenne avec un gain et une isolation importants afin d'obtenir une distance de lecture élevée. Le stub résonateur peut aussi être suivi en continu en fonction de temps. Cette application est faisable dans une gamme ULB, pour cela il faudra utiliser une antenne large bande.

Suite à la mise en évidence de ces fonctionnalités, diverses stratégies de contrôle de la corrosion peuvent être réalisées. Certaines d'entre elles sont proposées à la fin du chapitre 2.

Comme le détaille le chapitre 3, le point essentiel pour une augmentation de la distance de lecture dans la technologie RFID *chiplless* concerne l'isolation Tx/Rx du lecteur. Dans ce contexte, trois types d'antennes ont été étudiées : les antennes monopôles ULB, les antennes à polarisation circulaire et les antennes patch (PIFA). La meilleure isolation a été obtenue grâce aux antennes croisées PIFA, entraînant une distance de lecture de 0.70 mètres. Afin d'augmenter cette distance de lecture, d'autres techniques d'isolation sont proposées. Une première est basée sur l'utilisation d'un déphaseur. La deuxième technique repose sur une isolation temporelle par l'utilisation d'une ligne à retard SAW. Grâce à cette dernière méthode, une distance de lecture de deux mètres a été obtenue.

Suite aux caractérisations RF des métaux soumis à la corrosion discutées dans le chapitre 2, dans un dernier chapitre, nous présentons une sonde RF à champ proche permettant de diagnostiquer la corrosion des surfaces métalliques. Cette partie, plus exploratoire, suggère les potentialités de cette technique.

**« Les objectifs que nous nous étions fixés au début de ce travail ont été atteints », à savoir, mettre en place un capteur de corrosion :**

- **Capable de fournir des informations exploitables à partir d'une corrosion uniforme ou localisée.**
- **Passif énergétiquement.**

- **Sans contact avec une portée de 2 mètres.**

Toutefois, quelques perspectives sont à envisager :

- Nous avons utilisé un démonstrateur basique pour valider le travail, mais une application réelle dans un milieu d'exposition à la corrosion atmosphérique serait un plus.
- Rappelons que nous avons travaillé avec différentes fréquences. Par la suite, une étude plus précise sera utile avec un choix des gammes de fréquences appartenant aux bandes ISM autorisées. Pour cela, une optimisation des antennes et d'un lecteur sera nécessaire.
- Concernant le dernier chapitre, une des perspectives serait d'appliquer la sonde locale à des cas réels de dégradation des métaux.



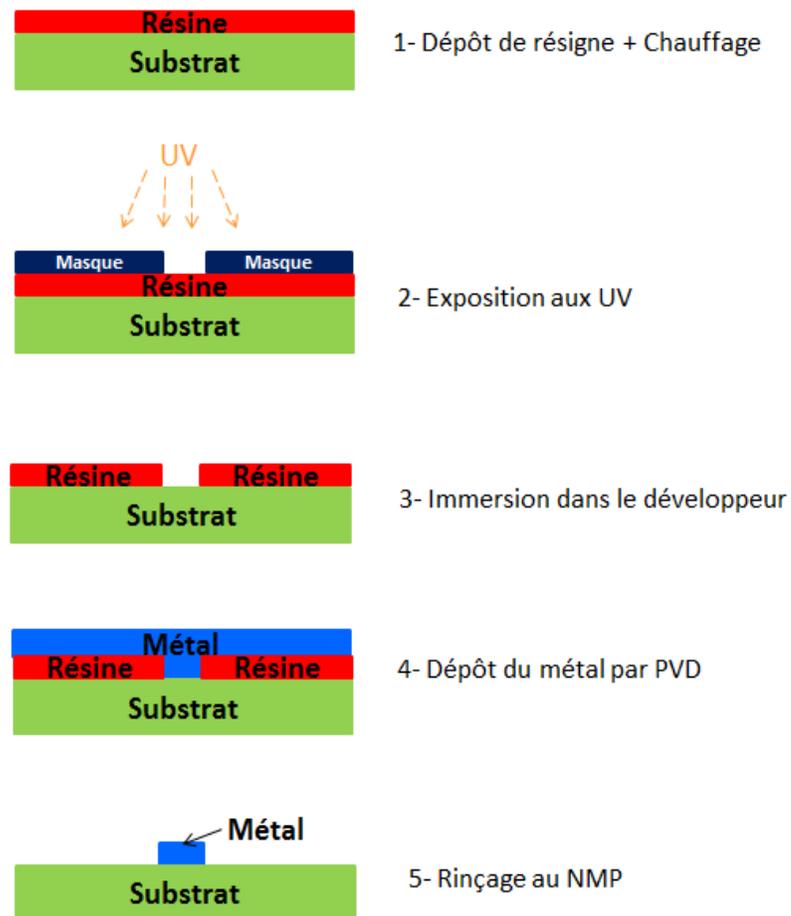
# ANNEXE



## ANNEXE 1

## Mode opératoire pour la réalisation d'une structure hyperfréquence : ligne microruban

La réalisation d'une ligne microruban nécessite quelques étapes présentées sur la Figure A.1.



**Figure A.1 : Processus de la réalisation d'une ligne microruban.**

- Au cours de cette étude, nous avons utilisé une plaque de verre sur laquelle nous avons déposé une fine couche de métal (zinc aluminium...) grâce à la photolithographie et la pulvérisation cathodique (PVD). Une couche de chrome de 10 nm a été préalablement déposée pour permettre une bonne adhésion du métal sur le substrat. A titre d'exemple

pour un dépôt de 2  $\mu\text{m}$  de zinc, une pression d'Argon  $2 \times 10^{-2}$  mbarr et une puissance de 225 W ont été appliquées pendant 45 min.

- Après avoir déposé le métal sur tout le substrat, l'ensemble est trempé dans une solution N-Méthylpyrrolidone (NMP) positionnée dans un bac à ultrasons.
- Enfin, nous avons utilisé le profilomètre à aiguille afin de déterminer l'épaisseur du métal déposé.

**ANNEXE 2****Conditions d'exposition à la corrosion****Préparation d'une atmosphère humide**

Pour obtenir une humidité de 97 %, 10 ml d'eau sont mélangés avec 23 g de sulfate de potassium ( $K_2SO_4$ ), la solution saline saturée contient entre 60 % et 90 % de sel non dissout et entre 10 % et 40 % d'eau. La Figure A.2 présente l'enceinte d'essai (97 % d'humidité relative) dans laquelle le capteur de corrosion a été exposé.



**Figure A.2 : Enceinte d'essai, 97% d'humidité relative.**

**Préparation de la solution saline**

La contamination du fil métallique a été réalisée en utilisant une solution saline à base de méthanol ( $CH_3OH$ ) et de chlorure de sodium ( $NaCl$ ). Au cours de nos essais, 3 concentrations de la solution : 6,6 g/l, 3,3 g/l et 0,16 g/l ont été utilisées. Environ 2  $\mu$ l par  $cm^2$  de cette solution ont été déposées, à l'aide d'une micropipette, sur la surface de la ligne à corroder de manière homogène.

## ANNEXE 3

## Mesure en parallèle de la structure hyperfréquence en DC et en RF

Le contrôle de l'évolution de la corrosion s'effectue en mesurant les paramètres S à hautes fréquences, ainsi que la variation de la résistance électrique de manière simultanée.

Pour cela, il fallait mettre en place deux bancs d'expérimentation, un DC et un RF puis les combiner afin de développer un banc spécifique, présenté sur la Figure A.3, avec des filtres en LC.

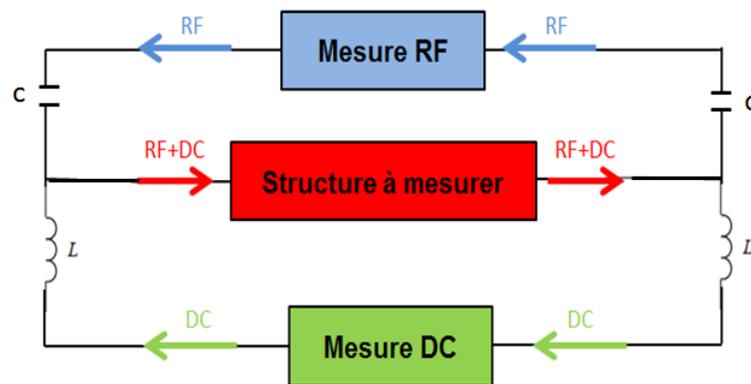


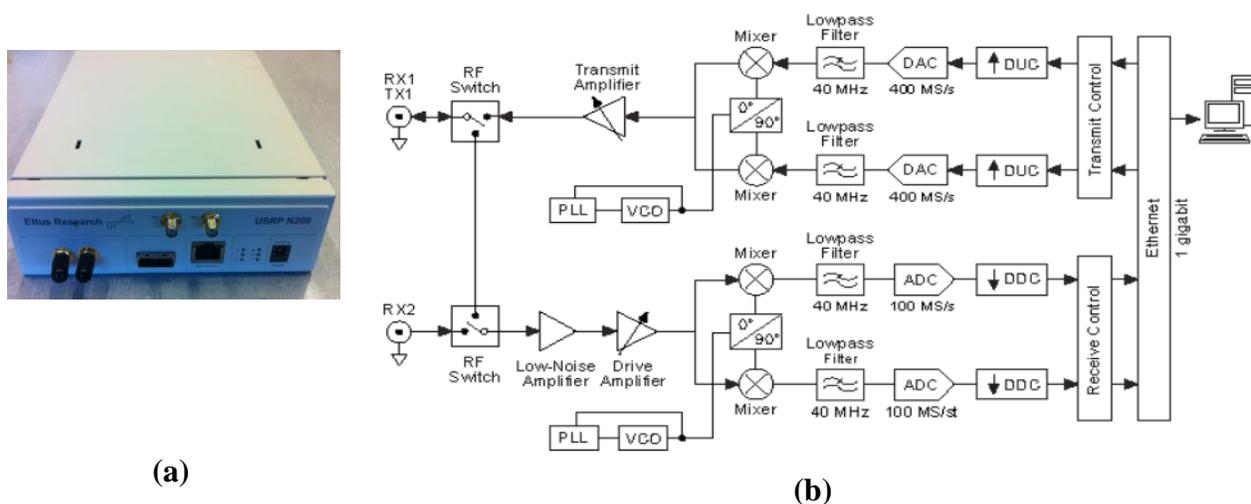
Figure A.3 : Schéma complet du bloc de mesure RF et DC.

### Mesure des paramètres S

Le coefficient de transmission a été mesuré en utilisant un analyseur vectoriel VNA HP 8720B avec une calibration SOLT. Cet appareil permet d'estimer les coefficients de réflexion en entrées et sorties, les pertes ou le gain et dans le cas de structure résonante la fréquence de résonance et le facteur de qualité. La limitation de son utilisation est la durée des expérimentations dans le domaine de surveillance de la corrosion et donc de l'immobilisation d'un tel équipement.

Etant donné le premier besoin de n'analyser que la transmission à travers un dispositif, l'idée est d'utiliser des boîtiers de type USRP N200 (Universal Software Radio Peripheral). Leurs performances (sensibilité, bande de fréquence) sont moindres que pour VNA mais suffisante dans notre cas.

L'appareil USRP, présenté sur la Figure A.4 (a), est développé par Ettus Research, est couplé à une carte fille WBX fonctionnant de 50 MHz à 2200 MHz. WBX peut s'enficher sur la carte mère USRP en fonction de la bande fréquentielle désirée. Les principaux intérêts d'Ettus résident dans sa taille inférieure à celle de l'analyseur vectoriel et dans son coût. Comme le montre la Figure A.4 (b), l'USRP est composé d'un ensemble de système électronique. L'USRP N200 permet une configuration des éléments analogiques : fréquence de démodulation, gain associé à l'amplificateur ..., nous avons donc développé un exécutable à l'aide du programme LabVIEW pour générer et recevoir des signaux à partir de ce module.



**Figure A.4 : Photographie d'USRP N200 (a) et architecture d'USRP N200 avec la carte fille WBX.**

Il a été également nécessaire de calibrer le dispositif l'USRP en suivant les 3 étapes :

- Nous mesurons avec un analyseur de spectre la puissance émise  $P_e$  par l'USRP du port Tx1 à différente fréquence.
- Connaissant la puissance émise  $P_e$  par le port Tx1, nous relions ce dernier à Rx2 par un atténuateur de 20 dB pour ne pas endommager l'USRP et nous mesurons sa puissance reçue  $P_r$ .
- La puissance reçue est ensuite corrigée par un calcul théorique via l'Equation 2.2:

$$P_r (\text{théorique}) = P_e (\text{mesurée}) + 20 (\text{dB}) \quad \text{Equation 2.1}$$

$$\text{Correction} = P_r (\text{mesurée}) - P_r (\text{théorique}) \quad \text{Equation 2.2}$$

Le Tableau A.1 résume les résultats obtenus à une amplitude émise de 1 V par l'USRP à différente fréquence.

**Tableau A.1 : Mesure des caractéristiques de l'USRP N200.**

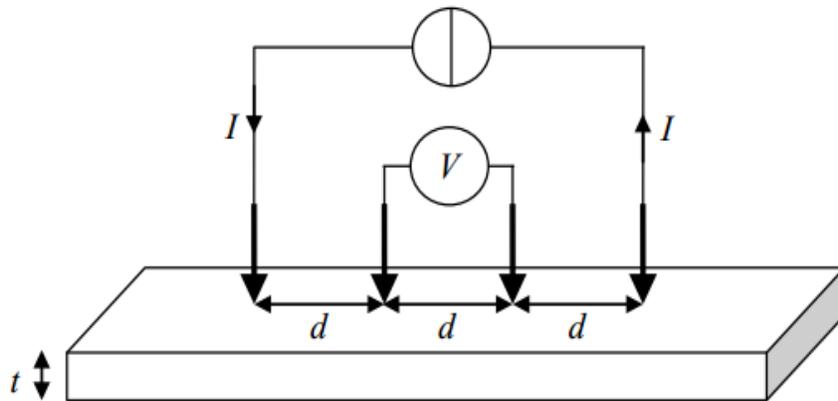
Fréquence (GHz)	Pe mesurée (dBm)	Pr mesurée (dBm)	Pr calculée (dBm)	Correction
<b>0.8</b>	-8.61	-48.61	-40.50	-8.11
<b>0.96</b>	-9.86	-49.86	-44.60	-5.26
<b>2</b>	-16.52	-56.52	-57.21	+0.69
<b>2.2</b>	-18.97	-58.97	-59.27	+0.3

## Mesure de la résistance électrique

Dans un premier temps la mesure de la résistance électrique a été effectuée grâce à la technique 4 pointes. Cette technique consiste à mettre en contact, avec un fil métallique, 4 pointes alignées telles que illustrée sur la Figure A.5. Le courant I est généré, par un générateur de courant entre les deux pointes situées à l'extrémité du fil. La tension V est mesurée, par un voltmètre, entre les deux pointes au milieu.

La résistance électrique et donc calculée :  $R = U / I$ .

Si l'épaisseur de métal est faible, de l'ordre de quelques  $\mu\text{m}$ , la résistance du fil métallique est alors relativement grande. La résistance de la piste peut donc être mesurée en utilisant la technique 2 pointes (classique), à l'aide d'un ohmmètre, branché aux extrémités du fil métallique.



**Figure A.5 : Dispositif de mesure, 4 points, de la résistance électrique R.**

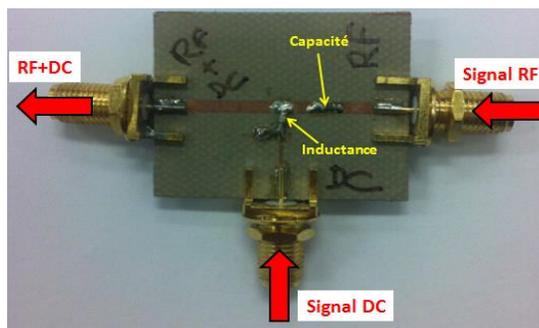
### Mesure en parallèle de la résistance R et les paramètres S

Ces 2 différentes techniques de mesure sont réalisées simultanément grâce à un circuit LC de découplage présenté dans le bloc de mesure sur la Figure A.3.

Le filtre LC est constitué des composants passifs : une capacité et une inductance comme le montre la Figure A.6.

- Une capacité de 120 pF a été utilisée afin de laisser passer le signal RF et bloquer le courant continu en basse fréquence, elle exerce donc le rôle d'un filtre passe haut.

- Une inductance de 47 nH joue le rôle inverse, elle bloque le signal RF et laisse passer le signal en basse fréquence ce qui représente un filtre passe bas.



**Figure A.6 : Circuit d'un filtre LC.**

**ANNEXE 4****Analyse et caractérisation élémentaire et structurale des lignes corrodées**

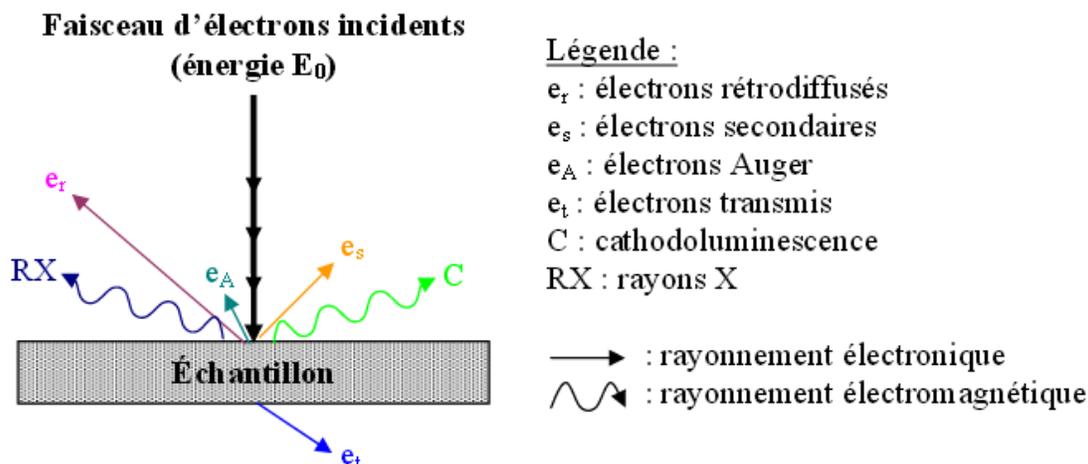
Les observations de la morphologie des matériaux étudiés ont été réalisées avec différentes techniques d'analyse telles que la microscopie optique, Microscopie Electronique à Balayage (MEB) et la diffraction des Rayons X (DRX).

**- Observations en microscopie**

La microscopie est utilisée afin, d'une part de déterminer la structure et la texture granulaire des matériaux étudiés, et d'autre part, de caractériser l'état de dégradation des échantillons après les différents tests de corrosion. Le microscope utilisé à l'institut de corrosion, est un microscope LEICA DM 2500 M, couplé à une caméra digitale et un logiciel d'image LEICA Application.

**- Microscopies électroniques en balayage : MEB**

La caractérisation morphologique de la surface des matériaux corrodés a été réalisée par microscopie électronique à balayage (MEB) à la plateforme d'imagerie et de mesure en microscopie (PIMM) de l'Université de Bretagne Occidentale (UBO). Le principe de l'imagerie MEB, illustré sur la Figure A.7, consiste à composer une image de surface à partir des électrons secondaires éjectés du matériau sous l'effet du faisceau primaire. L'énergie de ces électrons dépend directement de l'énergie des électrons primaires et du numéro atomique de l'élément qui interagit avec le faisceau primaire. L'appareil utilisé ici permet aussi de faire une analyse élémentaire (EDX) des divers éléments présents sur la surface de l'échantillon étudié. La morphologie des éléments est définie grâce à un code de couleurs attribué à chaque élément (*Mapping*).



**Figure A.7 : Principe de la microscopie électronique à balayage.**

### - Diffraction des Rayons X (DRX)

L'analyse par diffraction des rayons X, réalisée à l'aide de l'appareil *PANalytical model Empyrean* d'une longueur d'onde de  $\lambda(\text{CuK}\alpha) = 1.54 \text{ \AA}$ , révèle la composition structurale de la couche étudiée. Le principe de la diffraction des rayons X, illustré sur la Figure A.8, s'appuie sur l'irradiation d'un échantillon par un faisceau monochromatique de rayons X, chaque atome du cristal diffuse une onde, qui se propage dans toutes les directions dont le recueil est effectif selon la condition de Bragg (Equation 2.3) :

$$2d \cdot \sin\theta = n\lambda \quad \text{Equation 2.3}$$

- $d$  est distance interréticulaire, c'est-à-dire la distance entre deux plans cristallographiques,
- $\theta$  est l'angle de Bragg = demi-angle de déviation (moitié de l'angle entre le faisceau incident et la direction du détecteur),
- $n$  est l'ordre de diffraction (nombre entier),
- $\lambda$  est la longueur d'onde des rayons X.

Par comparaison avec la littérature, les structures analysées peuvent être identifiées ainsi que la nature cristallographique du matériau. L'exploitation des résultats a été réalisée à l'aide du logiciel HighScore.

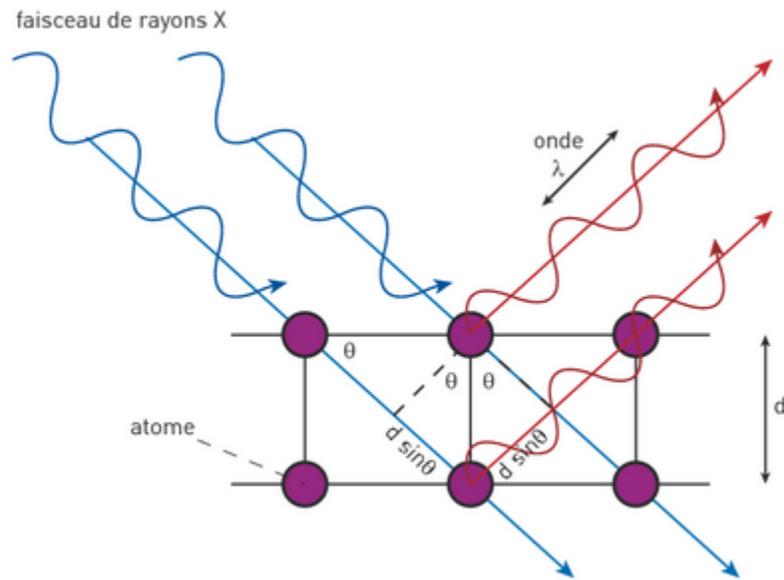


Figure A.8 : Principe de la diffraction des Rayons X.

# Bibliographie personnelle

## Revues

- 1) **M. Yasri**, B. Lescop, E. Diler, F. Gallée, D. Thierry, S. Rioual, “Fundamental basis of electromagnetic wave propagation in a zinc microstrip lines during its corrosion”, *Sens. Actuators B : Chem.*, 223 , 352-358 (2016).

## Conférences internationales

- 1) **M. Yasri**, F. Gallée, B. Lescop, E. Diler, D. Thierry, S. Rioual, “Microwave characterization of materials during corrosion: Application to wireless sensors”, *Proceedings of the 44rd European Microwave Conference - European Microwave Conference, IEEE (2015), Paris.*
- 2) **M. Yasri**, R. Khalifeh, F. Gallée, B. Lescop, E. Diler, D. Thierry, S. Rioual, “Development of environmental sensors for monitoring of corrosion in marine offshore and wind energy industries”, *Sensor Systems for a Changing Ocean workshop 2014, proceedings IEEE (2014). DOI: 10.1109/SSCO.2014.7000379, Brest.*
- 3) **M. Yasri**, F. Gallée, B. Lescop, E. Diler, D. Thierry, S. Rioual, “Passive Wireless Sensor for Atmospheric Corrosion Monitoring”, *Proceedings of the 8<sup>th</sup> European conference on Antennas and Propagation – EUCAP, IEEE 2945-2949 (2014), Pays bas.*

## Conférences nationales

- 1) **M. Yasri**, F. Gallée, B. Lescop, E. Diler, D. Thierry, S. Rioual, “Caractérisation hyperfréquence de la corrosion de matériaux : Application aux capteurs sans contact”, *Journée Scientifique, Union Radio-Scientifique Internationale 2015, Paris.*

- 2) **M. Yasri**, F. Gallée, B. Lescop, E. Diler, D. Thierry, S. Rioual, “Caractérisation hyperfréquence de la corrosion de matériaux : Application aux capteurs sans fil”, Journées Nationales Microondes 2015, Bordeaux.
- 3) **M. Yasri**, F. Gallée, B. Lescop, E. Diler, D. Thierry, S. Rioual, “Caractérisation hyperfréquence de la corrosion de matériaux : Application aux capteurs sans contact”, Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux 2014 (Nantes).

# Résumé

Cette thèse a portée sur la conception d'un capteur de corrosion passif, sans contact de moyenne portée. Les solutions existantes sans fil concernent soit des capteurs à architecture classique, soit des solutions passives. Dans le premier cas, le capteur de corrosion est actif et peut être interrogé à longue portée. Dans le second cas, les solutions passives existantes ne fonctionnent qu'avec des distances de lecture de quelques centimètres du fait des basses fréquences utilisées. L'objectif de ce travail était de répondre à ce besoin. Pour cela, nous nous sommes inspirés de la technologie RFID (*Radio Frequency IDentification*) passive *chipless* pour le développement d'un capteur basé sur une fonction hyperfréquence. La première structure réalisée a été une ligne microruban, dont le ruban est constitué d'une couche mince d'un élément sensible à la corrosion. Dans ce cas, la corrosion de la ligne s'est traduite par une variation d'amplitude du fait de l'apparition de pertes expliquées principalement par l'effet de peau ou la création de défauts. Une deuxième structure hyperfréquence a été élaborée en se basant sur un stub (circuit ouvert) qui a permis de suivre le processus de la corrosion via une variation de fréquence. Comme le cas de la ligne microruban, cette structure nous a permis de distinguer la corrosion uniforme et la corrosion localisée. Grâce à la mise en évidence de ces fonctionnalités, diverses stratégies de contrôle de la corrosion peuvent être imaginées et un démonstrateur a été réalisé. Le point clé du démonstrateur proposé est une augmentation de la distance de lecture dans la technologie RFID *chipless*, ceci a été rendu possible en considérant l'isolation Tx / Rx du lecteur. Dans ce contexte, trois types d'antennes ont été étudiées. Afin d'augmenter encore la distance de lecture, d'autres techniques d'isolation ont été proposées : l'utilisation d'un déphaseur mais aussi l'isolation temporelle par l'utilisation d'une ligne à retard SAW. Grâce à ces 2 méthodes, une distance de lecture de deux mètres a été obtenue. Suite aux caractérisations RF des métaux soumis à la corrosion discutées, nous avons aussi élaboré une sonde RF à champ proche permettant de diagnostiquer la corrosion des surfaces métalliques.

**Mots clés:** Capteur de corrosion; Caractérisation électromagnétique; Corrosion uniforme; Corrosion localisée

# Abstract

This thesis focused on the design of a passive wireless corrosion sensor. Existing wireless solutions concern either classic architecture sensors or passive solutions. In the first case, the corrosion sensor is active and can be interrogated at long range. In the second case, the existing passive solutions only work with reading distances of a few centimeters because of the low frequencies. The objective of this study was to respond to this need. That's why; we were inspired by the RFID (Radio Frequency IDentification) passive chipless technology for the development of a sensor based on a microwave function. The first structure was a microstrip line, of which the strip is composed of a thin layer of an element sensitive to corrosion. In this case, the corrosion of the line is proven by an amplitude variation due to losses principally explained by the skin effect or the creation of defects. A second microwave structure was developed based on a stub (open circuit) which allowed us to follow the process of corrosion via a frequency variation. Much like the microstrip line, this structure allowed us to distinguish between uniform corrosion and localized corrosion. Due to the highlighting of these features, different corrosion control strategies can be imagined and a demonstrator was executed. The key point of the proposed demonstrator is an increase in the reading distance in the chipless RFID technology; this was made possible by taking into consideration the isolation Tx / Rx of the reader. In this context, three types of antennas were studied. In order to increase the reading distance, other isolation techniques were proposed: the use of a phase shifter but also a temporal isolation using a SAW delay line. Thanks to these two methods, a reading distance of two meters was obtained. Following the RF characterizations of metals exposed to the discussed corrosion, we also developed a near field RF probe, which allows corrosion diagnostic of metal surfaces.

**Keywords:** Corrosion sensor; Electromagnetic characterisation; Uniform corrosion; Localised corrosion