



**HAL**  
open science

# Développement de résonateurs hyperfréquences pour la réalisation de capteurs sans puce dédiés à la maintenance prédictive des infrastructures

Rania Khalifeh

► **To cite this version:**

Rania Khalifeh. Développement de résonateurs hyperfréquences pour la réalisation de capteurs sans puce dédiés à la maintenance prédictive des infrastructures. Electromagnétisme. Université de Bretagne occidentale - Brest, 2016. Français. NNT : 2016BRES0071 . tel-01487414

**HAL Id: tel-01487414**

**<https://theses.hal.science/tel-01487414>**

Submitted on 11 Mar 2017

**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

**Rania Khalifeh**

Préparée au Laboratoire de Magnétisme de  
Bretagne (UBO) / lab-STICC (Télécom  
Bretagne)

Développement de résonateurs  
hyperfréquences pour la  
réalisation de capteurs sans  
puce dédiés à la maintenance  
prédictive des infrastructures

**Thèse soutenue le 18 Novembre 2016**

devant le jury composé de :

**Xavier CASTEL**

Maître de conférence, IUT de Saint-Brieuc / *Rapporteur*

**Bernard FLECHET**

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

**Stéphane RIOUAL**

Maître de conférence, laboratoire de Magnétisme de Bretagne /  
*Directeur de thèse*

**Laurent GILLET**

Directeur du groupe 'Structures métalliques et à câbles', Ifsttar-  
Nantes / *Examineur*

**Patrick QUEFFELEC**

Professeur, Lab-STICC (pôle MOM) / *Examineur*

**Smail TEDJINI**

Professeur, Grenoble-INP / *Examineur*

**François GALLEE**

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

**Benoit LESCOP**

Maître de conférence, Laboratoire de Magnétisme de Bretagne /  
*Examineur*



***Afin d'être reconnaissante envers ceux qui m'ont encouragée à effectuer ce travail de recherche, je dédie ce mémoire :***

*À mon très cher père Ahmad, pour son soutien moral et pour tous les sentiments d'affection et d'amour qui représentent pour moi le pilier de tous mes efforts*

*À tous les membres de ma famille qui n'ont cessé de me combler par leur amour et leur tendresse*

*À tous ceux que ma réussite leur tient à cœur.*



# Remerciements

Il me sera très difficile de remercier tout le monde car c'est grâce à l'aide de nombreuses personnes que j'ai pu mener cette thèse à son terme.

Les travaux de cette thèse ont été réalisés au Laboratoire de Magnétisme de Bretagne (LMB), à l'Université de Bretagne Occidentale. Pour cela, je commence par remercier M. ROUVELLOU Bruno, directeur du LMB en 2013, pour m'avoir accueillie au sein de son laboratoire.

J'exprime ma gratitude à la Région Bretagne pour avoir assuré le financement de ma thèse pendant trois ans.

Je tiens à remercier M. CASTEL Xavier et M. FLECHET Bernard, d'avoir accepté d'être rapporteurs de ce travail.

J'adresse toute ma reconnaissance ainsi qu'un très grand merci à mon directeur de thèse, M. RIOUAL Stéphane, pour ses aides précieuses et indispensables, sa disponibilité, son soutien et les différentes discussions et conseils qui ont grandement participé à bien mener le travail pendant ces trois ans de thèse. Pour tout ce que vous m'avez donné, je vous remercie très sincèrement.

Je remercie également mon encadrant, M. LESCOP Benoit, pour son soutien permanent et ses conseils avisés.

Merci à tous les membres de l'équipe avec laquelle nous avons travaillé pendant ces trois années. Je remercie également, M. TALBOT Philippe et M. CHEVALIER Alexis, qui ont participé à la finalisation de certaines parties de ce travail.

Mes remerciements s'adressent également à tous mes collègues doctorants du laboratoire avec qui j'ai partagé plein de connaissances ainsi que des moments de convivialité et de camaraderie.

Ces remerciements seront incomplets si je n'en adressais pas à l'ensemble de mes ami(e)s (C.A.N, M.Y, G.H.C, R.F, ...) qui étaient toujours auprès de moi pour me soutenir moralement.

J'adresse mes remerciements à ma famille, آل خليفة, qui m'a toujours soutenue et encouragée à aller plus loin.

Pour ses encouragements et son assistance aussi bien matérielle que morale qui m'ont permis de faire cette thèse dans de bonnes conditions, je remercie chaleureusement mon père Ahmad.

Enfin, je tiens à remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin au bon déroulement de cette thèse, en espérant n'avoir oublié personne.

# Résumé

La corrosion et la dégradation des matériaux sont des problèmes majeurs qui impactent économiquement de nombreux domaines d'activités. Cette dégradation dépend de nombreux paramètres environnementaux. Dans ce cadre, le suivi de la dégradation des matériaux est primordial. L'objectif de cette thèse est donc d'élaborer des capteurs de dégradation de matériaux, sans fils et passifs énergétiquement. Pour cela, notre travail sera basé sur la technologie RFID (*Radio Frequency Identification*) passive. Nous présentons alors, des résonateurs sensibles à la dégradation et à la corrosion des matériaux. Celles-ci étant souvent liées à la présence d'eau dans le milieu environnant, une partie de la thèse concerne le suivi de l'absorption dans les revêtements organiques et les bétons. Afin de corréler la présence d'eau avec une dégradation du métal présent dans le diélectrique, un résonateur sensible au potentiel de corrosion est ensuite proposé. Pour finir, une étude sur la détection des sels dissouts dans le milieu est réalisée par ce type de technique. Suite à la présentation de ces résultats, une partie plus courte consacrée à la réalisation d'un démonstrateur sur la bande ISM autorisée à 2.45 GHz est présentée. Elle permet une discussion sur l'utilisation de ce type de capteur dans des situations réelles.

**Mots-clés :** Résonateurs, technologie RFID, dégradation des matériaux, diffusion de l'eau.





# Abstract

Corrosion and material degradation are major problems that economically impact many areas of activity. This degradation depends on many environmental parameters. In this context, monitoring the degradation of materials is crucial. The objective of this thesis is to develop materials degradation sensors that are chipless and wireless. For that purpose, this work will be based on passive RFID (Radio Frequency Identification). We present different resonators sensitive to the degradation and corrosion of materials. These are often linked to the presence of water in the environment; part of the thesis concerns the monitoring of the absorption in organic coatings and concrete. In order to correlate the presence of water with a degradation of the metal present in the dielectric, a resonator sensitive to the corrosion potential is then proposed. Finally, a study on the detection of dissolved salts in the medium is performed by this type of technique. Following these results, a shorter part of the realization of a demonstrator in the authorized ISM band at 2.45 GHz is presented. It provides a discussion about the use of this type of sensor in real situations.

**Keywords:** Resonators, RFID, materials degradation, water diffusion.



# Table des matières

i.	Introduction générale.....	23
I.	Chapitre 1 : Méthodes et capteurs utilisés pour le contrôle de la corrosion et la dégradation des matériaux .....	10
I.	Méthodes existantes utilisées pour le suivi de la corrosion et de la dégradation des matériaux	12
I.1-	Méthode gravimétrique .....	12
I.2-	Méthode spectrométrique ou spectroscopique .....	13
I.3-	Méthodes électrochimiques .....	14
I.4-	Mesures électriques.....	18
I.5-	Synthèse .....	20
II.	Capteurs sans fils dédiés au suivi de la corrosion et de la dégradation des matériaux.....	20
II.1-	Détection de l'activité des biofilms sur l'acier .....	20
II.2-	Capteur proposé par Davis et al. [I.11] .....	21
II.3-	Capteur proposé par Shi et You [I.12] .....	22
II.4-	Capteur de corrosion : <i>LUNA</i> .....	23
III.	Conclusion .....	24
II.	Chapitre 2 : Concept des capteurs basés sur la technologie RFID .....	30
I.	La technologie RFID conventionnelle.....	32
I.1-	Exemples de domaines d'application.....	32
I.2-	Composants et fonctionnement d'un système RFID .....	33
I.3-	Classement des systèmes RFID .....	36
I.4-	La technologie RFID sans puce ( <i>Chipless</i> ).....	38
II.	Application de la technologie RFID pour le développement de capteurs.....	43
II.1-	La RFID conventionnelle.....	43
II.2-	Approche basée sur la technologie RFID sans puce.....	49
III.	Synthèse et Objectifs.....	53
III.	Chapitre 3 : Développement d'une fonction hyperfréquence sensible à la diffusion de l'eau dans les revêtements organiques .....	60
I.	Principe physique du capteur.....	62
I.1-	Présentation théorique de la technologie micro-ruban .....	62
I.2-	Conception de la fonction hyperfréquence sensible .....	64
I.3-	Simulations électromagnétiques HFSS.....	65
II.	Validation expérimentale et modélisation des résultats .....	69

II.1-	Réalisation du résonateur sensible .....	69
II.2-	Modèle équivalent .....	72
III.	Application au suivi de la diffusion de l'eau dans des revêtements organiques .....	75
III.1-	Résonateur recouvert d'un revêtement à base d'époxy d'épaisseur $h = 0.6$ mm.....	75
III.2-	Variation de l'épaisseur $h$ du revêtement.....	82
IV.	Conclusion .....	86
IV.	Chapitre 4 : Développement de multirésonateurs pour le suivi de la diffusion de l'eau dans le mortier.....	92
I.	Développement de multirésonateurs et application à l'absorption de l'eau dans du mortier	94
I.1-	Cas 1 : $S_1+S_2$ .....	97
I.2-	Cas 2 : $S_1' +S_2$ .....	104
II.	Diffusion de l'eau salée dans le cas 2 .....	110
III.	Conclusion .....	112
V.	Chapitre 5 : Développement de résonateurs sensibles au potentiel de corrosion et à la présence d'ions.....	116
I.	Conception d'une structure HF sensible à l'OCP.....	118
I.1-	Principe du capteur et simulations HFSS.....	118
I.2-	Mesures expérimentales.....	119
I.3-	Résonateur sensible à l'OCP.....	120
I.4-	Suivi de la passivation de l'acier inoxydable .....	121
I.5-	Contrôle de la dégradation de revêtements appliqués sur l'acier inoxydable .....	125
II.	Détection de la présence d'ions calcium et sodium dans les matériaux .....	127
II.1-	Propriétés hyperfréquences de l'eau salée.....	127
II.2-	Détection du chlorure de sodium en solution .....	129
II.3-	Hydrogels d'alginate .....	133
III.	Conclusion .....	143
VI.	Chapitre 6 : Démonstrateur d'un capteur passif et sans contact .....	148
I.	Architecture utilisée .....	150
II.	Antennes utilisées .....	151
II.1-	Antennes patch imprimées .....	151
II.2-	Antennes patch de type PIFA .....	157
III.	Élément sensible .....	161
IV.	Association du résonateur aux antennes patch.....	163
V.	Réalisation d'un démonstrateur d'un capteur passif et sans contact.....	165
VI.	Conclusion .....	167

VII.	Conclusion générale .....	172
VIII.	Annexes .....	180
A.	Annexe A1 .....	182
B.	Annexe A2 .....	186
C.	Annexe A3 .....	190
D.	Bibliographie personnelle .....	194



# Liste des figures

Figure i.1 : Architecture d'un capteur sans fil, passif énergétiquement, basé sur la technologie RFID <i>chipless</i> [i.3-4].....	3
Figure I.1: Spectres d'absorption pour l'échantillon avant et après exposition à l'humidité .....	13
Figure I.2: Différence de potentiel interfaciale .....	15
Figure I.3 : Différence de potentiel entre deux électrodes .....	15
Figure I.4 : Classement des couples oxydants / réducteurs selon le potentiel standard de réduction....	16
Figure I.5: Dispositif expérimental pour la mesure du potentiel d'oxydo-réduction.....	17
Figure I.6: Variation du potentiel E pour les différents revêtements en fonction du temps d'immersion .....	17
Figure I.7: Variation de la capacité du revêtement mesurée en fonction du temps d'exposition .....	18
Figure I.8: Mesure de la résistivité électrique d'une structure en béton à l'aide d'un porte-électrodes..	19
Figure I.9 : Mesure de la résistivité du béton armé .....	19
Figure I.10: Photographie du schéma électrique du capteur .....	21
Figure I.11: Comparaison entre une cellule classique et une cellule CHM ( <i>Coating Health Monitoring</i> ) .....	22
Figure I.12: Capteur développé par Shi <i>et al.</i> [I.12].....	23
Figure I.13: Capteur de corrosion <i>LUNA</i> .....	23
Figure II.1: Suivi de l'activité des animaux .....	33
Figure II.2: Eléments du système RFID .....	33
Figure II.3: Architecture du tag.....	34
Figure II.4: Architecture de base du lecteur RFID .....	35
Figure II.5: Architecture de base d'un tag RFID .....	35
Figure II.6: Le champ magnétique au niveau du lecteur .....	37
Figure II.7: Schéma illustratif d'un tag SAW .....	39
Figure II.8: Réponse d'un tag SAW.....	40
Figure II.9: a) Principe de fonctionnement de la ligne à retard b) Photo de la ligne à retard avec des capacités localisées.....	40
Figure II.10: Architecture de base proposée par Preradovic <i>et al.</i> .....	41
Figure II.11: Décalage fréquentiel dû a) au rajout d'un court-circuit métallique, b) à une coupure au niveau de la spirale .....	42
Figure II.12 : Résonateurs proposés par Vena et al. [II.8-9] .....	42
Figure II.13: a) Récipient d'eau contenant plusieurs tags, b) Réponse des six tags en fonction du temps de vidange du récipient.....	43
Figure II.14: Schéma illustratif du capteur proposé par Capdevila et al. ....	45
Figure II.15: Signal RFID reçu par le lecteur a) en absence d'eau, b) en présence d'eau.....	45
Figure II.16: Système de mesure du capteur de corrosion .....	46
Figure II.17: Réponse du capteur en fonction du film métallique utilisé et des conditions environnementales.....	47
Figure II.18: Architecture du tag sensible à la chaleur.....	47
Figure II.19: Antenne du tag fabriqué .....	48
Figure II.20: Variation du coefficient de réflexion de l'antenne du tag en fonction de la valeur de la permittivité de la cire.....	48



Figure II.21: tag proposé par PHASE IV Engineering Inc.....	49
Figure II.22: Multi-SIR proposé associé au résonateur responsable de la détection d'humidité .....	50
Figure II.23: La structure SIR recouverte de Kapton .....	50
Figure II.24: Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction du taux d'humidité RH.....	51
Figure II.25: Schéma illustratif du capteur proposé par Nair et <i>al.</i> [II.22].....	51
Figure II.26: Résonateur utilisé par Yasri et <i>al.</i> composé d'un coaxial en T et d'une ligne micro-ruban en zinc .....	52
Figure II.27: variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la fréquence de résonance du stub en zinc.....	52
Figure III.1: Ligne micro-ruban .....	63
Figure III.2: Répartition des champs électrique et magnétique dans une ligne micro-ruban .....	63
Figure III.3 : Schéma illustratif montrant la position du revêtement par rapport au ruban métallique .	64
Figure III.4: Ligne micro-ruban à trois couches.....	65
Figure III.5: a) Ligne micro-ruban recouverte d'un revêtement d'épaisseur $h$ et de permittivité $\epsilon$ réalisée sur HFSS, Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la permittivité $\epsilon$ du revêtement pour b) $h = 0.1$ mm et c) $h = 1$ mm.....	67
Figure III.6: a) Schéma illustratif du résonateur stub revêtu d'un revêtement d'épaisseur $h$ et de permittivité $\epsilon$ réalisé sur HFSS , Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la permittivité $\epsilon$ du revêtement pour b) $h = 0.1$ mm, c) $h = 1$ mm et d) $h = 5$ mm.....	68
Figure III.7: Variation de la fréquence de résonance du stub en fonction de la permittivité du revêtement pour $h = 0.1$ mm, 1 mm et 5 mm .....	69
Figure III.8: a) Photo du résonateur recouvert d'un matériau, b) Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la fréquence de résonance, lorsque le résonateur est recouvert de différents matériaux.....	70
Figure III.9: Variation de la fréquence de résonance du résonateur en fonction de l'épaisseur de chaque matériau.....	71
Figure III.10: Variation de la fréquence de résonance en fonction de la permittivité $\epsilon$ pour $h_1 = 0.6$ mm et $h_2 = 2.5$ mm .....	71
Figure III.11: Circuit RLC équivalent au résonateur stub utilisé .....	73
Figure III.12: Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la fréquence de résonance pour les différents matériaux utilisés (traits pleins: modèle du circuit équivalent et en points: mesures expérimentales) .....	74
Figure III.13: Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la fréquence pour les différents états du résonateur.....	75
Figure III.14: Variations observées au niveau de la fréquence et de la permittivité avant et après immersion dans l'eau désionisée.....	77
Figure III.15: Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la fréquence lors de la dégradation de la peinture .....	78
Figure III.16: Cycles d'absorption montrant la variation de la fréquence de résonance en fonction de la racine carrée du temps d'immersion dans l'eau désionisée .....	79
Figure III.17: Photo du résonateur revêtu de la peinture blanche après le premier cycle d'absorption .	80
Figure III.18: Cycles de désorption montrant la variation de la fréquence de résonance en fonction de la racine carrée du temps de séchage.....	80
Figure III.19: Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la fréquence de résonance pour les deux épaisseurs de revêtements a) $h = 1.2$ mm et b) $h = 0.14$ mm.....	83

Figure III.20 : Localisation des fréquences de résonances des résonateurs revêtus utilisés sur les courbes des données expérimentales de la partie II.1 .....	84
Figure III.21: Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la fréquence de résonance des résonateurs recouverts d'un revêtement d'épaisseur a) $h = 1.2$ mm et b) $h = 0.14$ mm.....	84
Figure III.22: Variation de la fréquence de résonance en fonction de la permittivité du revêtement a) dans l'air et b) en présence d'eau .....	85
Figure IV.1: Variation de la fréquence de résonance en fonction de la permittivité $\epsilon$ du revêtement pour un résonateur de longueur $L$ et de largeur $w$ : a) $L = 4$ cm et $w = 1.5$ mm, b) $L = 4$ cm et $w = 0.2$ mm, c) $L = 2$ cm et $w = 1.5$ mm et d) $L = 2$ cm et $w = 0.2$ mm .....	96
Figure IV.2: Les deux résonateurs S1 et S2 réalisés sur le logiciel HFSS .....	98
Figure IV.3: Résultats des simulations HFSS montrant la variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la fréquence .....	98
Figure IV.4: Photo du bloc de mortier dans lequel les résonateurs sont intégrés.....	99
Figure IV.5: Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ avant et après intégration des résonateurs dans le mortier.....	99
Figure IV.6: Variation des paramètres de transmission en fonction du temps d'immersion dans l'eau désionisée, pour les résonateurs de longueur a) $L_1 = 2$ cm et b) $L_2 = 4$ cm.....	100
Figure IV.7 : Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction du temps d'immersion .....	101
Figure IV.8: Variation des paramètres de transmission pour a) S2 (4 cm), b) S1 (2 cm) et c) le 2ème harmonique de S2 (4cm), en fonction du temps d'immersion .....	102
Figure IV.9: Variation de la fréquence de résonance des deux résonateurs en fonction du temps d'immersion .....	103
Figure IV.10: Variation de la fréquence de résonance du deuxième harmonique de S2 en fonction du temps d'immersion.....	103
Figure IV.11: Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ pour les résonateurs S1 et S2 et pour le deuxième harmonique de S2, en fonction du temps d'immersion .....	103
Figure IV.12: Résultats des simulations HFSS montrant la variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la fréquence des deux résonateurs utilisés .....	104
Figure IV.13 : Variations des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la fréquence de résonance, avant et après intégration des résonateurs dans le mortier .....	105
Figure IV.14: Caractérisation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction du temps d'immersion dans l'eau désionisée.....	106
Figure IV.15: Variation de la fréquence de résonance en fonction du temps d'immersion pour chacun des deux résonateurs – $\Delta f = 0.279$ GHz pour S1 (2 cm) et $\Delta f = 0.115$ GHz pour S2 (4 cm).....	106
Figure IV.16: Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ des deux résonateurs S1' et S2, en fonction du temps d'immersion.....	107
Figure IV.17: Photo montrant l'intérieur du bloc de mortier suite aux expériences réalisées .....	108
Figure IV.18: Photo montrant la face supérieure du bloc de mortier, par laquelle s'est effectuée .....	108
Figure IV.19: Caractérisation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction du temps d'immersion dans l'eau salée .....	110
Figure IV.20: Variation de la fréquence de résonance en fonction du temps d'immersion pour chacun des deux résonateurs.....	110
Figure IV.21: Comparaison des états finaux de chacun des deux résonateurs après immersion dans l'eau désionisée et l'eau salée .....	111

Figure IV.22: Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la fréquence de résonance des deux résonateurs S1 et S2, pendant une période d'immersion de deux mois dans l'eau extrêmement salée.....	112
Figure V.1: a) Capacité associée au bout du stub, b) Variation des paramètres de transmissions $S_{21}$ en fonction de la valeur de la capacité associée .....	119
Figure V.2: a) Stub réalisé par photolithographie, b) Mesures expérimentales des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la fréquence.....	119
Figure V.3: Architecture de l'élément sensible.....	120
Figure V.4: Variation de la capacité de la varicap utilisée (SMV1249) en fonction de la tension inverse .....	121
Figure V.5: a) Dispositif expérimental de la mesure du potentiel de corrosion de l'acier inoxydable, b) Variation du potentiel de corrosion en fonction du temps d'immersion.....	122
Figure V.6: a) Image du résonateur développé, b) Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction du potentiel de corrosion de l'acier .....	123
Figure V.7: Architecture du capteur proposé pour améliorer la sensibilité de la méthode .....	124
Figure V.8 : Architecture du capteur dédié à la mesure du courant galvanique.....	124
Figure V.9: Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la fréquence, pour l'acier non revêtu (courbe bleue) et l'acier revêtu (courbe rouge).....	125
Figure V.10: Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction du temps d'immersion à $f_1 = 415$ MHz et $f_2 = 480$ MHz.....	126
Figure V.11: Variation de la partie réelle de la permittivité diélectrique de l'eau désionisée et l'eau salée.....	128
Figure V.12: Variation de la partie imaginaire de la permittivité diélectrique de l'eau désionisée et l'eau salée.....	128
Figure V.13: Résonateur stub en contact avec les solutions/ gels, placé(e)s dans la cuve.....	130
Figure V.14: Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction des pertes associées au matériau couvrant le résonateur pour a) $\epsilon = 3$ et b) $\epsilon = 80$ .....	131
Figure V.15: Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction du degré de salinité de l'eau	131
Figure V.16: Caractérisation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction du pH de la solution...	132
Figure V.17: Variation de la fréquence de résonance en fonction du pH de la solution .....	133
Figure V.18: Configuration chimique des acides a) mannuronique (M) et b) guluronique (G).....	134
Figure V.19: Gélification des alginate par l'intermédiaire des ions de calcium .....	134
Figure V.20: Photo du gel d'alginate de calcium insoluble dans l'eau obtenu expérimentalement ...	135
Figure V.21: Variation de la partie réelle de la permittivité diélectrique complexe mesurée par la sonde coaxiale en fonction de la fréquence .....	135
Figure V.22: Variation de la partie imaginaire de la permittivité diélectrique complexe mesurée par la sonde coaxiale en fonction de la fréquence.....	136
Figure V.23: Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ pour : un stub non revêtu, un stub revêtu d'alginate de sodium et un stub recouvert d'eau désionisée .....	137
Figure V.24 : Caractérisation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction du temps de diffusion du calcium à l'intérieur des alginate de sodium .....	138
Figure V.25: Variation de la fréquence de résonance en fonction du temps de diffusion du calcium dans les alginate de sodium .....	138
Figure V.26 : Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction des pertes du matériau associé au résonateur .....	139

Figure V.27 : Variations des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la fréquence pour chacun des deux matériaux : alginates de sodium et de calcium.....	140
Figure V.28 : Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la fréquence de résonance suite au rajout de la solution de chlorures de sodium à l'hydrogel alginates de calcium .....	141
Figure V.29 : Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la fréquence de résonance suite au rinçage de l'hydrogel d'alginates.....	142
Figure V.30: Caractérisation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la fréquence de résonance pour différentes valeurs du pH .....	143
Figure VI.1 : Architecture inspirée de la technologie RFID sans puce.....	151
Figure VI.2: Antenne imprimée avec plusieurs formes d'éléments rayonnants gravés sur la surface	152
Figure VI.3: Dimensions de l'antenne patch rectangulaire.....	153
Figure VI.4: a) Photo de l'antenne patch réalisée par photolithographie classique, b) fonctionnement des antennes fabriquées.....	155
Figure VI.5: a) Deux antennes patch imprimées placées en polarisation linéaire dans une chambre anéchoïque, b) Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la fréquence .....	156
Figure VI.6: a) Deux antennes patch imprimées placées en polarisation croisée dans une chambre anéchoïque, b) Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la fréquence .....	157
Figure VI.7: Schéma illustratif montrant les différents composants d'une antenne patch quart d'onde (PIFA).....	158
Figure VI.8 : Structure de l'antenne patch PIFA .....	159
Figure VI.9: Variation des paramètres de réflexion $S_{11}$ pour les antennes patch quart d'onde .....	159
Figure VI.10: Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ lorsque deux antennes PIFA sont placées selon une polarisation linéaire.....	160
Figure VI.11: Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ lorsque deux antennes PIFA sont placées selon une polarisation croisée.....	160
Figure VI.12: Photo du résonateur basé sur un couplage électromagnétique.....	161
Figure VI.13: Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la longueur de l et L pour différentes valeurs de $w_1$ et $w_L$ .....	162
Figure VI.14: Photo du résonateur utilisé pour la réalisation du prototype, b) Caractérisation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la fréquence .....	163
Figure VI.15: Banc de mesure expérimental dans le cas des antennes patch imprimées .....	163
Figure VI.16: Variation des paramètres de transmission $S_{21}$ en fonction de la fréquence (antennes patch imprimées).....	164
Figure VI.17: Zoom de la Figure VI.16 montrant la largeur du résonateur utilisé.....	164
Figure VI.18: Photo montrant la disposition des quatre antennes Tx et Rx.....	165
Figure VI.19: Variation de la puissance reçue en fonction de la fréquence ave et sans la présence du résonateur .....	166
Figure A.1 : Schéma illustratif de la ligne triplaque utilisée pour la caractérisation diélectrique.....	182
Figure A.2: a) Cellule triplaque utilisée expérimentalement, b) Dispositif expérimental comprenant la ligne triplaque et l'analyseur de réseaux vectoriel (HP 8753ES) couvrant une gamme de fréquences de 10 MHz à 6 GHz. ....	183



# Liste des tableaux

Tableau I.1: Tableau comparatif des différentes méthodes.....	20
Tableau II.1: Performances des systèmes RFID selon leurs champs de rayonnement.....	38
Tableau III.1: Données récupérées du circuit équivalent pour l'air ( $\epsilon = 1$ ), le polycarbonate ( $\epsilon = 2.9$ ), le polyéthylène téréphtalate ( $\epsilon = 3.3$ ) et le FR4 <sub>0.4mm</sub> ( $\epsilon = 4.2$ ).....	74
Tableau III.2: Variation des paramètres du circuit RLC équivalent pour les différents états du résonateur: a) stub non revêtu, b) stub revêtu de la peinture, c) stub revêtu après un mois d'immersion et d) stub revêtu après un mois de séchage.....	76
Tableau III.3: Tableau montrant les différentes fréquences de résonance des résonateurs recouverts d'un revêtement d'épaisseur h dans les différents états du résonateur .....	84
Tableau IV.1: Tableau montrant les variations fréquentielles des résonateurs S1 et S2 lorsqu'ils sont placés dans le mortier .....	109
Tableau IV.2: Tableau montrant les variations fréquentielles des résonateurs S1' et S2 lorsqu'ils sont placés dans le mortier .....	109



# Introduction générale





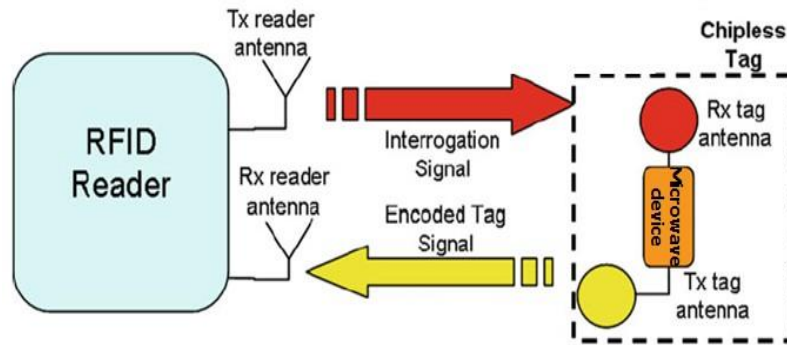
La corrosion et la dégradation des matériaux constituent des problèmes majeurs qui impactent économiquement de nombreux domaines d'activités tels que l'automobile, la pétrochimie ou encore le génie civil. Les processus physico-chimiques responsables de cette dégradation sont nombreux et complexes. Ils dépendent de divers paramètres environnementaux tels que la température, l'humidité, les polluants, les contraintes mécaniques.... Dans ce cadre, le suivi de la dégradation des matériaux est primordial car il permet d'améliorer les opérations de maintenance et de réduire significativement les coûts d'entretien des structures ou infrastructures. Ce suivi rentre dans le cadre des techniques de maintenances prédictives qui sont, de nos jours, de plus en plus étudiées et développées au niveau industriel.

Plusieurs méthodes et capteurs existent déjà pour effectuer le suivi de la corrosion des matériaux. A titre d'exemple, un capteur de corrosion sans contact et actif, est proposé par *LUNA Innovation* [i.1], pour réaliser ce suivi. Il s'agit d'un multi-capteur permettant la mesure de la résistivité du matériau concerné, de la différence de potentiel d'un matériau par rapport à une électrode de référence (*Open Circuit Potential*) ainsi que du courant de corrosion. De la même façon, l'entreprise *Permasense* [i.2] propose un capteur basé sur la propagation des ondes ultrasonores pour suivre la perte de matière métallique. Dans ces deux cas, les solutions sont non filaires et basées sur des architectures et protocoles radiofréquences standards. L'inconvénient de ce type de capteurs réside principalement dans leur aspect actif, assuré généralement par des batteries, de durée de vie de l'ordre de 5 ans. Ceci rend impossible leur intégration dans les infrastructures à surveiller lors de la construction, du fait de leur inaccessibilité future. Il est donc nécessaire de concevoir des capteurs totalement autonomes et sans fil. Dans ce contexte, la distance de lecture des capteurs se retrouve fortement réduite. Cependant, des distances de lectures de 50 cm à 2m permettent le développement de nouvelles applications.

L'objectif de cette thèse est de répondre à ce besoin à travers l'élaboration de capteurs de dégradation de matériaux, sans fil et passifs énergétiquement. Pour cela, notre travail sera basé sur la technologie RFID (*Radio Frequency Identification*), qui est une technologie passive d'identification. En effet, un lecteur transmet une onde radiofréquence à une étiquette (ou tag), ce qui lui permet de devenir active et de retourner un code au lecteur. Depuis peu, comme nous le détaillerons dans le deuxième

chapitre, cette technologie a été détournée de son objectif premier pour la réalisation de capteurs. Dans ce cas, la sensibilité du capteur est assurée par une variation de la propagation des ondes RF au niveau de l'antenne de l'étiquette du fait de l'évolution d'un paramètre environnemental (humidité, température,...). Cependant, l'utilisation de tels tags pour la réalisation de capteurs présentent certains inconvénients. En effet, le signal transmis du tag au lecteur étant fortement marqué par le fonctionnement de la puce contenant le code d'identification, le lien entre le signal mesuré et le paramètre suivi est difficilement interprétable. En outre, lors de l'intégration du capteur au sein d'infrastructures, la durée de vie de la puce sur plusieurs décennies n'est pas garantie. Ceci est d'autant plus vrai en conditions sévères (haute température, humidité,...). Une solution intéressante est donc d'aller plutôt vers une technologie sans puce, dite *chipless*. Plusieurs types de technologie RFID *chipless* existent. Il est possible, en particulier, de distinguer les approches temporelle du type SAW (*Surface Acoustic Wave*) et fréquentielle. Dans ce travail, nous avons choisi cette seconde méthode, du fait notamment du coût important et de la fragilité des substrats SAW.

Nous présentons sur la Figure i.1, l'approche fréquentielle RFID *chipless* proposée par Preradovic et Karmakar [i.3-4]. La transmission du signal s'effectue selon le principe de la rétrodiffusion du signal. En effet, un signal radiofréquence est envoyé du lecteur vers le tag via des antennes Tx/Rx. Le signal est renvoyé vers le lecteur après avoir traversé un ensemble de résonateurs RF qui permettent la réalisation d'un code. De nombreux types de circuits résonants planaires sont proposés dans la littérature pour réaliser ce codage [i.5-8]. Plus récemment, des fonctions RF faisant à la fois office de résonateurs et d'antennes ont été proposées [i.9-14] afin de permettre une réduction des dimensions du tag et ainsi une exploitation réelle des potentialités de la technologie RFID *chipless*. Dans ce cas, à la différence de l'architecture décrite sur la Figure i.1, il n'existe pas réellement d'antennes émettrices Tx ou réceptrice Rx au niveau du tag.



**Figure i.1 : Architecture d'un capteur sans fil, passif énergétiquement, basé sur la technologie RFID chipless [i.3-4]**

L'introduction d'une sensibilité à un paramètre physique ou chimique dans le tag est possible dans ces deux cas. Pour cela, il est nécessaire d'utiliser un certain nombre de résonateurs pour la réalisation du code et d'autres résonateurs pour la partie sensible du capteur. Ceci a conduit récemment à la réalisation de résonateurs passifs sensibles, principalement à l'humidité ou à la détection de présence d'eau [i.15-18]. L'objectif de cette thèse concerne la réalisation de résonateurs sensibles à la dégradation et à la corrosion des matériaux. Pour cela, nous nous concentrerons sur le développement de résonateurs dont la fréquence de résonance varie avec le paramètre sous surveillance. Yasri *et al.* [i.19-20] ont proposé récemment un capteur de corrosion atmosphérique basé sur un résonateur micro-ruban permettant de suivre la perte métallique due à la corrosion du métal. Ce capteur répond à certains besoins, notamment dans le cadre de la corrosion atmosphérique. Cependant, il ne peut, d'une part, pas être utilisé dans toutes les situations d'expositions et d'autre part, il ne permet pas le suivi des paramètres environnementaux, ce qui est nécessaire afin d'obtenir une bonne compréhension des mécanismes mis en jeu. Pour cela, dans cette thèse, nous proposerons des résonateurs sensibles à d'autres paramètres que la simple perte de métal. Ceci permettra de proposer une solution globale permettant un suivi optimal de la dégradation des matériaux. Notamment, la corrosion et la dégradation des matériaux étant souvent liés à la présence d'eau dans le milieu environnant, une partie de la thèse concerne le suivi de l'absorption de l'eau par les matériaux diélectriques tels que les revêtements organiques ou les bétons. Afin de corréliser la présence d'eau avec une dégradation du métal présent dans le diélectrique, un résonateur sensible au potentiel de corrosion sera ensuite proposé. Pour finir, une étude sur la détection des sels dissous tels que le chlorure de sodium (NaCl) dans le milieu sera réalisée par ce type de

technique. En effet, les ions chlorures sont importants dans les réactions chimiques associées à la corrosion. Suite à la présentation de ces résultats, une partie plus courte consacrée à la réalisation d'un démonstrateur sur la bande ISM autorisée à 2.45 GHz sera présentée. Elle permettra une discussion sur l'utilisation de ce type de capteur dans des situations réelles.

Ce manuscrit est composé alors de six chapitres :

- Le premier chapitre détaillera les méthodes traditionnelles utilisées pour étudier la corrosion et la dégradation des matériaux ainsi que le développement de capteurs associés non filaires.
- Le deuxième chapitre présentera de façon générale la technologie RFID puis ses applications en termes de capteurs. Ceci nous permettra de présenter nos objectifs.
- Un résonateur sensible à la diffusion de l'eau à l'intérieur de revêtements organiques est présenté dans le troisième chapitre. Ceci sera fait en considérant différentes épaisseurs de revêtements à base d'époxy.
- Le quatrième chapitre sera dédié au développement d'une fonction hyperfréquence, basée sur l'utilisation d'un multi-résonateur stub, pour effectuer le suivi de l'infiltration de l'eau dans des structures en béton.
- Un cinquième chapitre présentera un premier type de capteur pour l'étude de la passivation de l'acier grâce à la technique de l'OCP et un second type présentant un résonateur sensible à la variation de conductivité électrique associée à la présence d'ions.
- Pour compléter l'architecture finale du capteur, un dernier chapitre présentera la réalisation d'un prototype du capteur passif, suite à la réalisation d'antennes qui seront associées à l'élément sensible désiré.

Les résultats du travail seront présentés en comparant les simulations électromagnétiques réalisées sur le logiciel HFSS (*High Frequency Structural Simulator*) et les résultats expérimentaux.

## Références Bibliographiques

- [i.1] J. Demo, F. Friedersdorf, C. Andrews and M. Putic, “Wireless corrosion monitoring for evaluation of aircraft structural health”, Aerospace Conference, March 2012.
- [i.2] Permasense, experts in remote monitoring solutions. Corrosion and Erosion Monitoring Systems [en ligne]. (Modifié le 28 Septembre 2016) Disponible sur : <<http://www.permasense.com/home.php> > (Consulté le 29/09/2016).
- [i.3] S. Preradovic, I. Balbin and N. C. Karmakar, “Multiresonator based chipless RFID system for low-cost item tracking”, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, Vol. 57, n°5, pp.1411-1419, 2009.
- [i.4] N. C. Karmakar and C. K. Pern, “mm-wave chipless RFID tag for low-cost item tagging”, Proceedings of Asia Pacific Microwave Conference, pp.1462-1465, Australia, December 2011.
- [i.5] T. Kim, U. Kim, J. Kwon, and J. Choi, “Design of a Novel Chipless RFID Tag Using a Simple Bandstop Resonator”, Proceedings of Asia Pacific Microwave Conference, pp.2264-2267, Japan, December 2010.
- [i.6] Balbin and N.C. Karmakar, “Phase-Encoded Chipless RFID Transponder for Large Scale Low Cost applications,” IEEE Microwave and Wireless Component Letters, Vol. 19, n°8, August 2009.
- [i.7] S. Mukherjee and G. Chakraborty, “Chipless RFID using Stacked Multilayer Patches”, Proceedings of the IEEE international conference on Applied Electromagnetics, India, December 2009.
- [i.8] C. M. Nijas, R. Dinesh, U. Deepak, A. Rasheed, S. Mridula, K.Vasudevan and P. Mohanan, “Chipless RFID tag using Multiple Microstrip Open Stub Resonators”, IEEE Transactions On Antennas And Propagation, Vol. 60, n°9, pp. 4429-4432, September 2012.
- [i.9] A. Vena, E. Perret and S. Tedjini, “A Fully Printable Chipless RFID Tag With Detuning Correction Technique”, IEEE Microwave and Wireless Components Letters, Vol. 22, pp. 209-211, March 2012.

- [i.10] A. Vena, E. Perret and S. Tedjini, “Design of Compact and Auto Compensated Single Layer Chipless RFID Tag”, *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Vol. 60, n°9, pp. 2913-2924, 2012.
- [i.11] A.Vena, E. Perret and S. Tedjini, “RFID Chipless Tag Based On Multiple Phase Shifters”, *International Microwave Symposium*, Baltimore, June 5-10, 2011.
- [i.12] A. Vena, E. Perret and S. Tedjini, “Novel compact chipless RFID tag”, *PIERS proceedings*, Morocco, March 2011.
- [i.13] A. Vena, E. Perret and S. Tedjini, “Chipless RFID tag using hybrid coding technique”, *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Vol. 59, pp. 3356-3364, 2011.
- [i.14] A. Vena, E. Perret and S. Tedjini, “A Compact Chipless RFID Using Polarization Diversity For Encoding And Sensing”, *IEEE International Conference on RFID*, pp.191-197, Orlando 2012.
- [i.15] R. S. Nair, E. Perret, S. tedjini and T. Baron, “A Group-Delay-Based Chipless RFID Humidity Tag Sensor Using Silicon Nanowires”, *IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters*, Vol. 12, pp. 729-732, June 2013.
- [i.16] A. Vena, E. Perret, S. Tedjini, D. Kaddour, A. Potie and T. Barron, “A compact chipless RFID tag with environment sensing capability”, *Microwave Symposium Digest (MTT)*, pp.1-3, 2012.
- [i.17] A. Guillet, A. vena, E. Perret and S. Tedjini, ‘Design of a chipless RFID sensor for water level detection’, *Antenna Technology and Applied Electromagnetics (ANTEM)*, June 2012.
- [i.18] E. M. Amin, N. Karmakar and B. Winther-Jensen, “Polyvinyl-Alcohol (PVA)-Based RF Humidity Sensor in Microwave Frequency”, *Progress in Electromagnetics Research B*, Vol. 54, pp. 149–166, 2013
- [i.19] M. Yasri, F. Gallée, B. Lescop, E. Diler, D. Thierry, S. Rioual, “Passive Wireless Sensor for Atmospheric Corrosion Monitoring”, *Proceedings of the 8th European conference on Antennas and Propagation – EUCAP*, IEEE, pp. 2945-2949, Pays bas, 2014.
- [i.20] M. Yasri, B. Lescop, E. Diler, F. Gallée, D. Thierry and S. Rioual, “Monitoring uniform and localised corrosion by a radiofrequency sensing method”, *soumis à corrosion science*.









# **Chapitre 1 : Méthodes et capteurs utilisés pour le contrôle de la corrosion et la dégradation des matériaux**



Dans ce chapitre, nous présentons les techniques usuelles permettant de déterminer la corrosion et la dégradation des matériaux. Dans un second temps, des capteurs sans fil associés à ces techniques seront décrits. Les domaines d'applications étant très larges, nous nous restreindrons à des exemples relatifs à la dégradation des revêtements organiques ou encore à la dégradation des bétons. Ces deux cas seront ensuite considérés dans les chapitres suivants lors de la réalisation de résonateurs RF sensibles.

En effet, une première problématique associée à la dégradation des matériaux concerne l'absorption de l'eau par les revêtements organiques. Ces revêtements sont fréquemment utilisés pour protéger les matériaux métalliques. Cependant, la présence d'eau dans le milieu environnant peut provoquer leur vieillissement précoce et ainsi limiter leur fonction protectrice. Cette dégradation est souvent initiée par la présence de défauts dans le revêtement, ce qui conduit à l'absorption puis à la diffusion de l'eau vers le métal qui constitue la structure. À ce stade-là, la corrosion du métal peut se produire. Il est donc nécessaire de suivre la diffusion de l'eau au sein du revêtement afin de prédire sa dégradation. Le second domaine d'application proposé dans cette thèse concerne le suivi de l'absorption de l'eau par les bétons armés. De la même façon que précédemment l'absorption d'eau chargée en chlorures ou en carbonates dans les bétons modifie sa structure et entraîne sa dégradation. L'acier qui y est intégré subit alors une dépassement, ce qui entraîne sa corrosion. Dans ce chapitre, des exemples d'études associés à ces deux problématiques sont présentés.

## **I. Méthodes existantes utilisées pour le suivi de la corrosion et de la dégradation des matériaux**

### **I.1- Méthode gravimétrique**

L'analyse gravimétrique permet de suivre l'évolution de la masse du matériau. Pour détecter la présence de l'eau absorbée dans un matériau, cette méthode consiste à retirer l'échantillon étudié du milieu où il est exposé à l'humidité, l'essuyer légèrement et le peser à l'aide d'une balance d'une précision bien déterminée avant de le remettre à nouveau dans son milieu humide. Cette technique permet de suivre l'évolution de la masse de l'échantillon au cours du temps, à des intervalles de temps réguliers tout au

long de la période d'exposition à l'humidité. L'avantage de cette technique est qu'elle est relativement précise (incertitude sur la balance utilisée), simple et peu coûteuse à mettre en œuvre mais l'inconvénient réside dans le temps de manipulation très long et le fait qu'elle est destructive et nécessite un nouvel échantillon à chaque manipulation.

Concernant la corrosion des métaux, la perte de masse (essai gravimétrique) est la méthode la plus ancienne de mesure de la corrosion. 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.

## I.2- Méthode spectrométrique ou spectroscopique

La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (ou FTIR : *Fourier Transformed InfraRed Spectroscopy*) est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau.

Par exemple, Cotugno *et al.* [I.1] ont utilisé cette méthode pour étudier le processus d'absorption de l'eau par un polymère à base d'époxy. En effet, un film à base d'époxy a été placé dans un environnement humide puis soumis à des mesures de FTIR en transmission. Pour montrer l'effet de l'humidité sur l'état du film, les auteurs ont choisi d'effectuer les expériences de FTIR pour l'échantillon dans son état sec et après avoir atteint son état d'équilibre d'absorption.

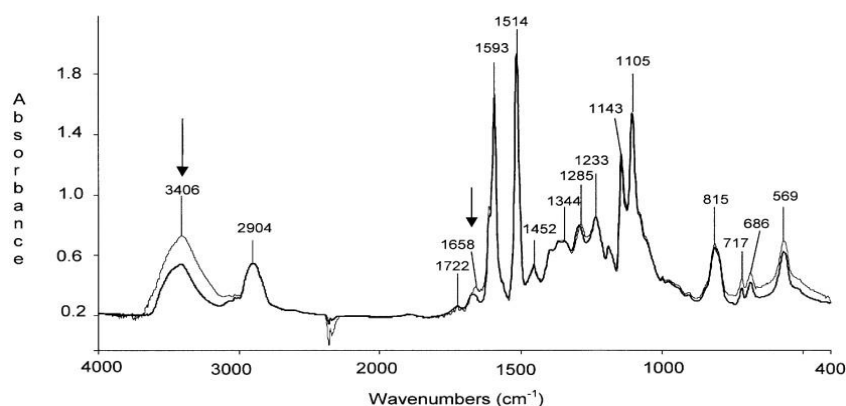


Figure I.1: Spectres d'absorption pour l'échantillon avant et après exposition à l'humidité

D'après la Figure I.1, nous pouvons remarquer la différence entre les deux spectres : la première différence réside dans la croissance de l'intensité d'absorption à  $3406\text{ cm}^{-1}$  correspondant à la molécule OH et la deuxième différence dans l'apparition d'un épaulement au niveau du pic correspondant au polymère utilisé (TGDDM) à  $1594\text{ cm}^{-1}$ . Notons que la technique FTIR n'est pas la seule à fournir des informations sur les modifications de structures chimiques ou physiques. De nombreuses techniques spectroscopiques utilisent des rayonnements dans le visible ou dans les rayons X, pour cela.

### **I.3- Méthodes électrochimiques**

Outre les deux méthodes détaillées précédemment, les mesures électrochimiques sont fréquemment utilisées pour surveiller le changement des propriétés des matériaux placés dans l'eau ou exposés à l'humidité. Parmi ces mesures, nous nous intéressons tout d'abord, à la mesure dite OCP (*Open Circuit Potential*) qui vise à mesurer la différence de potentiel entre deux électrodes constituées de deux matériaux différents et ensuite, à la spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) qui consiste à mesurer une impédance.

#### **I.3.1- Notion de l'OCP (*Open Circuit Potential*)**

##### **a- Tension électrique absolue**

Un système électrochimique est un système constitué de plusieurs phases conductrices de natures différentes connectées en série. Lorsque deux phases conductrices sont mises en contact l'une avec l'autre, il apparaît une différence de potentiel. Comme le montre la Figure I.2, dans le cas d'une interface métal (conductivité électronique) / solution (conductivité ionique), cette différence de potentiel est appelée tension absolue d'électrode [I.2]. Elle existe du fait d'un transfert de charges (ions/électrons) à l'interface pour arriver à l'équilibre. Cette différence de potentiel est égale à la différence des potentiels internes  $\Phi$  des deux phases :

$$\Delta\Phi_{m/s} = \Phi_m - \Phi_s$$

Equation II.1

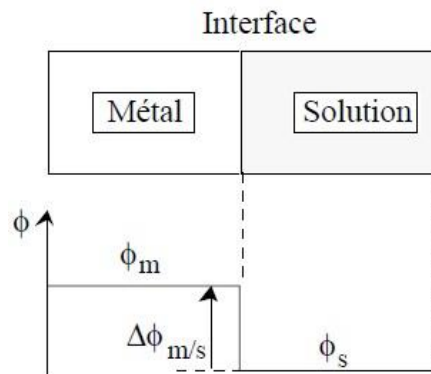


Figure I.2: Différence de potentiel interfaciale

### b- Tension relative

Pour mesurer la tension d'une électrode métallique, il faut introduire dans la solution une sonde de potentiel métallique qui va jouer le rôle d'une seconde électrode. Dans ce cas, comme le montre la Figure I.3, nous sommes ramenés à mesurer la différence des potentiels des deux électrodes conductrices. Cette différence de potentiel est égale à la différence des tensions absolues des deux électrodes :

$$\Delta\Phi_{m1/m2} = \Phi_{m1} - \Phi_{m2} = (\Phi_{m1} - \Phi_s) - (\Phi_{m2} - \Phi_s) = \Delta\Phi_{m1/s} - \Delta\Phi_{m2/s}$$

Equation II.2

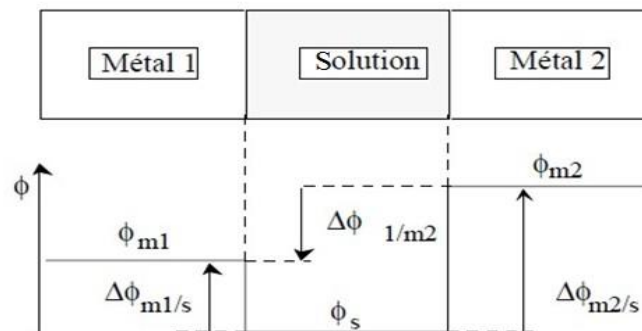


Figure I.3 : Différence de potentiel entre deux électrodes

Nous appelons **tension relative** (ou potentiel relatif) ou tout simplement tension (ou potentiel) d'électrode E, la différence des potentiels internes de l'électrode considérée et d'une seconde électrode choisie comme référence :

$$\Delta\Phi_{m/ref} = \Phi_m - \Phi_{ref}$$

Equation II.3



### c- Tension de l'électrode à l'abandon (OCP)

La tension d'abandon (OCP) ou tension sous courant nul d'une électrode est la tension de l'électrode à l'équilibre lorsqu'il n'existe aucun courant qui la traverse. Dans ce cas, un équilibre chimique est établi à l'interface et la tension d'abandon est égale au potentiel thermodynamique d'oxydoréduction  $E_{th}$  du couple. Les différents couples oxydants / réducteurs ont été classés en fonction du potentiel standard de réduction. Ce potentiel est exprimé par rapport à celui du couple  $H^+ / H_2$  fixé à 0. Les couples sont classés du potentiel de réduction le plus petit au potentiel de réduction le plus grand, comme le montre la **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**

	Oxydant	Réducteur	$E^\circ$ (V)	
	$F_2$	$F^-$	2,87	
	$S_2O_8^{2-}$	$SO_4^{2-}$	2,01	
	$H_2O_2$	$H_2O$	1,77	
	$MnO_4^-$	$MnO_2$	1,69	
	$MnO_4^-$	$Mn^{2+}$	1,51	
	$Au^{3+}$	$Au$	1,50	
	$PbO_2$	$Pb^{2+}$	1,45	
	$Cl_2(g)$	$Cl^-$	1,36	
	$Cr_2O_7^{2-}$	$Cr^{3+}$	1,33	
	$MnO_2$	$Mn^{2+}$	1,23	
	$O_2(g)$	$H_2O$	1,23	
	$Br_2(aq)$	$Br^-$	1,08	
	$NO_3^-$	$NO(g)$	0,96	
	$Hg^{2+}$	$Hg$	0,85	
	$NO_3^-$	$NO_2^-$	0,84	
	$Ag^+$	$Ag$	0,80	
	$Fe^{3+}$	$Fe^{2+}$	0,77	
	$O_2(g)$	$H_2O_2$	0,68	
	$I_2(aq)$	$I^-$	0,62	
	$Cu^{2+}$	$Cu$	0,34	
	$CH_3CHO$	$C_2H_5OH$	0,19	
	$SO_4^{2-}$	$SO_2(aq)$	0,17	
	$S_4O_6^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	0,09	
	$H^+$	$H_2(g)$	0,00	
	$CH_3COOH$	$CH_3CHO$	-0,12	
	$Pb^{2+}$	$Pb$	-0,13	
	$Sn^{2+}$	$Sn$	-0,14	
	$Ni^{2+}$	$Ni$	-0,23	
	$Co^{2+}$	$Co$	-0,29	
	$Cd^{2+}$	$Cd$	-0,40	
	$Fe^{2+}$	$Fe$	-0,44	
	$Zn^{2+}$	$Zn$	-0,76	
	$Al^{3+}$	$Al$	-1,66	
	$Mg^{2+}$	$Mg$	-2,37	
	$Na^+$	$Na$	-2,71	
	$K^+$	$K$	-2,92	

Figure I.4 : Classement des couples oxydants / réducteurs selon le potentiel standard de réduction

La Figure I.5 présente le dispositif expérimental par lequel nous mesurons le potentiel de l'échantillon (2) par rapport à une électrode de référence (1) à l'aide d'un voltmètre (3). En considérant par exemple, une électrode de zinc métallique pour l'électrode (2) et une électrode de référence au calomel saturé (SCE), nous avons un potentiel de -0.76 mV du zinc par rapport au couple  $H^+ / H_2$  (Figure I.4). L'électrode au

calomel étant à 0.27 mV par rapport au couple  $H^+ / H_2$ , nous mesurons un potentiel de -1.03 V/SCE. Cette valeur sera vérifiée dans le chapitre 5.

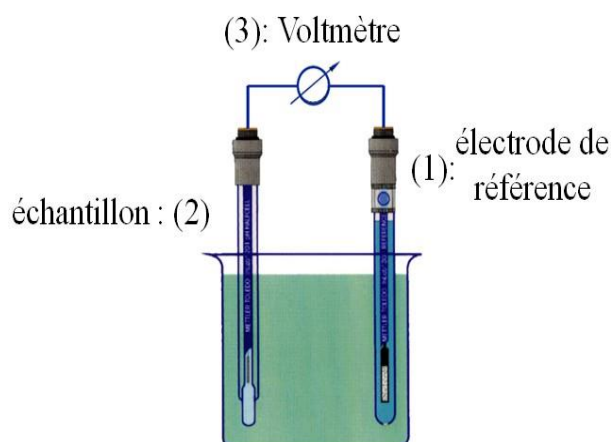


Figure I.5: Dispositif expérimental pour la mesure du potentiel d'oxydo-réduction

Un exemple de l'utilisation de la mesure du potentiel OCP est présenté dans le travail de Ruhi et *al.* [I.3] portant sur la dégradation de revêtements d'un substrat en acier dans une solution de NaCl à 3.5%. La variation de l'OCP est représentée sur la Figure I.6 pour 5 types revêtements différents, en fonction du temps d'immersion. Les fortes variations observées s'expliquent par la diffusion des ions chlorures à travers le revêtement, et donc une corrosion prochaine de l'acier.

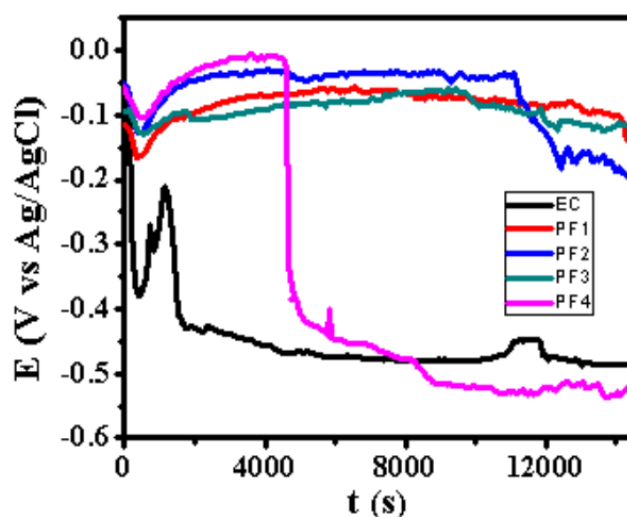


Figure I.6: Variation du potentiel E pour les différents revêtements en fonction du temps d'immersion

### I.3.2- La spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE)

La variation du potentiel OCP constitue la première indication des changements physico-chimiques d'un polymère du fait de la diffusion de l'eau. La spectroscopie d'impédance électrochimique permet quant à elle de mesurer les impédances des interfaces et donne nettement plus d'informations sur le processus. L'impédance est mesurée grâce à un potentiostat en appliquant un potentiel alternatif (AC) et en mesurant un courant. Ceci nécessite l'utilisation de 3 électrodes : l'électrode de travail, l'électrode de référence et la contre-électrode. Cette méthode a été appliquée dans différentes études pour évaluer la performance d'un revêtement [I.4], la présence de discontinuités au niveau d'un revêtement [I.5] et la diffusion de l'eau à travers un revêtement [I.6-7].

Comme exemple, nous présentons ici les résultats obtenus par Westing *et al.* [I.4] sur la performance d'un revêtement dans lequel de l'eau s'est infiltrée. Suite aux mesures d'impédance, la capacité associée au revêtement a été déterminée. La Figure I.7 présente la variation de cette capacité lors de la pénétration de l'eau dans le polymère. Cette variation s'explique par une augmentation de la valeur de la permittivité du polymère du fait de la forte permittivité de l'eau par rapport à celle du polymère.

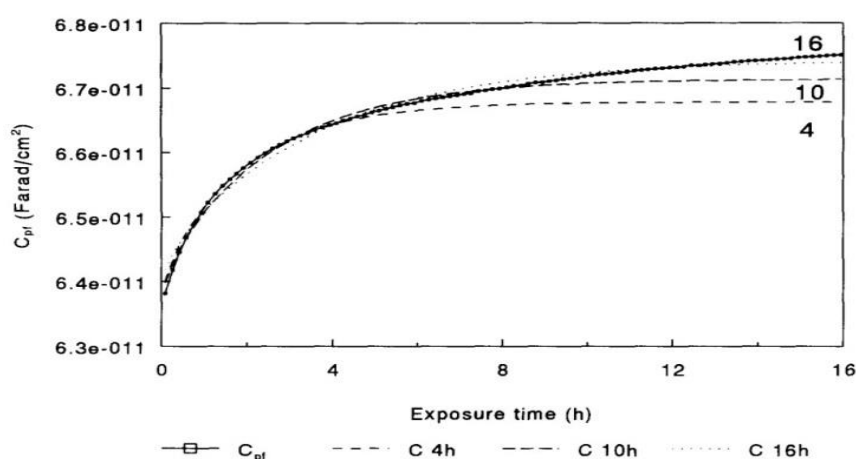


Figure I.7: Variation de la capacité du revêtement mesurée en fonction du temps d'exposition

### I.4- Mesures électriques

Les méthodes électriques sont fréquemment utilisées pour évaluer la dégradation des matériaux. Ils peuvent s'appliquer à des matériaux isolants comme le béton, ou encore à des matériaux métalliques ce qui permet de mesurer la perte de masse lors

d'une corrosion uniforme. Les mesures peuvent être réalisées en mesurant la résistance électrique DC du matériau ou encore en utilisant un impédance-mètre. Dans ce dernier cas, la technique est très proche de l'EIS.

A titre d'exemple, nous présentons le principe des mesures de la résistivité électrique d'une structure en béton. Il existe deux types de mesures :

- Mesure de la résistivité du béton : Un appareil porte-électrodes est plaqué sur la structure, puis un courant d'intensité  $I$  est envoyé dans le béton à partir de deux électrodes de courant. La différence de potentiel  $V$  créée est mesurée entre les deux autres électrodes. Ce type de mesure peut être réalisé en intégrant le système dans le béton.



**Figure I.8: Mesure de la résistivité électrique d'une structure en béton à l'aide d'un porte-électrodes**

- Mesure de la résistivité du béton armé : Il s'agit d'une méthode par polarisation d'armature [I.8]. Dans ce cas, une électrode placée à la surface du béton est raccordée à l'une des armatures placées dans la structure. Les zones de faible résistivité présentent une forte humidité ou une forte teneur en ions chlorures et sont donc des zones où le risque de corrosion des armatures est important



**Figure I.9 : Mesure de la résistivité du béton armé**

## I.5- Synthèse

Pour comparer les différentes méthodes utilisées pour contrôler la dégradation des matériaux, nous présentons dans le Tableau I.1, un récapitulatif des caractéristiques de chaque méthode, tout en considérant l'aspect destructif ou pas, l'autonomie et la façon dont s'effectue la mesure de données.

Tableau I.1: Tableau comparatif des différentes méthodes

Méthode	Destructive	Mesure	Autonomie
Gravimétrique	Oui	Discrète	x
Spectrométrique	Oui	Discrète	x
Electrochimique	Electrodes	En temps réel	Active
Electrique	Electrodes	En temps réel	Active

Nous pouvons remarquer l'avantage des méthodes électrochimiques et électriques du fait de la possibilité d'un suivi du processus en temps réel. Elles ne nécessitent pas le retrait du matériau de la structure pour l'analyser comme dans le cas des méthodes gravimétriques et spectrométriques. Cependant, l'intégration de plusieurs électrodes au sein du matériau sous surveillance est obligatoire. Ces deux méthodes sont donc principalement utilisées pour la réalisation de capteurs dédiés au suivi de la dégradation des matériaux. Cependant, comme le montre le tableau, ces deux méthodes nécessitent l'utilisation de potentiostats, générateurs de courant ou voltmètres et sont donc actives d'un point de vue énergétique. Nous présentons dans la suite le développement de capteurs sans fil basés sur ces deux principes.

## II. Capteurs sans fils dédiés au suivi de la corrosion et de la dégradation des matériaux.

### II.1- Détection de l'activité des biofilms sur l'acier

Diler *et al.* [I.9] ont développé un capteur autonome permettant de caractériser la formation des biofilms sur la surface des aciers inoxydables. Il s'agit du SCPC® autonome (*Cathodic Protection Criteria*) produit par "nke instrumentation" [I.10]. Le

capteur consiste, comme le montre la Figure I.10, en une sonde composé de trois électrodes électrochimiques, dans laquelle sont intégrés un système électronique de stockage et un système de communication électromagnétique fonctionnant à très faible distance. L'autonomie du capteur est de 3 ans.

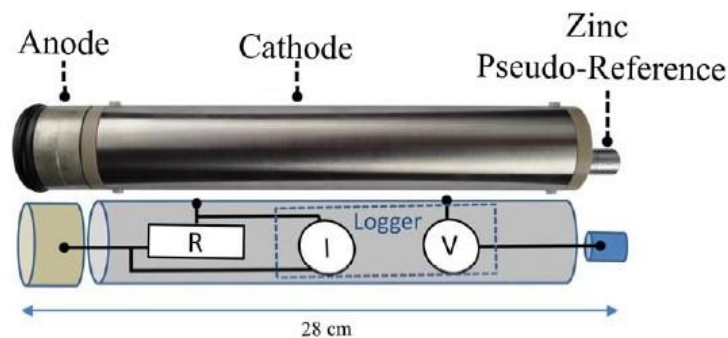


Figure I.10: Photographie du schéma électrique du capteur

## II.2- Capteur proposé par Davis et al. [I.11]

Un capteur destiné à surveiller l'état d'un revêtement a été proposé par Davis et al. [I.11]. Il consiste en une série de mini-potentiostats montés sur le revêtement de peinture de la structure à contrôler. Ils envoient périodiquement les informations à un ordinateur portable de sorte qu'un inspecteur peut évaluer l'état à chaque point de détection. L'inspecteur peut alors déterminer si une maintenance doit être prévue. La communication est établie en utilisant le protocole sans fil Zigbee 802.15 (868 MHz ou 2.4 GHz). Les unités sont alimentées par une batterie d'une durée de vie estimée jusqu'à dix ans, en fonction de la fréquence de mesure et d'interrogation. Le capteur est capable d'évaluer l'état du revêtement en détectant l'intrusion d'humidité et la formation des produits de corrosion.

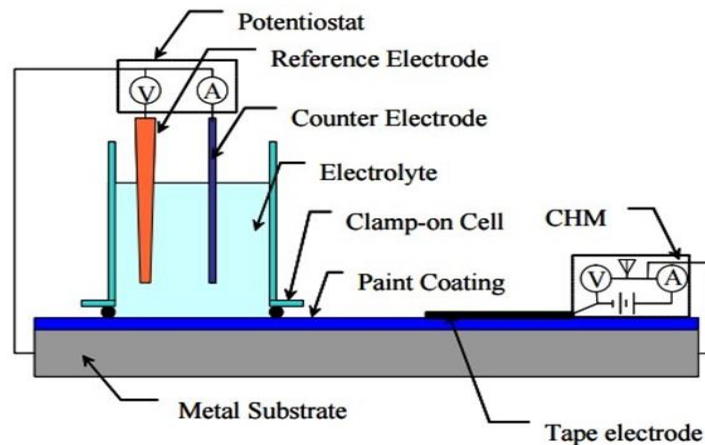


Figure I.11: Comparaison entre une cellule classique et une cellule CHM (*Coating Health Monitoring*)

La Figure I.11 montre une comparaison entre une cellule classique électrochimique et le capteur CHM. La cellule est placée sur un substrat horizontal et remplie avec un électrolyte, les trois électrodes électrochimiques étant présentes. Un potentiostat est connecté pour réaliser les mesures relatives à la SIE. Avec le système développé CHM, une électrode sous forme de ruban est appliquée sur la surface du revêtement, le substrat métallique servant de seconde électrode. L'impédance entre ces deux électrodes est mesurée.

### II.3- Capteur proposé par Shi et You [I.12]

Un capteur similaire à celui présenté ci-dessus a été élaboré par Shi et *al.* [I.12] pour la détection de la dégradation d'un revêtement. Comme le montre la Figure I.12, une première électrode est connectée au substrat et une deuxième électrode est immergée dans la solution. L'impédance établie entre les deux électrodes est équivalente à l'impédance du système revêtu. Le capteur permet de mesurer la variation de l'impédance du revêtement au cours de sa dégradation. Il est constitué d'une station de base et d'une plaque PCB sur laquelle se trouvent les constituants suivants : un générateur de balayage de fréquence, un multiplicateur de fréquence, un détecteur de crête, un convertisseur analogique-numérique (ADC), une unité de commande et un émetteur-récepteur sans fil. La station de base se compose d'un émetteur-récepteur sans fil, un microcontrôleur MCU, et un RS232 standard qui fonctionne comme une interface entre la station de base et le PC. La communication à distance, est réalisée à l'aide d'un émetteur-récepteur sans fil : CC1101 (433 MHz ou 868 MHz).

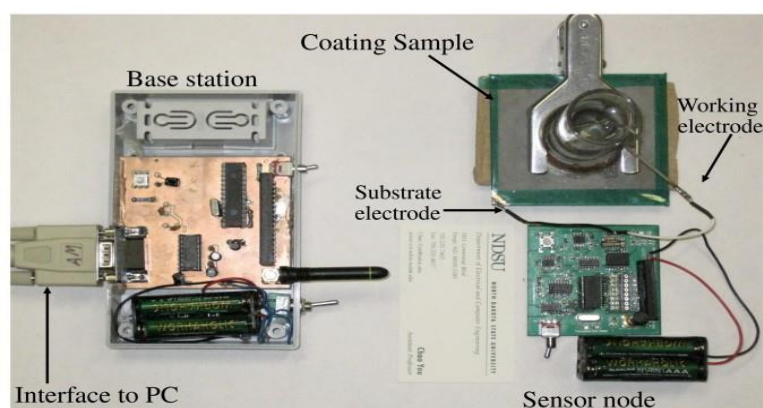


Figure I.12: Capteur développé par Shi *et al.* [I.12]

## II.4- Capteur de corrosion : LUNA

LUNA Innovation propose un capteur de corrosion **actif sans contact**, présenté sur la Figure I.13, pour la surveillance de la corrosion des avions.



Figure I.13: 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 (perte de masse, électrodes interdiguées, mesure du potentiel OCP, ...) et au moins un processeur de réseaux [I.13]. 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 réside dans l'utilisation de composants actifs pour assurer son alimentation. Ainsi, une batterie doit être intégrée au niveau du capteur. Par contre, ce type de capteurs doit se caractériser par une longue durée de vie, étant donné que la corrosion est un processus qui dure



plusieurs années. Ceci est restrictif pour les capteurs actifs lorsqu'ils sont intégrés dans des structures inaccessibles. Dans ce contexte, la possibilité de suivre la corrosion via une méthode passive est intéressante.

### **III. Conclusion**

Ce premier chapitre nous a permis de décrire les différentes méthodes adoptées pour réaliser le suivi de la dégradation des matériaux. Comme nous le montrons, les méthodes électrochimiques et électriques sont les plus utilisées. De ce fait, des capteurs sans fil basés sur ces principes ont été développés et sont présentés dans ce chapitre. Leur emploi nécessite l'utilisation de composants actifs permettant de générer, de mesurer des tensions ou courants ainsi que transmettre l'information sans fil. Ceci est assuré par l'utilisation de batteries. En terme d'autonomie, cet aspect les rend inappropriées pour une intégration au sein de structures à très longue durée de vie du fait de leur non accessibilité. D'où l'intérêt d'utiliser des capteurs passifs. Notre objectif concernera donc la réalisation de ce type de capteurs totalement passifs en se basant sur la technologie RFID (*Radio Frequency Identification*) passive, pour laquelle aucune source d'alimentation externe n'est nécessaire. Compte tenu de cet aspect passif, la distance de lecture des capteurs proposés sera limitée par rapport aux exemples détaillés dans ce chapitre. Cependant, ce point n'est pas un critère limitatif car l'objectif n'est pas de concurrencer les solutions actives existantes mais de proposer de nouvelles applications totalement passives, à plus faibles distances de lectures.

## Références Bibliographiques 1

- [I.1] S. Cotugno, D. Larobina, G. Mensitieri, P. Musto and G. Ragosta, “A novel spectroscopic approach to investigate transport processes in polymers: the case of water–epoxy system”, *Polymer*, Vol. 42, n°15, pp. 6431–6438, 2001.
- [I.2] J. Besson, “Précis de Thermodynamique et Cinétique électrochimiques”, Ellipses- Marketing, 1984.
- [I.3] G. Ruhi , H. Bhandari and S. K. Dhawan, “Corrosion Resistant Polypyrrole/Flyash Composite Coatings Designed for Mild Steel Substrate Polymeric & Soft Materials Section”, *American Journal of Polymer Science*, Vol.5, pp. 18-27, 2015.
- [I.4] E.P.M. van Westing, G.M. Ferrari and J.H.W. de Wit, “The determination of coating performance with impedance measurements—II. Water uptake of coatings”, *Corrosion Science*, Vol. 36, n°6, pp. 957, 1994.
- [I.5] L. Beaunier, I. Epelboin, J.C. Lestrade and H. Takenouti, “Etude électrochimique, et par microscopie électronique à balayage, du fer recouvert de peinture”, *Surface Technology*, Vol.4, n°3, pp. 237-254, 1976.
- [I.6] L. Diguët, M. Keddam, H. Takenouri and Y. Cetre, “Proceedings of the 3rd International Symposium on Electrochemical Impedance Spectroscopy”, Ysermond, Nieuwpoort, Belgium, May 1995.
- [I.7] J. Kittel, N. Celati, M. Keddam and H. Takenouti, *Prog. Org.Coat*, Vol. 41, pp. 93-98, 2001.
- [I.8] The GÉCOR 6, “Corrosion Rate meter for steel in concrete”, Instruction manual – Second edition, GEOCISA, GEOTECNIA Y CIMENTOS S.A, March 1994.
- [I.9] E. Diler, N. Larché, D. Thierry and Y. Dégrès, “Biofilm sensor for deep sea”, *Sensor Systems for a Changing Ocean workshop 2014*, proceedings IEEE, 2014.
- [I.10] nke Instrumentations, Your solution for in situ measurements - for Oceanography, and challenging environments [en ligne]. (Modifié le 14 Septembre 2016) Disponible sur :< <http://www.nke-instrumentation.com/>> (Consulté le 30/09/2016).

[I.11] G. D. Davis, R. C. Dunn and R. A. Ross, “wireless, battery-powered coating health monitor (CHM)”, NACE international corrosion conference & expo, paper n° 10091, 2010.

[I.12] Y. Shi and C. You, “A Sensor System Designed for Remote Coating Degradation Detection”, Sensors Applications Symposium (SAS), IEEE, 2010.

[I.13] J. Demo, F. Friedersdorf, C. Andrews and M. Putic, “Wireless corrosion monitoring for evaluation of aircraft structural health”, Aerospace Conference, March 2012.







## **Chapitre 2 : Concept des capteurs basés sur la technologie RFID**





Dans ce chapitre, nous introduisons tout d'abord le concept de la technologie RFID d'un point de vue général. Cette technologie, développée pour permettre l'identification des personnes et des objets, a été depuis peu exploitée pour la conception de capteurs. Nous présenterons donc des exemples de capteurs associés à cette technologie. Ceci nous permettra de différencier d'une part l'utilisation de tags conventionnels et la technologie sans puce dite *chipless*. Dans une dernière partie, nous détaillerons les objectifs de ce travail.

## **I. La technologie RFID conventionnelle**

La radio-identification, désignée le plus souvent par le sigle RFID (*Radio Frequency Identification*), est une technologie faisant partie de la technologie AIDC (*Automatic Identification Data Capture*) utilisée pour reconnaître et identifier un objet/un individu porteur d'une étiquette. Cette technologie a connu de très nombreux développements avant qu'elle n'atteigne le niveau de maturité et de performance actuelle [II.1]. Elle présente de très nombreuses applications dans différents domaines et repose sur plusieurs normes et réglementations admises et utilisées au niveau international.

### **I.1- Exemples de domaines d'application**

Des fonctions fondamentales de notre vie courante peuvent être assurées grâce à la technologie RFID (identifier, localiser, suivre...). Elle est utilisée, par exemple, pour pouvoir identifier les animaux et suivre leur alimentation, vaccination, production laitière, etc... Cette identification s'effectue en attribuant à l'animal concerné une étiquette, comme le montre la Figure II.1. Il est également possible de suivre l'animal à distance, via un portail Internet, pour pouvoir l'observer en absence de son maître.



Figure II.1: Suivi de l'activité des animaux

Dans le domaine de la santé, la technologie RFID est mise en place dans des hôpitaux pour le traitement et le suivi des patients atteints de maladies exigeant des conditions de traitements spécifiques ou d'urgence. Un exemple connu d'usage des puces RFID concerne également la traçabilité des marchandises de la chaîne de production jusqu'à l'acheminement des produits finis.

## I.2- Composants et fonctionnement d'un système RFID

La Figure II.2 décrit le schéma général d'un système RFID. Son fonctionnement nécessite la présence de plusieurs constituants de base :

- Un lecteur
- Un tag / une étiquette
- Un logiciel d'application

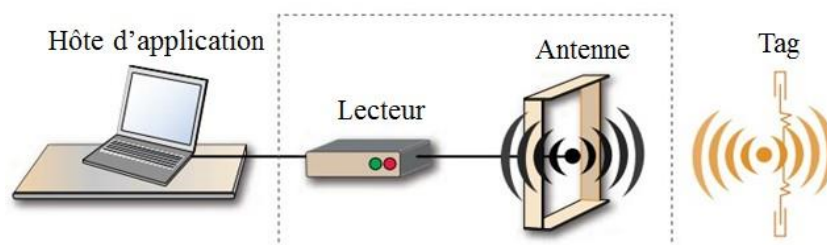
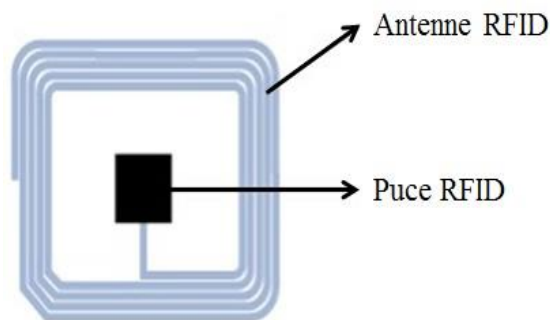


Figure II.2: Eléments du système RFID

D'un point de vue général, le lecteur envoie via une antenne des signaux radiofréquences. Le tag est, quand à lui, constitué d'une puce contenant les informations et d'une antenne pour permettre les échanges d'informations [II.2], comme le montre la

Figure II.3. Lorsque le tag ou étiquette se situe dans la zone de lecture du lecteur, son activation s'effectue, ce qui déclenche la communication et l'échange de données entre le tag et le lecteur. Ce dernier est relié à un système hôte d'application qui récupère l'information.



**Figure II.3: Architecture du tag**

### **I.2.1- Le lecteur**

Le lecteur RFID est un émetteur-récepteur radio. Son double rôle est d'une part, de générer des signaux à une fréquence bien déterminée pour transmettre des informations aux tags et d'autre part, de recevoir et d'identifier sélectivement les réponses des tags présents dans l'environnement. Pour cela, il est composé de deux parties essentielles, analogique et numérique, pour qu'il puisse accomplir les fonctions d'émetteur et de récepteur. Ces deux parties sont illustrées dans l'architecture de base du lecteur présentée dans la Figure II.4 [II.3].

La partie analogique du lecteur RFID regroupe :

- Un oscillateur local accordé à la fréquence du signal transmis
- Un modulateur / démodulateur pour la transmission et la réception des messages numériques. Dans le cas du lecteur, les modulations les plus couramment utilisées sont les modulations d'amplitude et de fréquence. C'est-à-dire que des variations d'amplitude ou de fréquence du signal permettent de traduire le message à transmettre.
- Un amplificateur adapté à l'antenne d'émission / de réception

La partie numérique présente :

- Un microcontrôleur pour la gestion des protocoles de communication
- Une interface de communication

- Une mémoire locale

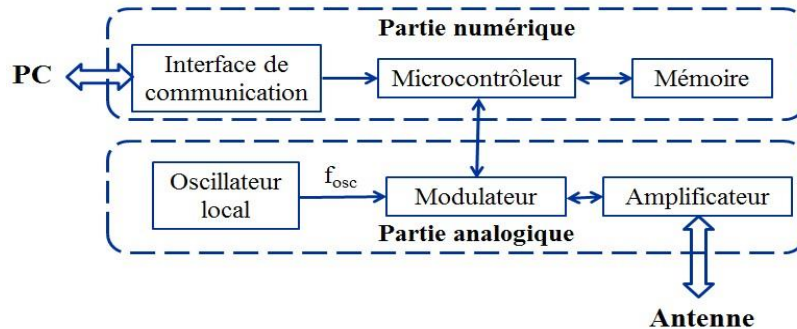


Figure II.4: Architecture de base du lecteur RFID

### I.2.2- Le tag / étiquette

Un tag RFID est également appelé une étiquette intelligente parce qu'elle contient toutes les informations relatives à un produit donné. Son architecture est illustrée sur la Figure II.5. Il est constitué d'un bloc de modulation / démodulation, d'une mémoire locale contenant les informations relatives au produit et d'un microcontrôleur qui représente la partie intelligente du tag [II.3].

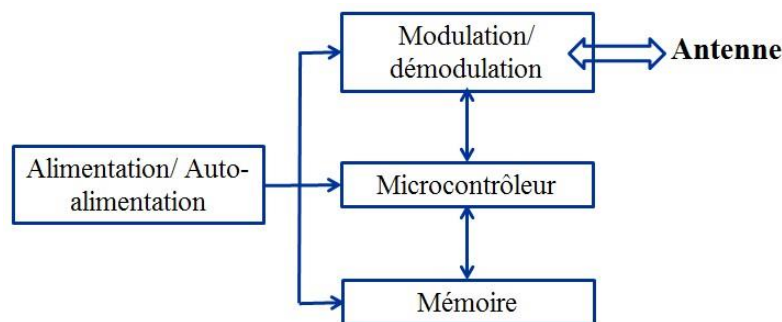


Figure II.5: Architecture de base d'un tag RFID

Le fonctionnement des tags repose sur la réflexion d'ondes pour communiquer avec les lecteurs. Pour cela, les tags utilisent une modulation différente que celles utilisées dans le cas du lecteur. Il s'agit de la modulation de charge (*Load Modulation*) qui consiste à faire varier la charge résistive du circuit au niveau du tag. En effet, en faisant varier la charge, le tag fait varier l'intensité du courant dans son circuit et donc l'intensité qui circule dans l'antenne. La consommation d'énergie qu'il représente dans le champ magnétique s'en trouve alors également modifiée et, par couplage magnétique, cela influe sur l'intensité du courant dans l'antenne du lecteur.

### I.2.3- Le logiciel d'application

Ce logiciel représente un système de traitement de données, qui a pour rôle de filtrer les données et les transformer en information. Il est constitué d'équipements informatiques et des logiciels de gestion, qui convertissent plusieurs entrées en données d'identification.

## I.3- Classement des systèmes RFID

Un système RFID peut être classé selon plusieurs critères définissant son appartenance :

- Classement selon la méthode de l'alimentation du tag
- Classement selon la bande de fréquence choisie et la distance de communication visée

### I.3.1- Classement selon la méthode de l'alimentation du tag

L'étiquette RFID active se distingue de l'étiquette passive par la présence d'une source d'énergie propre lui permettant de communiquer avec le lecteur à des distances plus importantes.

Nous parlons de **tags passifs** lorsque le tag est totalement alimenté par le champ électromagnétique envoyé par le lecteur. Ils convertissent ce champ en énergie électrique qui sera utilisée par la suite pour générer une réflexion du signal au lecteur. Il s'agit d'une télé-alimentation. Ce type d'étiquettes offre l'avantage d'avoir une durée de vie illimitée [II.4] et ne nécessite pas d'entretien.

Les **tags actifs**, sont totalement alimentés par une pile interne leur permettant d'émettre un signal de façon autonome ; ils génèrent la réponse vers le lecteur à partir de leur propre énergie en utilisant un étage d'émission RF. L'avantage des étiquettes actives réside dans le fait qu'elles permettent de réaliser des communications d'une centaine de mètres. Par contre, ces tags présentent une durée de vie limitée qui correspond à la durée de vie de la batterie elle-même. Les étiquettes actives présentent l'inconvénient d'être plus onéreuses que les précédentes, de nécessiter un certain entretien et d'être volumineuses.

Les tags **semi-passifs** n'utilisent pas leur batterie pour émettre des signaux. Ils agissent comme des tags passifs en mode communication. La batterie permet à l'étiquette d'être autonome pour le stockage des données.

### I.3.2- Classement selon la bande de fréquence choisie et la distance de communication visée

La liaison entre le lecteur et le tag peut se réaliser par couplage magnétique ou électrique. Dans le cas d'un couplage magnétique, nous évoquons la notion de champ proche, alors que dans le second cas, nous parlons de champ lointain.

#### a- Notion de champ proche

Pour ce type de système RFID, il s'agit d'un couplage électromagnétique entre le tag et le lecteur comme illustré sur la Figure II.6. Ce couplage est souvent assuré par l'utilisation de deux bobines : la première sera placée au niveau du lecteur et la deuxième au niveau du tag. C'est pour cela, nous évoquons la notion du champ proche car la distance de communication entre le lecteur et le tag est limitée à quelques dizaines de centimètres.

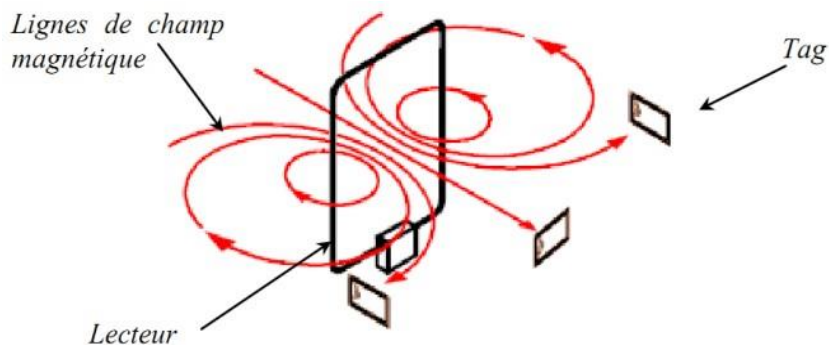


Figure II.6: Le champ magnétique au niveau du lecteur

Le mode de fonctionnement en couplage magnétique concerne les systèmes travaillant aux fréquences entre **125 kHz** et **134.2 kHz** en **basses fréquences** et **13.56 MHz** en **hautes fréquences**. Ce type de tag, formé généralement d'une antenne en boucles inductives et d'un circuit intégré, est généralement gravé sur un substrat flexible qui peut être inséré dans les dispositifs concernés.

Pour un couplage magnétique, l'énergie de l'induction dépend de la distance à partir de la bobine de l'antenne. Le champ magnétique décroît avec un taux de  $1/r^3$ , où  $r$  est la distance entre le lecteur et l'étiquette.

### b-Notion de champ lointain

Contrairement aux systèmes à champ proche, ceux à champ lointain ont la capacité de transmettre l'information sur des distances beaucoup plus grandes.

L'énergie transmise du lecteur au tag est répartie en deux : une première partie absorbée par le tag pour s'autoalimenter et une deuxième partie réfléchi. Le niveau du signal réfléchi par le tag sera modifié grâce à une commutation électronique réalisée par la puce de l'étiquette. Cette opération, connue sous le nom de "backscattering", permet la communication des données du tag vers le lecteur.

Dans ce cas, les systèmes RFID fonctionnent dans les bandes UHF (*Ultra High Frequency*) et SHF (*Super High Frequency*). La bande UHF contient les fréquences 433 MHz, 860 MHz et 960 MHz et la bande SHF concerne les fréquences 2.45 GHz et 5.8 GHz. La distance de lecture pour les systèmes RFID en champ lointain est affectée par la densité de l'énergie reçue par le tag et celle reçue par le lecteur à partir de l'étiquette. Cette distance peut varier de quelques mètres jusqu'à 100 m ou plus pour des tags actifs [II.2].

Pour résumer les performances des systèmes RFID selon leur champ de rayonnement, nous présentons le Tableau II.1.

Tableau II.1: Performances des systèmes RFID selon leurs champs de rayonnement

	Fréquence	Distance de lecture	Applications
Champ proche	125/134 KHz	Quelques cm jusqu'à 1.5 m	Applications logistiques et traçabilité des marchandises
	13.56 MHz		Traçabilité des marchandises + base de la technologie NFC ( <i>Near Field Communication</i> )
Champ lointain	433.92 MHz	1 m → 30 m	Systèmes RFID passifs en UHF
	860/ 960 MHz	>20 m	Systèmes RFID passifs en UHF
	2.45 GHz	1 m → 6 m	Systèmes de péage (actifs)

### I.4- La technologie RFID sans puce (*Chiplless*)

Dans un système RFID sans puce, le tag ne présente aucun circuit ou composant électronique. Aucun protocole de communication n'est donc envisageable à la différence des technologies RFID conventionnelles. Les approches utilisées sont temporelles ou fréquentielles. La diminution des coûts de réalisation des tags peut être

considérée comme étant la première clef ayant initiée le développement de cette technologie sans puce. En effet, le prix d'un tag RFID classique, comprend : le coût de la puce, le coût de l'antenne et de son support et le coût lié à la connexion précise de l'antenne avec la puce. Alors que le prix d'un tag sans puce est uniquement lié au dépôt métallique et à son support. Cependant, comme nous le décrivons dans la suite, ce critère n'est fondamental dans notre choix de considérer cette technologie chipless.

### I.4.1- Tags temporels

Les systèmes RFID sans puce basés sur une approche temporelle codent l'information dans le temps. La démarche consiste à acheminer l'onde incidente du lecteur vers une ligne à retard sur laquelle des discontinuités sont disposées afin de réfléchir une partie du signal à des instants bien précis.

#### a- Tag SAW

Comme le montre la Figure II.7, les tags SAW (*Surface Acoustic Wave*) sont composés d'une antenne directement connectée à un transducteur électro-acoustique. Pour cela, l'utilisation de substrats SAW permet la génération d'une onde acoustique de surface qui se propage ensuite à vitesse lente dans le substrat. Des réflecteurs positionnés tout au long de son chemin permettent de générer des réflexions en direction de l'antenne. Ces réflexions sont ensuite converties en ondes électromagnétiques et re-rayonnées vers le lecteur. La présence de plusieurs réflecteurs entraîne la réémission de trains d'impulsions formant le code d'identification.

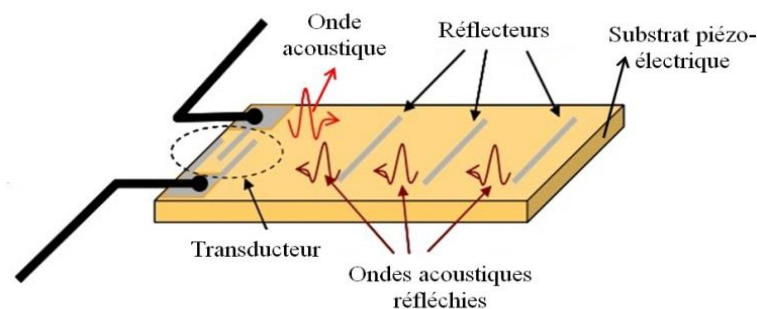


Figure II.7: Schéma illustratif d'un tag SAW

Nous représentons sur la Figure II.8, la réponse d'un tag SAW reçue par le lecteur.



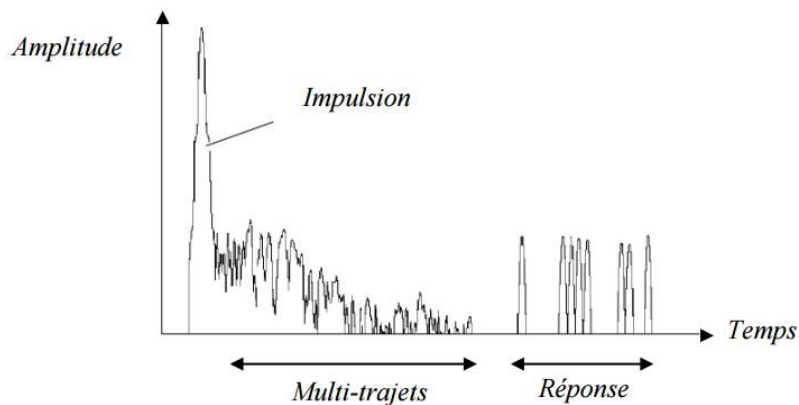


Figure II.8: Réponse d'un tag SAW

### b-Tag basé sur une ligne de transmission à retard

D'autres solutions sont également proposées dans le domaine temporel. Le principe de lecture reste identique puisque le lecteur envoie une onde ultra courte et le tag répond par des réflexions multiples. Par exemple, en 2006, Zhang *et al.* [II.5] proposent une ligne à retard sur laquelle des discontinuités sont induites par des éléments localisés ou distribués afin de créer des réflexions (Figure II.9 (a)). La ligne à retard, de type micro-ruban, présentée sur la Figure II.9 (b), forme des méandres de manière à réduire au maximum la surface totale du tag. Une antenne doit être connectée à cette ligne à retard pour réaliser le tag. Les discontinuités sont apportées par des éléments capacitifs localisés. En fonction de leur présence, une réflexion existe ou pas.

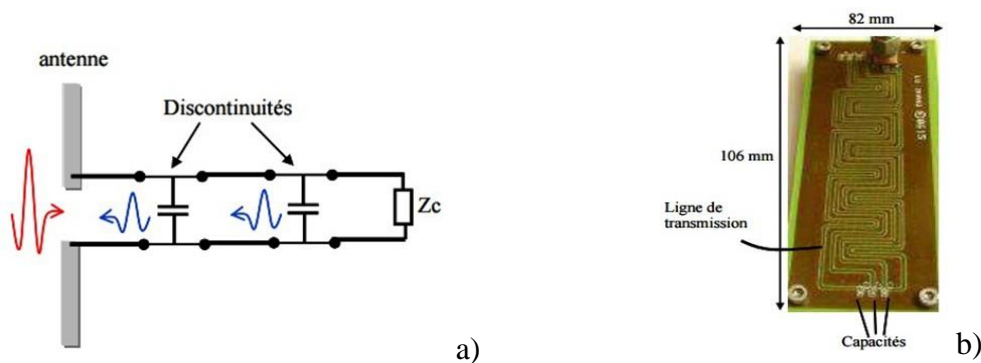


Figure II.9: a) Principe de fonctionnement de la ligne à retard b) Photo de la ligne à retard avec des capacités localisées

### I.4.2- Tags fréquentiels

La seconde approche de la technologie RFID *chipless* repose sur l'aspect fréquentiel du tag pour coder des informations. Ce type de tags est, à l'inverse des tags temporels et des tags de la technologie RFID conventionnelle, non commercialisé

actuellement. L'approche spectrale ou fréquentielle consiste à coder l'information en créant des pics de résonance à certaines fréquences. Ainsi la présence ou l'absence d'une résonance à une fréquence particulière constitue un élément de codage.

Nous nous intéressons dans cette section au tag formé par deux antennes et un circuit passif filtrant. Ce concept a été présenté par Preradovic et *al.* à partir de 2008 [II.6]. Le système proposé consiste à utiliser le principe de la rétrodiffusion du signal d'interrogation. En effet, comme nous pouvons le voir sur la Figure II.10, l'antenne Tx du lecteur envoie une onde électromagnétique qui va être reçue par l'antenne Rx du tag. Ce signal est ensuite transmis vers le circuit filtrant puis renvoyé vers le lecteur. En fonction de la configuration choisie, le filtre va permettre de générer une signature électromagnétique « unique ».

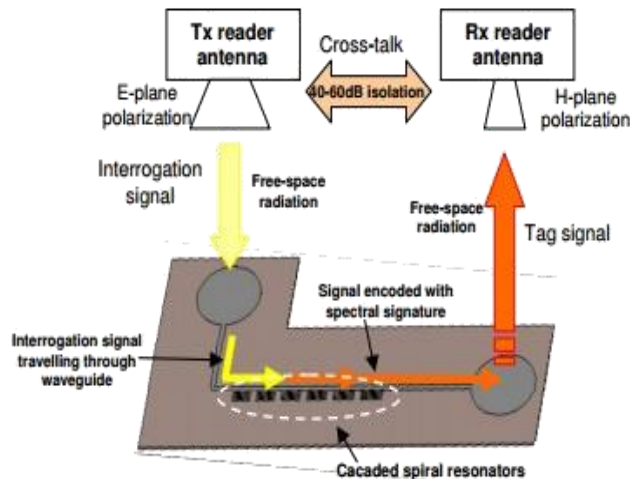


Figure II.10: Architecture de base proposée par Preradovic *et al.*

Le filtre multi-bandes est réalisé à partir d'éléments distribués en utilisant une ligne de transmission micro-ruban [II.6] ou coplanaire [II.7]. Pour réaliser un numéro d'identification (codage binaire), des résonateurs en forme de spirale sont placés au niveau de la ligne de transmission. Le numéro d'identification d'un tag particulier dépend de la présence / absence de la réjection à une fréquence bien particulière (0 ou 1). Pour varier la signature spectrale d'un tag à un autre, il suffit donc d'ajouter ou de retirer des résonateurs ; ceci est réalisé soit en plaçant des courts circuits métalliques sur les spirales (Figure II.11(a)) soit en effectuant une coupure au niveau de la spirale (Figure II.11(b)), afin de repousser la fréquence de résonance en dehors de la bande passante du système de détection. Le codage utilisé dans ce cas permet simplement d'associer un bit à chaque résonateur.

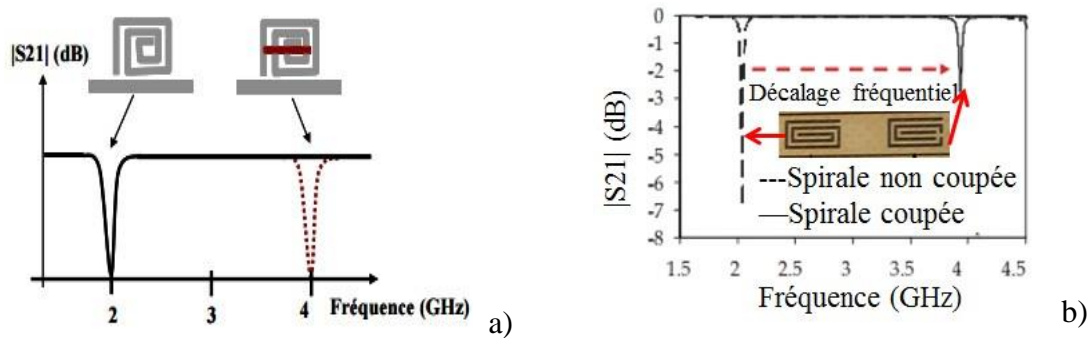


Figure II.11: Décalage fréquentiel dû a) au rajout d'un court-circuit métallique, b) à une coupure au niveau de la spirale

Les antennes du tag, utilisées par Preradovic *et al.* [II.6], sont des antennes monopôles conçues pour travailler à des fréquences allant de 2 GHz à 4.5 GHz. En effet une large bande fréquentielle est nécessaire pour la réalisation de ce type de codage. Ceci implique l'utilisation de cette technologie dans la bande UWB (Ultra Wide Band). Dans ce contexte, étant donné les faibles puissances disponibles, les tags ne peuvent fonctionner qu'à une faible distance de lecture. Notons, également l'importance de l'isolation Tx/Rx du lecteur dans l'architecture choisie. Ceci est assuré par l'utilisation des antennes en polarisation croisée (Figure II.10).

Récemment, un autre exemple d'étiquette RFID *chipless*, dédiée à la réalisation d'un numéro d'identification, a été élaboré par le groupe de S. Tedjni [II.8-9]. Ce type de tag vise à diminuer la taille du tag et à éliminer le plan de masse du système. L'avantage des structures métallique proposé est de jouer à la fois le rôle de l'antenne émettrice, du résonateur et de l'antenne réceptrice.

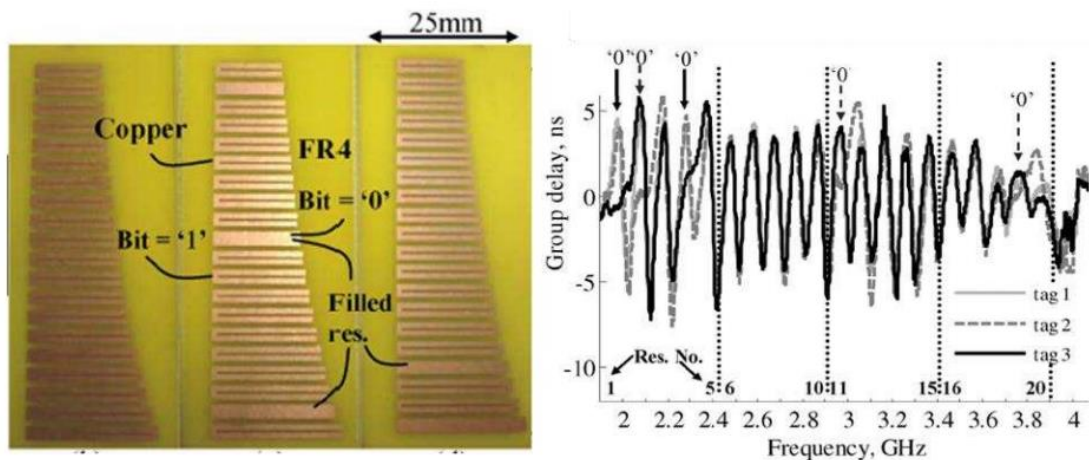


Figure II.12 : Résonateurs proposés par Vena et al. [II.8-9]

Les tags proposés sont constitués de résonateurs comme le montre la Figure II.12 (a). Pour réaliser le codage, le résonateur est modifié pour créer le Bit = '0'. La Figure II.12 (b) présente les codes obtenus pour les 3 tags présentés sur la Figure II.12 (a). Notons l'absence d'antennes dans cette architecture.

## II. Application de la technologie RFID pour le développement de capteurs

Suite au développement de la technologie RFID, depuis peu, des fonctionnalités supplémentaires sous la forme de capteurs sont apparues au niveau des tags conventionnels. Nous présentons dans cette section, quelques exemples de capteurs basés sur ce principe. Nous distinguerons les capteurs conçus selon une approche basée sur la variation d'amplitude et ceux fonctionnant selon une approche basée sur une variation fréquentielle.

### II.1- La RFID conventionnelle

#### II.1.1- Approche basée sur une variation d'amplitude

##### a- Détection du niveau d'eau

En 2011, un capteur capable de détecter le niveau d'eau à l'intérieur d'un récipient est présenté par Capdevila et *al.* [II.10]. Il consiste à intégrer plusieurs tags (à 868 MHz) dans un récipient d'eau, comme nous pouvons le voir dans la Figure II.13 (a).

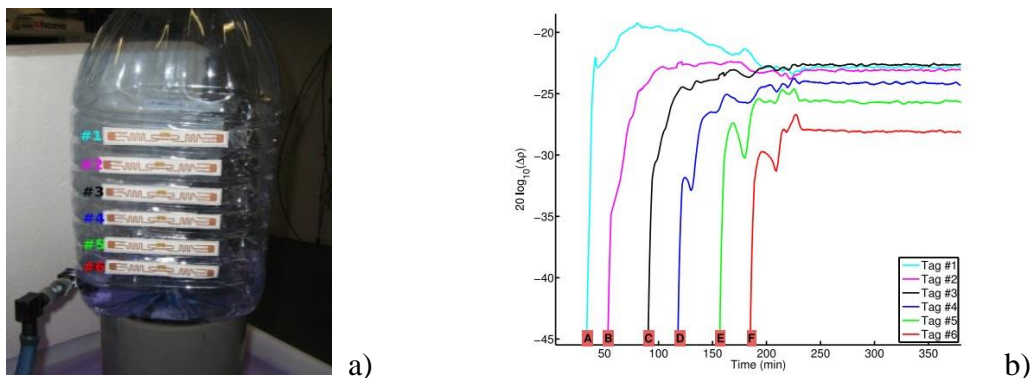


Figure II.13: a) Récipient d'eau contenant plusieurs tags, b) Réponse des six tags en fonction du temps de vidange du récipient

Deux situations se présentent :

- Lorsqu'un tag est entouré d'air, il fonctionne normalement.

- Lorsqu'il est entouré d'eau de permittivité élevée par rapport à l'air, son fonctionnement va être perturbé.

Le fonctionnement du capteur dépend de la puissance transférée au circuit intégré dans le tag. D'après le théorème de similitude [II.11], l'impédance  $Z_T$  de l'antenne placée dans l'air est reliée à celle de l'antenne placée dans un milieu possédant un indice relatif complexe  $m = m' - j m'' = \sqrt{\epsilon_r}$ , par l'équation suivante :

$$Z_T(f_0, \epsilon_r^B) = \frac{1}{m} Z_T(mf_0, \epsilon_r^A) \quad \text{Equation I.1}$$

Avec A est le milieu représentant l'air et B représente l'eau dans notre cas.  $m$  s'écrit sous la forme :

$$m = \frac{\sqrt{\epsilon_r^B}}{\sqrt{\epsilon_r^A}} \quad \text{Equation I.2}$$

avec la permittivité du milieu environnant variant de  $\epsilon_r^A$  à  $\epsilon_r^B$ .

À une fréquence donnée  $f_0$ , lorsque le milieu entourant le tag change de permittivité ( $\epsilon_r$  passe de  $\epsilon_r^A = 1$  à  $\epsilon_r^B = 80$  avec la présence d'eau), l'impédance de l'antenne utilisée va être modifiée. Ce changement d'impédance va changer la puissance transmise pour activer le circuit intégré. Lorsque cette puissance devient inférieure au seuil nécessaire pour l'activation du circuit, le tag ne fonctionnera plus. Les informations issues de chaque tag sont présentées dans le graphique de la Figure II.13 (b) où nous pouvons observer une transition brutale dans la réponse de chaque étiquette RFID lorsque l'eau atteint son niveau. Dans ce type de tag, il s'agit d'une variation d'amplitude en fonction du temps, enregistrée sous la forme de transitions brutales ON/OFF.

### **b-Détection de l'infiltration de l'eau dans du béton**

En se basant sur le même principe, Capdevila et *al.* [II.12] ont pu contrôler la teneur en eau du béton, en y intégrant des étiquettes RFID passives. La Figure II.14 représente le schéma du capteur proposé. Le port 1 constitue le lecteur et le port 2 représente l'antenne intégrée dans le béton. Comme nous l'avons expliqué précédemment, une puissance minimale est nécessaire pour activer la puce de l'étiquette. Un changement

des propriétés diélectriques du milieu où est intégrée le tag peut alors aboutir à son disfonctionnement complet.

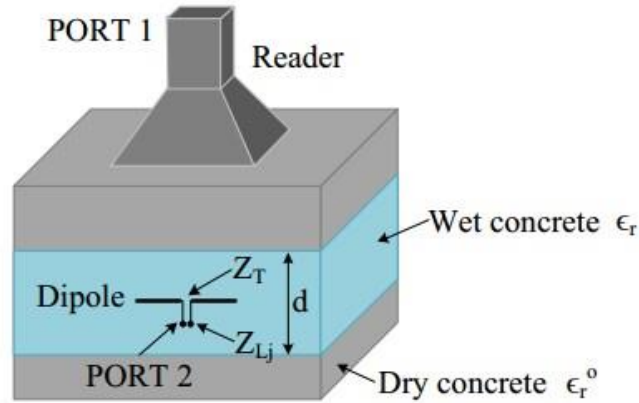


Figure II.14: Schéma illustratif du capteur proposé par Capdevila et al.

Le signal rétrodiffusé par l'étiquette est capté par un analyseur de spectre. La présence d'eau est mise en évidence dans la Figure II.15, où nous pouvons voir le signal RFID reçu par le lecteur lorsque le tag est activé (absence d'eau, Figure II.15 (a)) et lorsque la présence d'eau empêche l'activation du tag sans faire apparaitre aucune variation (Figure II.15 (b)).

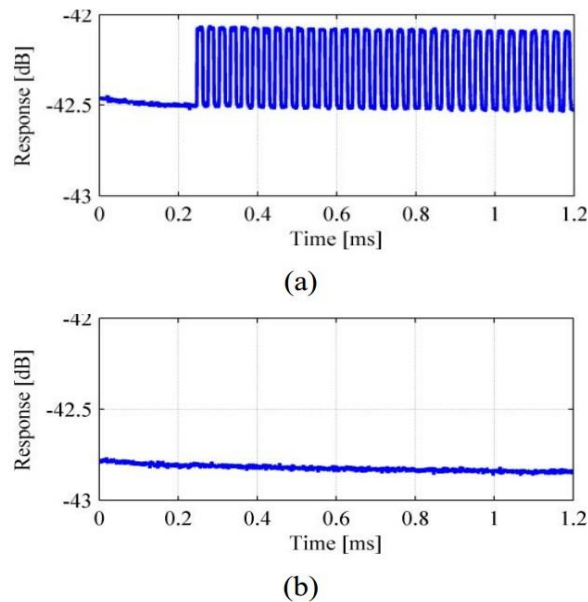


Figure II.15: Signal RFID reçu par le lecteur a) en absence d'eau, b) en présence d'eau

### c- Détection de la corrosion

Une étude a été menée en 2008 par Dante et *al.* [II.13] pour élaborer un moyen de détection de la corrosion. Pour cela, les auteurs ont choisi de recouvrir l'antenne constituant le tag par un élément métallique parasite représenté sur la Figure II.16. La réponse envoyée par le tag vers le lecteur dépend de l'état de cet élément métallique.

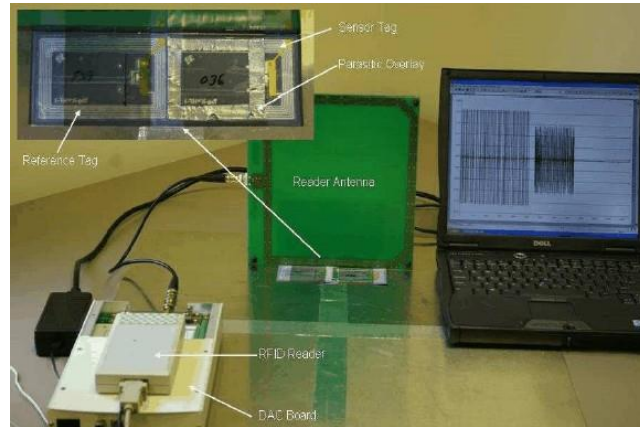


Figure II.16: Système de mesure du capteur de corrosion

L'élément parasite d'une épaisseur de quelques micromètres est représenté par un film métallique en cuivre ou en aluminium. Le graphique de la Figure II.17 présente la variation de la réponse du capteur en fonction du temps, lorsqu'il s'agit d'un film en aluminium ou en cuivre, exposés ou non à l'humidité. Au bout de 50 heures, nous pouvons observer une saturation de la réponse du capteur dans le cas des films en aluminium. Ceci veut dire que la dégradation des films s'est réalisée pendant les 50 premières heures avant d'atteindre une dégradation maximale qui permet au tag de répondre sans aucune perturbation. Nous remarquons également, que la dégradation du film en aluminium exposé à l'humidité s'est produite avant celle du second film, ce qui explique l'effet des ions chlorures sur l'accélération du processus de la corrosion de l'aluminium.

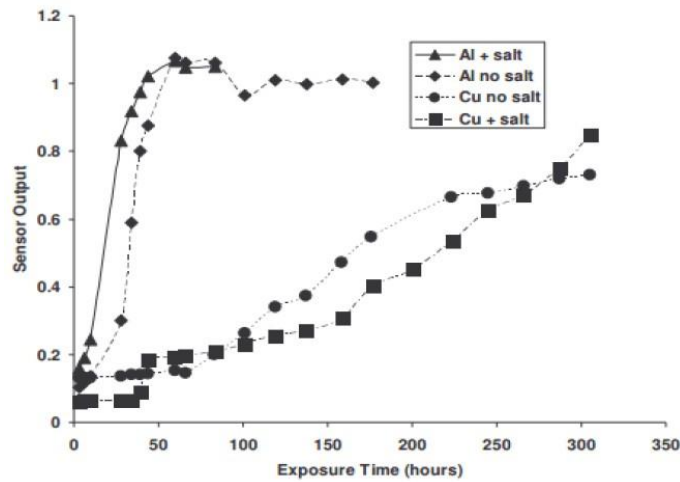


Figure II.17: Réponse du capteur en fonction du film métallique utilisé et des conditions environnementales

Par contre, la dégradation des films en cuivre était beaucoup plus lente que celui en aluminium. 350 heures de mesures étaient insuffisantes pour observer une saturation de la réponse du capteur même pour le film exposé à l'humidité.

Nous remarquons d'après cet exemple, qu'il s'agit d'une variation continue d'amplitude en fonction du temps, à l'opposition des deux premiers exemples où des transitions brutales ON/OFF sont enregistrées.

### II.1.2- Approche basée sur une variation fréquentielle

Une étiquette RFID de détection de la chaleur, dont l'architecture est présentée sur la Figure II.18, a été proposée par Babar *et al.* en 2012 [II.14]. L'élaboration du tag (à 870 MHz) consiste à utiliser un substrat composée d'une cire de paraffine (1 mm d'épaisseur) et de FR4 (0.35 µm de cuivre). L'ensemble est placé dans un sac en plastique. Les propriétés de la cire commencent à varier à partir de 36°C-40°C.

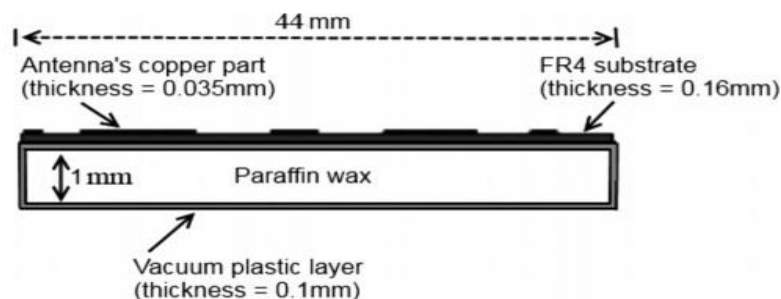


Figure II.18: Architecture du tag sensible à la chaleur



L'antenne utilisée est représentée sur la Figure II.19, où nous pouvons voir la puce déjà mise en place (Alien Higgs 2). L'utilisation de fines lignes micro-rubans permet d'obtenir une antenne à bande étroite.

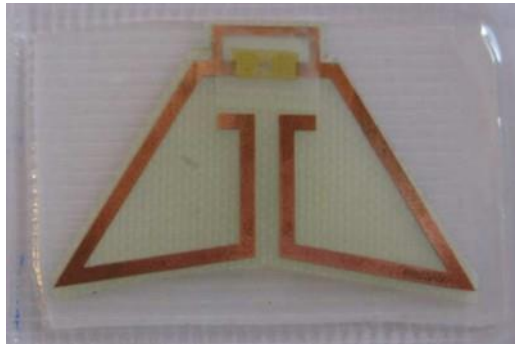


Figure II.19: Antenne du tag fabriqué

La variation de la valeur de la constante diélectrique de la couche de cire de paraffine, en raison du chauffage, entraîne un changement de la constante diélectrique de l'ensemble du substrat. Ceci affecte le fonctionnement de l'antenne du fait d'un changement de son impédance et d'un décalage de sa fréquence de résonance, représentés sur la Figure II.20. La collecte des données se fait grâce à une antenne à polarisation linéaire connectée à l'appareil de mesure.

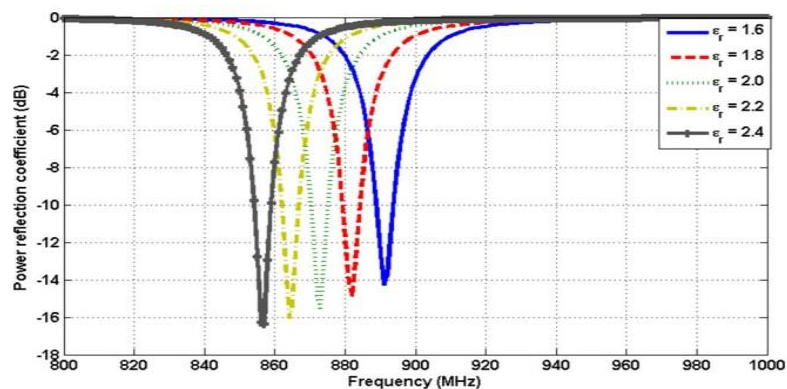


Figure II.20: Variation du coefficient de réflexion de l'antenne du tag en fonction de la valeur de la permittivité de la cire

Ces changements sont irréversibles, même si l'étiquette est ramenée à la même température. L'étiquette peut être considérée comme un détecteur de chaleur grâce à l'utilisation de la cire de paraffine.

### II.1.3 – Développement de nouvelles puces

Afin d'intégrer de nouvelles fonctionnalités au sein des dispositifs RFID, de nouvelles puces ont été développées. Dans ce cas, elles intègrent des convertisseurs analogiques numériques permettant la collecte des données issues du capteur. Un article de revue est proposé par M. Zureta et *al.* [II.15] sur le sujet. A titre d'exemple, nous présentons sur la figure X, le tag sensible à la température vendu par PHASE IV Engineering Inc. basé sur ce principe.



Figure II.21: tag proposé par PHASE IV Engineering Inc.

## II.2- Approche basée sur la technologie RFID sans puce

### II.2.1- Capteurs SAW

Le principe des tags SAW a été utilisé pour fabriquer des capteurs sans fil assurant une surveillance à distance et en temps réel. Ils sont ainsi utilisés pour la mesure de la température [II.16-17], la pression [II.18-19], le stress, la tension, le couple, l'accélération et l'humidité. En effet, la grandeur à mesurer (température, pression, tension, etc.) affecte la propagation de l'onde SAW dans le capteur. Si le capteur est chauffé, étiré ou comprimé, ou s'il est plié sous l'application d'une charge, la longueur du substrat et ses constantes d'élasticité sont modifiées. Ces modifications entraînent un retard de la vitesse de l'onde et de la phase qui implique des changements au niveau de la fréquence de résonance, de l'atténuation et du temps de réponse de l'appareil.

A titre d'exemple, les capteurs SAW sont bien adaptés pour mesurer la pression dans les pneus de voitures et pour surveiller le frottement pneu-route [II.20]. Leurs caractéristiques offrent des avantages par rapport aux technologies traditionnelles filaires, qui nécessitent une puissance de fonctionnement. Un capteur de pression SAW, intégré dans un pneu de voiture permet à l'opérateur de visualiser la pression de chaque pneu ce qui assure une meilleure sécurité.

## II.2.2- Capteurs et technologie RFID fréquentielle

### a- Capteur d'humidité

Un capteur d'humidité basé sur la technologie RFID fréquentielle *chipless* a été proposé par Karmakar et al. [II.21]. Comme nous l'avons détaillée précédemment, le tag/capteur se compose, comme le montre la Figure II.22, de deux antennes monopôles UWB placées en polarisation croisée reliées entre elles par un certain nombre de résonateurs SIR (*Stepped Impedance Resonator*).

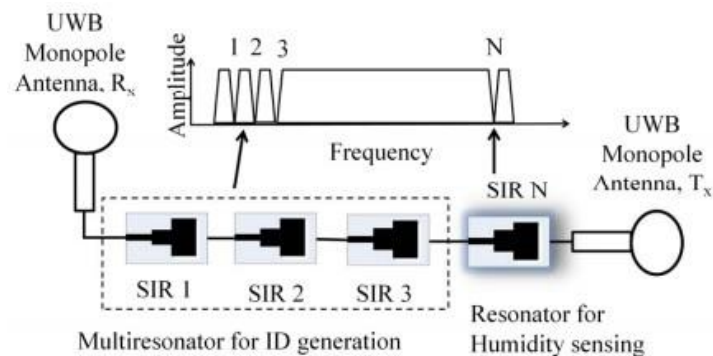


Figure II.22: Multi-SIR proposé associé au résonateur responsable de la détection d'humidité

Afin de réaliser un résonateur sensible à l'humidité, un résonateur est recouvert d'un film de Kapton (Figure II.23). La perméabilité diélectrique de ce matériau évolue avec l'humidité, ce qui assure la sensibilité du résonateur.



Figure II.23: La structure SIR recouverte de Kapton

Le résonateur a été caractérisé pour un taux d'humidité variant entre 55% et 90%. Le graphique de la Figure II.24 représente la variation du paramètre de transmission  $S_{21}$  au cours de la variation du taux d'humidité. Nous pouvons remarquer le décalage fréquentiel vers les basses fréquences lorsque le taux d'humidité augmente. Ceci assure la sensibilité du tag à l'humidité.

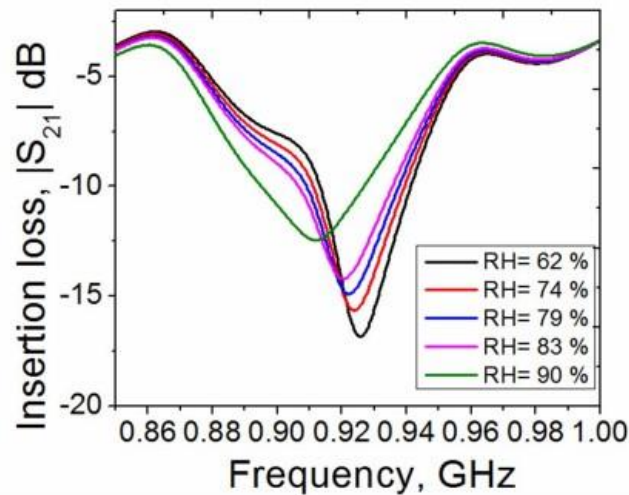


Figure II.24: Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction du taux d'humidité RH

Nous citons également l'exemple du capteur d'humidité proposé par Nair et *al.* [II.22], composé de résonateurs sous forme de lignes de transmission en cascade. Comme le montre la Figure II.25, la sensibilité à l'humidité est assurée par l'utilisation de nanofils à base de silicium déposés sur la surface du résonateur.

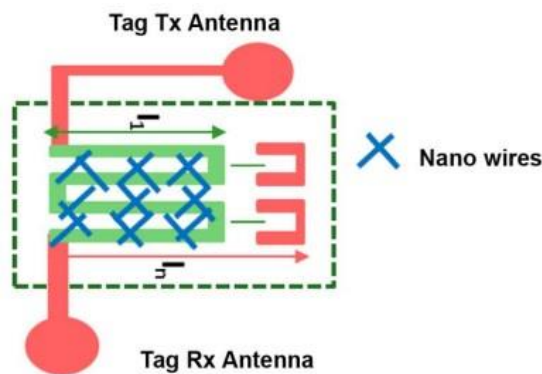


Figure II.25: Schéma illustratif du capteur proposé par Nair et *al.* [II.22]

La variation du taux d'humidité va aboutir au changement de la phase ainsi que du retard de groupe.

### b- Capteur de corrosion atmosphérique

Un capteur de corrosion atmosphérique, basé sur la technologie RFID, a été récemment proposé par Yasri et *al.* [II.23] pour réaliser un suivi en temps réel du processus de la corrosion des métaux. Ce capteur est fabriqué à partir d'un résonateur micro-ruban réalisé du même matériau que celui sous surveillance. La Figure II.26 présente le résonateur avant corrosion de la ligne en zinc. Son mode de fonctionnement est lié à la perte d'épaisseur du métal du résonateur.

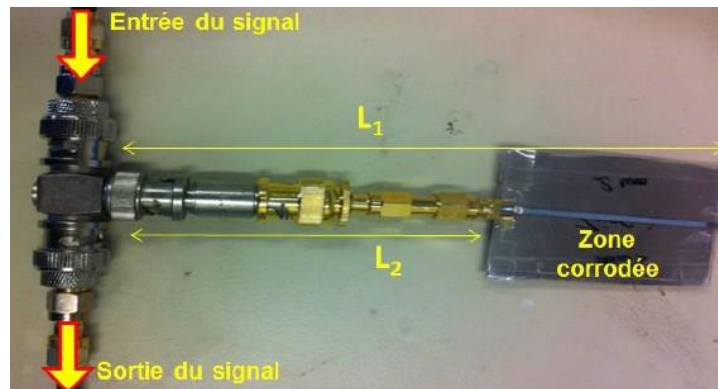


Figure II.26: Résonateur utilisé par Yasri et *al.* composé d'un coaxial en T et d'une ligne micro-ruban en zinc

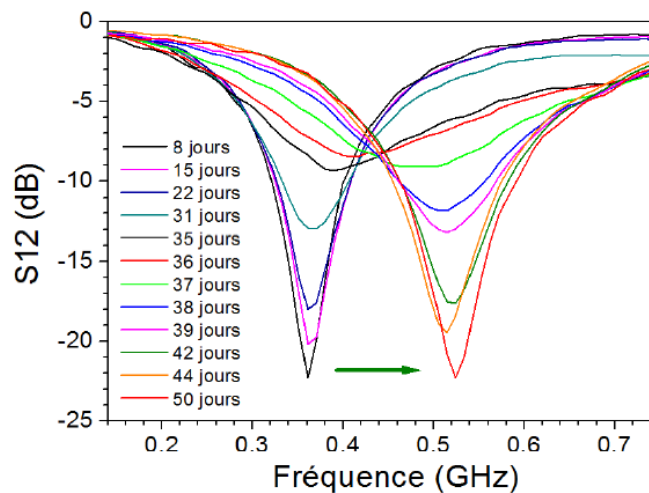


Figure II.27: variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence de résonance du stub en zinc

Avant corrosion, la longueur totale du stub était de  $L_1 = 13$  cm, conduisant à une fréquence de résonance de 0.36 GHz observée sur la Figure II.27. Après corrosion à l'humidité, pendant 50 jours, une fréquence de résonance finale de 0.55 GHz est obtenue. Ce décalage fréquentiel était précédé d'une variation de transmission dans les

premières étapes de mesure. Ceci montre alors une augmentation de la résistance du résonateur en zinc lorsque son épaisseur diminue. Suite au développement de cet élément sensible, Yasri et *al* [II.24] ont mis en place un prototype d'un capteur de corrosion atmosphérique suivant l'architecture présentée sur la Figure II.22. Ceci a été réalisé en utilisant un seul résonateur sensible sur la bande ISM à 0.868 GHz. Pour améliorer l'isolation Tx/Rx des antennes, deux méthodes ont été appliquées : la première méthode consiste à supprimer l'onde directe (onde passant directement de Tx à Rx) par déphasage et la seconde méthode repose sur un principe d'isolation temporelle. Cette dernière permet de retarder le signal contenant l'information par rapport à l'onde directe. Une distance de lecture de 2 m a alors été obtenue.

### III. Synthèse et Objectifs

Dans ce chapitre, nous avons tout d'abord présenté la technologie RFID (*Radio Frequency Identification*). La deuxième partie de ce chapitre a été consacrée au développement de capteurs à partir de cette technologie et nous a permis de distinguer deux approches différentes :

- Une approche basée sur une variation d'amplitude à une fréquence donnée.
- Une approche basée sur l'étude d'une variation d'une fréquence de résonance sur une plus large gamme de fréquence.

L'approche basée sur une variation d'amplitude (Figure II.14 , par exemple) présente des inconvénients associés à i) une possible variation du signal du fait d'une modification de l'environnement entourant le système, par exemple du fait de la présence de plans réflecteurs métalliques, et ii) un changement possible de l'amplitude du fait de la variation de la distance lecteur-tag, rendant la transmission de l'information peu robuste. La seconde approche (Figure II.20, par exemple) est basée sur l'évaluation d'une fréquence de résonance pour un résonateur ou pour une antenne. Cette méthode semble plus robuste en terme de transmission de l'information. De plus, les variations associées à une résonance offrent plus d'information avec la possibilité d'étudier également l'évolution de son facteur de qualité. Deux cas peuvent être alors considérés : l'utilisation de tags conventionnels ou de la technologie *chipless*.

Cette dernière nous semble plus avantageuse sur différents points. En effet, en considérant l'architecture présentée sur la Figure II.22, il est possible de dissocier

complètement le canal associé à la propagation (l'antenne) de la réponse du capteur (résonateur sensible). Ceci doit permettre une meilleure interprétation des données issues du capteur avec une analyse fine de l'interaction entre le résonateur et le milieu. Dans le cas de la technologie RFID conventionnelle, le signal retourné au lecteur correspond à un changement d'état du tag complet incluant l'antenne et le microcontrôleur. Il devient alors assez complexe d'interpréter les données. Le deuxième avantage offert par la technologie *chipless* est directement lié aux applications développées. En effet, la suppression du microcontrôleur doit rendre possible l'utilisation du capteur dans des conditions environnementales sévères (température,..) ou encore limiter les problèmes associés à son mauvais fonctionnement sur la durée de vie de l'infrastructure sous surveillance (plusieurs décennies). Cette technologie sera donc adoptée dans ce travail. Dans cette thèse, l'accent sera mis sur **la conception de résonateurs sensibles à différents paramètres comme la diffusion de l'eau dans les matériaux, le potentiel de corrosion ou encore la présence de NaCl.**

## Références Bibliographiques 2

- [II.1] K. Finkenzeller, “RFID Handbook: Fundamentals and Applications in Contactless Smart Cards and Identification”, 2nd edition, John Wiley & Sons, 2003.
- [II.2] D. Dobkin, “RF in RFID: Passive RFID UHF in Practice”, Newnes, 2008.
- [II.3] N. Nasri, A. Kachouri, M. Samet and L. Andrieux, “Radio Frequency Identification (RFID) working, design considerations and modelling of antenna”, 5th IEEE International Multi-Conference on Systems, Signals and Devices, 2008.
- [II.4] Department of Commerce Washington D.C, “Radio Frequency Identification Opportunities and Challenges in Implementation”, April 2005.
- [II.5] L. Zhang, S. Rodriguez, H. Tenhunen and L.R Zheng, “An innovative fully printable RFID technology based on high speed time-domain reflections”, High Density Microsystem Design and Packaging and Component Failure Analysis, pp.166-170, 2006.
- [II.6] S. Preradovic, I. Balbin, N. Karmakar and G. Swiegers, “A novel chipless RFID system based on planar multiresonators for barcode replacement”, IEEE International Conference on RFID, pp.289-296, 2008.
- [II.7] S. Preradovic, S. Roy and N. Karmakar, “Fully printable multi-bit chipless RFID transponder on flexible laminate”, Microwave Conference, Asia Pacific, pp.2371-2374, 2009.
- [II.8] A. Vena, E. Perret and S. Tedjini, “A Fully Printable Chipless RFID Tag With Detuning Correction Technique”, IEEE Microwave and Wireless Components Letters, Vol. 22, pp. 209-211, March 2012.
- [II.9] A. Vena, E. Perret and S. Tedjini, “A Compact Chipless RFID Using Polarization Diversity For Encoding And Sensing”, IEEE International Conference on RFID, pp.191-197, Orlando 2012.
- [II.10] S. Capdevila, L. Jofre, J. Romeu and J. Bolomey, “Passive RFID based sensing”, RFID Technologies and Applications (RFID-TA), IEEE International Conference, September 2011.
- [II.11] G. Sinclair, “Theory of Models of Electromagnetic Systems”, Proc. IRE, Vol. 36, pp. 1364-1370, 1948.



- [II.12] S. Capdevila, G. Roqueta, M. Guardiola, L. Jofre, J. Romeu and J.C. Bolomey, “Water infiltration detection in civil engineering structures using RFID”, 6th European Conference on Antennas and Propagation (EUCAP), pp. 2505 –2509, March 2012.
- [II.13] J.F. Dante, A. Steiner and F. Friedersdorf, “RF system for corrosivity monitoring”, Corrosion conference, paper 08204, New Orleans, 2008.
- [II.14] A. Babar, S. Manzari, L. Sydanheimo, A. Elsherbeni and L. Ukkonen, “Passive UHF RFID tag for heat sensing applications”, Antennas and Propagation IEEE Transactions, Vol. 60, n°9, pp. 4056 –4064, September 2012.
- [II.15] M. Zurita, R. C. S. Freire, S. Tedjini, and S. A. Moshkalev, “A Review of Implementing ADC in RFID Sensor”, Journal of Sensors, Article ID 8952947, pp.14, 2016.
- [II.16] L. Matthews, “Surface Wave Filters”, John Wiley and Sons, New York, 1977.
- [II.17] D.P. Morgan, “Surface-Wave Devices for Signal Processing”, Elsevier, London, 1985.
- [II.18] D.E. Cullen and T.M. Reeder, “Measurement of SAW velocity versus strain for YX and ST quartz”, Proceedings of the IEEE Ultrasonics Symposium, USA, pp. 519-522, 1975.
- [II.19] D.E. Cullen and G.K. Montress, “Progress in the development of SAW resonator pressure transducers”, Proceedings of the IEEE Ultrasonics Symposium, USA, pp. 696-701, 1980.
- [II.20] A. Pohl, G. Ostermayer, L. Reindl and F. Seifert, “Monitoring the tire pressure at cars using passive SAW sensors”, Proceedings of the IEEE Ultrasonics Symposium, Canada, pp. 471-474, 1997.
- [II.21] E. M. Amin and N. C. Karmakar, “Development of A Low Cost Printable Humidity Sensor for Chipless RFID Technology”, IEEE International Conference on RFID Technologies and Applications (RFID - TA), 2012.
- [II.22] R. S. Nair, E. Perret, S. tedjini and T. Baron, “A Group-Delay-Based Chipless RFID Humidity Tag Sensor Using Silicon Nanowires”, IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters, Vol. 12, pp. 729-732, June 2013.
- [II.23] 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).

[II.24] M. Yasri, F. Gallée, B. Lescop, E. Diler, D. Thierry, S. Rioual, “Passive Wireless Sensor for Atmospheric Corrosion Monitoring”, Proceedings of the 8th European conference on Antennas and Propagation – EUCAP, IEEE, pp. 2945-2949, Pays bas, 2014.





## **Chapitre 3 : Développement d'une fonction hyperfréquence sensible à la diffusion de l'eau dans les revêtements organiques**



L'objectif de ce chapitre concerne l'élaboration d'une fonction radiofréquence totalement passive d'un point de vue énergétique et permettant le suivi de la diffusion de l'eau dans les matériaux. Nous nous concentrerons en particulier sur la pénétration de l'eau dans les revêtements organiques. Pour cela, nous proposons une solution basée sur l'interaction entre l'onde se propageant dans la fonction RF et le milieu sous surveillance, en l'occurrence le revêtement organique. Comme nous le montrerons dans la première partie de ce chapitre, cette interaction onde / matière sera assurée par l'utilisation de la technologie micro-ruban. Nous raisonnerons tout d'abord sur une structure simple, la ligne micro-ruban, puis ensuite sur une structure de propagation ouverte, le résonateur stub. Dans ce cadre, des simulations électromagnétiques seront présentées afin de prévoir la sensibilité de la méthode. Dans une seconde partie, la méthode sera validée expérimentalement et un modèle équivalent sera proposé afin d'extraire les paramètres pertinents associés aux mesures. Finalement, nous détaillerons l'application de la méthode au suivi de la diffusion de l'eau dans des revêtements organiques.

## **I. Principe physique du capteur**

### **I.1- Présentation théorique de la technologie micro-ruban**

Comme nous pouvons le voir sur la Figure III.1, une ligne micro-ruban est constituée d'un ruban métallique de largeur  $w$  déposé sur la face supérieure d'un substrat diélectrique d'épaisseur  $d$  et de permittivité relative  $\epsilon_r$ , l'autre face étant entièrement métallisée (plan de masse).

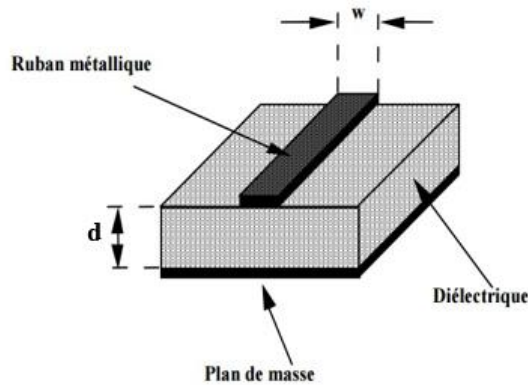


Figure III.1: Ligne micro-ruban

Dans le cas d'une ligne micro-ruban, les champs électriques et magnétiques sont surtout concentrés dans le diélectrique entre la ligne métallisée et le plan de masse. Cependant, comme nous le représentons sur la Figure III.2, une partie de ces lignes de champs est également située dans l'air. Du fait de la discontinuité air/substrat, la propagation ne peut se faire suivant le mode TEM, et il existe obligatoirement des composantes longitudinales des champs. Toutefois, ces composantes étant faibles, nous faisons l'approximation d'un mode quasi-TEM.

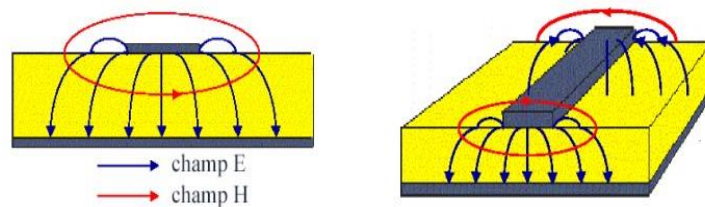


Figure III.2: Répartition des champs électrique et magnétique dans une ligne micro-ruban

Pour optimiser le transfert de la puissance électrique au niveau d'une ligne micro-ruban, nous adaptons l'impédance caractéristique  $Z_c$  de la ligne à  $50 \Omega$ , ce qui va éviter toute réflexion du signal. La valeur de l'impédance  $Z_c$  dépend de la largeur  $w$  de la ligne micro-ruban, de l'épaisseur  $d$  du substrat et de la permittivité relative effective  $\epsilon_{\text{reff}}$  [III.1].

$$\text{Si } \frac{w}{d} \geq 1, \text{ alors : } Z_c = \frac{\frac{120\pi}{\sqrt{\epsilon_{\text{reff}}}}}{\frac{w}{d} + 1.393 + 0.667 \ln(1.444 + \frac{w}{d})} \quad \text{Equation III.1}$$

$$\text{Si } \frac{w}{d} \leq 1, \text{ alors : } Z_c = \frac{60}{\sqrt{\epsilon_{\text{reff}}}} \ln\left(\frac{8d}{w} + \frac{w}{4d}\right) \quad \text{Equation III.2}$$



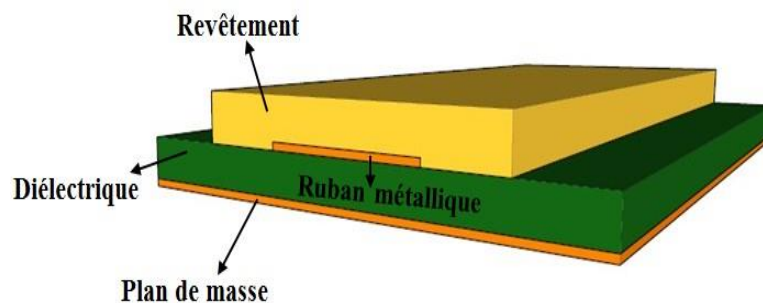
La permittivité relative effective  $\epsilon_{\text{reff}}$  peut être calculée, en fonction de la permittivité diélectrique du substrat  $\epsilon_r$ , à partir des relations suivantes établies par Hammerstad et *al.* [III.1] :

$$\text{Si } \frac{w}{d} \geq 1, \text{ alors : } \epsilon_{\text{reff}} = \frac{1}{2} (\epsilon_r + 1) + \frac{1}{2} (\epsilon_r - 1) \left(1 + 12 \frac{d}{w}\right)^{-1/2} \quad \text{Equation III.3}$$

$$\text{Si } \frac{w}{d} \leq 1, \text{ alors : } \epsilon_{\text{reff}} = \frac{1}{2} (\epsilon_r + 1) + \frac{1}{2} (\epsilon_r - 1) \left[\left(1 + 12 \frac{d}{w}\right)^{-1/2} + 0.04\left(1 - \frac{w}{d}\right)^2\right] \quad \text{Equation III.4}$$

## I.2- Conception de la fonction hyperfréquence sensible

L'existence de lignes de champs électriques et magnétiques dans l'air montre que l'utilisation de la technologie micro-ruban permet d'assurer une interaction entre l'onde se propageant dans la structure et le milieu extérieur. Nous allons exploiter cette propriété pour la conception de fonctions hyperfréquences sensibles à la diffusion de l'eau dans des revêtements organiques. Pour cela, le revêtement à surveiller sera placé en-dessus de la ligne micro-ruban, comme le montre la Figure III.3.



**Figure III.3 : Schéma illustratif montrant la position du revêtement par rapport au ruban métallique**

Etant donné que la permittivité diélectrique d'un revêtement organique est d'environ 3.5 et celle de l'eau équivaut à 81, la diffusion de l'eau dans le polymère doit aboutir à une augmentation de la valeur de la permittivité du revêtement et donc également de celle de la permittivité effective  $\epsilon_{\text{reff}}$  de la ligne. Notons que les formules données par Hammerstad [III.1] concernent une ligne micro-ruban localisée dans l'air. Afin de déterminer  $\epsilon_{\text{reff}}$  dans le cas de la ligne présentée sur la Figure III.3, il est nécessaire de considérer le travail de Svacina [III.2], qui détaille le modèle d'une ligne

micro-ruban à trois couches présentée sur le schéma de la Figure III.4 (a) dans un plan (xoy).  $\epsilon_{r1}$  et  $\epsilon_{r2}$  sont les permittivités relatives des couches considérées.

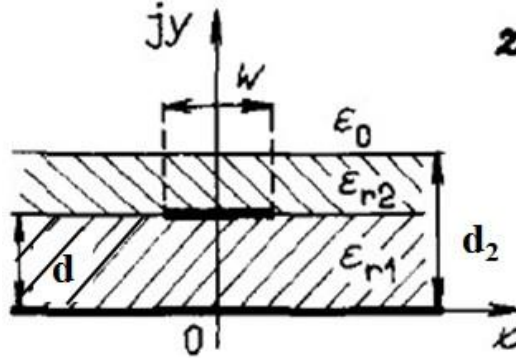


Figure III.4: Ligne micro-ruban à trois couches

D'après Svacina, la permittivité effective de la ligne micro-ruban à trois couches est donnée par :

$$\epsilon_{\text{reff}} = \epsilon_{r1} q_1 + \epsilon_{r2} \frac{(1-q_1)^2}{\epsilon_{r2}(1-q_1-q_2)+q_2} \quad \text{Equation III.5}$$

Où:  $q_1$  et  $q_2$  sont des facteurs de remplissage donnés par [III.3]:

$$q_1 = 1 - \frac{1}{2} \frac{\ln\left(\frac{\pi w_{\text{ef}}}{d} - 1\right)}{\frac{w_{\text{ef}}}{d}} \quad \text{Equation III.6}$$

$$q_2 = 1 - q_1 - \frac{1}{2} \frac{d - v_\epsilon}{w_{\text{ef}}} \ln\left[\pi \frac{w_{\text{ef}}}{d} \frac{\cos\left(\frac{v_\epsilon \pi}{2d}\right)}{\pi \left(\frac{d_2 - d}{d} + \frac{v_\epsilon \pi}{2d}\right)} + \sin\left(\frac{v_\epsilon \pi}{2d}\right)\right] \quad \text{Equation III.7}$$

Où  $w_{\text{ef}}$  est la largeur effective de la ligne qui s'écrit sous la forme :

$$w_{\text{ef}} = w + \frac{2h}{\pi} \ln\left[17.08 \left(\frac{w}{2h} + 0.92\right)\right] \quad \text{Equation III.8}$$

et:

$$v_\epsilon = 2 \frac{d}{\pi} \text{arctg}\left[\frac{\pi}{\pi w_{\text{ef}} - 2} \left(\frac{d_2}{d}\right)\right] \quad \text{Equation III.9}$$

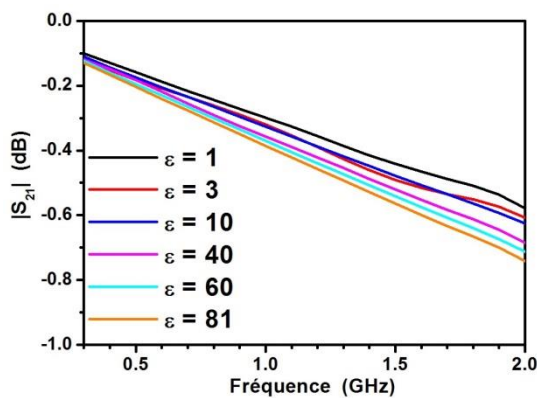
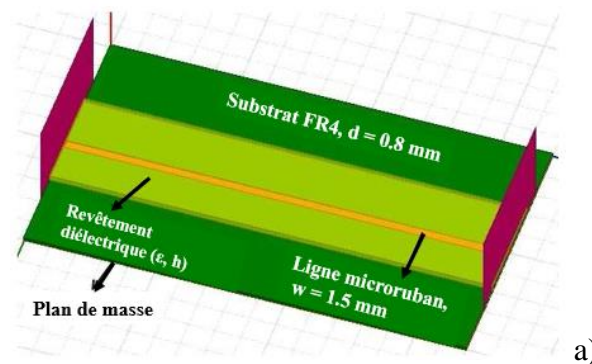
### I.3- Simulations électromagnétiques HFSS

L'absorption d'eau par un revêtement conduit à une augmentation de sa permittivité relative d'une valeur allant d'environ  $\epsilon = 3$  jusqu'à  $\epsilon = 81$  (dans ce dernier cas, la ligne est totalement recouverte d'eau). De ce fait, les effets de l'infiltration de l'eau dans le

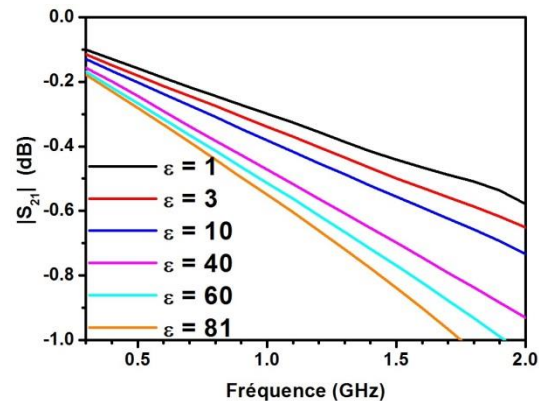
revêtement sur la propagation des ondes ont tout d'abord été étudiés en considérant des revêtements de permittivités diélectriques variables localisés sur la structure RF. Afin d'optimiser le choix de l'élément RF sensible, des simulations électromagnétiques ont été réalisées grâce au logiciel HFSS (*High Frequency Structural Simulator*). Les simulations de la propagation de l'onde électromagnétique dans une ligne micro-ruban ont été réalisées en choisissant un substrat en FR4 de permittivité relative 4.4 et d'épaisseur  $d = 0.8$  mm. Afin d'assurer une adaptation de la ligne à  $50 \Omega$  sans la présence du revêtement, la largeur de la ligne micro-ruban est fixée à  $w = 1.5$  mm. Sa longueur est de 6 cm.

### 1.3.1- Ligne micro-ruban

La première série de simulations a été réalisée en utilisant une ligne micro-ruban sur laquelle une couche de revêtement d'épaisseur  $h$  et de permittivité diélectrique  $\epsilon$ , est appliquée, comme nous le représentons dans la Figure III.5 (a).



b)



c)

**Figure III.5: a) Ligne micro-ruban recouverte d'un revêtement d'épaisseur  $h$  et de permittivité  $\epsilon$  réalisée sur HFSS, Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la permittivité  $\epsilon$  du revêtement pour b)  $h = 0.1$  mm et c)  $h = 1$  mm**

Nous présentons sur la Figure III.5 la variation du module du paramètre  $S_{12}$  de transmission lors de la variation de  $\epsilon$ , pour deux épaisseurs  $h$  du revêtement. Nous pouvons remarquer une faible variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  avec le changement de la permittivité du revêtement. En effet, pour une fréquence de 1.5 GHz et une épaisseur du revêtement de  $h = 0.1$  mm, la transmission passe de -0.492 dB pour  $\epsilon = 3$  à -0.564 dB pour  $\epsilon = 81$ . Pour une épaisseur  $h = 1$  mm, nous observons une augmentation des pertes, notamment à hautes fréquences. Ces résultats sont en accord avec les travaux de Bahl *et al.* [III.4] qui ont montré l'apparition de faibles pertes de transmission RF de 0,01 à 0,1 dB/cm pour les lignes micro-rubans couvertes par des polymères de permittivité élevée. Notons que des variations existent également sur la phase du paramètre  $S_{12}$ . Cependant la détection de phase étant plus délicate que celle de l'amplitude, nous nous focalisons ici uniquement sur l'évolution du module du paramètre  $S_{12}$ .

Les faibles variations observées témoignent de la faible sensibilité que présente une ligne micro-ruban à la présence d'eau. Pour résoudre ce problème, nous avons recours à la réalisation structure d'un résonateur stub  $\frac{\lambda}{4}$ .

### **I.3.2- Résonateur stub**

Afin de choisir une fréquence de résonance autour du GHz, un résonateur stub  $\frac{\lambda}{4}$  de longueur  $L = 3.4$  cm est utilisé pour réaliser les simulations. Notons que la largeur des rubans est fixée à  $w = 1.5$  mm, que cela soit pour la ligne de transmission ou pour le stub. Une discussion sur cette largeur sera menée dans le chapitre suivant. Comme le montre la Figure III.6 (a), un revêtement d'épaisseur  $h$  et de permittivité relative  $\epsilon$  allant de 3 jusqu'à 81 est placé sur le stub.

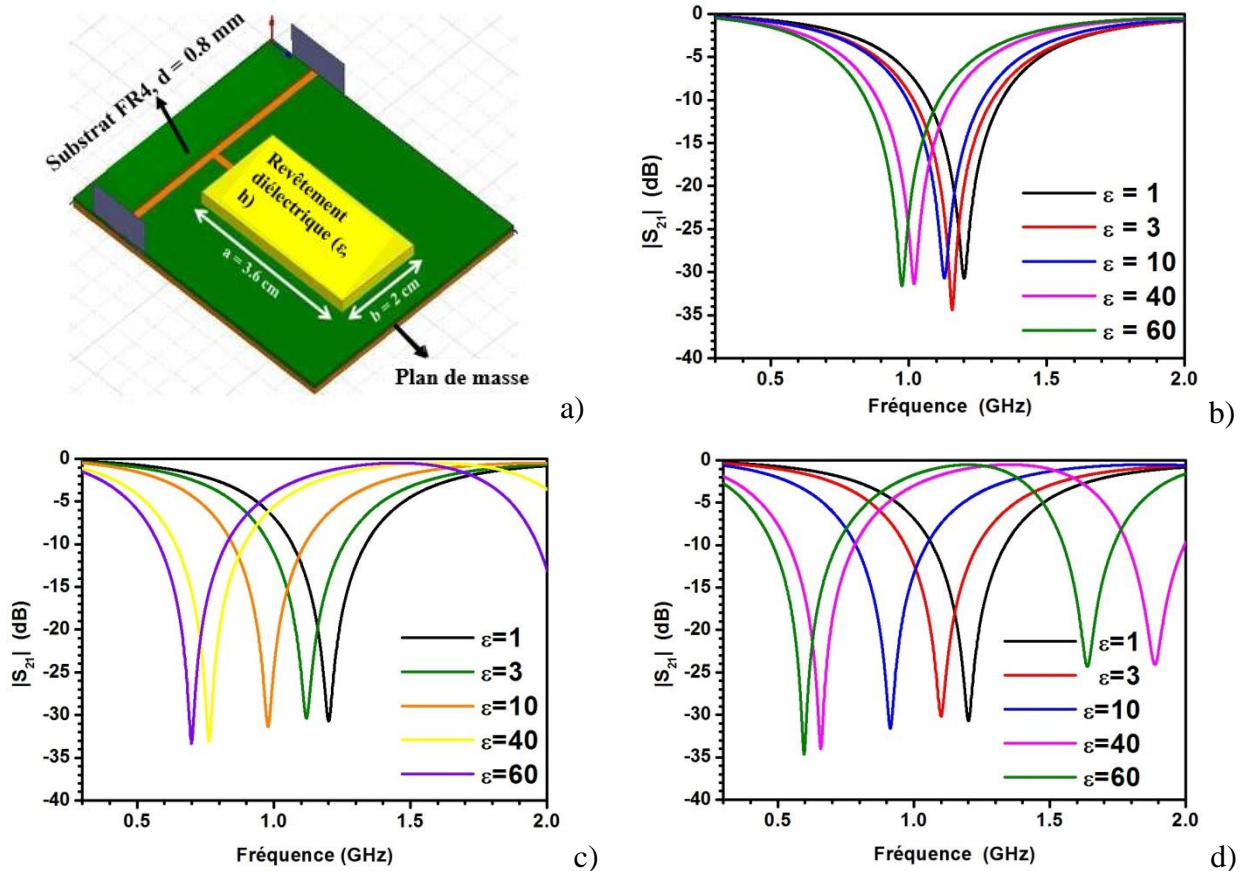


Figure III.6: a) Schéma illustratif du résonateur stub revêtu d'un revêtement d'épaisseur  $h$  et de permittivité  $\epsilon$  réalisé sur HFSS, Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la permittivité  $\epsilon$  du revêtement pour b)  $h = 0.1$  mm, c)  $h = 1$  mm et d)  $h = 5$  mm

Les simulations ont été réalisées pour différentes épaisseurs du revêtement :  $h = 0.1$  mm (Figure III.6 (b)), 1 mm (Figure III.6 (c)) et 5 mm (Figure III.6 (d)). D'après les graphiques ci-dessus, nous observons un décalage fréquentiel vers les basses fréquences avec l'augmentation de la valeur de la permittivité du revêtement. En effet, la fréquence de résonance du résonateur se décale de 1.56 GHz jusqu'à 0.976 GHz lorsque la permittivité passe de  $\epsilon = 3$  à  $\epsilon = 60$ , pour une épaisseur de revêtement de  $h = 0.1$  mm (Figure III.6 (b)) ; et de 1.119 GHz jusqu'à 0.698 GHz pour  $h = 1$  mm (Figure III.6 (c)) ; et de 1.099 GHz jusqu'à 0.595 GHz pour  $h = 5$  mm (Figure III.6 (d)). La Figure III.7 présente les variations fréquentielles en fonction de la permittivité du revêtement pour les différentes épaisseurs. Ce résultat confirme la sensibilité du résonateur stub à la variation de la permittivité diélectrique du revêtement et donc à la présence d'eau. Notons que cette variation dépend de l'épaisseur du revêtement  $h$ .

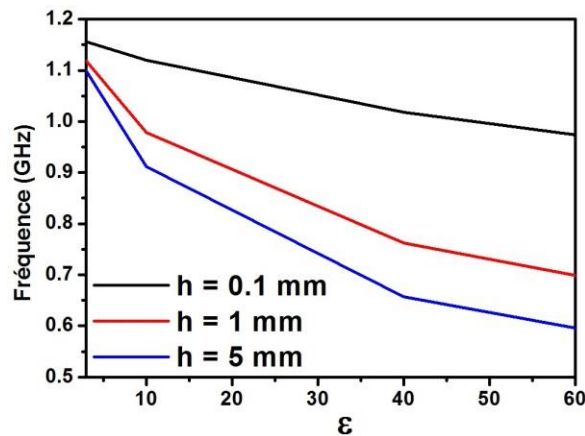


Figure III.7: Variation de la fréquence de résonance du stub en fonction de la permittivité du revêtement pour  $h = 0.1$  mm, 1 mm et 5 mm

## II. Validation expérimentale et modélisation des résultats

### II.1- Réalisation du résonateur sensible

Afin de valider expérimentalement la méthode, nous considérons le cas où l'infiltration d'eau dans les revêtements est relativement faible, de quelques pourcents. Pour cela nous allons considérer des polymères possédant des permittivités  $\epsilon$  variant entre 3 et 5.

Expérimentalement, un résonateur stub de longueur  $L = 3.4$  cm a été réalisé par photolithographie. Comme nous pouvons le voir sur la Figure III.8 (a), il a ensuite été recouvert par des matériaux présentant des permittivités diélectriques dans la gamme souhaitée, entre 3 et 5. Nous avons sélectionné ces matériaux diélectriques puis nous les avons caractérisés en ligne triplaque [III.5], comme détaillée dans l'annexe 1. Ceci a été réalisé en collaboration avec P. Talbot (LABSTICC/UBO). Les résultats obtenus grâce à cette méthode sont présentés comme suit :

- Polycarbonate :  $\epsilon = 2.9$
- Polyéthylène téréphtalate :  $\epsilon = 3.3$
- FR4<sub>0.4mm</sub> :  $\epsilon = 4.2$
- FR4<sub>0.8mm</sub> :  $\epsilon = 4.4$

Des mesures des paramètres de transmission  $S_{21}$  ont ensuite été réalisées sur le résonateur revêtu (Figure III.8(a)) grâce à un analyseur de réseau (HP 8720B) en utilisant une calibration SOLT (*Short-Open-Load-Thru*). La Figure III.8 (b) présente une première série de mesures avec des polymères d'épaisseurs proches de  $h = 0.5$  mm. La courbe noire qui correspond à  $\epsilon = 1$  représente la réponse du résonateur, placé dans l'air, sans aucun matériau dessus.

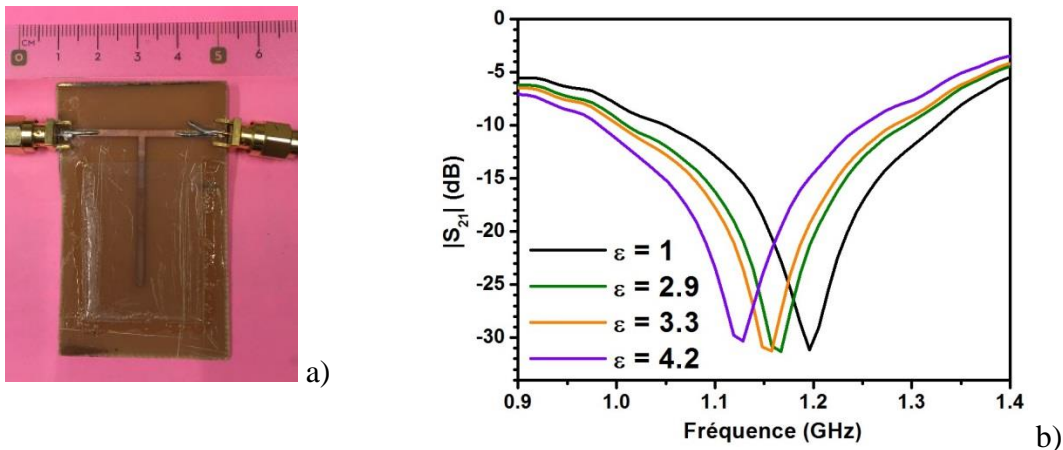


Figure III.8: a) Photo du résonateur recouvert d'un matériau, b) Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence de résonance, lorsque le résonateur est recouvert de différents matériaux

D'après ce graphique, nous pouvons remarquer un décalage fréquentiel vers les basses fréquences lorsque la permittivité du matériau plaqué sur le résonateur augmente. En effet, nous enregistrons un décalage allant de 1.164 GHz jusqu'à 1.124 GHz lorsque la permittivité passe de 2.9 à 4.2. Ces résultats nous permettent de confirmer les résultats obtenus théoriquement et de mettre en évidence la sensibilité du résonateur à une faible variation de la permittivité diélectrique du revêtement.

La deuxième série de mesures avait pour but de varier l'épaisseur des matériaux utilisés ; pour cela, nous avons choisi des valeurs entre 0.5 mm et 3.5 mm. Nous représentons la variation de la fréquence de résonance du résonateur en fonction de l'épaisseur de chaque matériau sur la Figure III.9. Comme nous pouvons l'observer, il existe un décalage fréquentiel vers les basses fréquences lorsque la permittivité du matériau augmente. Comme cela est également prédit par les simulations, la sensibilité de la méthode est dépendante de l'épaisseur du revêtement. Cependant, nous pouvons remarquer qu'à partir d'une épaisseur de  $h = 0.6$  mm, une variation similaire de la fréquence est observée pour tous les matériaux considérés. Nous choisissons alors deux

épaisseurs  $h_1$  et  $h_2$  supérieures à 0.6 mm pour représenter la variation de la fréquence en fonction de la permittivité  $\epsilon$  des matériaux. Les résultats sont présentés, pour  $h_1 = 0.6$  mm et  $h_2 = 2.5$  mm, sur la Figure III.10. Nous pouvons remarquer qu'il existe une dépendance linéaire de pente  $-0.02861$  GHz/ $\epsilon$  entre la fréquence de résonance et la permittivité diélectrique des matériaux, quel que soit l'épaisseur de l'échantillon. Grâce à cette dépendance linéaire, nous serons capables par la suite de déduire la valeur de la permittivité diélectrique du revêtement suite à une variation de fréquence due à la diffusion de l'eau.

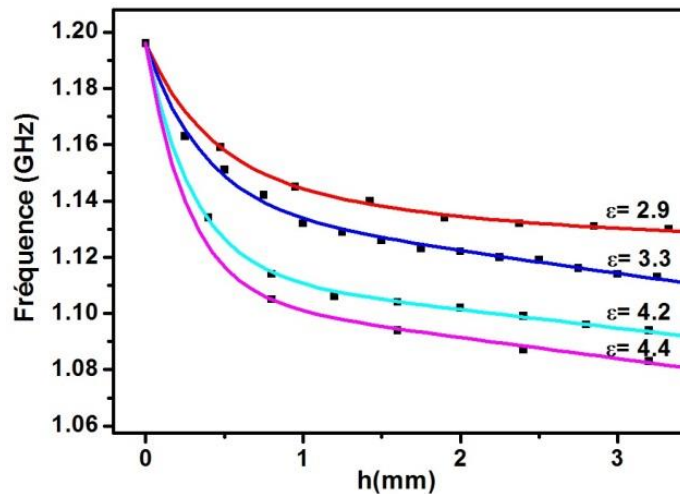


Figure III.9: Variation de la fréquence de résonance du résonateur en fonction de l'épaisseur de chaque matériau

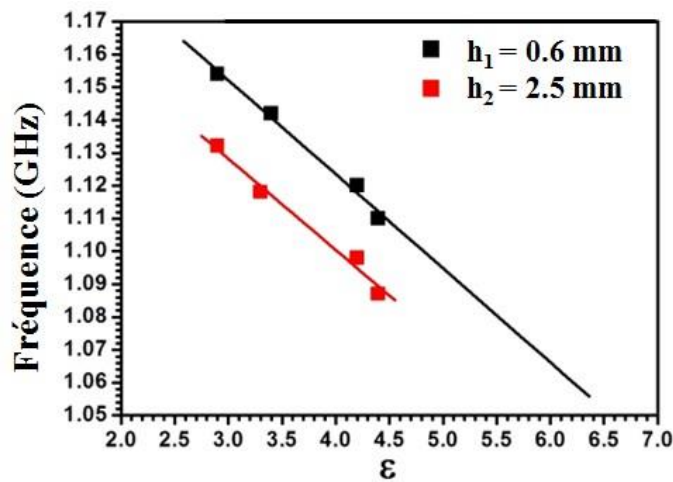


Figure III.10: Variation de la fréquence de résonance en fonction de la permittivité  $\epsilon$  pour  $h_1 = 0.6$  mm et  $h_2 = 2.5$  mm



## II.2- Modèle équivalent

Pour extraire les paramètres physiques des mesures effectuées, nous avons considéré le circuit équivalent du résonateur stub proposé par Pozar [III.6] en 2004. Selon Pozar, l'impédance d'entrée  $Z_{IN}$  d'un résonateur stub  $\frac{\lambda}{4}$  est donnée par la formule suivante :

$$Z_{IN} = \frac{Z_0}{\tanh(\gamma l)} \quad \text{Equation III.10}$$

où:  $Z_0$  est l'impédance caractéristique de la ligne micro-ruban,  $l$  représente la longueur du stub et  $\gamma$  la constante de propagation donnée par :

$$\gamma = \alpha + j\beta \quad \text{Equation III.11}$$

$\alpha$  et  $\beta$  étant, respectivement, les constantes d'atténuation et de phase.

En remplaçant  $\gamma$  par son expression dans l'équation III.9, nous obtenons :

$$Z_{IN} = Z_0 \frac{\tanh(\alpha l) - j \cot(\beta l)}{1 - j \tanh(\alpha l) \cot(\beta l)} \quad \text{Equation III.12}$$

À la fréquence de résonance :

$$\beta = \frac{\omega_0}{v_p} \quad \text{Equation III.13} \quad \text{et} \quad l = \frac{\lambda}{4} = \frac{2\pi}{\omega_0} \frac{v_p}{4} \quad \text{Equation III.14}$$

où:  $\omega_0$  est la pulsation à la fréquence de résonance qui s'écrit sous la forme :

$$\omega_0 = \frac{\pi c}{2 l \sqrt{\epsilon_{eff}}} \quad \text{Equation III.15}$$

( $c$ : la célérité de la lumière dans le vide et  $\epsilon_{eff}$  la permittivité relative de la ligne) et  $v_p$  la vitesse de phase.

D'après les équations III.13 et III.14, nous pouvons déduire l'expression de  $\beta l$  qui sera sous la forme :

$$\beta l = \frac{\pi}{2} + \frac{\pi \Delta \omega}{2 \omega_0} \quad \text{Equation III.16}$$

tel que  $\omega = \omega_0 + \Delta \omega$  et  $\frac{\Delta \omega}{\omega_0} \ll 1$ .

En remplaçant l'expression de  $\beta l$  dans l'équation III.12, nous avons :

$$Z_{IN} = Z_0 \left[ \alpha l + j \frac{\pi}{2} \frac{\Delta \omega}{\omega_0} \right]; \frac{\Delta \omega}{\omega_0} \ll 1 \quad \text{Equation III.17}$$

L'équation III.16 nous rappelle l'expression d'un circuit RLC série :

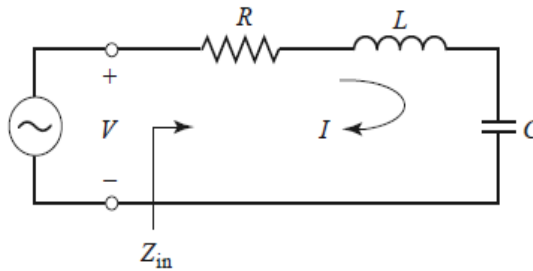
$$Z_{IN} = R + 2jL\Delta\omega \quad \text{Equation III.18}$$

Nous pouvons alors conclure, qu'un résonateur stub  $\frac{\lambda}{4}$  peut-être modélisé par un circuit RLC série (Figure III.11) dont les paramètres s'écrivent, en comparant les équations III.17 et III.18, de la manière suivante :

- $R = Z_0\alpha l$  Equation III.19

- $L = \frac{\pi}{4} \frac{Z_0}{\omega_0}$  Equation III.20

- $\omega_0 = \frac{1}{\sqrt{LC}}$  Equation III.21



**Figure III.11: Circuit RLC équivalent au résonateur stub utilisé**

Nous représentons sur la Figure III.12, la modélisation des mesures expérimentales par le modèle équivalent RLC, pour une épaisseur de  $h = 0.5$  mm des différents matériaux. Comme nous pouvons l'observer, le modèle équivalent décrit de façon parfaite les mesures expérimentales. Ceci permet d'extraire les valeurs les paramètres R, L et C pour les différentes courbes présentées. Les résultats sont présentés dans le Tableau III.1.

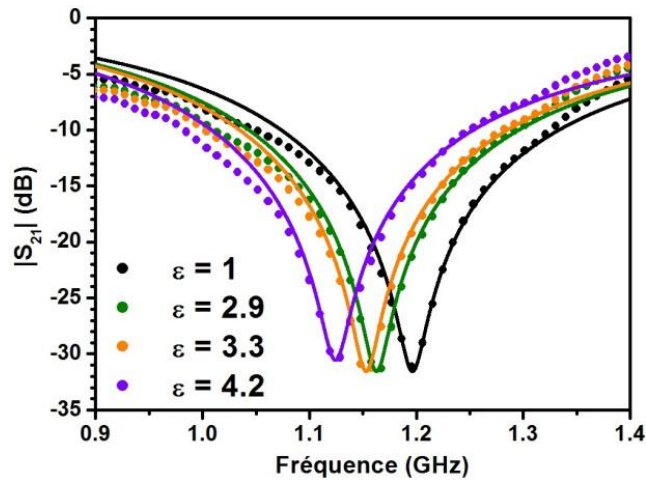


Figure III.12: Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence de résonance pour les différents matériaux utilisés (traits pleins: modèle du circuit équivalent et en points: mesures expérimentales)

Tableau III.1: Données récupérées du circuit équivalent pour l'air ( $\epsilon = 1$ ), le polycarbonate ( $\epsilon = 2.9$ ), le polyéthylène téréphthalate ( $\epsilon = 3.3$ ) et le FR4<sub>0,4mm</sub> ( $\epsilon = 4.2$ )

	$\epsilon = 1$	$\epsilon = 2.9$	$\epsilon = 3.3$	$\epsilon = 4.2$
<b>f (GHz)</b>	1.196	1.164	1.153	1.124
<b><math>\alpha</math></b>	0.41	0.40	0.40	0.45
<b><math>\epsilon_{reff}</math></b>	3.4	3.59	3.66	3.85
<b>R (<math>\Omega</math>)</b>	0.697	0.680	0.680	0.765
<b>L (nH)</b>	5.2244	5.3684	5.4204	5.5594
<b>C (pF)</b>	3.3878	3.4811	3.5149	3.6050

Le Tableau III.1 montre que le changement de fréquence est associé à un changement de permittivité effective  $\epsilon_{reff}$  du résonateur, et par conséquent de L et de C. En revanche, une variation de la résistance R est associée à un changement du facteur de qualité de la résonance et du niveau  $S_{12}$  à la résonance. Dans le cas présent, les valeurs de la résistance R sont à peu près identiques pour les matériaux diélectriques utilisés. Ceci indique que les pertes RF sont principalement dues au substrat FR4 utilisé.

### III. Application au suivi de la diffusion de l'eau dans des revêtements organiques

Les résultats que nous venons de décrire, nous ont servi de référence pour étudier la diffusion de l'eau dans des revêtements organiques à base d'époxy de différentes épaisseurs.

#### III.1- Résonateur recouvert d'un revêtement à base d'époxy d'épaisseur $h = 0.6$ mm

Le premier résonateur est revêtu d'une peinture d'épaisseur de  $h = 0.6$  mm. La peinture, fournie par Akzo Nobel (Baker E 2000), a été recuite à  $150^{\circ}\text{C}$  au lieu de  $220^{\circ}\text{C}$  (température de polymérisation de la peinture) pour accélérer le processus de la diffusion de l'eau à l'intérieur du revêtement.

Le résonateur revêtu a ensuite été placé dans l'eau pendant 1 mois. Dans un second temps, il a été séché au niveau de sa surface à l'aide d'un papier absorbant. Finalement, nous l'avons laissé sécher pendant un mois à l'air ambiant. La Figure III.13 présente la variation du paramètre  $S_{21}$  en fonction des différents états du résonateur: résonateur non revêtu (courbe (a)), résonateur revêtu (courbe (b)), résonateur revêtu après un mois d'immersion dans l'eau désionisée (courbe (c)) et le résonateur revêtu après un mois de séchage à l'air ambiant (courbe (d)). Les mesures expérimentales sont modélisées par le modèle RLC. Un bon accord est observé entre le modèle et les mesures.

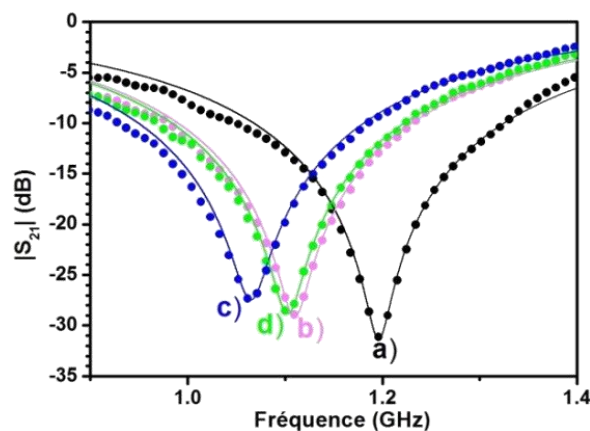


Figure III.13: Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence pour les différents états du résonateur

**Tableau III.2: Variation des paramètres du circuit RLC équivalent pour les différents états du résonateur: a) stub non revêtu, b) stub revêtu de la peinture, c) stub revêtu après un mois d'immersion et d) stub revêtu après un mois de séchage**

	<b>a) Stub</b>	<b>b) Stub revêtu</b>	<b>c) Stub revêtu après immersion</b>	<b>d) Stub revêtu après séchage</b>
<b>f (GHz)</b>	1.196	1.109	1.065	1.103
<b><math>\alpha</math></b>	0.41	0.53	0.65	0.55
<b><math>\epsilon_{reff}</math></b>	3.4	3.95	4.29	4
<b>R (<math>\Omega</math>)</b>	0.697	0.901	1.105	0.935
<b>L (nH)</b>	5.2244	5.6311	5.8684	5.6666
<b>C (pF)</b>	3.3878	3.6515	3.8054	3.6745

Les paramètres du circuit RLC ont été extraits. Ils sont présentés dans le Tableau III.2. D'après ce tableau, nous pouvons conclure ce qui suit:

- L'application de la peinture aboutit à changement fréquentiel de 1.196 GHz à 1.109 GHz. Ce décalage est associé à la variation de la permittivité effective du résonateur de 3.4 à 3.95 et donc à une augmentation des valeurs de L et C. Du fait de la variation linéaire de la fréquence déterminée sur la Figure III.10, nous pouvons extraire une valeur  $\epsilon = 4.5$  pour la permittivité de l'époxy. Cette valeur est en accord avec Bhatnagar [III.7]. L'augmentation de la valeur de la résistance de 0.697  $\Omega$  jusqu'à 0.901  $\Omega$  est clairement visible à partir du changement de l'amplitude de  $S_{21}$  de -31.326 dB à -28.891dB. Cette augmentation s'explique par l'apparition de pertes supplémentaires associées à la peinture.
- Après un mois d'immersion dans l'eau désionisée, la fréquence de résonance diminue suite à une variation de la permittivité effective du résonateur qui passe à 4.29. Cet effet s'explique par l'intrusion de l'eau dans le polymère. Nous observons une augmentation de la valeur de la résistance jusqu'à 1.105  $\Omega$  traduisant une augmentation des pertes induites par la pénétration de l'eau dans le revêtement.
- Après séchage, nous déterminons une valeur de permittivité diélectrique effective proche de celle de la valeur initiale ainsi qu'une diminution de la résistance.

Nous reportons sur la Figure III.14, les variations fréquentielles associées à l'absorption d'eau par le revêtement. Les résultats obtenus précédemment dans la partie II.1 permettent l'obtention des permittivités diélectriques de la peinture dans son état initial (4.5), après absorption d'eau (6.02) et après séchage (4.8).

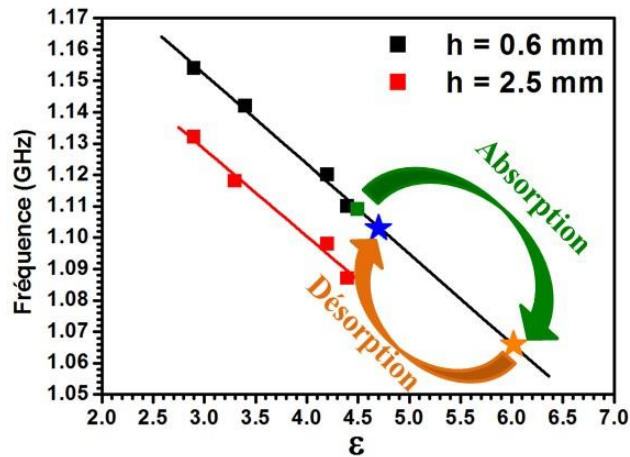
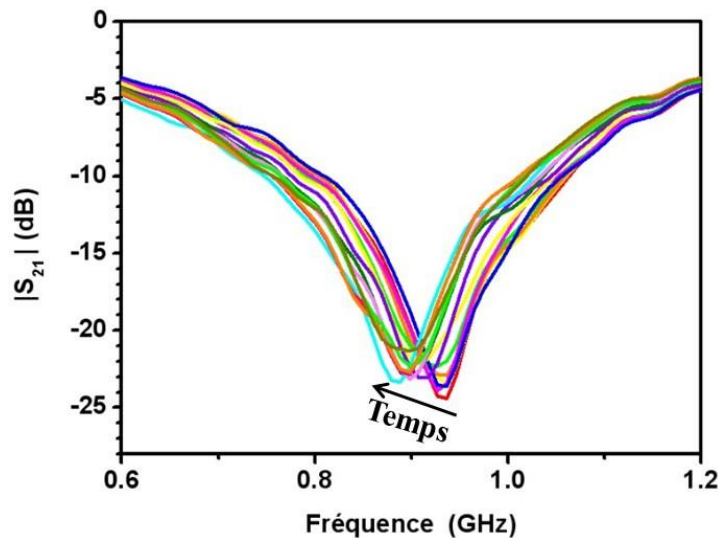


Figure III.14: Variations observées au niveau de la fréquence et de la permittivité avant et après immersion dans l'eau désionisée

Nous remarquons qu'il existe une légère variation entre la valeur initiale de la permittivité du revêtement avant immersion ( $\epsilon = 4.5$ ) et après séchage ( $\epsilon = 4.8$ ). Cette différence est attribuée à la présence d'eau résiduelle dans le revêtement après la désorption. Nous pouvons l'expliquer par la présence de deux types d'eau dans le revêtement. En effet, après absorption de l'eau par le polymère, nous distinguons l'eau libre de l'eau liée. L'eau libre représente l'eau mobile dans le matériau. Comme son nom l'indique, elle n'a pas de liaison chimique avec le matériau et son évaporation est relativement facile. L'eau liée est par contre immobilisée au niveau du polymère par des liaisons hydrogènes ou des liaisons de Van der Waals qui sont difficiles à rompre. Ces molécules d'eau nécessitent plus d'énergie pour quitter le polymère. De ce fait, elles restent piégées dans le polymère et ne peuvent être évacuées que par chauffage [III.8-III.9].

L'immersion du résonateur dans l'eau désionisée a duré environ 30 jours durant lesquels des mesures du paramètre de transmission  $S_{21}$  ont été réalisées afin d'étudier la cinétique de la diffusion de l'eau à l'intérieur du revêtement. Les variations observées

au cours du temps sont présentées sur la Figure III.15. Elles traduisent la pénétration de l'eau dans le revêtement avec, comme discuté précédemment, des décalages fréquentiels vers les basses fréquences et une augmentation des pertes. Notons que la fréquence de résonance observée à  $t = 0$  dans l'eau, est de 0.932 GHz. La variation observée par rapport à la valeur de la résonance initiale du résonateur revêtu et placé dans l'air (1.109 GHz) s'explique par l'interaction du champ électromagnétique qui permet de sonder le revêtement mais également une partie de l'eau localisée au-dessus de ce dernier.



**Figure III.15: Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence lors de la dégradation de la peinture**

Les expériences d'absorption et de désorption ont été réalisées trois fois, soit durant 6 mois. Nous présentons sur la Figure III.16 la variation de la fréquence de résonance du résonateur durant les cycles d'absorption. Les mesures sont présentées en fonction de la racine carré du temps pour permettre une comparaison avec la loi de Fick.

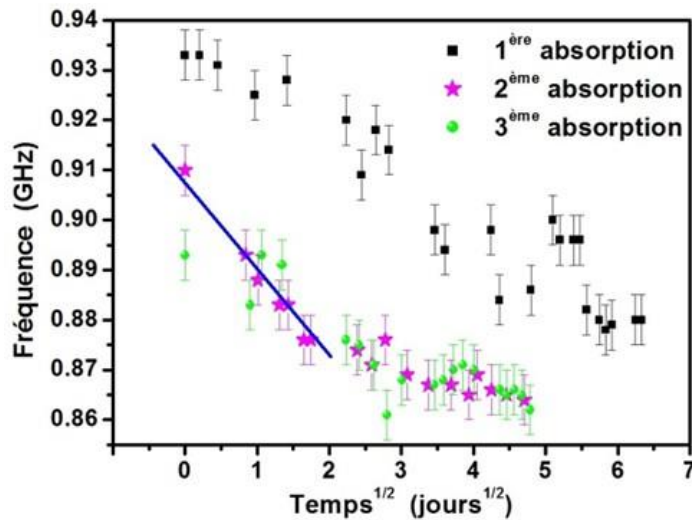


Figure III.16: Cycles d'absorption montrant la variation de la fréquence de résonance en fonction de la racine carrée du temps d'immersion dans l'eau désionisée

Nous pouvons remarquer qu'au cours du premier cycle d'absorption, la pente de la courbe croît en fonction du temps d'immersion. Ceci prouve que le taux de diffusion de l'eau à l'intérieur de la peinture augmente avec le temps. Cette augmentation de la vitesse de diffusion et le comportement non-linéaire observé sont en accord avec l'étude de Shirangi et *al.* [III.10] effectuée par une technique gravimétrique. Les auteurs expliquent ce comportement non Fickien par la formation de pores au niveau du revêtement. Cette interprétation est en accord avec l'inspection visuelle du revêtement faite après la première absorption qui montre, en effet, la présence de pores sur le revêtement (Figure III.17). En revanche, comme le montre la Figure III.16, pour le deuxième et le troisième cycle d'absorption, les données peuvent être reproduites par un modèle linéaire, en accord avec un comportement Fickien (Annexe 2). Nous constatons qu'il existe une diminution de la fréquence entre le premier et les deux derniers cycles. Cette différence peut être expliquée par les changements morphologiques observés sur la Figure III.17, certainement dus au processus d'hydrolyse et de création de défauts au niveau de la surface [III.11].



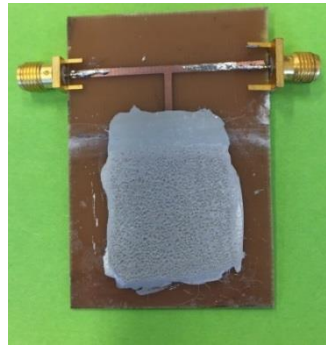


Figure III.17: Photo du résonateur revêtu de la peinture blanche après le premier cycle d'absorption

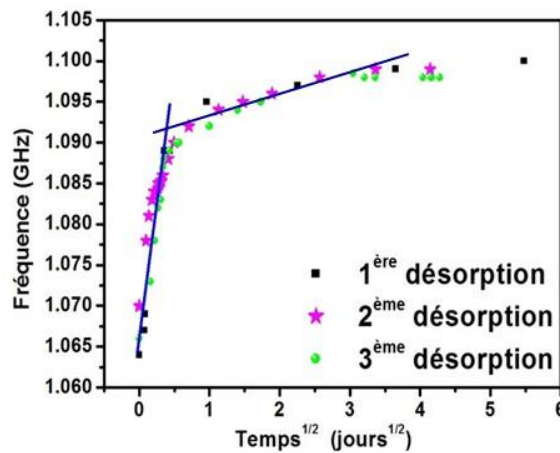


Figure III.18: Cycles de désorption montrant la variation de la fréquence de résonance en fonction de la racine carrée du temps de séchage

Nous représentons les trois cycles de désorption sur la Figure III.18. Un comportement Fickien est clairement visible dans les étapes initiales des cycles de désorption. En effet, nous avons une dépendance linéaire entre la fréquence de résonance et la racine carrée du temps de séchage. Cependant, ce modèle ne reproduit pas complètement le processus de désorption. Ceci est certainement dû à la dégradation du revêtement lors du premier cycle d'absorption.

Nos résultats prouvent la faisabilité du suivi de l'absorption d'eau par le résonateur. Cependant, une information sur la concentration en eau du revêtement peut se révéler intéressante. Pour cela, le passage de la permittivité diélectrique du revêtement vers la concentration en eau est nécessaire. Plusieurs modèles sont proposés dans la littérature pour établir la valeur de la permittivité diélectrique d'un mélange de deux composites de permittivité  $\epsilon_i$  et de volume  $V_i$ .

- Le modèle de Maxwell-Garnet considère un composite biphasé, constitué de sphères conductrices diluées dans un milieu diélectrique. Il est basé sur la loi de dispersion [III.6-12-13-14]. Dans ce cas la permittivité effective est donnée par :

$$\epsilon_{\text{eff}} = \epsilon_1 \frac{\epsilon_2 + 2\epsilon_1 + 2V_2(\epsilon_2 - \epsilon_1)}{\epsilon_2 + 2\epsilon_1 - V_2(\epsilon_2 - \epsilon_1)} \quad \text{Equation III.22}$$

- Le deuxième modèle basé sur la loi logarithmique de Lichtenecker, utilise également la théorie de dispersion [III.5-11-12] :

$$\log \epsilon_{\text{eff}} = \sum_{i=1} V_i \log \epsilon_i \quad \text{Equation III.23}$$

- Le modèle de mélange de réfraction diélectrique [III.13]:

$$\sqrt{\epsilon_{\text{eff}}} = (1 - V_2)\sqrt{\epsilon_1} + V_2\sqrt{\epsilon_2} \quad \text{Equation III.24}$$

L'application de ces formules à la diffusion de l'eau dans les polymères n'est pas immédiate du fait de la difficulté à identifier les volumes  $V_i$ . Ceci est lié à la complexité du processus de diffusion de l'eau à l'intérieur des revêtements organiques. En effet, deux modèles opposés peuvent être proposés. Le premier consiste à considérer que l'eau remplit les vides localisés dans le revêtement. Dans ce cas, le volume du revêtement reste constant. Dans un autre modèle, le volume total correspond à la somme des volumes d'eau absorbée et de polymère initial. Dans tous les cas, une identification des volumes  $V_i$  n'est pas simple. En outre, comme nous l'avons montré précédemment, les modifications morphologiques induites par l'hydrolyse du polymère rendent délicate l'estimation des volumes. Notons que d'autres effets, tels que les variations de densité du polymère, de sa température de transition vitreuse, ou tout simplement de ses propriétés diélectriques rendent également l'extraction de la concentration en eau difficile [III.15].

Cette discussion menée sur la détermination de la concentration en eau dans les polymères concerne également les techniques basées sur des mesures d'impédances. Ceci est vrai notamment pour l'EIS. Dans ce cas, la capacité équivalente de la couche de revêtement doit être déterminée par les mesures d'impédance puis utilisée pour l'évaluation de la concentration en eau. Cependant, comme cela a été récemment discuté

par Moreno et *al.* [III.16], la détermination de la concentration en eau via l'utilisation du modèle de Brasher-Kingsbury, le modèle le plus fréquemment utilisé, n'est pas satisfaisante. Seule une comparaison entre plusieurs techniques, gravimétrique et mesure d'impédance doit permettre une conclusion définitive [III.17].

### **III.2- Variation de l'épaisseur $h$ du revêtement**

Outre la détermination de la concentration en eau, l'influence de l'épaisseur du revêtement sur les résultats doit être discutée. En effet, les Figures III.7 et III.9 prouvent bien une dépendance de la fréquence de résonance du résonateur vis-à-vis de l'épaisseur  $h$ . L'objectif de cette partie est donc d'étudier la faisabilité de la méthode proposée pour différentes épaisseurs de revêtements. Deux cas ont été testés :

- Un premier résonateur ( $L = 3.4$  cm) est recouvert d'une couche de revêtement à base de résine époxyde fournie par ROBNORRESINS (CW 1302 GB) d'épaisseur  $h = 1.2$  mm. Le revêtement a été également recuit à  $100^{\circ}\text{C}$  et non pas à  $240^{\circ}\text{C}$  (température de polymérisation de la résine époxyde) pour accélérer le processus de l'absorption de l'eau par le revêtement.
- Un second résonateur ( $L = 3.4$  cm) est recouvert d'une couche de peinture (Baker E 2000) d'épaisseur  $h = 0.14$  mm. Dans ce cas, il s'agit du même revêtement que celui utilisé précédemment (pour  $h = 0.6$  mm).

L'application des deux types de revêtements sur les résonateurs aboutit aux changements représentés sur les graphiques de la Figure III.19. Les fréquences observées sont reportées dans le Tableau III.3 et comparées avec les mesures réalisées pour  $h = 0.6$  mm.

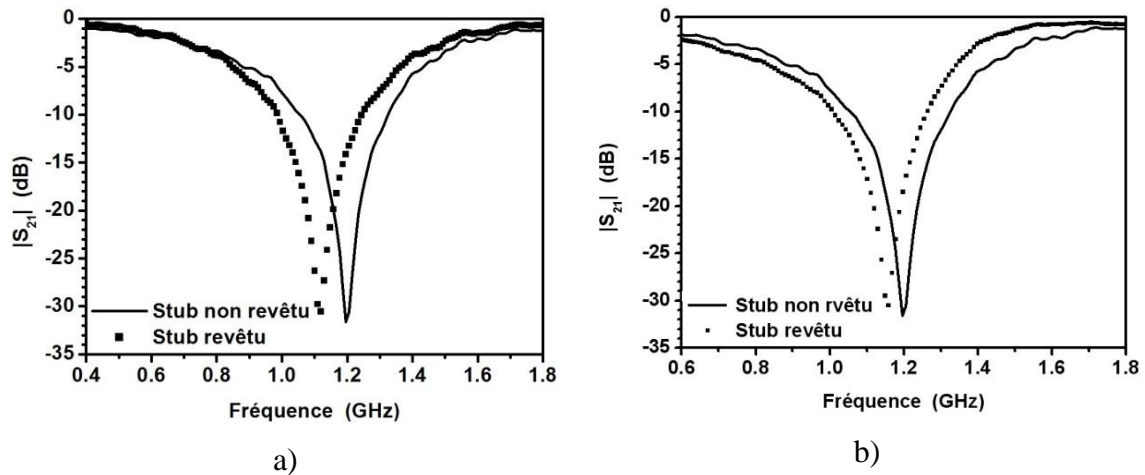


Figure III.19: Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence de résonance pour les deux épaisseurs de revêtements a)  $h = 1.2$  mm et b)  $h = 0.14$  mm

Le résonateur revêtu étant localisé dans l'air, nous constatons une différence entre les fréquences de résonance des deux stubs revêtus du même revêtement (Baker E 2000). Ceci s'explique par des épaisseurs de polymères et donc des permittivités diélectriques effectives différentes. Cette influence de l'épaisseur est observée sur la Figure III.20 où les fréquences mesurées sont comparées aux valeurs de références. Un très bon accord est obtenu avec la courbe relative à  $\epsilon = 4.4$ . Comme nous pouvons le voir, pour les basses épaisseurs, l'interaction entre le champ électromagnétique et l'air n'est plus négligeable entraînant une forte augmentation de la fréquence de résonance. La fréquence de résonance enregistrée dans le cas de  $h = 1.2$  mm ne peut pas être directement comparée à celles qui précèdent, étant donné qu'il s'agit d'un revêtement de type différent.

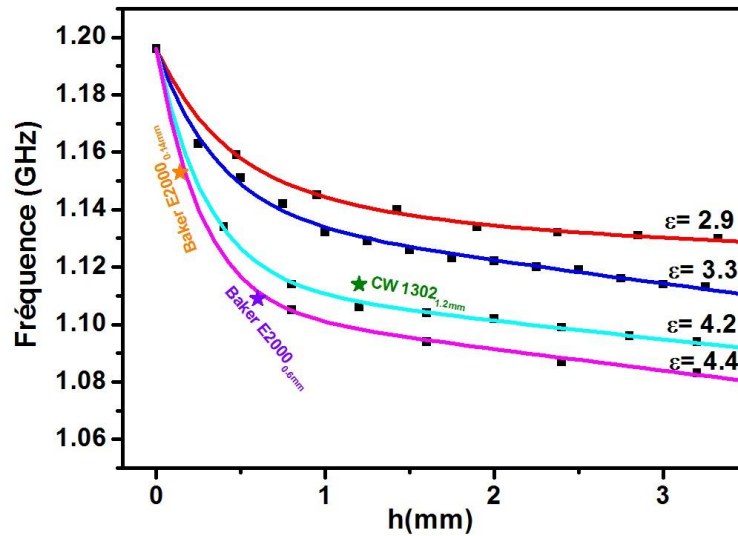


Figure III.20 : Localisation des fréquences de résonances des résonateurs revêtus utilisés sur les courbes des données expérimentales de la partie II.1

Les résonateurs ont été, par la suite, immergés dans de l'eau désionisée et des mesures des paramètres de transmission  $S_{21}$  ont été réalisées au cours du temps d'immersion. Les résultats sont présentés sur la Figure III.21. De la même façon que pour le revêtement d'épaisseur  $h = 0.6$  mm, une variation fréquentielle est observée pour le polymère le plus épais. Par contre, ce résultat n'est pas obtenu pour le plus fin.

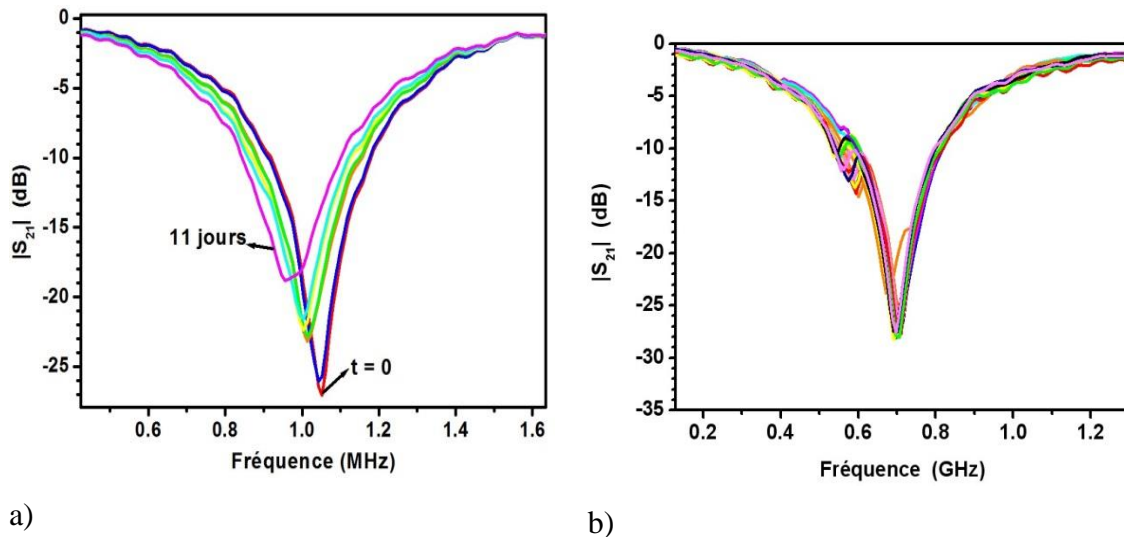


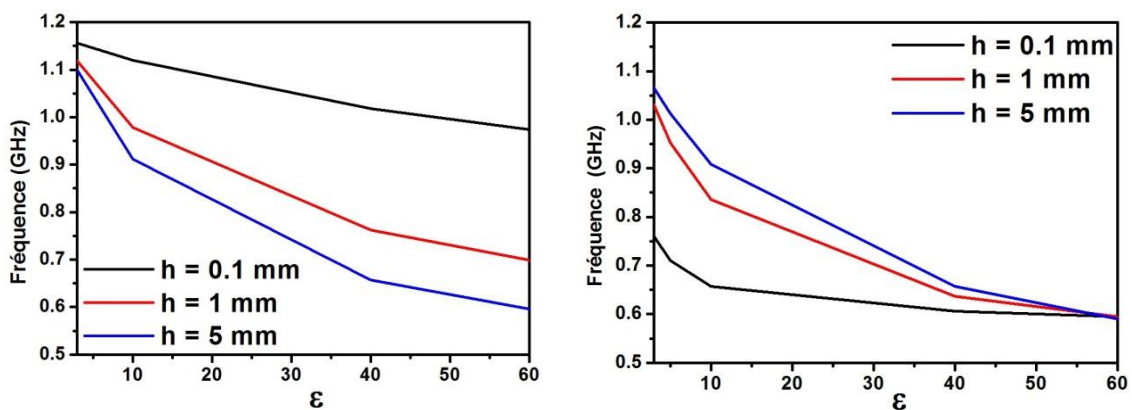
Figure III.21: Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence de résonance des résonateurs recouverts d'un revêtement d'épaisseur a)  $h = 1.2$  mm et b)  $h = 0.14$  mm

Tableau III.3: Tableau montrant les différentes fréquences de résonance des résonateurs recouverts d'un revêtement d'épaisseur  $h$  dans les différents états du résonateur

Type de	$h$ (mm)	Stub revêtu	Stub revêtu	Stub revêtu
---------	----------	-------------	-------------	-------------

revêtement		dans l'air	dans l'eau, t = 0	dans l'eau, t = $t_{\text{final}}$
<b>Baker E 2000</b>	<b>0.6</b>	1.109 GHz	0.932 GHz	0.892 GHz
	<b>0.14</b>	1.153 GHz	0.699 GHz	
<b>CW 1302 GB</b>	<b>1.2</b>	1.114 GHz	1.047 GHz	0.968 GHz

A partir du Tableau III.3, lors de l'immersion du résonateur dans l'eau ( $t=0$  sec), nous notons que la fréquence de résonance pour  $h = 0.14$  mm est nettement plus faible que celle obtenue pour  $h = 0.6$  mm. Ceci s'explique par la forte valeur de la permittivité effective pour  $h = 0.14$  mm du fait de l'importance de l'interaction entre l'onde électromagnétique et l'eau localisée au-dessus du revêtement. Ce comportement est illustré sur la Figure III.22 où nous présentons les fréquences de résonance pour des résonateurs recouvert d'air (Figure III.22 (a)) et d'eau (Figure III.22 (b)). Comme nous pouvons le voir, les variations attendues sont nettement plus faibles dans l'eau pour des revêtements de faibles épaisseurs. Ceci s'explique par une plus faible variation relative de la permittivité diélectrique effective. Ceci n'est plus le cas pour  $h = 0.6$  mm. Pour  $h = 1.2$  mm, l'influence de l'eau présente sur le revêtement devient encore plus faible, entraînant une plus forte variation de la fréquence de résonance lors de la diffusion.



a) b)  
**Figure III.22: Variation de la fréquence de résonance en fonction de la permittivité du revêtement  
a) dans l'air et b) en présence d'eau**

Ces résultats permettent de conclure sur la sensibilité de la technique pour des épaisseurs élevées. Il existe par contre une épaisseur minimale en-dessous de laquelle le

décalage fréquentiel, dû à l'infiltration de l'eau dans le revêtement, n'est pas observable.

## **IV. Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons présenté un résonateur RF permettant de contrôler la diffusion de l'eau à l'intérieur d'un revêtement organique. Sa réalisation est basée sur l'utilisation de la technologie micro-ruban qui assure une interaction entre l'onde se propageant dans le résonateur et le matériau sous surveillance. Son aspect passif assure quant à lui une possible intégration au sein de la technologie RFID chipless.

Comme nous l'avons décrit dans le chapitre, la sensibilité de la technique est associée à l'interaction entre le champ électromagnétique et le polymère. Une faible sensibilité est prévue pour des revêtements de faibles épaisseurs. Une possibilité d'amélioration de cette sensibilité consiste en une réduction de l'extension spatiale du champ EM, afin de conserver cette extension inférieure à l'épaisseur de la couche. Ceci doit être réalisable en considérant la variation des paramètres géométriques associés au résonateur.

Du fait du principe physique sur lequel repose le capteur, la méthode proposée diffère fortement des techniques de mesures d'impédances pour lesquelles une impédance « moyenne » du revêtement est mesurée. En effet, en assurant une zone d'interaction bien déterminée entre l'onde qui se propage et le matériau sous surveillance, l'aspect hétérogène de la diffusion de l'eau doit être possible. Afin de prouver ce point fort, nous proposons dans le chapitre suivant d'appliquer la méthode dans un cas où l'absorption de l'eau doit être inhomogène comme dans le cas du mortier.

## Références Bibliographiques 3

- [III.1] E. Hammerstad and Ø. Jensen, "Accurate Models for Microstrip Computer-Aided Design", Symposium on Microwave Theory and Techniques, pp. 407-409, June 1980.
- [III.2] J. Svacina, "Analysis of multilayer microstrip lines by a conformal mapping method", IEEE transactions on microwave theory and techniques, Vol. 40, n°4, 1992.
- [III.3] H. A. Wheeler, "Transmission line properties of parallel wide strips by a conformal mapping approximation", IEEE transactions on microwave theory and techniques, Vol. 12, n°3, pp. 280, 1964.
- [III.4] I. J. Bahl and S. S. Stuchly, "Analysis of a Microstrip Covered with a Lossy Dielectric", Microwave Theory and Techniques, Vol. 28, n°2, pp. 104-109, 1980.
- [III.5] E. Salaun, P. Quéffelec, M. Le Floc'h and P. Gelin, "A broadband permeameter for "in situ" measurements of rectangular samples" Magn. IEEE Trans., Vo. 37, pp. 2743-2745, 2001.
- [III.6] D.M. Pozar, Microwave engineering, Wiley, 2004.
- [III.7] M. S. Bhatnagar, EPOXY RESINS (Overview), The Polymeric Materials Encyclopedia © 1996 CRC Press, Inc.
- [III.8] Y.C. Lin and Xu Chen, "Investigation of moisture diffusion in epoxy system: Experiments and molecular dynamics simulations", Chemical Physics Letters, Vol. 412, n°4-6, pp. 322-326, 2005.
- [III.9] J. Zhou and J. P. Lucas, "Hygrothermal effects of epoxy resin. Part I: the nature of water in epoxy", Polymer, Vol. 40, n°20, pp.5505-5512, 1999.
- [III.10] M. H. Shirangi and B. Michel, "Mechanism of Moisture Diffusion, Hygroscopic Swelling, and Adhesion Degradation in Epoxy Molding Compounds", IMAPS-41<sup>st</sup> international symposium in microelectronics, 001082, 2008.
- [III.11] C. L. Soles, F. T. Chang, D. W. Gidley and A. F. Yee, "Contributions of the nanovoid structure to the kinetics of moisture transport in epoxy resins", Polymer Physics, Vol. 38, n°5, pp.776-791, 2000.



- [III.12] M. Campbell, "Measurements and analysis of the microwave dielectric properties of tissues", PhD thesis, University of Glasgow, 1990.
- [III.13] W. R. Tinga, "Mixture laws and microwave-material interactions, Dielectric Properties of Heterogeneous Materials", Vol. Pier 6, progress in Electromagnetics Research, A. Priou, Ed. New York, Amsterdam, London, Tokyo, Elsevier, pp. 1-40, 1992.
- [III.14] G., J. C. Maxwell, "Colours in metal glasses and metal films", Philos. Trans. R. Soc. London, Sect. A, Vol. 3, pp. 385-420, 1904.
- [III.15] G. Marquès, "Management des risques pour l'aide à la gestion de la collaboration au sein d'une chaîne logistique : une approche par simulation", Toulouse, 10 décembre 2010, pp. 290.
- [III.16] C. Moreno , S. Hernández , J.J. Santana , J. González-Guzmán , R.M. Souto and S. González, "Characterization of Water Uptake by Organic Coatings Used for the Corrosion Protection of Steel as Determined from Capacitance Measurements", International Journal of Electrochemical science, Vol. 7, pp.7390-7403, 2012.
- [III.17] L. Rodriguez-padro, A. Cao-Paz, J. Farina, A. Covelo, X. R. Novoa and C. Pérez, "Water uptake kinetics in anti-corrosion organic films with a high resolution microbalance oscillator sensor", 22<sup>nd</sup> International Conference on Eurosensors, Vol. 144, n°2, pp. 443-449, 2010.







## **Chapitre 4 : Développement de multirésonateurs pour le suivi de la diffusion de l'eau dans le mortier**



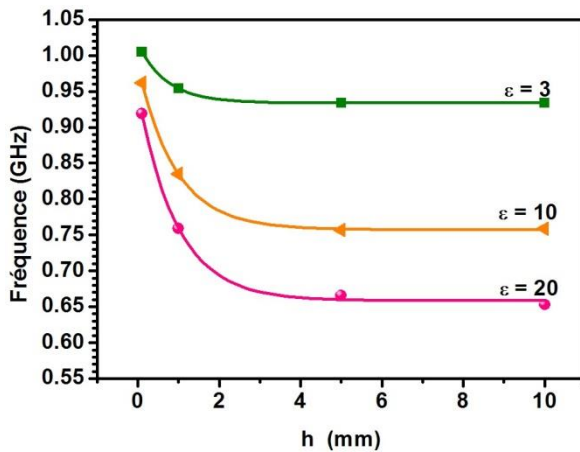
La méthode proposée dans cette thèse est basée sur l'existence d'une zone bien définie dans laquelle l'onde électromagnétique interagit avec le matériau sous surveillance. Dans ce cadre, le développement de résonateurs positionnés en différents endroits du matériau doit pouvoir procurer des informations sur l'aspect non homogène de l'absorption. De la même façon, la réalisation de résonateurs présentant des lignes de champs électromagnétiques différentes dans le matériau sous surveillance peut révéler également la nature inhomogène de l'absorption. Afin d'étudier ces potentialités, nous proposons dans ce chapitre deux types de multirésonateurs intégrés dans des blocs de mortier. Le choix de ce matériau pour l'étude de l'absorption non homogène de l'eau s'explique par l'existence de pores dans le matériau, qui rendent l'absorption de l'eau à priori non homogène. Après avoir présenté les résonateurs, nous décrirons et interpréterons les résultats obtenus sur le suivi de la diffusion de l'eau dans le mortier par ces deux dispositifs. Une des applications visées concerne le monitoring de la corrosion et la dégradation des bétons armés. Dans ce contexte, l'importance des ions chlorures est prouvée. La sensibilité de la technique aux ions chlorures sera donc également discutée en fin de chapitre. Notons que l'absorption de l'eau et la présence des ions chlorures dans les bétons ou mortiers est un processus qui peut être suivi via un changement de résistance électrique DC du matériau. Cependant, cette technique souffre d'une dispersion des mesures du fait notamment de l'aspect hétérogène de ce type de matériaux [IV-1.2]. La méthode proposée ici peut, dans ce contexte, être une aide précieuse à une meilleure compréhension des processus complexes associés à l'absorption de l'eau.

## **I. Développement de multirésonateurs et application à l'absorption de l'eau dans du mortier**

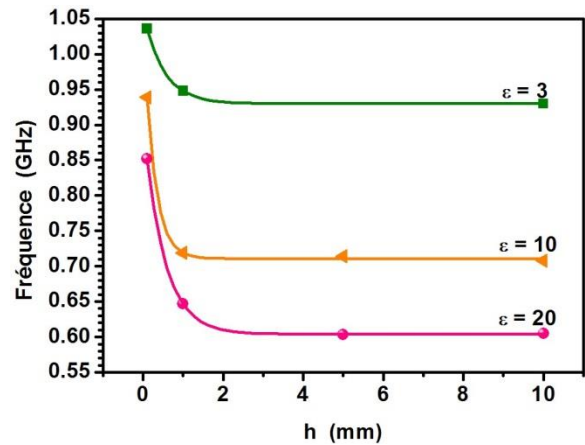
Nous proposons tout d'abord de réaliser deux résonateurs possédant des fréquences différentes. Ils peuvent être alors clairement identifiés spatialement, ce qui doit permettre une analyse de l'aspect hétérogène de l'absorption de l'eau. Suite au chapitre précédent, d'après la relation III.14, la réalisation de ces deux résonateurs sera effectuée en modifiant la longueur du stub. Dans un second temps, nous modifierons l'interaction

entre le champ électromagnétique et le matériau. Pour ce faire, nous pouvons considérer la ligne micro-ruban comme étant un guide d'onde à faces parallèles de largeur  $w_{\text{eff}}$ , séparées d'un diélectrique de permittivité diélectrique  $\epsilon_{\text{eff}}$  [IV.3]. La modification de ces paramètres doit entraîner une modification du champ électromagnétique. Comme le montre l'équation III.8, ceci peut être obtenu par une modification de la largeur  $w$  de la ligne.

Afin de montrer l'effet de la largeur  $w$  et de la longueur  $L$  sur la fréquence de résonance du résonateur, nous considérons des simulations électromagnétiques HFSS. Pour cela, comme dans le chapitre précédent, un résonateur micro-ruban est recouvert d'un matériau de permittivité diélectrique  $\epsilon$  variant entre 3 et 20, et d'épaisseur  $h$ . La ligne de transmission possède une largeur fixe de 1.5 mm. Ceci est réalisé pour des résonateurs de longueurs  $L = 4$  cm et 2 cm, de largeur  $w = 1.5$  mm et  $w = 0.2$  mm. La Figure IV.1 présente la variation de la fréquence de résonance dans ces différents cas.



a)



b)



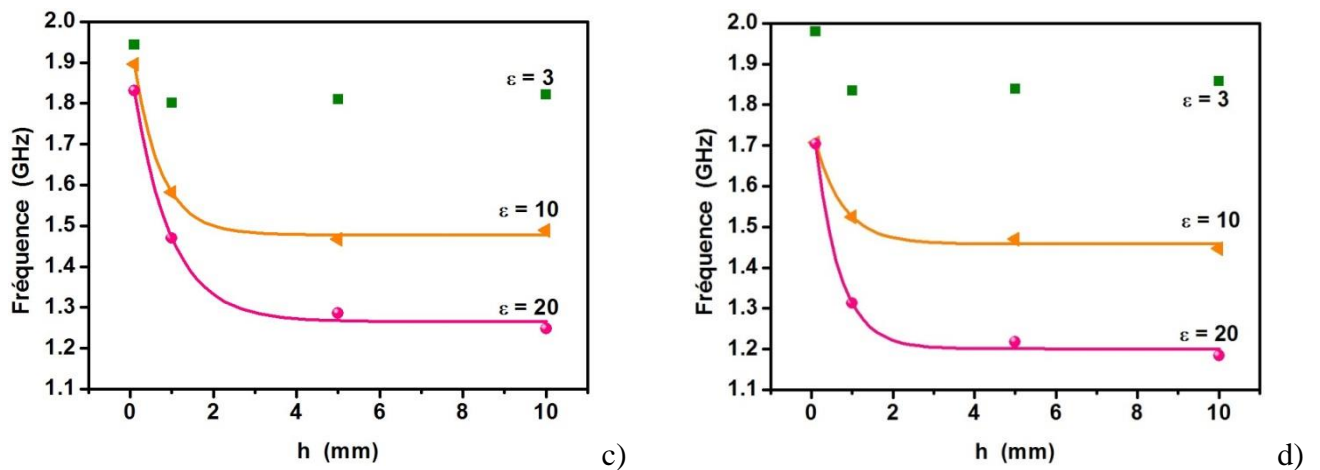


Figure IV.1: Variation de la fréquence de résonance en fonction de la permittivité  $\epsilon$  du revêtement pour un résonateur de longueur  $L$  et de largeur  $w$  : a)  $L = 4$  cm et  $w = 1.5$  mm, b)  $L = 4$  cm et  $w = 0.2$  mm, c)  $L = 2$  cm et  $w = 1.5$  mm et d)  $L = 2$  cm et  $w = 0.2$  mm

Sur chaque figure, nous observons une forte variation de la fréquence de résonance pour  $h$  variant entre 0 et 2 millimètres. Initialement, les résonateurs sont placés dans l'air, sur lesquels nous venons déposer un matériau diélectrique. L'ajout d'un matériau diélectrique de permittivité diélectrique  $\epsilon$  au-dessus du résonateur augmente la permittivité diélectrique effective du résonateur, ce qui se traduit par une baisse de la fréquence de résonance. Dans chaque cas, une stabilisation de la fréquence de résonance est obtenue lorsque l'épaisseur du matériau atteint une valeur seuil. Ce comportement traduit le fait que l'interaction entre le champ électromagnétique et le matériau s'effectue principalement jusqu'à cette épaisseur limite. Cette épaisseur peut alors être assimilée à l'extension spatiale du champ électromagnétique dans le matériau. Nous observons que cette valeur limite semble dépendre de la valeur de  $\epsilon$ , avec une augmentation de cette valeur limite lors de l'augmentation de  $\epsilon$ . Ce comportement est très clairement observé sur la Figure IV.1. En comparant les Figure IV.1(a) et (c) relative aux résonateurs de largeur  $w = 1.5$  mm et de longueur  $L = 4$  cm et  $L = 2$  cm, nous n'observons pas de différence notable sur cette valeur limite. La même comparaison réalisée avec des stubs de largeur  $w = 0.2$  mm (Figure IV.1 (b) et (d)), semble indiquer une diminution de cette valeur limite lorsque  $L = 4$  cm, notamment lorsque  $\epsilon = 10$  et 20. L'influence de  $w$  sur l'épaisseur limite est visible sur les figures. En effet, une diminution de  $w$  entraîne une baisse de cette valeur. Notons que ce comportement est surtout observé pour  $\epsilon = 10$  et 20.

A partir de l'ensemble de ces résultats, nous pouvons en conclure qu'une augmentation de  $L$ , associée à une diminution de  $w$  doit réduire l'épaisseur sondée par le résonateur. Ceci est observé sur la figure relative à  $L = 4$  cm et  $w = 0.2$  mm (Figure IV.1(b)) pour  $\varepsilon = 10$  et  $20$ . Ce résultat n'est pas aussi mis clairement en évidence si nous considérons uniquement les courbes relatives à  $\varepsilon = 3$ . Nous expliquons cette différence par les effets associés à la valeur de la permittivité diélectrique du substrat ( $\varepsilon = 4.4$ ) qui ne sont pas étudiés ici. Comme le montre la Figure IV.1, il est important de noter qu'un changement de largeur entraîne également une variation de la valeur de la fréquence de résonance.

Ces résultats permettent de définir l'utilisation potentielle des résonateurs. En effet, lors d'une diffusion homogène dans un matériau, il sera intéressant de suivre la variation de la fréquence sur deux épaisseurs différentes via les résonateurs  $L = 4$  cm /  $w = 0.2$  mm et  $L = 2$  cm /  $w = 1.5$  mm présentant les zones d'interactions les plus différentes. Dans le cas, d'une diffusion de l'eau non homogène, afin de se concentrer sur l'aspect non homogène du matériau et non pas sur une différence d'épaisseur sondée, le cas  $L = 4$  cm /  $w = 0.2$  mm devra être exclu. Dans ce cadre, nous allons proposer dans la suite la réalisation du résonateur S1 ( $L = 2$  cm /  $w = 1.5$  mm), S1' ( $L = 2$  cm /  $w = 0.2$  mm) et S2 ( $L = 4$  cm /  $w = 1.5$  mm) pour le suivi de l'absorption de l'eau dans le mortier. Pour des valeurs de  $\varepsilon$  variant entre 10 et 20, ce qui sera le cas pour le mortier, les zones sondées seront très proches (d'environ 3.5 mm).

## **I.1- Cas 1 : S1+S2**

Le premier multirésonateur est constitué de deux résonateurs, le stub S1 de longueur  $L_1 = 2$  cm et le stub S2 de longueur  $L_2 = 4$  cm, possédant la même largeur  $w_1 = w_2 = 1.5$  mm et donc les mêmes extensions spatiales. Comme le montre la Figure IV.2, des simulations sur le logiciel HFSS ont été réalisées pour optimiser les dimensions de la structure choisie. La distance  $D$ , séparant les deux résonateurs, est fixée à 6 cm pour séparer les deux résonances

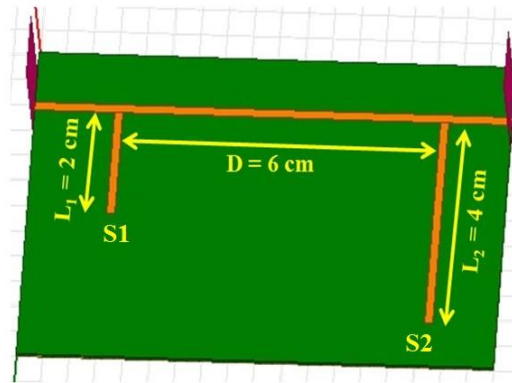


Figure IV.2: Les deux résonateurs S1 et S2 réalisés sur le logiciel HFSS

La structure conçue ci-dessus, permet d'enregistrer deux fréquences de résonance différentes, présentées sur la Figure IV.3:  $f_1 = 2.032$  GHz qui correspond au stub S1 et  $f_2 = 1.024$  GHz qui correspond au stub S2.

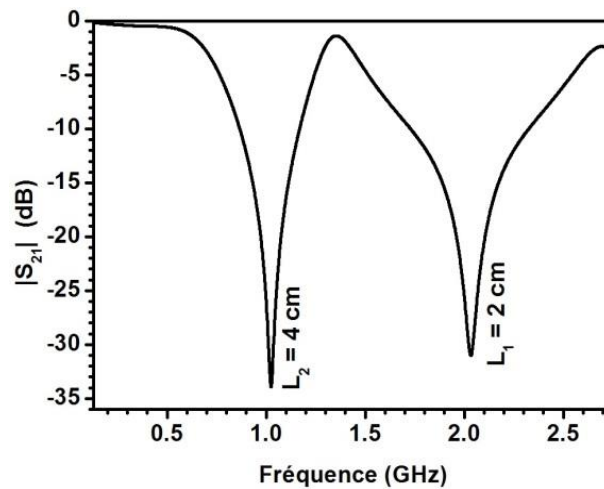


Figure IV.3: Résultats des simulations HFSS montrant la variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence

Le multirésonateur a été réalisé expérimentalement sur un substrat en FR4. Comme le montre la Figure IV.4, l'ensemble a été intégré dans un bloc de mortier (14 cm x 9 cm x 3.5 cm), de façon à ce que le résonateur S2 soit plus proche de la surface que le résonateur S1 ( $e = 1$  cm et  $e' = 2$  cm sont les distances séparant les résonateurs S2 et S1 de la surface du bloc de mortier). Cette distance est bien supérieure à l'épaisseur sondée par les résonateurs (environ 3.5 mm).

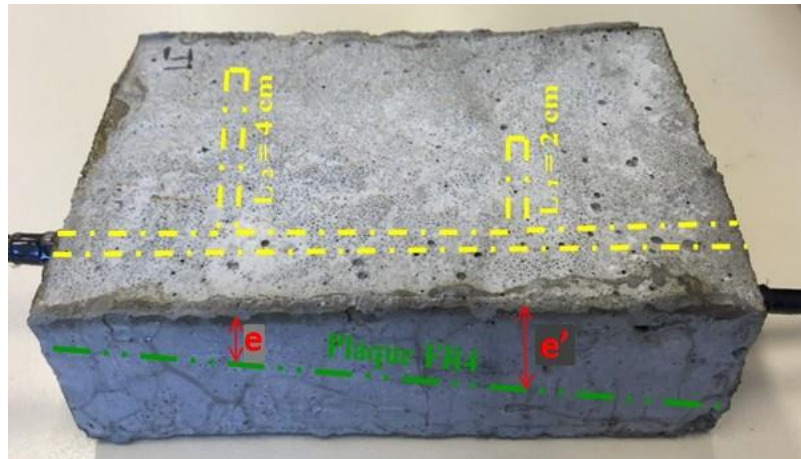


Figure IV.4: Photo du bloc de mortier dans lequel les résonateurs sont intégrés

La réalisation du mortier consiste à mélanger de l'eau avec du sable et du ciment selon les proportions suivantes:  $\frac{1}{2}$ , 2 et 1. Une fois le mortier complètement sec, une caractérisation des paramètres de transmission  $S_{21}$  a été effectuée. La Figure IV.5 permet de comparer les mesures du paramètre  $S_{12}$  avant et après insertion du multirésonateur dans le mortier. Nous observons un décalage fréquentiel vers les basses fréquences associé à l'intégration du résonateur dans le mortier. Ceci s'explique par le remplacement de l'air par le matériau sous surveillance. Le changement de niveau à la résonance et la détérioration du facteur de qualité du résonateur s'explique comme précédemment (Fig. III.13) par des pertes diélectriques plus importantes pour le mortier que pour l'air.

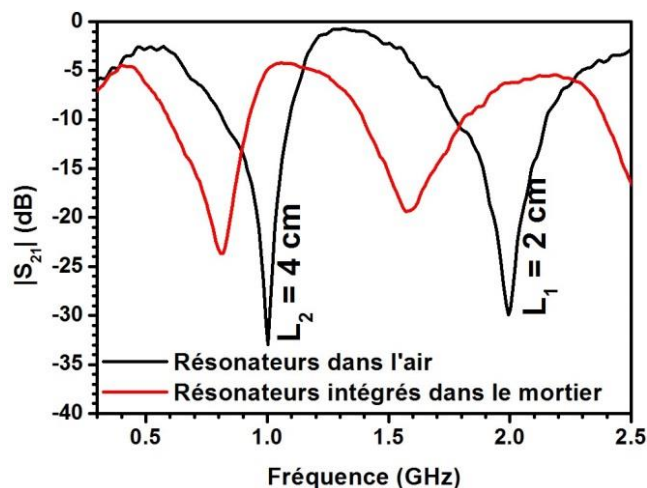


Figure IV.5: Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  avant et après intégration des résonateurs dans le mortier

### I.1.1- Indépendance des deux résonateurs

Une série d'expériences a été réalisée en plaçant séparément de l'eau désionisée sur chaque côté du bloc de mortier. A la différence du chapitre précédent, aucune variation de la fréquence de résonance n'est observée lorsque le bloc de mortier est localisé dans l'air ou dans l'eau. Ceci s'explique par les épaisseurs plus fortes de diélectrique recouvrant le résonateur. La Figure IV.6 (a) présente les mesures du paramètre  $S_{12}$  lorsque de l'eau est placée au-dessus côté du stub S1. Nous remarquons une variation de fréquence du résonateur S1 de 1.584 GHz jusqu'à 1.4 GHz ( $\Delta f = 0.184$  GHz), alors que la fréquence du résonateur S2 ne varie pas, que cela soit pour l'harmonique de rang 1 ou 2 (0.807 GHz et 2.497 GHz). Une variation du niveau à la résonance de S1 est également observée et attribuée aux pertes diélectriques associées à la présence d'eau dans le mortier. Nous notons également une diminution du paramètre  $S_{12}$  en dehors des résonances. Cet effet semble s'accroître aux hautes fréquences. Notons que, comme le montre la figure III.22, cette baisse de la transmission n'existait pas dans le chapitre précédent. Cette différence est attribuée au fait que la ligne transmission n'est pas protégée dans le mortier, contrairement au chapitre précédent. Les effets supplémentaires associés au changement d'impédance de la ligne de transmission et à des pertes supplémentaires sur cette dernière sont responsables de ce changement.

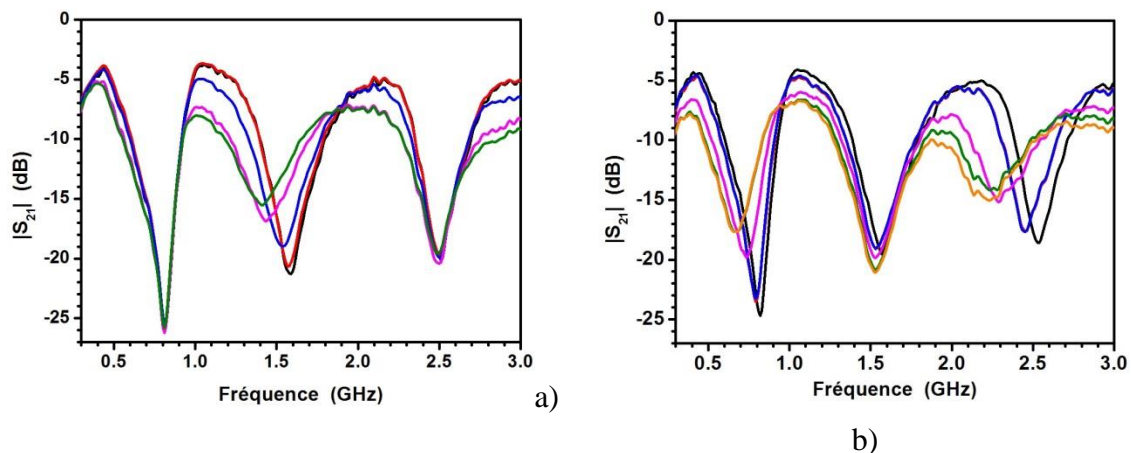


Figure IV.6: Variation des paramètres de transmission en fonction du temps d'immersion dans l'eau désionisée, pour les résonateurs de longueur a)  $L_1 = 2$  cm et b)  $L_2 = 4$  cm.

La Figure IV.6 (b) présente les mesures du paramètre  $S_{12}$  lorsque la zone de pénétration de l'eau est localisée au-dessus du stub S2. Des résultats similaires sont

obtenus avec, à présent, uniquement des variations au niveau de la résonance associée au stub S2. Ceci montre qu'il n'existe aucune relation entre les réponses fréquentielles du premier et du second résonateur. Une analyse de la Figure IV.6(b) montre également que lors de la variation fréquentielle de S2, l'amplitude du paramètre  $S_{12}$  varie à la fréquence de résonance de S1. Une baisse de  $S_{12}$  est alors observée. Ce comportement apparaît également sur la Figure IV.6 (a), mais plus légèrement. Ceci prouve que les valeurs des amplitudes aux fréquences de résonances ne sont pas totalement indépendantes.

### I.1.2- Immersion complète

Suite à ces expériences, de l'eau désionisée a été placée sur la face supérieure du bloc de mortier. Nous représentons les variations du paramètre  $S_{12}$  en fonction du temps d'immersion sur la Figure IV.7. Les variations fréquentielles et changements de niveau aux fréquences de résonances sont très proches de ceux présentés sur les Figure IV.6 (a,b).

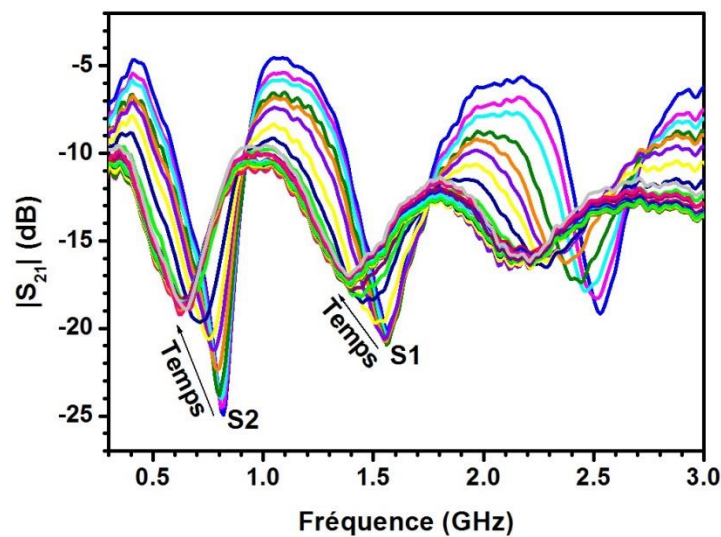


Figure IV.7 : Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction du temps d'immersion

Afin de mieux visualiser les résultats, nous présentons sur la Figure IV.8, uniquement trois courbes. Le paramètre  $S_{12}$  mesuré à l'instant  $t = 0$ , c'est-à-dire lorsque le mortier est plongé dans l'eau, correspond à la courbe bleue. La courbe mauve correspond au temps d'immersion  $t = 13$  min, et pour finir la courbe grise à l'état final. Dans ce dernier cas, nous avons une stabilisation de la fréquence de résonance. Sur les figures a et c, nous observons clairement un décalage régulier en fréquence des trois

courbes. Par contre, sur la figure b relative au résonateur S1, la différence fréquentielle entre les courbes bleues et mauves est nettement plus réduite. En outre, nous n'observons pas d'augmentation du paramètre  $S_{12}$  à la résonance mais plutôt une légère baisse.

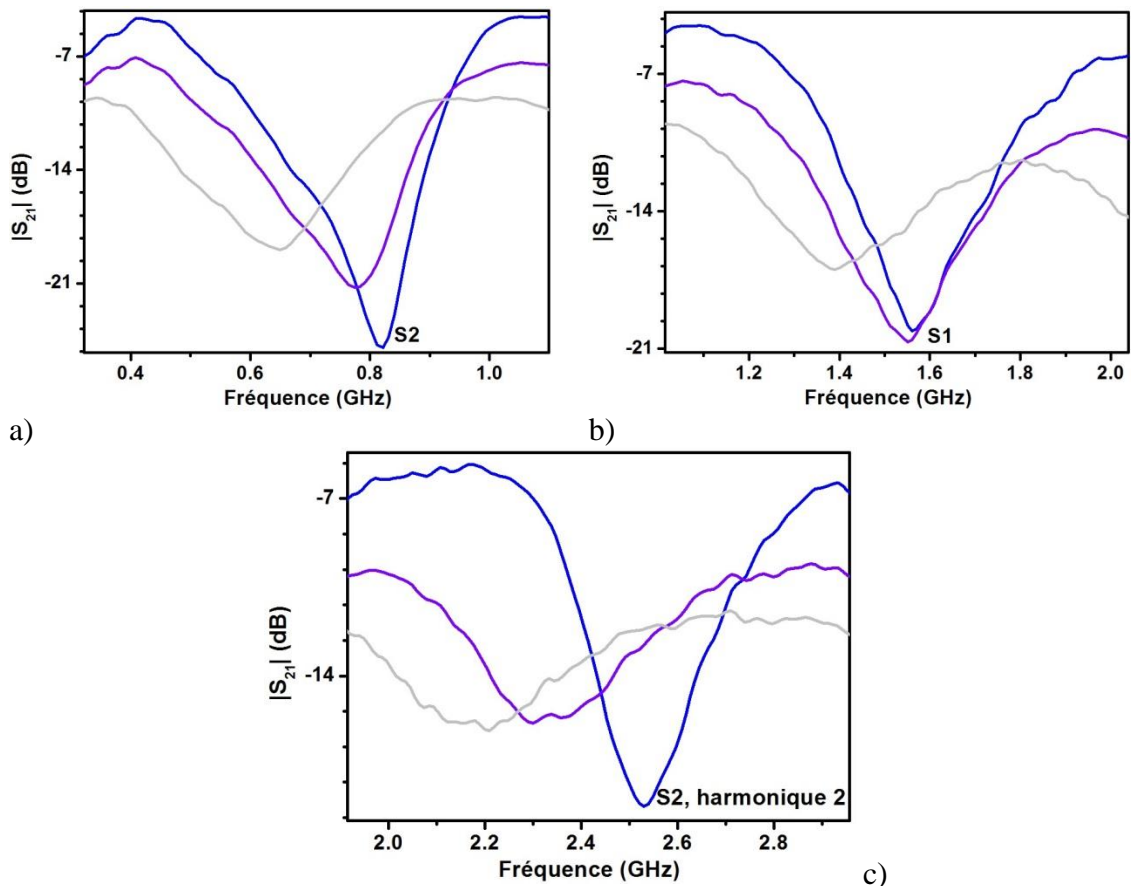


Figure IV.8: Variation des paramètres de transmission pour a) S2 (4 cm), b) S1 (2 cm) et c) le 2ème harmonique de S2 (4cm), en fonction du temps d'immersion

Afin de mieux visualiser ces différences, la Figure IV.9 représente la variation de la fréquence de résonance de chacun des deux résonateurs en fonction du temps d'immersion. D'après ce graphique, nous pouvons remarquer que la variation fréquentielle associée à la diffusion de l'eau dans le mortier est présente dès les premières minutes de la présence de l'eau pour S2. Ceci n'est pas observé pour le second résonateur S1. Cette différence est expliquée par la position différente des résonateurs dans le mortier, le résonateur S2 étant plus proche de la surface. Notons que la variation fréquentielle associée à l'harmonique de rang 2 ( $f_r = 2.515$  GHz) du résonateur S2 (Figure IV.10) est très proche de celle du fondamental.

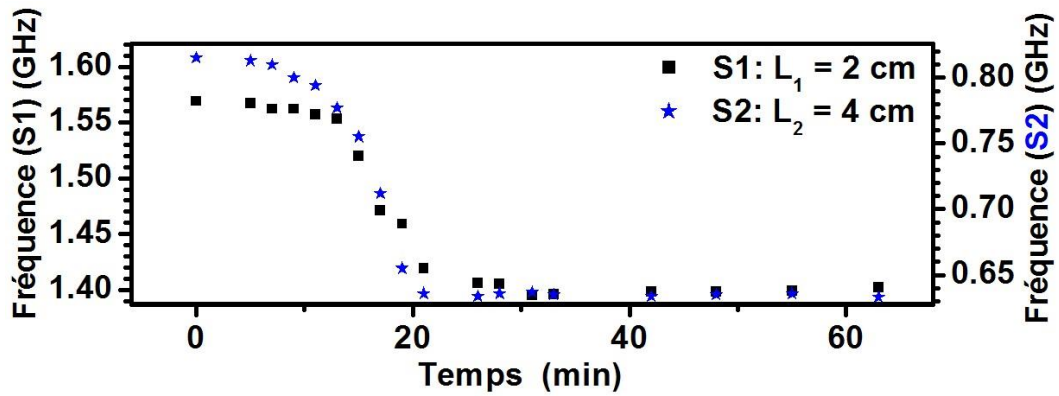


Figure IV.9: Variation de la fréquence de résonance des deux résonateurs en fonction du temps d'immersion

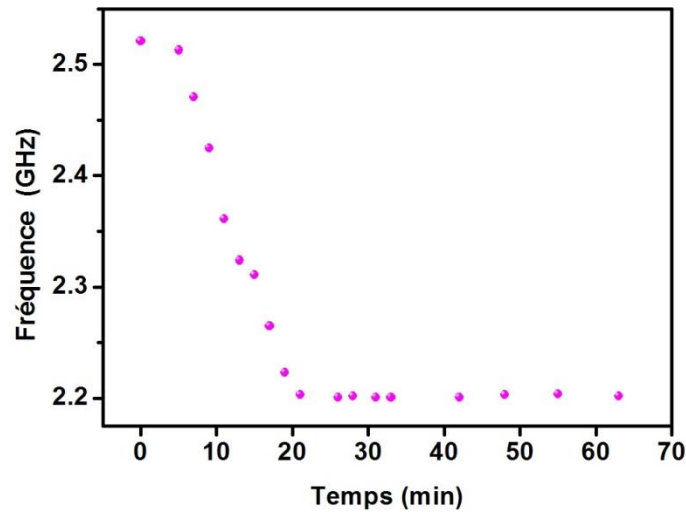


Figure IV.10: Variation de la fréquence de résonance du deuxième harmonique de S2 en fonction du temps d'immersion

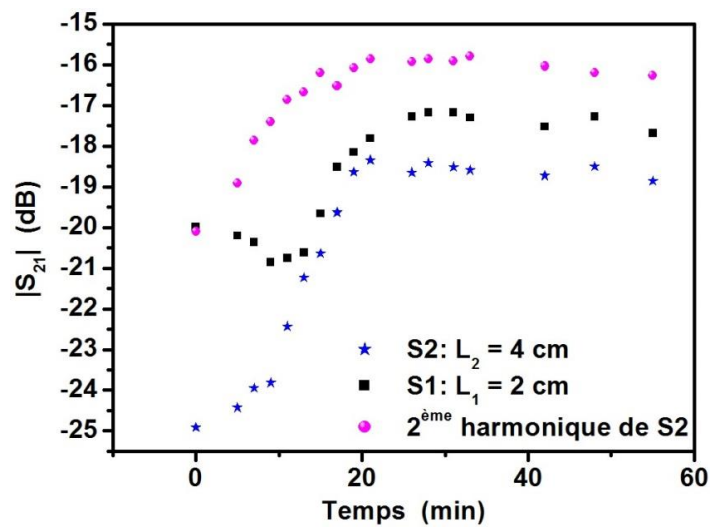


Figure IV.11: Variation des paramètres de transmission S<sub>21</sub> pour les résonateurs S1 et S2 et pour le deuxième harmonique de S2, en fonction du temps d'immersion



La Figure IV.11 présente le paramètre  $S_{12}$  mesuré à la fréquence de résonance. Comme nous pouvons le voir, les valeurs relatives à S2 augmentent dès le début des expériences. Par contre, pour le résonateur S1, une stabilisation de  $S_{12}$  est tout d'abord observée, puis une augmentation. Ces résultats confirment que l'absorption d'eau est ressentie plus tardivement pour S1 par rapport à S2. L'aspect non homogène en profondeur de l'absorption est ainsi clairement mis en évidence.

## I.2- Cas 2 : S1' + S2

Dans cette partie, nous proposons deux résonateurs localisés à la même profondeur dans le mortier. Pour cela, nous considérons un multirésonateur constitué de deux résonateurs possédant deux largeurs différentes: le premier stub S1' présente une largeur  $w_1 = 0.2$  mm alors que le second stub est identique au résonateur S2 du premier cas et donc possède une largeur  $w_2 = 1.5$  mm. Les résultats des simulations (Figure IV.1) indiquent que la région d'interaction semble être légèrement plus faible pour S1' que pour S2. Les simulations électromagnétiques réalisées pour les deux résonateurs dans l'air sont présentés sur la Figure IV.12. Le stub S2 garde sa fréquence de résonance de 1.024 GHz alors que le stub S1' présente une légère variation au niveau de sa fréquence de résonance qui passe de 2.032 GHz à 2.154 GHz. Cette différence s'explique par une variation de l'interaction entre le champ électromagnétique et l'air localisé au-dessus du résonateur.

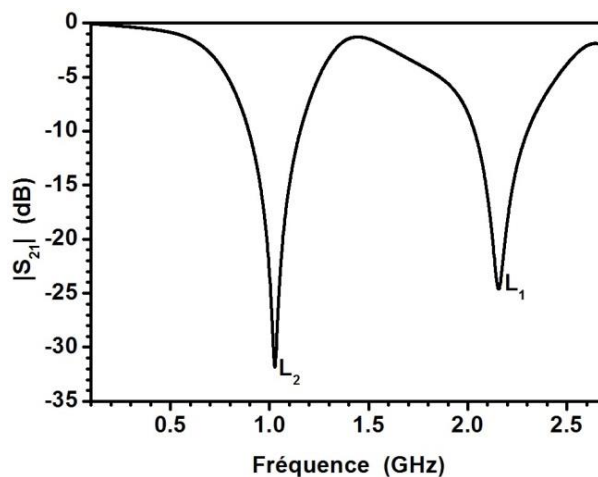
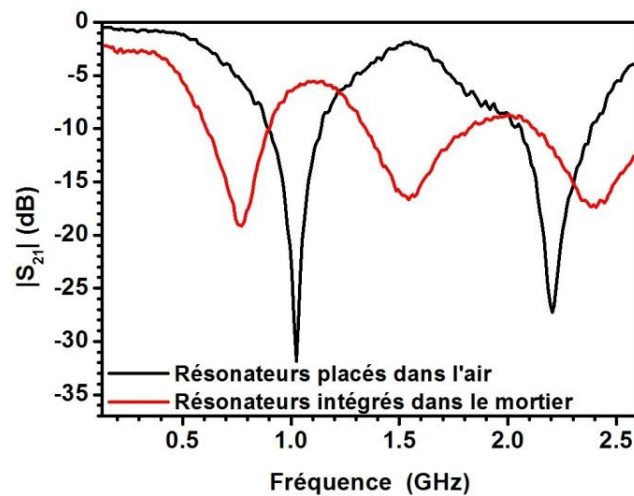


Figure IV.12: Résultats des simulations HFSS montrant la variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence des deux résonateurs utilisés

De la même façon que précédemment, le multirésonateur a été placé dans le bloc de mortier avec ici  $e = e' = 3.5$  cm (Figure IV.4). La Figure IV.13 compare les mesures du paramètre  $S_{12}$  avant et après insertion du multirésonateur dans le mortier. Les résultats sont en accord avec les simulations. En effet, le résonateur étant dans l'air, la résonance pour S2 est identique au cas 1, alors qu'un décalage vers les hautes fréquences est observé pour S1'. Après insertion du multirésonateur dans le mortier, comme dans le cas 1, nous assistons à une augmentation des pertes et un décalage des fréquences vers les basses fréquences.



**Figure IV.13 : Variations des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence de résonance, avant et après intégration des résonateurs dans le mortier**

De l'eau désionisée a été placée sur le dessus du bloc de mortier. Les variations du paramètre  $S_{12}$  au cours du temps d'immersion sont représentées sur la Figure IV.14. Comme dans le cas 1, la diffusion de l'eau dans le mortier entraîne un décalage fréquentiel des résonances vers les basses fréquences, ainsi que l'apparition de pertes. La Figure IV.15 présente l'évolution des fréquences de résonance en fonction du temps. Comme nous pouvons le remarquer, le temps de réponse des deux résonateurs est très différent. En effet, la variation fréquentielle s'opère plus rapidement sur S1' que sur S2. La Figure IV.16 présente le paramètre de transmission  $S_{21}$  mesuré à la résonance en fonction du temps d'immersion. La courbe relative à S1' montre une augmentation de  $S_{12}$  associée à la variation fréquentielle du résonateur, en accord avec les résultats obtenus sur le bloc de mortier précédent. Par contre, pour S2, une baisse puis une augmentation de  $S_{12}$  est observée. La diminution s'opère lors de la variation fréquentielle de S1', alors que l'augmentation est corrélée à la variation fréquentielle de

S2. Ce résultat indique l'influence d'un résonateur sur l'autre au niveau des amplitudes de  $S_{12}$  à la résonance.

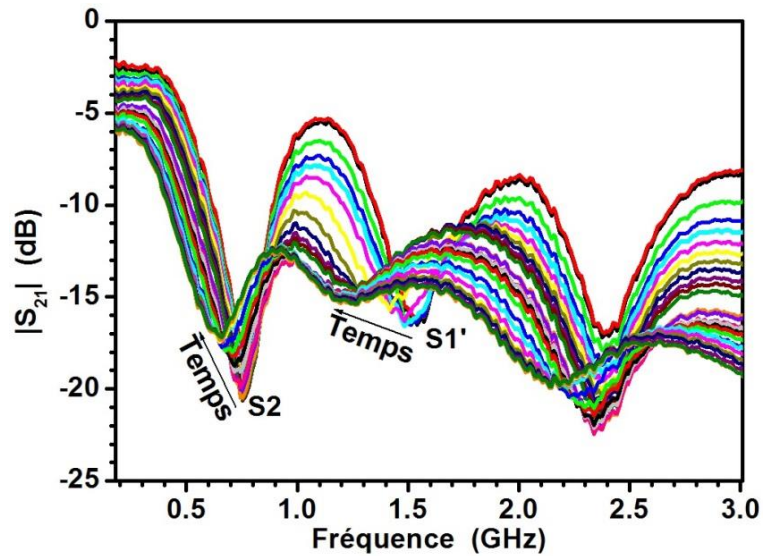


Figure IV.14: Caractérisation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction du temps d'immersion dans l'eau désionisée

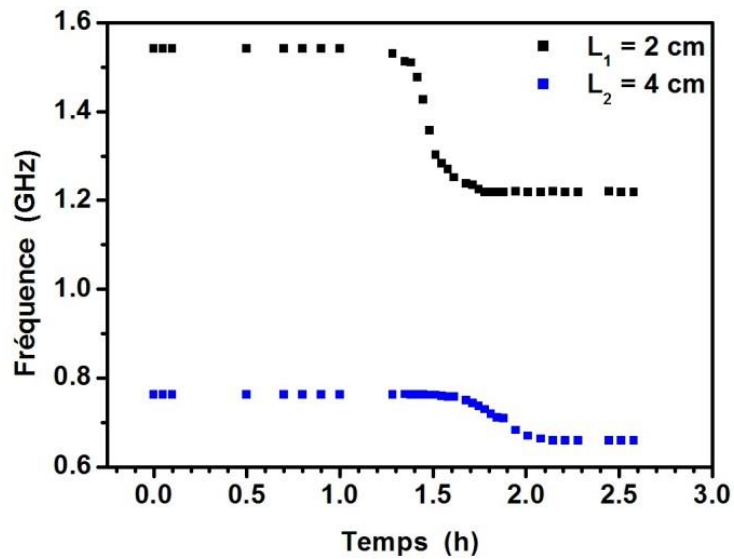


Figure IV.15: Variation de la fréquence de résonance en fonction du temps d'immersion pour chacun des deux résonateurs –  $\Delta f = 0.279$  GHz pour S1 (2 cm) et  $\Delta f = 0.115$  GHz pour S2 (4 cm)

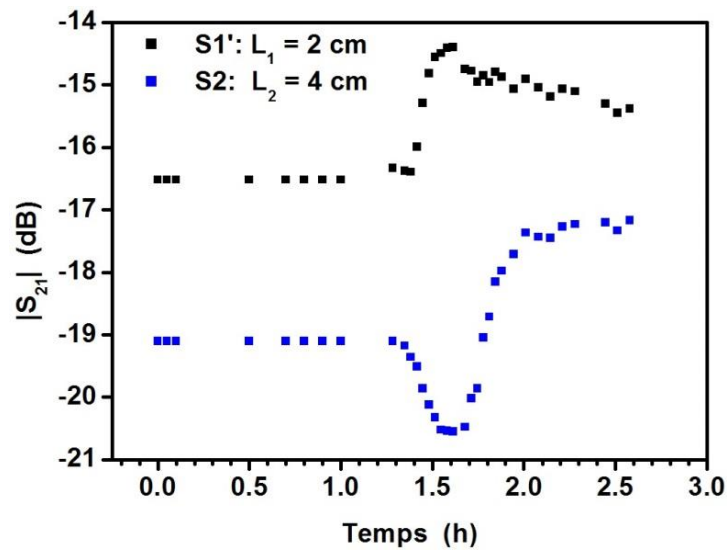


Figure IV.16: Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  des deux résonateurs S1' et S2, en fonction du temps d'immersion

Deux effets peuvent expliquer les temps de réponse différents observés sur les deux résonateurs : soit l'absorption de l'eau s'effectue de façon hétérogène, soit l'interaction entre le champ électromagnétique et le matériau est très différente pour les deux résonateurs. Grace aux simulations réalisées au début de ce chapitre, nous pouvons écarter la seconde solution. L'absorption non homogène de l'eau s'explique par la porosité du matériau comme le montre les Figure IV.17 et Figure IV.18. Comme nous pouvons le voir la porosité est nettement plus importante en surface (Figure IV.18) qu'à l'intérieur du bloc de mortier (Figure IV.17) où la trace laissée par les deux résonateurs est encore visible. Une porosité en surface plus importante du côté de S1' pourrait expliquer nos résultats (Figure V.18).



Figure IV.17: Photo montrant l'intérieur du bloc de mortier suite aux expériences réalisées

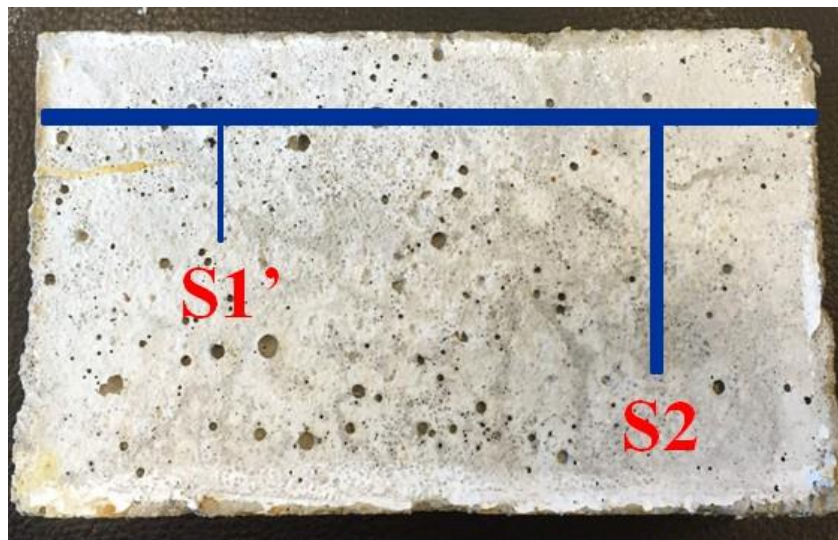


Figure IV.18: Photo montrant la face supérieure du bloc de mortier, par laquelle s'est effectuée la diffusion de l'eau

Une comparaison peut être réalisée sur les variations fréquentielles des résonateurs S1, S1' et S2 dans les deux blocs de mortier. Pour cela, les Tableau IV.1 et Tableau IV.2 donnent les fréquences mesurées dans le mortier avant et après absorption. Nous considérons que les résonateurs sont recouverts par une couche homogène de permittivité diélectrique  $\epsilon$ . Les simulations HFSS permettent alors, à partir de la fréquence, de remonter à la valeur de  $\epsilon$ . Ces valeurs sont présentées dans les Tableau IV.1 et Tableau IV.2. Avant absorption, les valeurs de  $\epsilon$  sont de 8 et 7.5 pour le premier bloc et de 8.6 et 9.5 pour le second. La légère différence entre les deux blocs de mortier

s'explique par un séchage légèrement différent dans les deux cas, et donc une valeur de permittivité diélectrique initiale différente. Après absorption de l'eau, les valeurs divergent fortement : 13.5 et 22 pour S1 et S2 dans le premier bloc de mortier. Cette différence contraste avec les temps de réponses très proches des deux résonateurs, S2 étant légèrement plus rapide car plus proche de la surface. Le changement de porosité entre la surface et l'intérieur du mortier peut expliquer ce résultat. Concernant l'absorption de l'eau dans le second bloc, malgré des temps de réponse très différents, les valeurs finales sont plus proches (18 et 22). L'ensemble de ces résultats ne peut s'expliquer que par la nature hétérogène de l'absorption.

**Tableau IV.1: Tableau montrant les variations fréquentielles des résonateurs S1 et S2 lorsqu'ils sont placés dans le mortier**

Cas 1	S1 ( $L_1 = 2$ cm)		S2 ( $L_2 = 4$ cm)	
	$f_r$ (GHz)	$\epsilon$	$f_r$ (GHz)	$\epsilon$
Avant immersion	1.583	8	0.813	7.5
Après immersion	1.403	13.5	0.642	22

**Tableau IV.2: Tableau montrant les variations fréquentielles des résonateurs S1' et S2 lorsqu'ils sont placés dans le mortier**

Cas 2	S1' ( $L_1 = 2$ cm)		S2 ( $L_2 = 4$ cm)	
	$f_r$ (GHz)	$\epsilon$	$f_r$ (GHz)	$\epsilon$
Avant immersion	1.538	8.6	0.76	9.5
Après immersion	1.246	18	0.643	22

## II. Diffusion de l'eau salée dans le cas 2

Cette partie présente la réponse du multirésonateur lorsque de l'eau salée (cas 2) a été placée sur la face supérieure du bloc de mortier. Les mesures du paramètre  $S_{12}$  en fonction du temps d'immersion sont représentées sur la Figure IV.19.

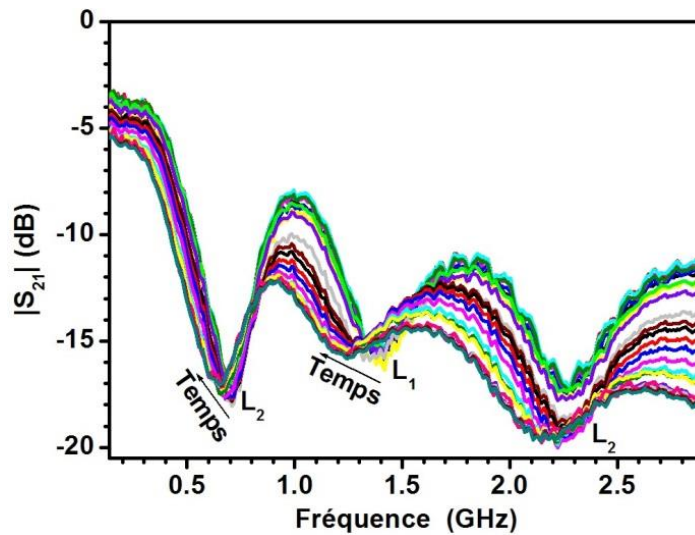


Figure IV.19: Caractérisation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction du temps d'immersion dans l'eau salée

Les décalages observés sur la figure sont présentés sur le graphique de la Figure IV.20.

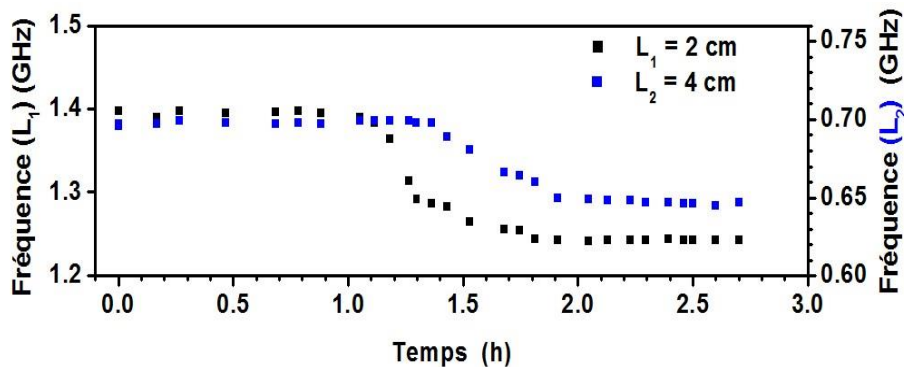


Figure IV.20: Variation de la fréquence de résonance en fonction du temps d'immersion pour chacun des deux résonateurs

Nous pouvons comparer les résultats avec ceux obtenus précédemment pour l'eau désionisée. Les décalages fréquentiels  $\Delta f$  sont de 0.14 GHz et 0.056 GHz pour les deux résonateurs  $S1'$  et  $S2$ . Les valeurs finales des fréquences après diffusion de l'eau sont : 1.240 GHz et 0.645 GHz. Nous constatons que ces dernières valeurs sont identiques à

celles obtenus pour la diffusion de l'eau désionisée. Les différences observées sur  $\Delta f$  sont expliquées par un mortier moins sec à l'instant initial.

Sur la Figure IV.21, nous comparons la réponse des deux résonateurs après diffusion de l'eau désionisée et de l'eau de mer dans le mortier. Nous ne constatons aucune différence entre les deux. Ceci peut s'expliquer par la faible teneur en ions chlorures dans le mortier après immersion. Les ions chlorures ne semblent pas avoir diffusés dans le mortier.

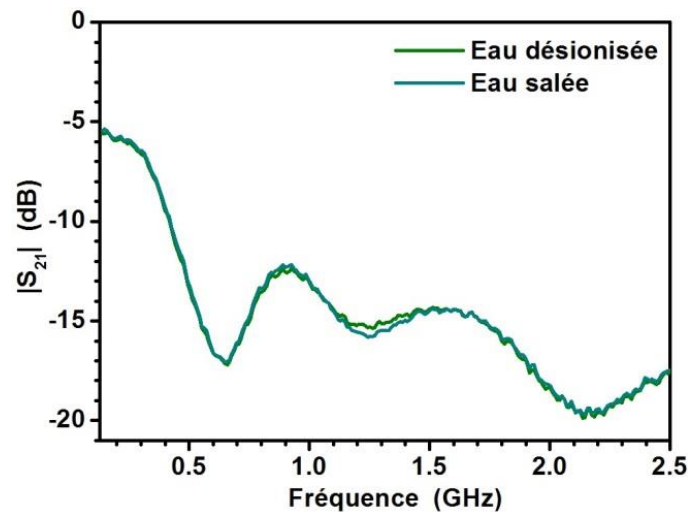


Figure IV.21: Comparaison des états finaux de chacun des deux résonateurs après immersion dans l'eau désionisée et l'eau salée

Afin de comprendre l'effet de la pénétration des ions chlorures sur les résultats RF, de l'eau salée a été déposée sur le dessus du bloc de mortier pendant une période de deux mois, tout en augmentant la quantité du chlorure de sodium. Les résultats obtenus sont représentés sur la Figure IV.22. Deux mois plus tard, nous observons une forte variation de la transmission du signal mais sans variation notable des fréquences de résonances. Nous pouvons en conclure que la présence des chlorures de sodium dans l'eau aboutit à l'augmentation des pertes des résonateurs, lorsqu'ils pénètrent dans le mortier. Ces pertes sont associées à une augmentation de la conductivité électrique du béton. Après rinçage et séchage du mortier, les résonateurs présentent leurs caractéristiques initiales, démontrant ainsi l'absence des ions chlorures.



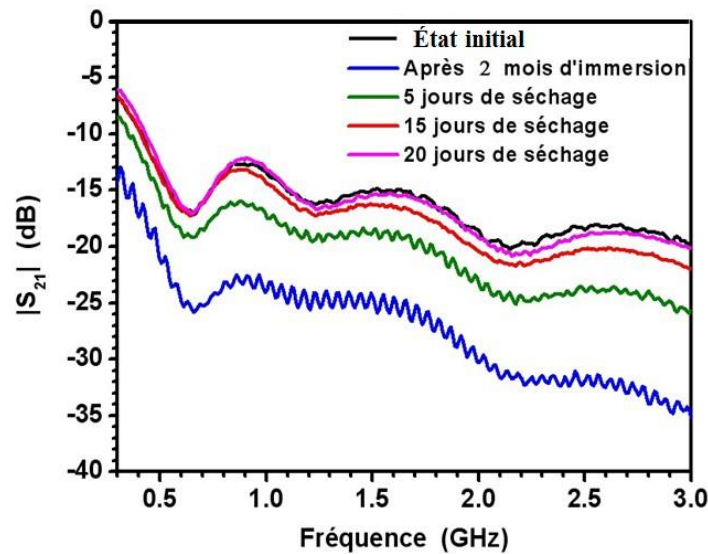


Figure IV.22: Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence de résonance des deux résonateurs S1 et S2, pendant une période d'immersion de deux mois dans l'eau extrêmement salée

### III. Conclusion

En conclusion, à partir de résultats issus de simulations, nous avons dans une première partie, développé des multirésonateurs destinés au suivi de l'absorption de l'eau dans le cas d'un processus non homogène. Cet aspect hétérogène a en effet été observé en épaisseur mais également dans le plan dans le cas de l'absorption de l'eau par du mortier. Comme nous le montrons dans une dernière partie, la détection d'ions chlorures est également réalisable grâce à la méthode proposée via l'observation de pertes supplémentaires associées à l'augmentation de la conductivité électrique du mortier, sans modification de la fréquence de résonance des résonateurs. Ceci n'est pas totalement compatible avec une variation de la fréquence de résonance souhaitée. Nous proposerons donc dans le chapitre suivant un résonateur dont la fréquence de résonance est sensible à la variation de conductivité électrique associée à la présence d'ions.

## Références Bibliographiques 4

[IV.1] Y. Lecieux, F. Schoefs, S. Bonnet, S. P. Lopes and M. Roche, “Quantification and uncertainty analysis of a structural monitoring device: detection of chloride in concrete using DC electrical resistivity measurement”, 7th European Workshop on Structural Health Monitoring, Nantes, July 2014.

[IV.2] R. P. Spragg, C. Villani, J. Weiss, S. Jones, D. P. Bentz and K. A. Snyder, “Surface and Uniaxial Electrical Measurements on Layered Cementitious Composites having Cylindrical and Prismatic Geometries”, 4<sup>th</sup> International Conference on the Durability of Concrete Structures, USA, July 2014.

[IV.3] G.A. Kouzaev, M.J. Deen and N.K. Nikolova, “A parallel-plate waveguide model of lossy microstrip lines”, IEEE Microwave and Wireless Components Letters, Vol. 15, n°1, pp.27-29, 2005.





## **Chapitre 5 : Développement de résonateurs sensibles au potentiel de corrosion et à la présence d'ions**



Les chapitres précédents portaient sur le contrôle de l'absorption de l'eau dans les matériaux diélectriques par des résonateurs RF. Ceci est crucial afin de bien déterminer le début de la dégradation de ce type de matériaux ainsi que la corrosion des métaux métalliques qui y sont insérés. Dans ce cadre, des applications au niveau de la corrosion des métaux sous peintures ou encore de la corrosion et dégradation des bétons ont été envisagées.

Cependant, afin de maîtriser le mieux possible le vieillissement des infrastructures, la détection ou la mesure d'autres paramètres est également pertinente. Pour cela, nous présenterons dans cette partie deux résonateurs pouvant compléter les mesures réalisées précédemment. Dans une première partie, un résonateur sensible à une variation du potentiel de corrosion des matériaux ou OCP (*Open Circuit Potential*) est décrit. Des expériences menées sur la passivation de l'acier et sur la dégradation des peintures seront présentées. Dans une seconde partie, l'objectif concernera la détection de sels dissouts dans l'eau. Nous nous focaliserons tout particulièrement sur la présence de NaCl du fait de la forte influence des chlorures sur le processus de la corrosion des métaux.

## **I. Conception d'une structure HF sensible à l'OCP**

L'objectif de cette partie est de transformer une variation de tension associée à l'OCP en une variation fréquentielle.

### **I.1- Principe du capteur et simulations HFSS**

Pour cela, nous conservons un résonateur micro-ruban identique à ceux décrits précédemment ( $w = 1.5$  mm) sur un substrat FR4. Le décalage fréquentiel sera obtenu en associant une capacité variable, liée à la masse, à l'extrémité du stub (Figure V.1 (a)). La modification de la valeur de la capacité va induire une variation au niveau de la fréquence de résonance du stub. Nous représentons sur le graphique de la Figure V.1 (b), l'évolution des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence, pour différentes valeurs de la capacité. La longueur du stub a été fixée à  $L = 5$  cm.

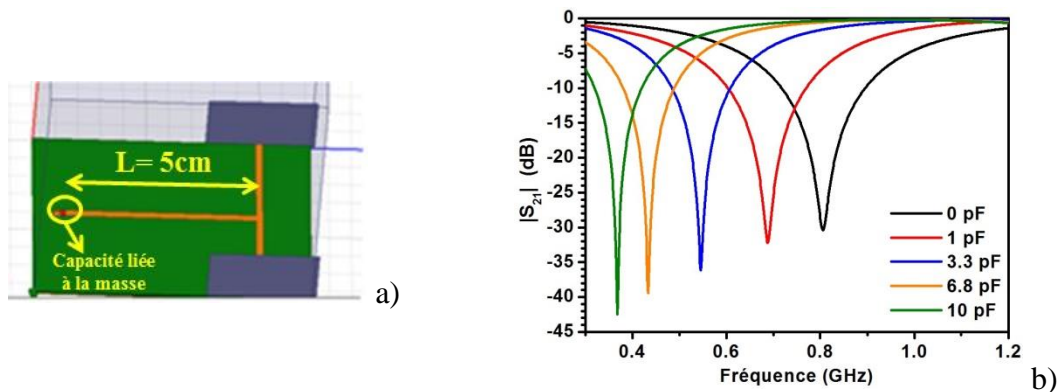


Figure V.1: a) Capacité associée au bout du stub, b) Variation des paramètres de transmissions  $S_{21}$  en fonction de la valeur de la capacité associée

Nous observons un décalage fréquentiel vers les basses fréquences au fur et à mesure que la valeur de la capacité augmente. Une augmentation de la valeur de la capacité de 1 pF à 10 pF aboutit à un décalage fréquentiel allant de 0.687 GHz jusqu'à 0.368 GHz.

## I.2- Mesures expérimentales

Afin de confirmer les résultats obtenus théoriquement, des mesures expérimentales ont été réalisées grâce à un boîtier de type USRP N200 (*Universal Software Radio Peripheral*). Nous présentons sur la Figure V.2 (a), le résonateur stub sur lequel nous avons rajouté la capacité.

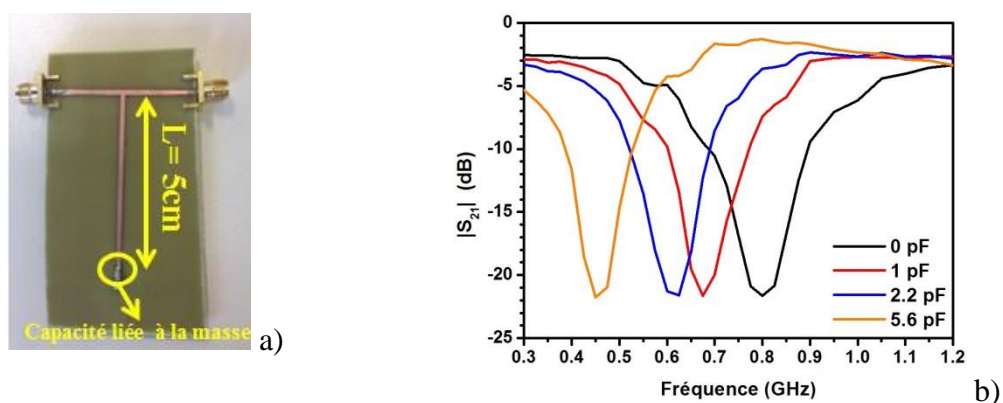


Figure V.2: a) Stub réalisé par photolithographie, b) Mesures expérimentales des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence

La Figure V.2 (b) nous présente la variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de la capacité. Nous observons un décalage fréquentiel vers les basses fréquences lorsque la valeur de la capacité utilisée



augmente : le passage d'une capacité d'une valeur de 1 pF à une capacité de 5.6 pF, aboutit à un décalage fréquentiel allant de 0.678 GHz jusqu'à 0.454 GHz. Ces mesures confirment les simulations réalisées précédemment.

### I.3- Résonateur sensible à l'OCP

Afin de réaliser le résonateur sensible à l'OCP, nous considérons un stub de longueur  $L = 1.7$  cm associé une capacité variable : varicap. L'élément sensible a été conçu pour présenter une résonance « moyenne » à 433 MHz en vue d'une utilisation future du capteur dans cette bande ISM.

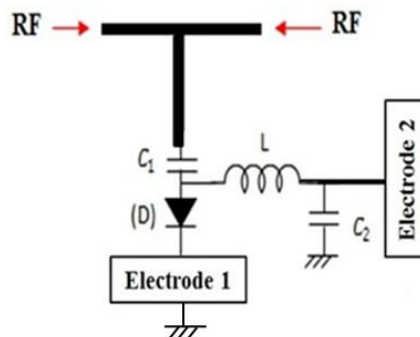


Figure V.3: Architecture de l'élément sensible

La varicap utilisée dans l'élaboration de l'élément sensible est la SMV1249 (Skyworks) polarisée en inverse, dont l'évolution de la capacité en fonction de la tension inverse est présentée sur la Figure V.4.

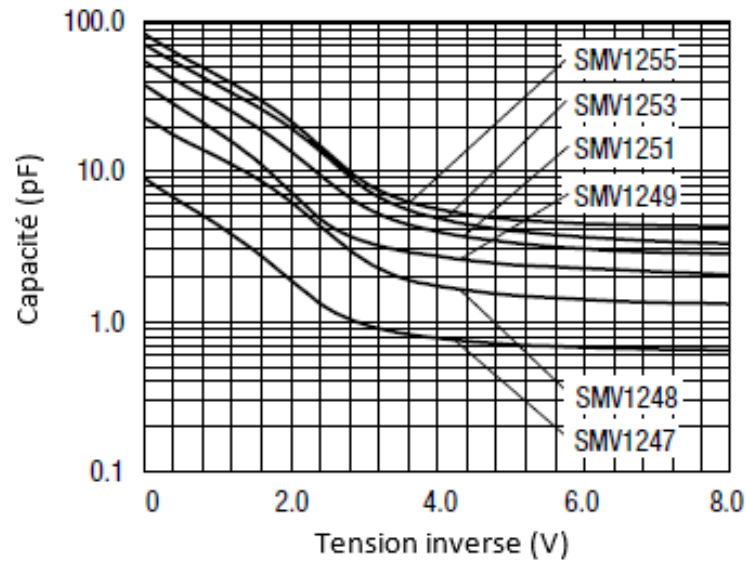


Figure V.4: Variation de la capacité de la varicap utilisée (SMV1249) en fonction de la tension inverse

Cette varicap a été associée à des composants passifs : deux capacités  $C_1$ ,  $C_2$  et une inductance  $L$ . Des simulations ont été réalisées sur ADS (*Advanced Design System*) pour étudier le comportement des capacités et de la bobine présentes dans le circuit et ainsi fixer leurs valeurs à  $C_1 = 120$  pF,  $C_2 = 47$  nF et  $L = 47$  nH. La capacité  $C_1$  de 120 pF a pour but de laisser passer le signal RF et bloquer le courant continu en basse fréquence : elle joue alors, le rôle d'un filtre passe haut. L'inductance  $L$  de 47 nH joue le rôle inverse : elle bloque le signal RF et laisse passer le signal en basse fréquence : comportement d'un filtre passe bas.

#### I.4- Suivi de la passivation de l'acier inoxydable

Dans un électrolyte tel que l'eau pure ou l'eau de mer, la corrosion peut être considérée comme un procédé électrochimique. Dans ce cas, les métaux en contact avec l'électrolyte présentent un potentiel électrique spécifique. Ce paramètre dépend de plusieurs paramètres environnementaux tels que le pH, le taux d'oxygène dissous,.... Pour les matériaux passivés, tels que l'acier inoxydable et l'aluminium, l'évolution du potentiel en fonction du temps fournit des informations sur la corrosion ou sur l'état de passivation. En effet, lorsque le matériau est protégé par une couche de passivation, le potentiel est relativement élevé, tandis que lorsque la corrosion se produit, une chute de

potentiel est enregistrée. Le potentiel est donc un paramètre intéressant permettant de suivre le processus de corrosion.

#### I.4.1- Suivi de la passivation de l'acier inoxydable par rapport à une électrode de référence calomel saturé Hg / Hg<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>

Le potentiel de corrosion d'une électrode de travail constituée d'acier inoxydable 316L a été mesuré par immersion dans l'eau de mer stérile par rapport à une électrode de référence calomel saturé Hg/Hg<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>. Le dispositif expérimental est présenté sur la Figure V.5 (a). Comme nous pouvons l'observer sur le graphique de la Figure V.5 (b), une augmentation du potentiel de corrosion, en fonction de la durée d'immersion, est clairement visible de -0,3 V à +0,02 V. Ce comportement a été observé et détaillé par Landoulsi *et al.* [2.11] : un anoblissement du potentiel de corrosion est observé en raison de la formation d'une couche de passivation au niveau de la surface de l'acier.

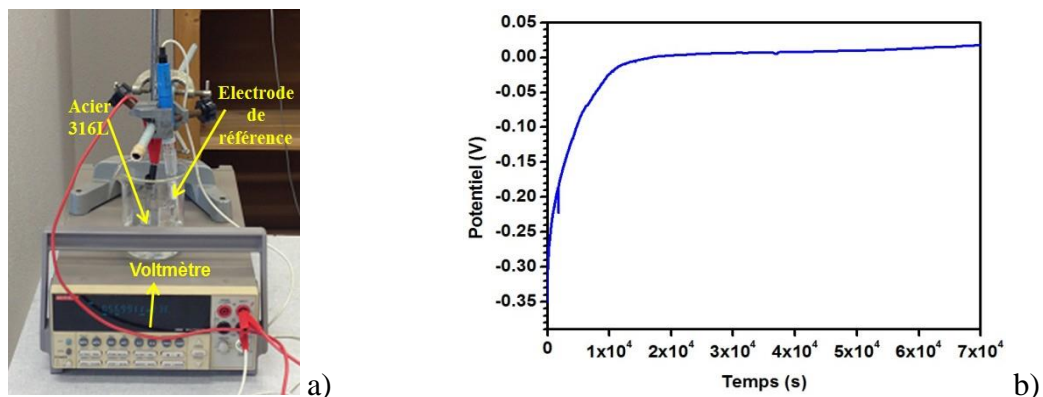


Figure V.5: a) Dispositif expérimental de la mesure du potentiel de corrosion de l'acier inoxydable, b) Variation du potentiel de corrosion en fonction du temps d'immersion

Par conséquent, la variation de la tension observée ne correspond pas à la plage d'utilisation de la diode utilisée (0 / 15 V). Pour polariser la varicap en inverse, l'électrode de référence Hg/Hg<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> sera remplacée, dans la suite du travail, par une électrode en zinc.

#### I.4.2- Suivi de la passivation de l'acier inoxydable par rapport à une électrode de référence en zinc

La mesure de la passivation de l'acier inoxydable a été ensuite réalisée par le résonateur RF représenté sur Figure V.6 (a). Les électrodes 1 et 2 représentent, respectivement, l'acier inoxydable 316 L et l'électrode en zinc. L'électrode de référence

est alors celle en zinc ; elle est considérée comme étant une pseudo-électrode de référence grâce à sa bonne stabilité potentielle dans l'eau de mer ( $-1030 \pm 30$  mV/SCE (cf. chapitre I)). Les deux électrodes sont immergées dans de l'eau de mer, tout en protégeant la partie du résonateur présentée sur la Figure V.6 (a).

Expérimentalement, le potentiel de corrosion de l'acier inoxydable a été mesuré au cours de son immersion dans l'eau de mer ainsi que les paramètres de transmission  $S_{21}$ .

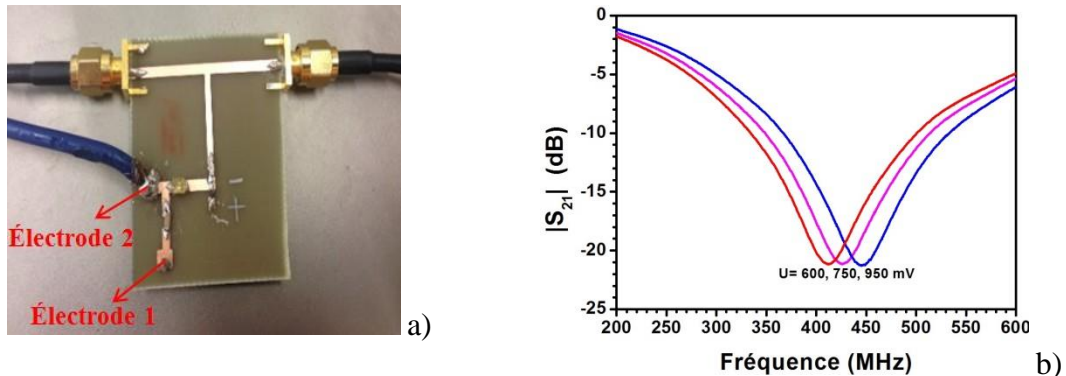


Figure V.6: a) Image du résonateur développé, b) Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction du potentiel de corrosion de l'acier

Le potentiel électrochimique du zinc est de  $-980$  mV tandis que celui de l'acier de  $-400$  mV : lorsque les deux matériaux sont placés dans la solution, la différence de potentiel entre les deux matériaux est de  $580$  mV. Le graphique de la Figure V.6 (b) nous permet d'observer un décalage fréquentiel allant de  $410$  MHz jusqu'à  $445$  MHz, associé à une augmentation du potentiel de corrosion de l'acier d'une valeur de  $600$  mV ( $-430$  mV/SCE) à  $950$  mV ( $-80$  mV/SCE). Nous pouvons confirmer, d'après les résultats présentés dans cette partie, l'efficacité de l'élément sensible au potentiel de corrosion.

Par contre, d'après la Figure V.6 (b), la méthode proposée présente des limites au niveau de sa sensibilité. Pour l'améliorer, nous pouvons envisager l'augmentation de la variation de la capacité de la diode, par une mise en parallèle de deux varicap, comme le montre la Figure V.7.

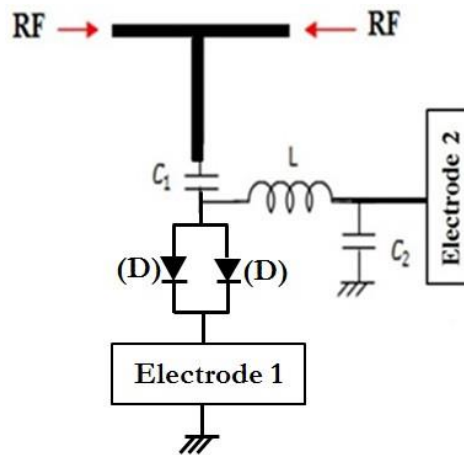


Figure V.7: Architecture du capteur proposé pour améliorer la sensibilité de la méthode

La méthode proposée dans ce chapitre, peut être également utilisée pour mesurer des densités de courant de corrosion. Pour cela, des modifications ont été apportées à l'architecture du capteur proposé : une résistance électrique  $R_{shunt}$  est ajoutée entre les deux électrodes 1 et 2 (Figure V.8). La valeur de la résistance doit être adaptée de façon à ce qu'elle puisse produire une tension qui correspond à celle de la diode varicap.

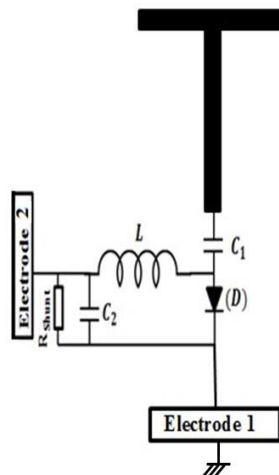


Figure V.8 : Architecture du capteur dédié à la mesure du courant galvanique

Des mesures ont été réalisées en immergeant l'acier inoxydable (électrode 1) et le zinc (électrode 2) dans l'eau de mer pendant une semaine. Une résistance  $R = 1 \text{ K}\Omega$  a permis d'observer une variation de la différence de potentiel allant de 400 à 300 mV. Ce type de variation de tension, d'après la Figure V.4, doit permettre d'obtenir une variation fréquentielle. Cependant, afin d'optimiser la variation fréquentielle, la résistance doit être ajustée en fonction de la nature des deux métaux utilisés, ainsi que de l'électrolyte.

## I.5- Contrôle de la dégradation de revêtements appliqués sur l'acier inoxydable

L'élément sensible développé ci-dessus, nous a également permis de suivre en temps réel la dégradation de revêtements appliqués sur l'acier inoxydable. Dans ce cas, les deux électrodes 1 et 2 sont constituées, respectivement, d'acier revêtu d'un revêtement à base d'époxy d'épaisseur environ 100  $\mu\text{m}$  et de zinc puis sont immergées dans l'eau de mer. Dans un premier temps, une caractérisation RF a été réalisée pour montrer l'effet du revêtement de l'acier sur la réponse du résonateur. Nous représentons sur le graphique de la Figure V.9, la variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence, pour l'acier nu puis pour l'acier revêtu de la peinture à base d'époxy.

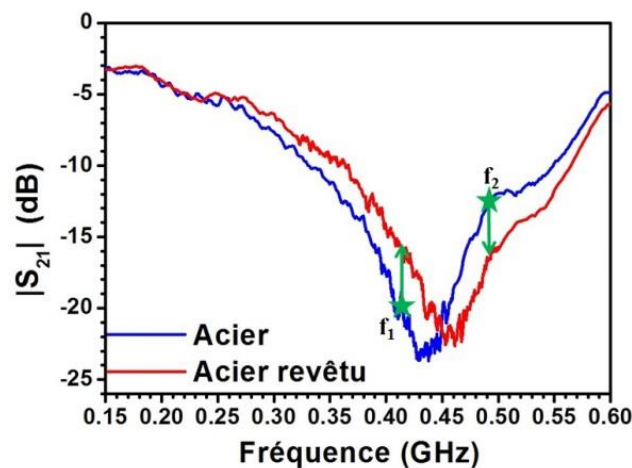


Figure V.9: Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence, pour l'acier non revêtu (courbe bleue) et l'acier revêtu (courbe rouge)

D'après le graphique ci-dessus, un déplacement de la résonance vers les hautes fréquences est clairement visible : passage de 433 MHz à 457 MHz lorsque nous appliquons le revêtement sur l'acier. Ce décalage fréquentiel, est expliqué par l'augmentation du potentiel de corrosion de l'acier suite à l'application du revêtement protecteur. Dans le but de surveiller la dégradation du revêtement ou son efficacité contre la corrosion, nous avons choisi d'effectuer la caractérisation RF en suivant l'évolution du signal à deux fréquences (marquées en vert sur la Figure V.9) :  $f_1 = 415$  MHz et  $f_2 = 480$  MHz. Ces deux fréquences ont été choisies du fait de leur position de part et d'autre de la résonance.

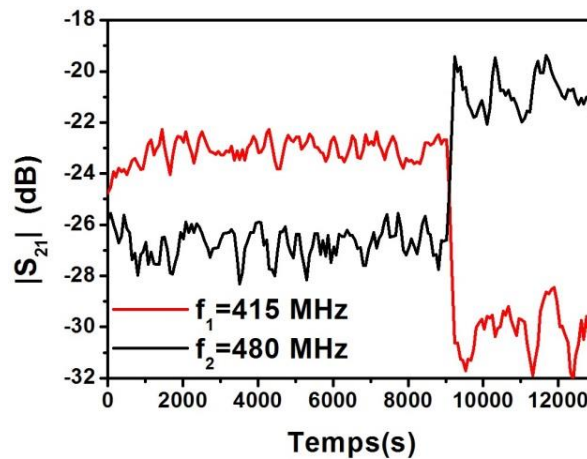


Figure V.10: Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction du temps d'immersion à  $f_1 = 415$  MHz et  $f_2 = 480$  MHz

Le graphique de la Figure V.10, présente la variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la durée d'immersion dans l'eau de mer. Lorsque l'acier revêtu est immergé dans l'eau de mer, les niveaux de transmission à  $f_1$  et  $f_2$  sont de -23 et -27 dB, respectivement. Après 2.5 h d'exposition, la couche de revêtement a été endommagée mécaniquement à l'aide d'une petite aiguille (rayure de largeur  $\sim 1$  mm). Nous remarquons que le défaut réalisé au niveau du revêtement conduit à une diminution de  $S_{21}$  (passage de -23 dB jusqu'à -31 dB) à la fréquence  $f_1$  et à une augmentation de  $S_{21}$  (passage de -27 dB jusqu'à -20 dB) pour  $f_2$ . Ces changements sont expliqués par un déplacement de la résonance et donc une modification du potentiel de corrosion.

Notons que dans ce cas, la technique permet de surveiller des revêtements de très faibles épaisseurs. En effet, contrairement au chapitre précédent, nous ne considérons pas ici l'interaction entre le champ électromagnétique et le matériau.

Les résultats obtenus dans cette partie, nous permettent de confirmer la possibilité de suivre la dégradation d'un matériau grâce à une méthode radiofréquence capable de détecter le changement du potentiel de corrosion d'une structure bien déterminée.

## **II. Détection de la présence d'ions calcium et sodium dans les matériaux**

L'eau de mer est essentiellement constituée de sels de NaCl dissouts dans de l'eau à environ 3% massique. L'impact de ces ions chlorures est important au niveau de la corrosion des métaux et également sur la dégradation des bétons armés. Dans ce contexte, l'objectif de cette partie concerne la détection de ces sels par un élément RF passif. Dans un premier temps, nous caractériserons les propriétés hyperfréquences de solutions salines. Ensuite, nous étudierons l'évolution d'un résonateur placé dans une solution dans laquelle la concentration en ions change. Comme nous le verrons, il sera possible d'associer une variation de la fréquence de résonance d'un résonateur à la concentration en NaCl de la solution. Cependant, la sensibilité aux ions n'est pas assurée par cette méthode. Dans un second temps, nous proposerons donc de développer un matériau sensible aux ions présents dans une solution. Nous étudierons alors les effets RF associés à l'interaction entre ce matériau, l'alginate de calcium, et une solution riche en NaCl ou encore en  $H^+$  (HCl).

### **II.1- Propriétés hyperfréquences de l'eau salée**

Il est dans un premier temps nécessaire de caractériser les propriétés radiofréquences des solutions mises en jeux. Pour cela, nous avons utilisé la méthode en sonde coaxiale HP8570, détaillée dans l'annexe 3, spécialement conçue pour la mesure de la permittivité complexe des liquides. Ceci a été réalisé en collaboration avec A. Chevalier (LABSTICC/UBO). Sur les Figure V.11 et Figure V.12, nous présentons les parties réelles et imaginaires de la permittivité diélectrique de l'eau et de l'eau salée mesurées par la sonde coaxiale. La concentration en NaCl dans l'eau correspond à celle de l'eau de mer (30 g/l).



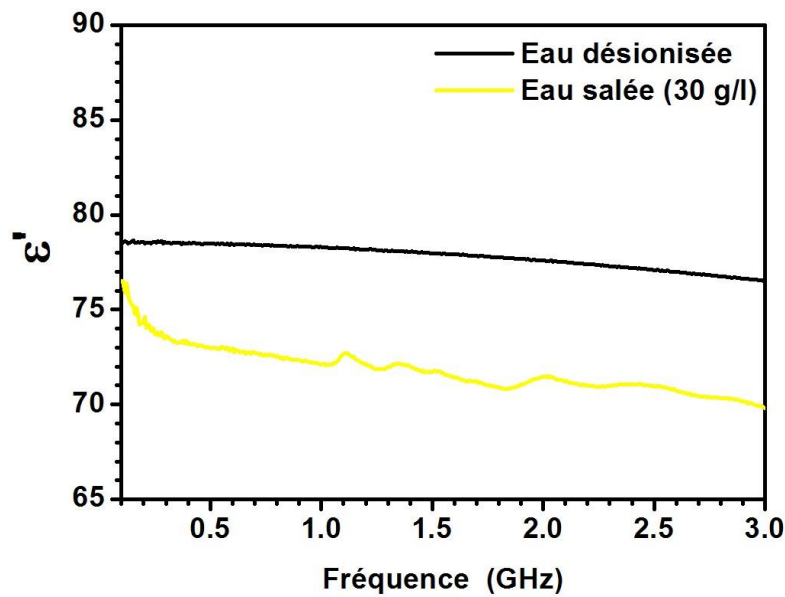


Figure V.11: Variation de la partie réelle de la permittivité diélectrique de l'eau désionisée et l'eau salée

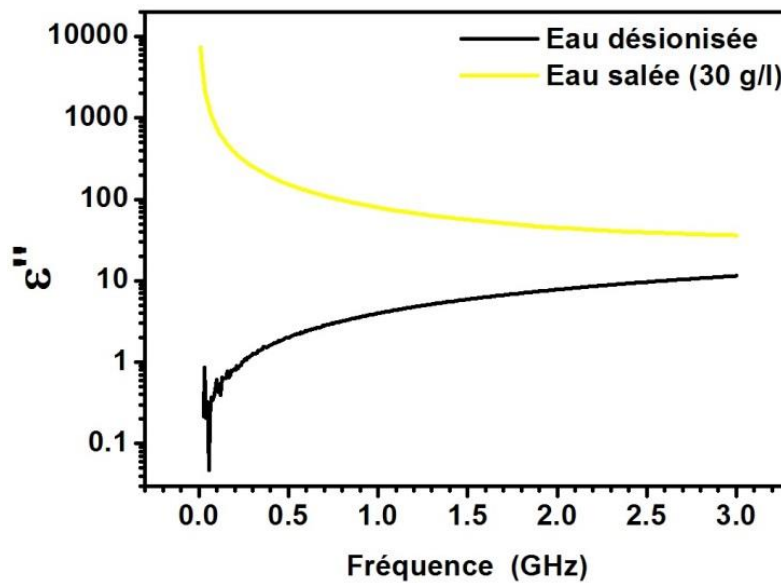


Figure V.12: Variation de la partie imaginaire de la permittivité diélectrique de l'eau désionisée et l'eau salée

Les résultats obtenus sur l'eau pure montrent une légère décroissance de la partie réelle et une augmentation de la partie imaginaire avec la fréquence. Ces résultats s'expliquent par le modèle de Debye qui suppose l'interaction entre des dipôles identiques et indépendants. Dans ce cas, la permittivité diélectrique est donnée par la relation :

$$\epsilon_r^*(\omega) = \epsilon_\infty' + (\epsilon_S' - \epsilon_\infty') / (1 + j\omega\tau) \quad \text{Equation V.1}$$

où :

- $\epsilon'_S$  est la permittivité diélectrique statique
- $\epsilon'_\infty$  est la permittivité diélectrique pour une fréquence infinie
- $\tau$  est le temps de relaxation des dipôles

Notons qu'afin de représenter parfaitement les mesures, il est souvent nécessaire de considérer soit des modèles légèrement différents comme Cole-Cole ou Cole-Davidson, ou encore le modèle proposé par Beneduci [V.1].

La présence de NaCl dans l'eau est accompagnée d'une légère diminution de la partie réelle (Figure V.11). Par contre, comme nous pouvons l'observer sur la Figure V.12, la différence essentielle entre l'eau désionisée et l'eau salée concerne une forte augmentation de la partie imaginaire de la permittivité diélectrique. En outre, au lieu d'observer une augmentation de  $\epsilon''$  avec la fréquence, une baisse est clairement mise en évidence. Afin d'expliquer ce résultat, nous devons tenir compte de la contribution de la conduction ionique à  $\epsilon''$ . Ce terme s'écrit :

$$\epsilon''_{\sigma} = \frac{\sigma}{2\pi f \epsilon_0} \quad \text{Equation V.2}$$

où :

- $\sigma$  représente la conductivité ionique du liquide.
- $\epsilon_0$  est la permittivité diélectrique du vide.

La présence de NaCl dans l'eau se traduit donc par une forte augmentation de conductivité ionique de l'électrolyte (par rapport à l'eau pure). Du fait des fortes pertes dans le milieu, elles impactent l'impédance caractéristique et la constante de propagation dans le cas d'une ligne de transmission. Ainsi le raisonnement basé sur le modèle simple RLC (chapitre III, paragraphe II.2) pour un résonateur n'est plus correcte, où seule une modification du facteur de qualité est attendue.

## **II.2- Détection du chlorure de sodium en solution**

Afin d'évaluer l'effet des sels de NaCl dans une solution sur la propagation des ondes électromagnétique dans un résonateur RF, nous considérons le stub développé

dans le chapitre III au-dessus duquel une cuve, permettant de recevoir les différentes solutions, a été placée. Le dispositif expérimental est présenté sur la Figure V.13.



Figure V.13: Résonateur stub en contact avec les solutions/ gels, placé(e) dans la cuve

Des simulations électromagnétiques ont été réalisées en prenant un matériau de forme cylindrique (même forme et même localisation que la cuve) de diamètre  $D = 3$  cm et d'épaisseur 1 cm, déposé sur le résonateur. L'objectif est d'étudier l'effet de fortes pertes, comme celles observées sur la Figure V.12, sur la propagation des ondes électromagnétiques. Les simulations consistent à varier les pertes associées au matériau en changeant la valeur du  $\tan \delta$  et en conservant  $\epsilon$  fixe. Deux permittivités relatives du matériau ont été considérées :  $\epsilon = 3$  (valeur correspondante à un matériau de type revêtement) et  $\epsilon = 80$  (valeur qui correspond à la permittivité de l'eau). Ces valeurs très différentes ont été choisies afin d'établir l'influence de la variation de la partie réelle sur la propagation des ondes. Nous représentons sur les graphiques de la Figure V.14, la variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  obtenue pour chacun des deux cas.

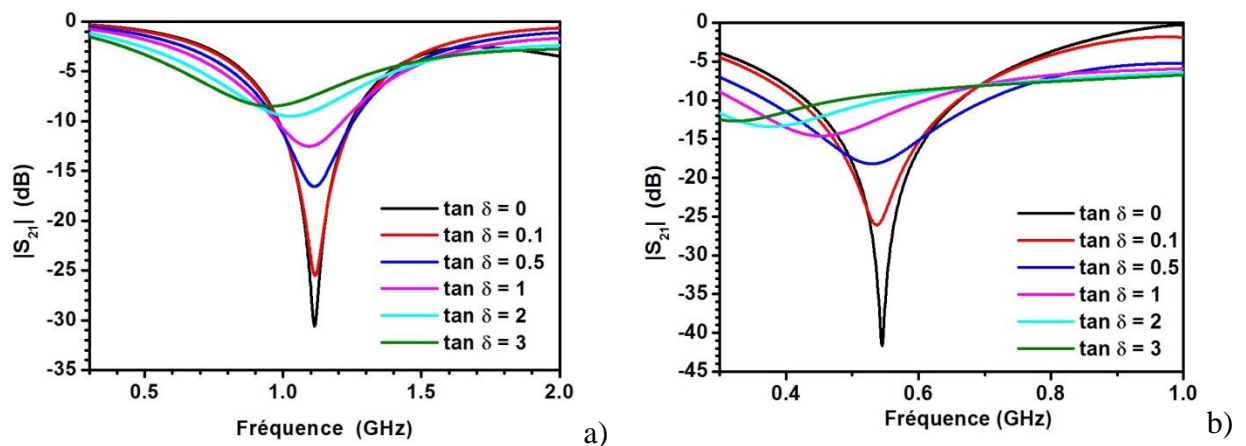


Figure V.14: Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction des pertes associées au matériau couvrant le résonateur pour a)  $\epsilon = 3$  et b)  $\epsilon = 80$

Les graphiques montrent une variation fréquentielle enregistrée à partir de  $\tan \delta = 2$  dans le cas où la permittivité du matériau est de 3 et à partir de  $\tan \delta = 0.1$  pour  $\epsilon = 80$ . Ceci signifie que l'augmentation des pertes associées au matériau aboutit à un décalage fréquentiel vers les basses fréquences, d'autant plus important que la permittivité du matériau est forte. Ce comportement est également observé par Krupka [V.2] qui montre un décalage fréquentiel lié à la partie imaginaire de la permittivité, lorsqu'il s'agit de fortes valeurs de permittivités diélectriques.

Afin de valider expérimentalement les résultats, la cuve a été remplie par de l'eau désionisée. Le degré de salinité de l'eau a été modifié en variant le taux du chlorure de sodium de 10 g/l jusqu'à 60 g/l. A chaque valeur, des mesures des paramètres de transmission  $S_{21}$  ont été réalisées. Les résultats présentés sur la Figure V.15 montrent, en accord avec les simulations (Figure V.14), un décalage fréquentiel vers les basses fréquences lorsque le degré de salinité augmente. En effet, la fréquence de résonance du stub passe de 0.5 GHz jusqu'à 0.393 GHz lorsque le degré de salinité augmente de 10 g/l à 60 g/l. Outre cette variation, nous observons une augmentation de la transmission (entre l'eau pure et 10 g/l) puis une baisse.

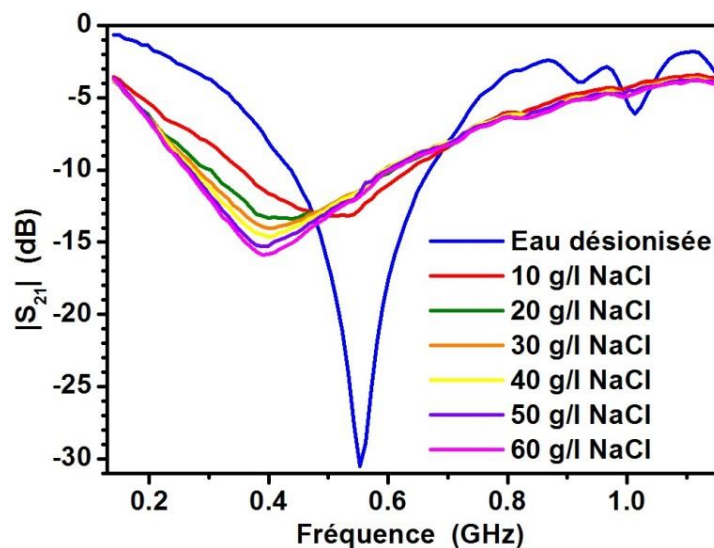


Figure V.15: Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction du degré de salinité de l'eau

Le résultat observé ci-dessus, dépendant de la conductivité ionique de la solution, peut-être à priori obtenu en utilisant d'autres types d'ions. A titre d'exemple, nous présentons les mesures réalisées sur de l'eau en diminuant le pH par ajout d'acide chlorhydrique (HCl). Les acquisitions des paramètres de transmission  $S_{21}$  ont été réalisées tout au long des expériences, tout en mesurant, en parallèle, le pH de la solution.

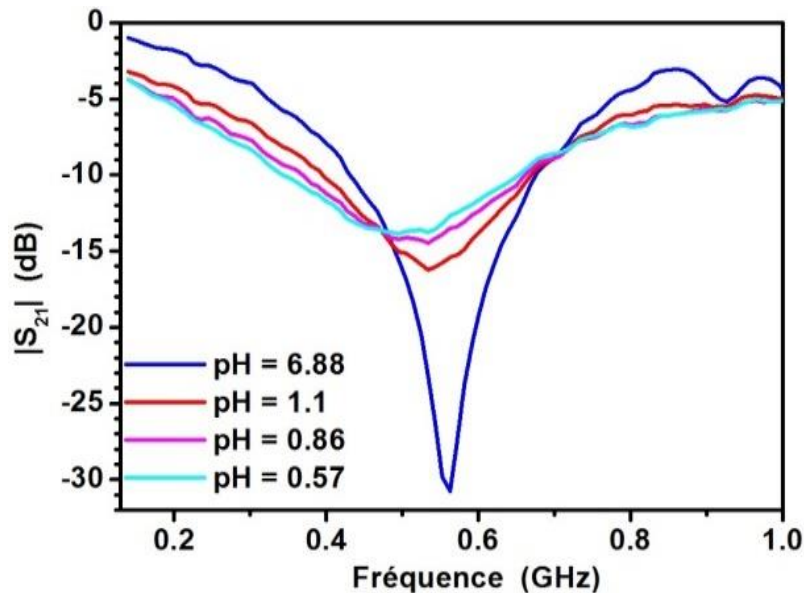


Figure V.16: Caractérisation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction du pH de la solution

Nous représentons sur le graphique de la Figure V.16, la variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence de résonance lorsque nous avons incorporé les gouttes d'acide à la cuve d'eau. Comme nous pouvons le voir, un comportement similaire à celui observé précédemment est obtenu. Nous pouvons remarquer un décalage fréquentiel, représenté sur la Figure V.17, allant de 0.558 GHz jusqu'à 0.494 GHz lorsque le pH de la solution diminue de 6.88 à 0.57. Ce décalage est accompagné d'une variation de l'amplitude minimale de  $|S_{21}|$  qui passe de -30.91 dB jusqu'à -13.91 dB, pour une même variation du pH.

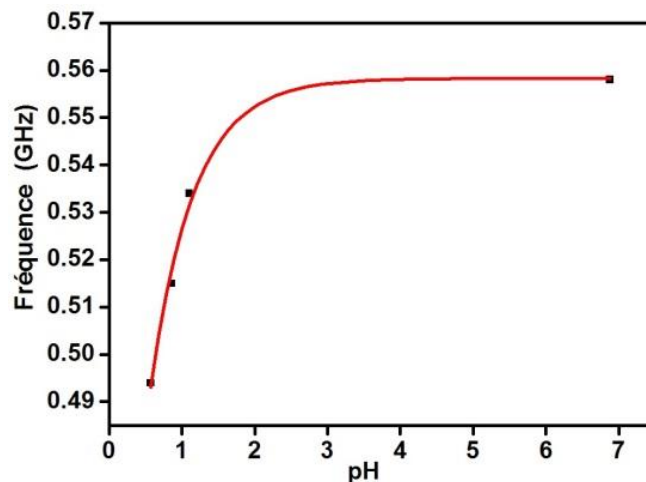


Figure V.17: Variation de la fréquence de résonance en fonction du pH de la solution

Des résultats similaires sont donc observés pour des solutions contenant du NaCl et HCl. Ils s'expliquent dans les deux cas par une augmentation de conductivité ionique de la solution. Cette méthode n'est donc sélective pour un seul type d'ions. Pour cela, nous avons imaginé l'utilisation d'un matériau fonctionnel réagissant de façon différente avec les ions présents dans la solution. Un des matériaux pouvant être utilisé est l'alginate de sodium. Après avoir caractérisé le matériau, l'objectif sera donc d'étudier l'évolution des propriétés RF d'un résonateur couplé à ce matériau fonctionnel.

### II.3- Hydrogels d'alginate

L'alginate ou l'acide alginique est extrait des algues marines. Ces dernières sont des végétaux proches des champignons et appartiennent au groupe des Thallophytes. On distingue deux grandes catégories : les microalgues qui sont des organismes unicellulaires et les macroalgues. Ce sont les macroalgues brunes qui servent comme matières premières, au niveau industriel, pour l'obtention des alginates. Les alginates sont des polysaccharides linéaires constitués d'acide guluronique (G) et de l'acide mannuronique (M). Nous présentons dans la Figure V.18 la configuration de ces monomères.

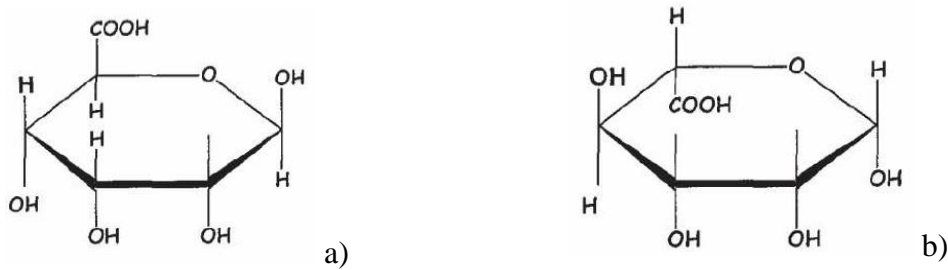


Figure V.18: Configuration chimique des acides a) mannuronique (M) et b) guluronique (G)

Les propriétés de gélification des alginate sont basées sur leur affinité pour certains ions et leur capacité à s'y lier de façon sélective et coopérative. Comme le montre la Figure V.19, l'incorporation d'ions positifs, comme le  $\text{Ca}^{2+}$ , dans une solution d'alginate de sodium, va aboutir à la formation d'un réseau expansé. Ceci est dû du fait que les chaînes des acides (M) et (G) possèdent des groupes fonctionnels (carboxylates et hydroxyles) qui permettent la capture d'ions positifs. Le processus de gélification des alginate de sodium s'effectue alors, lorsque les ions  $\text{Ca}^{2+}$  remplacent les ions  $\text{Na}^+$ , ce qui conduit à des gels d'alginate insolubles dans l'eau.

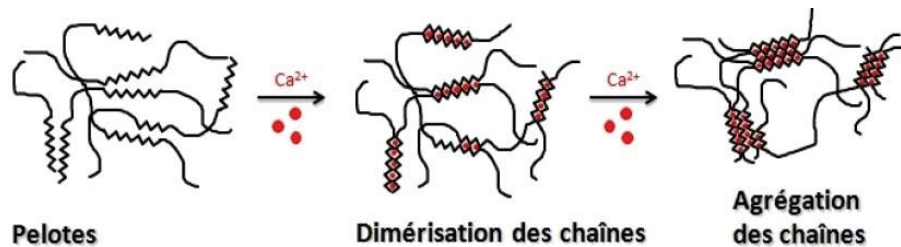


Figure V.19: Gélification des alginate par l'intermédiaire des ions de calcium

La réalisation d'hydrogel de calcium a été effectuée en considérant une solution d'alginate de sodium ( $\text{C}_6\text{H}_7\text{Na}_{1/2}\text{O}_6$ )<sub>n</sub> à 60 g/l et en y ajoutant une solution de chlorure de calcium ( $\text{CaCl}_2$ ) à 40 g/l. L'échange ionique entre les ions calcium et sodium conduit à la formation d'un gel insoluble dans l'eau, présenté dans la Figure V.20. Ce gel a ensuite été rincé. Lorsque cet hydrogel est plongé dans une solution contenant des ions positifs, un échange ionique est attendu, ce qui doit modifier les propriétés du gel [V.3]. Nous nous basons sur cette propriété pour différencier une solution contenant des ions  $\text{H}^+$  et  $\text{Na}^+$ .



Figure V.20: Photo du gel d'alginate de calcium insoluble dans l'eau obtenu expérimentalement

### II.3.1- Caractérisation radiofréquence des hydrogels d'alginate de calcium et de sodium par la sonde coaxiale

Nous représentons, sur les graphiques ci-dessous, les résultats obtenus par la sonde coaxiale sur les hydrogels de calcium et de sodium. Les Figure V.21 et Figure V.22 présentent la variation de la partie réelle et de la partie imaginaire de la permittivité diélectrique en fonction de la fréquence.

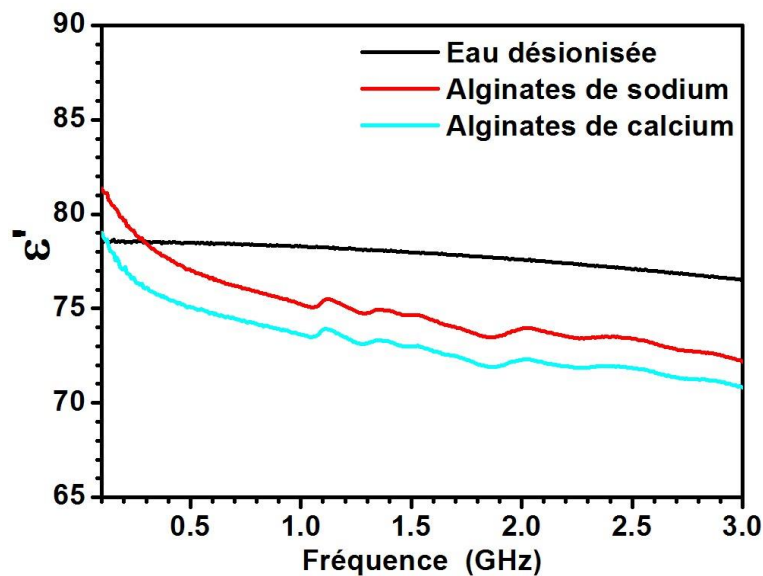


Figure V.21: Variation de la partie réelle de la permittivité diélectrique complexe mesurée par la sonde coaxiale en fonction de la fréquence



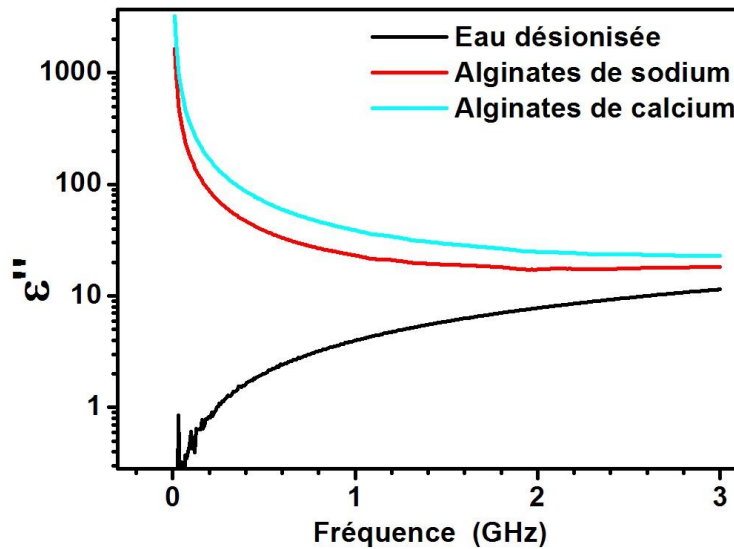


Figure V.22: Variation de la partie imaginaire de la permittivité diélectrique complexe mesurée par la sonde coaxiale en fonction de la fréquence

La partie réelle des deux hydrogels est très proche, légèrement inférieure à celle de l'eau. Comme nous pouvons le voir, de fortes pertes diélectriques existent pour les hydrogels aux basses fréquences suivies d'une stabilisation à plus hautes fréquences. Ces résultats sont très proches de ceux observés dans le cas de l'eau salée et s'explique par la présence des ions positifs dans les hydrogels et donc une conductivité importante (équation V.2). Une différence non négligeable existe entre les valeurs de  $\epsilon''$  pour les hydrogels de calcium et de sodium. Ceci entraîne une tangente de pertes plus importante pour l'alginate de calcium. Compte tenu de ce résultat, d'après les simulations de la Figure V.14, le passage d'un alginate de sodium en alginate de calcium du fait de l'échange ionique, doit s'effectuer via une variation fréquentielle.

### II.3.2- Développement d'un résonateur RF sensible à l'échange ionique dans les hydrogels

Pour valider cette hypothèse, nous représentons tout d'abord sur la Figure V.23, les effets de la présence de l'alginate de sodium sur la propagation RF dans un résonateur. Pour cela, la cuve localisée sur le résonateur est remplie d'alginate de sodium. Une fréquence de résonance de 0.56 GHz est obtenue avec la présence de l'hydrogel dans la cuve. Cette fréquence est basse par rapport à celle de la courbe noire, qui correspond à la mesure effectuée dans l'air. Cette différence s'explique par la forte valeur de la permittivité diélectrique  $\epsilon'$  du gel d'alginate de sodium. A titre de comparaison, cette

figure présente également le paramètre de transmission  $S_{12}$  du résonateur lorsque la cuve est remplie uniquement d'eau désionisée. Une fréquence de résonance légèrement plus faible est obtenue pour l'alginate de sodium par rapport à l'eau. Ce décalage ne s'explique pas par la partie réelle plus forte de l'hydrogel par rapport à l'eau, comme le montre la caractérisation de la Figure V.21 mais par les pertes importantes pour l'alginate. L'augmentation du paramètre  $S_{12}$  à la fréquence de résonance traduit également ces fortes pertes associées à l'alginate expliquées par la forte conductivité ionique de l'hydrogel.

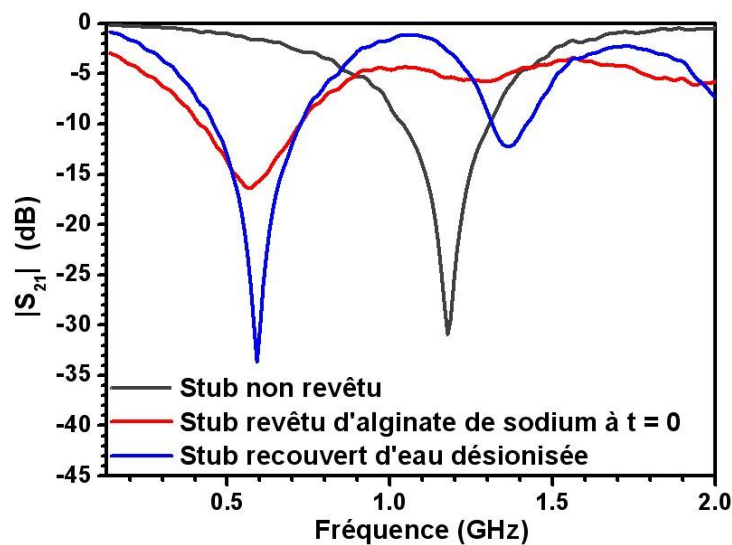


Figure V.23: Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  pour : un stub revêtu d'alginate de sodium et un stub recouvert d'eau désionisée

Afin de suivre la transition entre un alginate de sodium et un alginate de calcium, une solution de chlorure de calcium  $\text{CaCl}_2$  est versée sur les alginates de sodium (à  $t = 0$  min). Nous observons, sur le graphique de la Figure V.24, une variation progressive des paramètres  $|S_{12}|$  allant de -16.5 dB jusqu'à -13.22 dB. Une variation fréquentielle est clairement mise en évidence vers les basses fréquences: la fréquence de résonance passe de 0.56 GHz à 0.43 GHz. Au bout de 5 h, la fréquence de résonance est stabilisée à 0.43 GHz.

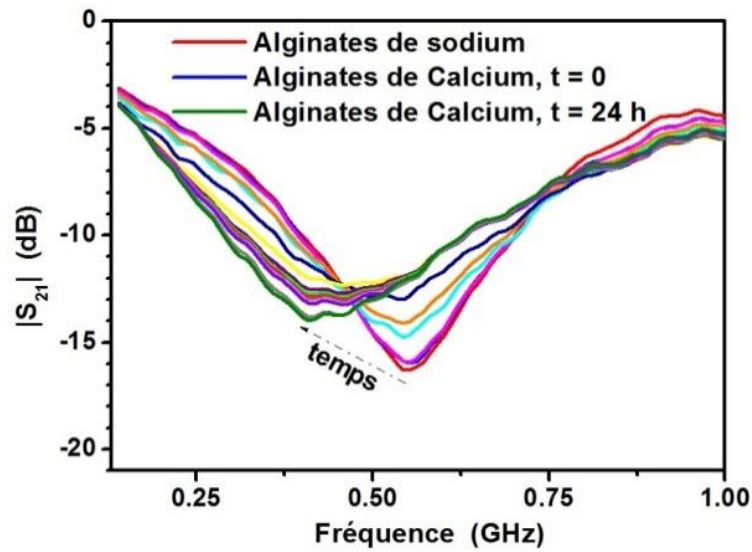


Figure V.24 : Caractérisation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction du temps de diffusion du calcium à l'intérieur des alginates de sodium

La Figure V.25 présente la variation de la fréquence de résonance en fonction du temps de diffusion du calcium dans les alginates de sodium. Elle démontre la sensibilité de la méthode à l'échange ionique entre le calcium et le sodium. Notons que suite à cette expérience, le gel de calcium a été rincé à l'eau pour évacuer l'excédent d'ions dans la solution : la fréquence observée reste identique confirmant que la région sondée par le résonateur correspond bien au départ à de l'alginate de sodium et à la fin à de l'alginate de calcium.

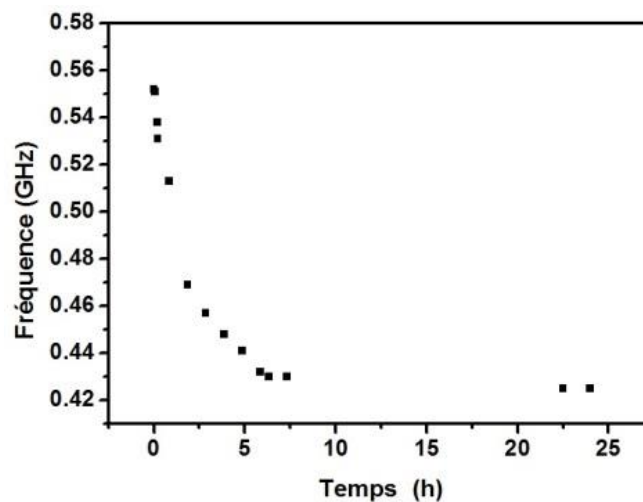


Figure V.25: Variation de la fréquence de résonance en fonction du temps de diffusion du calcium dans les alginates de sodium

La Figure V.26 présente les simulations HFSS prenant en compte un matériau de permittivité diélectrique égale à 76 et de pertes 0.568 placé sur le résonateur stub, ce qui correspond à la caractérisation de l'alginate de sodium à une fréquence de 0.5 GHz (Figure V.21). Dans les simulations, nous augmentons les pertes associées au matériau couvrant le résonateur. Nous pouvons remarquer que l'augmentation des pertes du matériau aboutit à un décalage fréquentiel mais aussi à une variation au niveau de l'amplitude du paramètre  $S_{21}$  qui passe de -18.06 dB jusqu'à -16.25dB. Ceci est en accord avec les résultats présentés sur la Figure V.24.

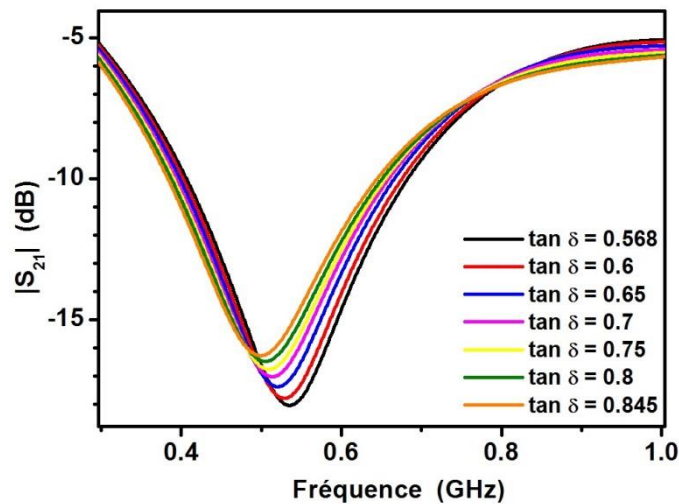


Figure V.26 : Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction des pertes du matériau associé au résonateur

Le graphique de la Figure V.27 présente une comparaison entre les simulations HFSS correspondantes aux alginates de sodium et de calcium. Ceci a été réalisé en utilisant les valeurs des parties réelles et imaginaires de la permittivité relative des matériaux caractérisés par la sonde coaxiale (73 et 0.845 à 0.5 GHz pour l'alginate de calcium).

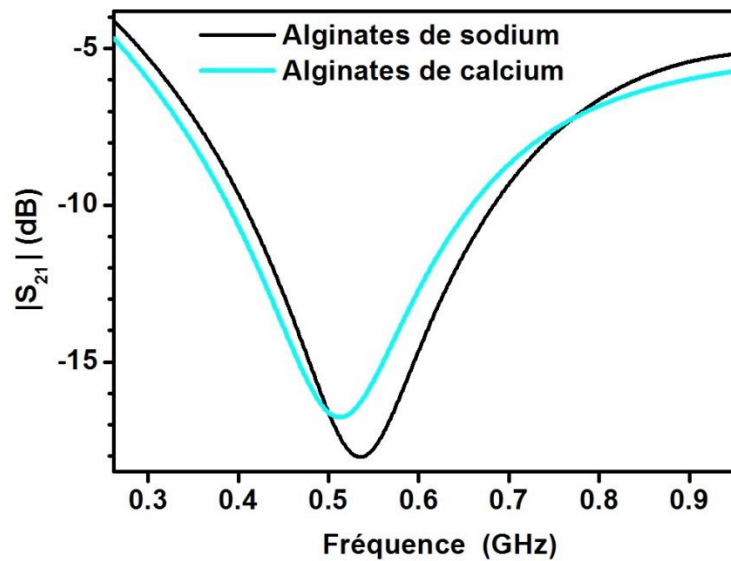


Figure V.27 : Variations des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence pour chacun des deux matériaux : alginates de sodium et de calcium

Les simulations HFSS représentent correctement le décalage observé. Cependant, ce n'est pas le cas de l'amplitude de  $S_{12}$  qui varie de façon continue dans les simulations mais pas de façon expérimentale. Des simulations réalisées en utilisant des valeurs de permittivité diélectrique et de pertes dépendant de la fréquence devraient améliorer l'accord.

### II.3.3- Interaction entre l'alginate de calcium et un électrolyte

Afin d'étudier l'interaction entre l'alginate de calcium et une solution de chlorures de sodium, la caractérisation des paramètres de transmission  $S_{21}$  est réalisée lorsqu'une solution de NaCl (60 g/l) est versée sur l'hydrogel de calcium dans la cuve. Les résultats sont présentés sur le graphique de la Figure V.28 en fonction du temps. Au bout de quatre jours, nous pouvons observer un décalage fréquentiel allant de 0.43 GHz jusqu'à 0.395 GHz suite au rajout de la solution de NaCl. Nous remarquons en plus, une variation progressive du paramètre  $|S_{21}|$  qui passe de -13.22 dB à -14.63 dB. Une stabilisation des valeurs est observée dans les deux derniers jours de mesure.

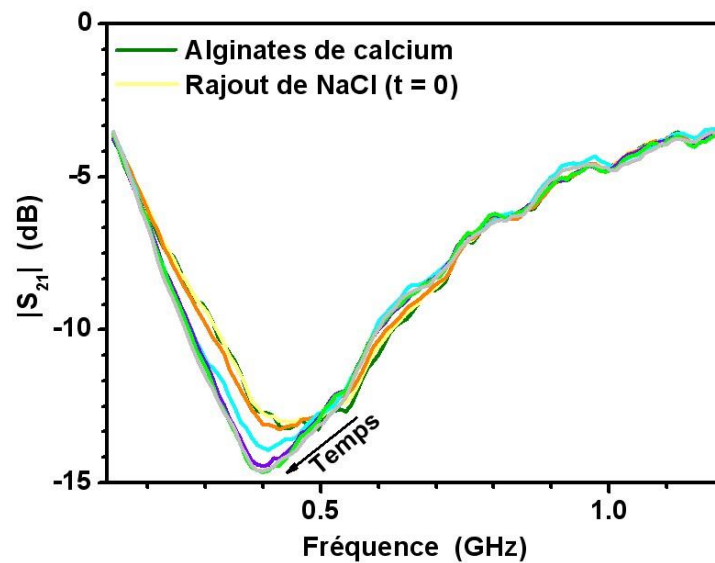


Figure V.28 : Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence de résonance suite au rajout de la solution de chlorures de sodium à l'hydrogel alginates de calcium

Suite à ces mesures, l'hydrogel a été rincé avec de l'eau désionisée et une caractérisation du paramètre  $S_{21}$  est présentée sur le graphique de la Figure V.29. Nous remarquons que suite au rinçage, une réponse identique à celle obtenue dans le cas de l'hydrogel de calcium est enregistrée. Ce résultat est cohérent avec une observation visuelle de l'hydrogel qui montre qu'il est resté insoluble, en contradiction avec la formation d'un gel soluble de sodium. En effet, dans ce dernier cas, nous aurions dû obtenir le résultat observé sur la Figure V.24. En conséquence, l'échange ionique entre les deux ions ne s'est pas opéré, ne permettant pas un retour vers l'état de départ de l'hydrogel. Cependant, la présence de NaCl a tout de même modifié le gel.

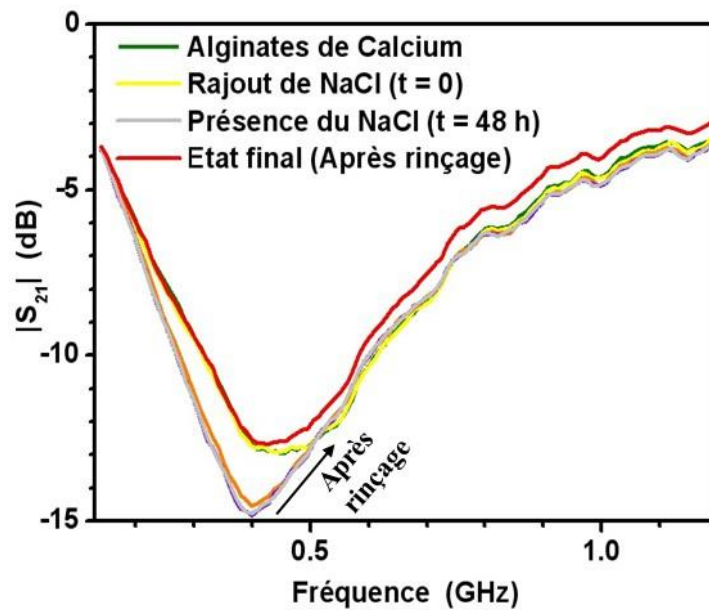


Figure V.29 : Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence de résonance suite au rinçage de l'hydrogel d'alginate

Des expériences ont également été réalisées, en incorporant les gouttes d'acide chlorhydrique au gel d'alginate de calcium. Après le rinçage du gel d'alginate de calcium et le rajout de l'eau désionisée, des ions  $H^+$  ont été introduits dans la cuve en utilisant l'acide chlorhydrique. En présence du gel d'alginate de calcium, l'eau présente un pH égal à 5.01 et le résonateur enregistre une fréquence de résonance de 0.43 GHz. Le pH de la solution diminue de 5.01 jusqu'à 0.39 avec l'augmentation de la concentration des ions  $H^+$  et un décalage fréquentiel allant de 0.43 GHz jusqu'à 0.55 GHz est observé. Ces résultats sont présentés sur le graphique de la Figure V.30. Dans ce cas, contrairement au cas précédent, le décalage observé est vers les hautes fréquences.

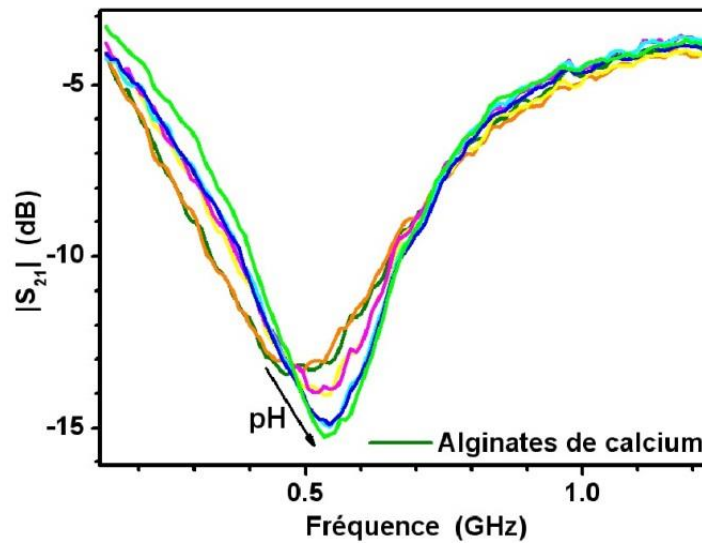


Figure V.30: Caractérisation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence de résonance pour différentes valeurs du pH

Ce résultat prouve que l'interaction entre l'alginate de calcium et deux électrolytes différents conduit à des variations RF différentes. Ceci permet l'identification des électrolytes.

Cependant, les mécanismes physico-chimiques associés à ces variations sont complexes, et leur compréhension nécessiterait des expériences complémentaires. Nous pouvons cependant évoquer les effets tels que l'échange ionique, le gonflement du gel et ses propriétés mécaniques.

### III. Conclusion

En conclusion, dans une première partie, nous avons présenté un résonateur sensible à une évolution du potentiel de corrosion des métaux. Nous nous sommes, en particulier attachés, à suivre le processus de la passivation de l'acier. Dans une seconde partie, la présence de sels dissouts dans l'eau a été étudiée. Nous avons prouvé qu'une variation de conductivité électrique de la solution pouvait être suivie par une variation fréquentielle de la résonance. L'utilisation de l'alginate de sodium, en raison de sa propriété de biosorption associée à l'échange ionique, nous a semblé intéressante dans le cadre de la sélectivité des ions. La présence d'ions calcium dans le milieu a pu être détectée via le changement de nature du matériau. De même la présence d'ions  $H^+$  a été observée. Cependant, les processus physico-chimiques associés à l'échange peuvent



engendrer d'autres effets tels que le gonflement du matériau, et des mesures complémentaires sont nécessaires pour aller plus loin dans cette démarche.

## Références Bibliographiques 5

[V.1] A. Beneduci, “Which is the effective time scale of the fast Debye relaxation process in water?”, *Journal of molecular liquids*, Vol. 138, n°1-3, pp. 55-60, 2008.

[V.2] J. Krupka, “Measurements of the complex permittivity of highly concentrated aqueous NaCl solutions and ferrofluid employing microwave cylindrical cavities”, *Measurement Science and Technology*, Vol. 26, pp. 9, 2015.

[V.3] J. He and J.P. Chen, “A comprehensive review on biosorption of heavy metals by algal biomass: Materials, performances, chemistry, and modeling simulation tools”, *Bioresource Technology*, Vol. 160, pp. 67-78, 2014.





## **Chapitre 6 : Démonstrateur d'un capteur passif et sans contact**



Comme nous l'avons détaillé dans le chapitre II, l'objectif de la thèse a été de développer des résonateurs pour une technologie RFID *chipless* basée sur une approche fréquentielle. Dans ce type de technologie, l'utilisation de plusieurs résonateurs est nécessaire afin de produire un code. Plusieurs approches peuvent être considérées soit l'utilisation de deux antennes croisées et l'utilisation de multi-résonateurs [VI.1], soit l'utilisation d'éléments discrets [VI.2-3]. Dans les deux cas, afin d'obtenir un codage sur un nombre de bits suffisant, l'utilisation des bandes ISM standard à 0.868 et 2.45 GHz n'est pas possible du fait de la faiblesse de la largeur des bandes. Les applications se font donc principalement dans la bande UWB, ce qui nécessite la génération d'impulsions de courte durée. Les faibles puissances utilisées limitent la distance de lecture par rapport à une utilisation en bande ISM. Le développement de capteurs sans puce est soumis aux mêmes exigences. Cependant, lorsque l'objectif concerne la réalisation d'un résonateur sensible unique, l'utilisation d'une bande ISM devient possible. M. Yasri [VI.4] a en effet montré récemment la possibilité de travailler dans la bande ISM à 0.868 GHz avec un résonateur unique. Une distance de lecture d'environ 2 m avait été atteinte après optimisation de l'isolation entre les voies Tx et Rx du lecteur. Ceci peut être réalisé notamment via une isolation temporelle avec l'utilisation d'une ligne de retard additionnelle dans le capteur. A la différence de ce travail précédent, dans cette thèse, notre objectif ne concerne pas l'optimisation de la distance de lecture mais la réalisation d'un capteur de taille modeste pouvant être intégré facilement dans les structures. Pour cela, nous choisissons la bande ISM à  $2.45 \text{ GHz} \pm 50 \text{ MHz}$ . Dans une première partie, nous présenterons la caractérisation des éléments constituant le capteur comme les antennes et le résonateur. Une dernière partie sera consacrée à la réalisation d'un démonstrateur du capteur passif.

## **I. Architecture utilisée**

Pour réaliser l'architecture globale d'un capteur passif énergétiquement, nous utilisons l'architecture présentée sur la Figure VI.1. Quatre antennes sont utilisées pour assurer la transmission de l'information entre le lecteur et le capteur. Cette architecture repose sur le principe de la rétrodiffusion du signal. Le signal envoyé par l'antenne Tx<sub>L</sub> du lecteur va être modifié après son passage à travers l'élément sensible puis retourné au lecteur.

Les deux antennes du lecteur ainsi que celles du capteur, doivent être placées suivant une polarisation croisée pour assurer la meilleure isolation possible.

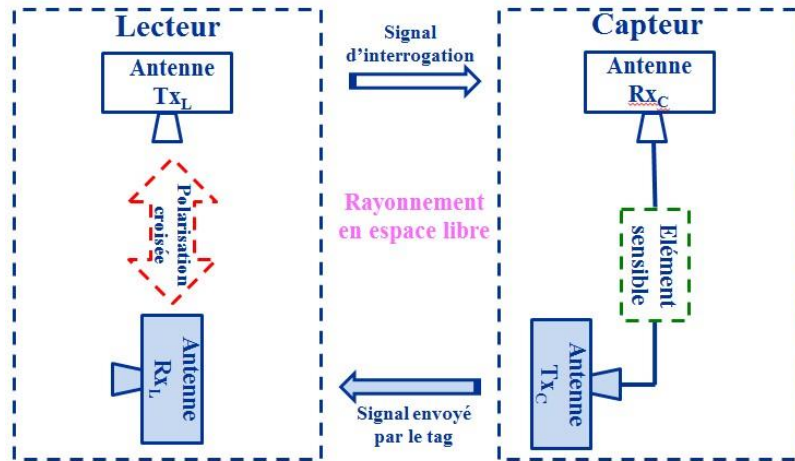


Figure VI.1 : Architecture inspirée de la technologie RFID sans puce

## II. Antennes utilisées

Pour réaliser les antennes, nous proposons de travailler avec deux types d'antennes : des antennes patch imprimées et des antennes patch quart d'onde court-circuitées appelées PIFA (*Planar Inverted-F Antenna*).

### II.1- Antennes patch imprimées

Une antenne imprimée est généralement constituée d'un plan de masse, d'un substrat diélectrique et d'un motif conducteur rayonnant, de forme quelconque. Comme le montre la Figure VI.2, ces éléments rayonnants présentent différentes formes: carrées, rectangulaires, triangulaires, circulaires, elliptiques ou d'autres formes plus complexes. Les antennes imprimées sont caractérisées par une faible masse, un encombrement réduit et une facilité de réalisation. Ces avantages les rendent particulièrement intéressantes pour la réalisation d'un capteur de dimensions réduites.



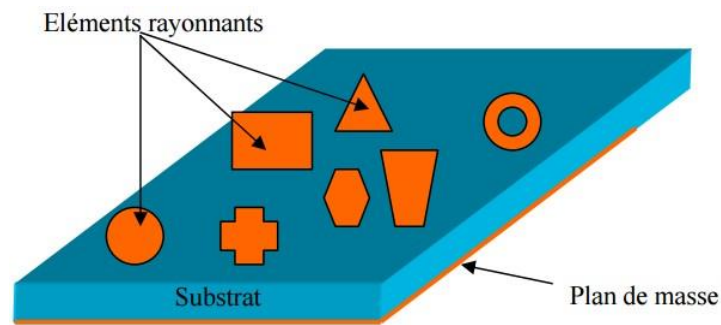


Figure VI.2: Antenne imprimée avec plusieurs formes d'éléments rayonnants gravés sur la surface

La technique d'alimentation des antennes imprimées peut se faire selon plusieurs modes, afin de sélectionner le ou les modes résonants souhaités et dans le but d'optimiser le couplage entre l'antenne et le circuit d'alimentation (ex : ligne micro-ruban) et d'atteindre des meilleures performances avec le minimum de pertes.

Nous citons par exemple, deux stratégies d'alimentation :

- Alimentation par ligne micro-ruban : cette technique consiste à placer une ligne micro-ruban en contact avec l'élément rayonnant. Ce principe assez simple à réaliser fournit la possibilité de fabriquer une structure planaire sur un substrat diélectrique.
- Alimentation par une sonde coaxiale : dans ce cas d'alimentation, l'élément rayonnant est excité par un câble coaxial via une sonde. La connexion coaxiale est réalisée à la face arrière du circuit imprimé, alors que le câble coaxial est fixé à la plaque conductrice de l'antenne.

### II.1.1- Dimensionnement des antennes patch imprimées

Dans cette thèse, nous avons choisi de fabriquer des antennes patch dont l'élément rayonnant possède une forme rectangulaire. La méthode d'alimentation des antennes est réalisée par contact direct via une ligne micro-ruban.

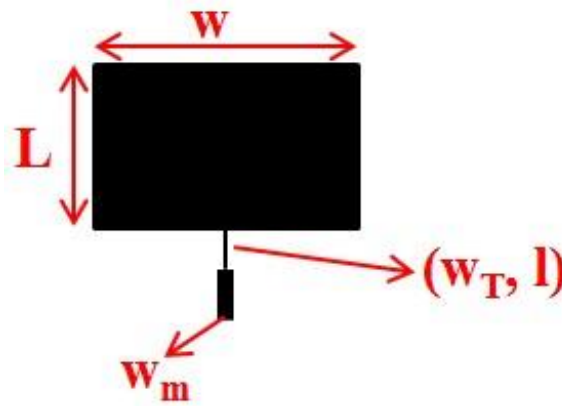


Figure VI.3: Dimensions de l'antenne patch rectangulaire

Le dimensionnement de l'antenne considérée est proposé par Balanis et *al.* [VI.5].

La largeur  $w$  de l'élément rayonnant est donnée par :

$$w = \frac{1}{2 f_r \sqrt{\epsilon_0 \mu_0}} \sqrt{2 / (\epsilon_r + 1)} \quad \text{Equation VI.1}$$

avec:  $f_r$  est la fréquence de résonance de l'antenne,  $\epsilon_0$  et  $\mu_0$  sont respectivement la permittivité et la perméabilité du vide et  $\epsilon_r$  la permittivité relative du substrat utilisé.

La longueur  $L$  du patch s'écrit sous la forme :

$$L = \frac{1}{2 f_r \sqrt{\epsilon_{reff} \sqrt{\epsilon_0 \mu_0}}} - 2\Delta L \quad \text{Equation VI.2}$$

Avec  $\Delta L$  l'élargissement de la longueur  $L$  obtenu suite à l'effet du champ électromagnétique au niveau des bords du patch.  $\Delta L$  est donné par l'équation suivante :

$$\Delta L = [0.412 d (\epsilon_{reff} + 0.3) (\frac{w}{d} + 0.264)] / [(\epsilon_{reff} - 0.258) (\frac{w}{d} + 0.8)] \quad \text{Equation VI.3}$$

Où:  $\epsilon_{reff}$  est la permittivité relative effective exprimée selon l'équation 6.4 et  $d$  représente l'épaisseur du substrat utilisé.

$$\epsilon_{reff} = \frac{\epsilon_r + 1}{2} + \frac{\epsilon_r - 1}{2 \sqrt{1 + 12d/w}} \quad \text{Equation VI.4}$$

L'alimentation de l'antenne se fait grâce à une ligne micro-ruban. Son impédance d'entrée est donnée par l'expression suivante :

$$Z_{in} = 90 \frac{\epsilon_r^2}{\epsilon_r - 1} \left(\frac{L}{w}\right)^2 \quad \text{Equation VI.5}$$

Dans le cas de la fréquence choisie,  $Z_{in}$  possède une valeur de  $418.383 \Omega$ , ce qui ne correspond pas à une adaptation de  $50 \Omega$ . Pour cela, nous sommes ramenés à utiliser un  $\frac{\lambda}{4}$  transformateur pour connecter l'élément rayonnant à une ligne micro-ruban adaptée à  $50 \Omega$ . L'impédance caractéristique de cette transition est donnée par :

$$Z_T = \sqrt{50 Z_{in}} \quad \text{Equation VI.6}$$

La largeur  $w_T$  et la longueur  $l$ , de la ligne transitoire est obtenue en utilisant, respectivement, les équations VI.7 et VI.8 :

$$Z_T = \frac{60}{\sqrt{\epsilon_r}} \ln \left( \frac{8d}{w_T} + \frac{w_T}{4d} \right) \quad \text{Equation VI.7}$$

$$l = \frac{\lambda}{4} = \frac{\lambda_0}{4\sqrt{\epsilon_{re}}} \quad \text{Equation VI.8}$$

où  $\epsilon_{re}$  est la permittivité effective de la ligne de transmission donnée par :

$$\epsilon_{re} = \frac{\epsilon_r + 1}{2} + \frac{\epsilon_r - 1}{2\sqrt{1 + \frac{12d}{w_T}}} \quad \text{Equation VI.9}$$

La dernière étape du dimensionnement consiste à calculer la largeur  $w_m$  de la ligne adaptée à  $50 \Omega$ . Elle est donnée par :

$$Z_0 = \frac{120 \pi}{\sqrt{\epsilon_r} \left( \frac{w_m}{d} + 1.393 + 0.667 \ln \left( \frac{w_m}{d} + 1.44 \right) \right)} = 50 \Omega \quad \text{Equation VI.10}$$

A partir de ces formules, une antenne patch rectangulaire résonnant à 2.7 GHz possède les dimensions suivantes (pour un substrat en FR4, de permittivité relative égale à 4.4 et d'épaisseur  $d = 1.6$  mm):

- $L = 3.045$  cm et  $w = 3.37$  cm
- $w_T = 0.0278$  cm et  $l = 0.193$  cm
- $w_m = 0.24$  cm

Expérimentalement, ces antennes résonnent à une fréquence de 2.3 GHz. Ceci s'explique partiellement par les pertes du FR4. Pour des applications en bande ISM à 2.45 GHz, nous avons effectué des ajustements des dimensions des antennes. Sachant que la fréquence de résonance de l'antenne patch dépend de la longueur  $L$  du patch, cette dernière est ramenée à 2.8 cm au lieu de 3.045 cm, pour obtenir une fréquence de résonance de 2.48 GHz.

## II.1.2- Caractérisations expérimentales

### a- Fonctionnement de l'antenne

Expérimentalement, les antennes patch, présentées sur la Figure VI.4 (a), ont été développées sur un substrat en FR4 d'épaisseur  $d = 1.6$  mm et de permittivité relative  $\epsilon_r = 4.4$ .

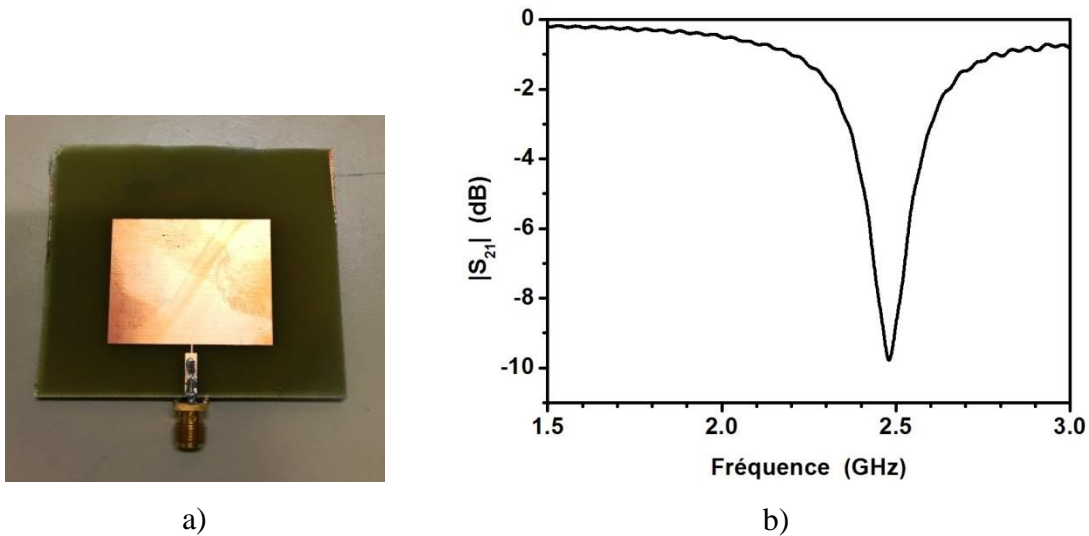


Figure VI.4: a) Photo de l'antenne patch réalisée par photolithographie classique, b) fonctionnement des antennes fabriquées

Des caractérisations des paramètres de réflexion  $S_{11}$  ont été réalisées pour chacune des quatre antennes. Nous représentons la variation de ces paramètres en fonction de la fréquence sur le graphique de la Figure VI.4 (b). Une fréquence de résonance de 2.48 GHz est obtenue.

### b- Calcul du gain

Pour calculer le gain expérimental de chaque antenne, des mesures ont été réalisées dans une chambre anéchoïque, comme le montre la Figure VI.5 (a). Pour estimer le gain, nous avons placé deux antennes séparées d'une distance  $D$  selon une polarisation linéaire.  $D$  est fixée à 37.4 cm.

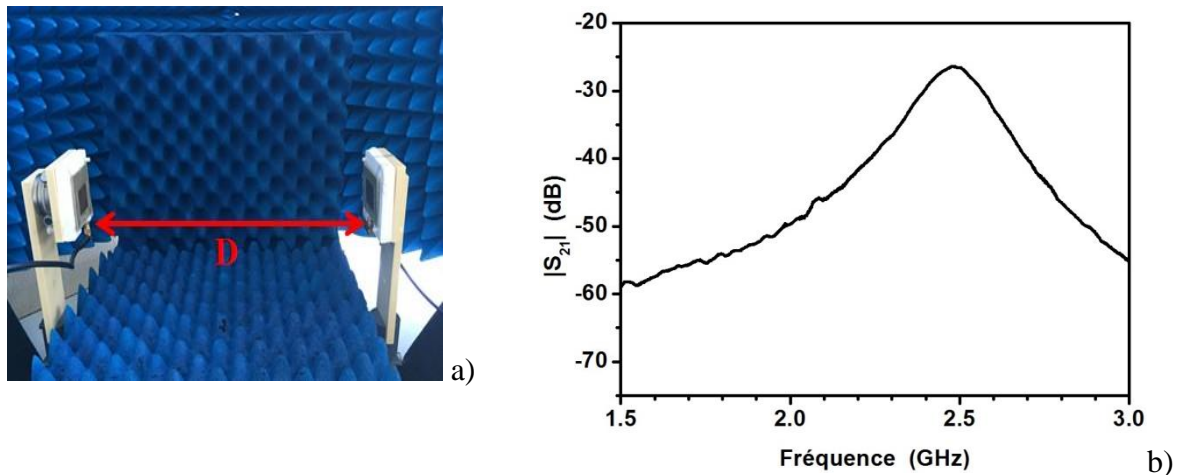


Figure VI.5: a) Deux antennes patch imprimées placées en polarisation linéaire dans une chambre anéchoïque, b) Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence

La mesure des paramètres de transmission  $S_{21}$  nous permet, d'après l'équation VI.11 de Friis, de déduire le gain de l'antenne patch utilisée.

$$P_r - P_e = G_1 + G_2 - P_{EL} \quad \text{Equation VI.11}$$

$P_r$  et  $P_e$  sont respectivement les puissances reçues et émises par les antennes,  $G_1$  et  $G_2$  sont les gains respectifs des deux antennes utilisées et  $P_{EL}$  représente les pertes en espaces libres.

Pour déduire le gain des antennes, la valeur des paramètres  $S_{21}$  mesurée est équivalente à la différence des puissances émise et reçue par les antennes. Nous pouvons également calculer les pertes en espaces libres d'après l'équation VI.12.

$$P_{EL} \text{ (dB)} = 20 \log (4\pi D / \lambda) \quad \text{Equation VI.12}$$

Le gain mesuré est alors de 2.68 dBi.

### c- Mesure de l'isolation

Comme le montre la Figure VI.6 (a), pour mesurer l'isolation entre les deux antennes, nous les plaçons selon une polarisation croisée. Nous mesurons la variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence, représentée sur la Figure VI.6 (b).

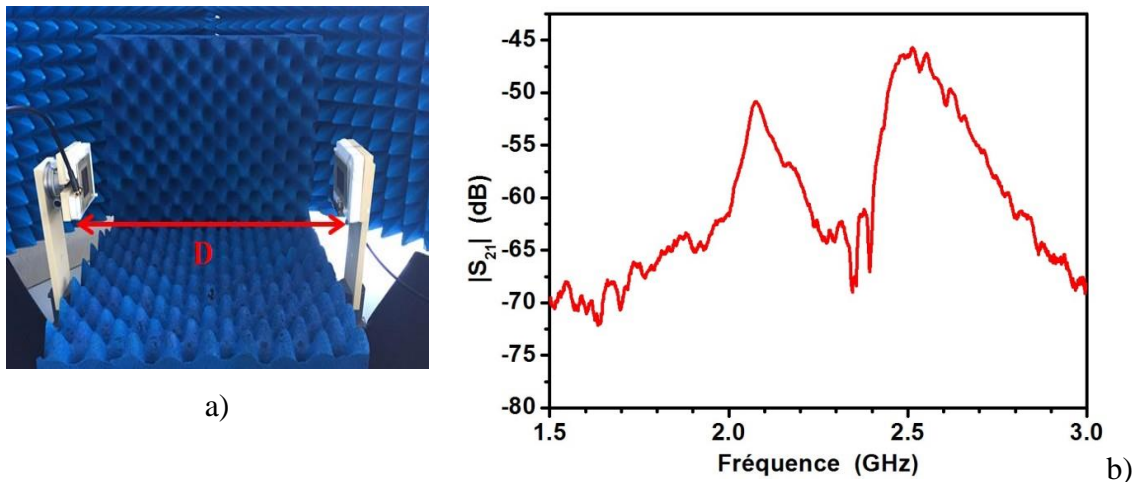


Figure VI.6: a) Deux antennes patch imprimées placées en polarisation croisée dans une chambre anéchoïque, b) Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence

Pour une distance  $D$  toujours fixée à 37.4 cm, nous enregistrons une isolation de -45.5 dB.

## II.2- Antennes patch de type PIFA

Etant compactes et à profils simples, les antennes PIFA (*Planar Inverted-F Antenna*) trouvent principalement leurs applications dans les dispositifs de communication sans-fil comme les téléphones portables [VI.6-7]. Par rapport à une antenne demi-onde, une antenne PIFA ou antenne quart d'onde présente également des dimensions réduites. Comme le montre la Figure VI.7, l'antenne PIFA est obtenue en plaçant un court-circuit entre un résonateur demi-onde et un plan de masse, à l'endroit précis où le champ électrique s'annule pour le mode fondamental. Ceci permet donc de s'affranchir d'une moitié du résonateur et d'avoir ainsi une résonance en  $\lambda/4$ . Un inconvénient majeur de ces antennes est leurs bandes passantes étroites [VI.8]. De plus, les antennes PIFA sont complexes et leur configuration volumique (en 3D) rend leur fabrication difficile et coûteuse [VI.9].

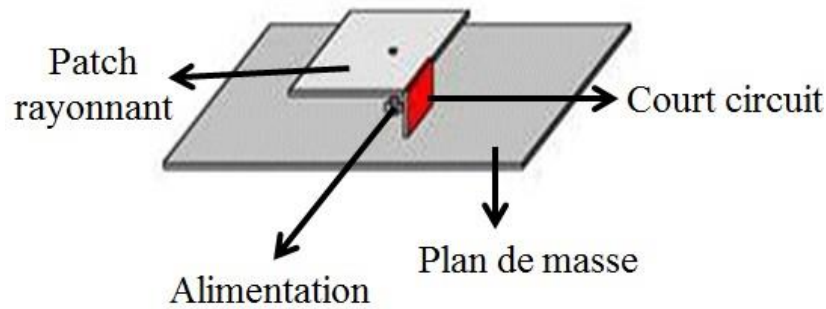


Figure VI.7: Schéma illustratif montrant les différents composants d'une antenne patch quart d'onde (PIFA)

### II.2.1- Dimensionnement des antennes patch PIFA

Le dimensionnement de l'antenne PIFA a été réalisé sur le logiciel ADS tout en considérant une fréquence de résonance de 2.48 GHz. Dans ce cas, la longueur et la largeur de l'antenne sont :  $L = w = 2.77$  cm.

Expérimentalement, comme le montre la Figure VI.8, l'antenne PIFA a été réalisée d'un patch en cuivre. Les dimensions ont été ajustées pour atteindre une fréquence de résonance de 2.48 GHz. Pour cela, les antennes PIFA fabriquées possèdent une largeur  $W = 5$  cm, une longueur  $L = 3.2$  cm et une épaisseur  $h = 0.2$  mm. Le patch représente la partie rayonnante de l'antenne. Il est placé sur un substrat diélectrique de largeur  $W_s$  et de longueur  $L_s$ . Le substrat utilisé dans ce travail, est une mousse d'épaisseur  $e = 3$  mm, de permittivité relative égale à 1 et possède des pertes diélectriques presque nulles.

Le patch est lié au plan de masse grâce à un court-circuit de même hauteur que le substrat. Il est alimenté alors via une ligne coaxiale d'impédance caractéristique  $50 \Omega$ . Le plan de masse est constitué d'une plaque en cuivre, possédant comme dimensions  $7$  cm x  $5.3$  cm. La fréquence de résonance du patch dépend de sa longueur  $L$  et son impédance à cette fréquence est liée à sa largeur  $W$ .

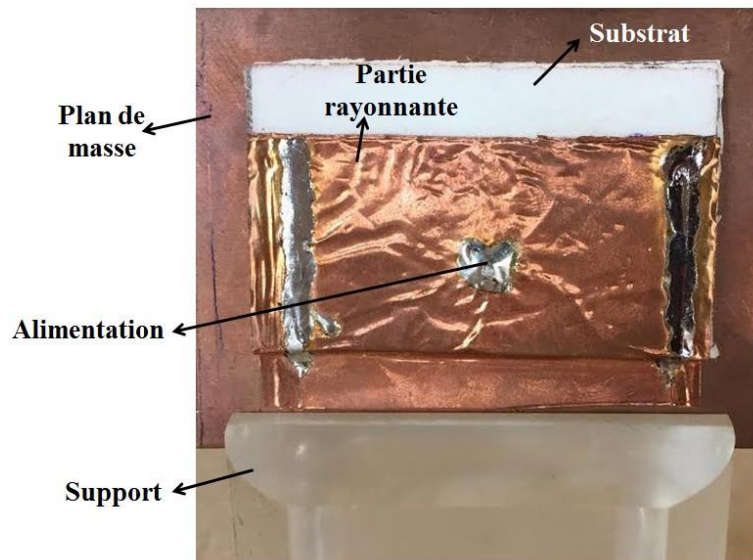


Figure VI.8 : Structure de l'antenne patch PIFA

## II.2.2- Caractérisations expérimentales

### a- Fonctionnement de l'antenne patch de type PIFA

Pour caractériser les antennes patch quart d'onde, nous avons procédé de la même manière que précédemment. La variation des paramètres de réflexion  $S_{11}$ , représentée sur la Figure VI.9, montre une fréquence de résonance de l'antenne de 2.485 GHz.

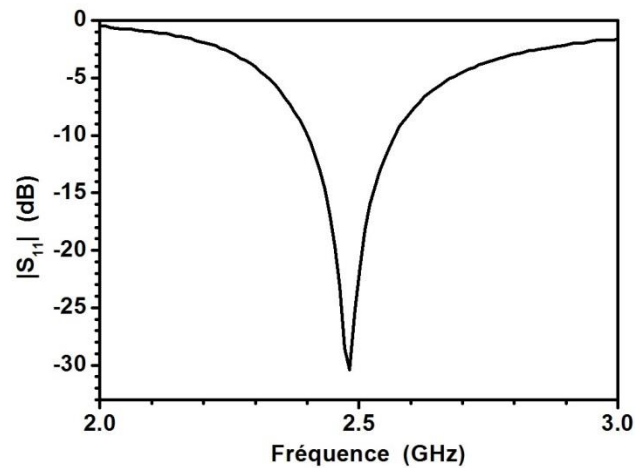


Figure VI.9: Variation des paramètres de réflexion  $S_{11}$  pour les antennes patch quart d'onde

### b- Calcul du gain

Le même calcul présenté dans la partie II.1.2 (b) a servi pour le calcul du gain des antennes PIFA, pour une distance  $D = 37.4$  cm, séparant les deux antennes placées en polarisation linéaire.



La variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  est représentée en fonction de la fréquence de résonance de l'antenne, sur la Figure VI.10. À 2.485 GHz, nous enregistrons une valeur de  $S_{21}$  égale à -22.301 dB. Ce qui correspond à un gain de 4.75 dBi.

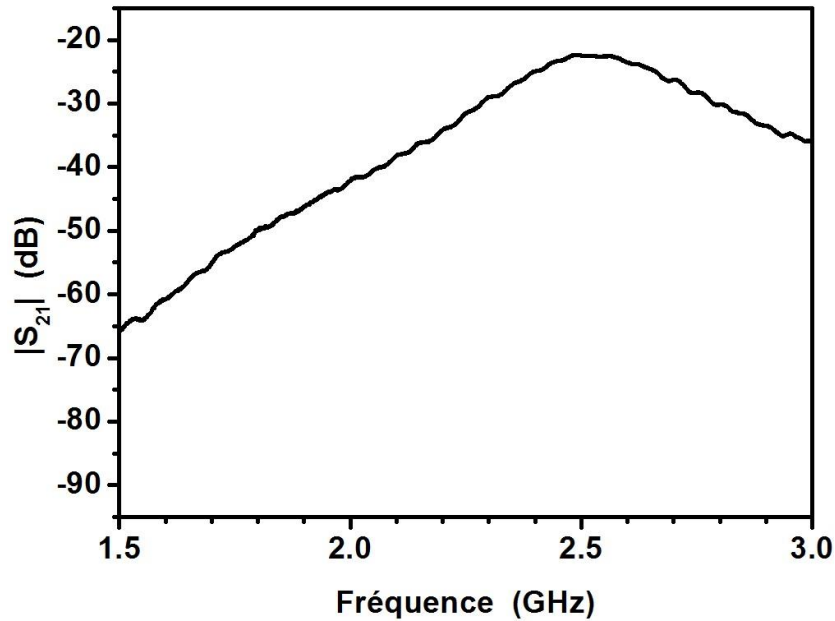


Figure VI.10: Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  lorsque deux antennes PIFA sont placées selon une polarisation linéaire

### c- Mesure de l'isolation

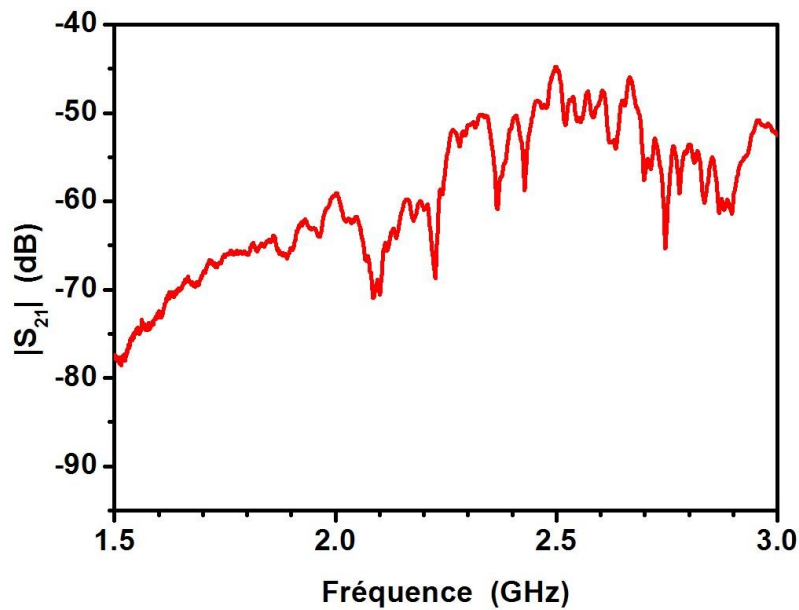


Figure VI.11: Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  lorsque deux antennes PIFA sont placées selon une polarisation croisée

La variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  représentée sur la Figure VI.11, permet d'enregistrer une isolation de -45 dB lorsque deux antennes PIFA sont placées en polarisation croisée.

Les deux types d'antennes caractérisées possèdent le même gain. Pour cela, nous travaillerons dans la suite du travail, avec les antennes patch imprimées qui présentent des tailles réduites par rapport aux antennes patch quart d'onde.

### III. Élément sensible

Afin de travailler dans la bande ISM désirée, c'est-à-dire à haute fréquence par rapport aux résonateurs utilisés jusqu'ici, la diminution de la longueur des résonateurs est nécessaire. Cependant, afin d'assurer une interaction entre le résonateur et le milieu interagissant, une longueur minimale doit être utilisée. Pour cela, un nouvel élément sensible est conçu en considérant un couplage électromagnétique entre le résonateur et la ligne micro-ruban. Comme nous pouvons le voir sur la Figure VI.12, le résonateur et la ligne micro-ruban sont situés sur le même plan, avec un couplage entre la ligne micro-ruban et le stub via un gap d'air. La ligne micro-ruban possède toujours une largeur de 1.5 mm pour assurer une adaptation à 50  $\Omega$ . Par contre, les largeurs des lignes  $l$  et  $L$  ont été fixées grâce à des simulations HFSS.

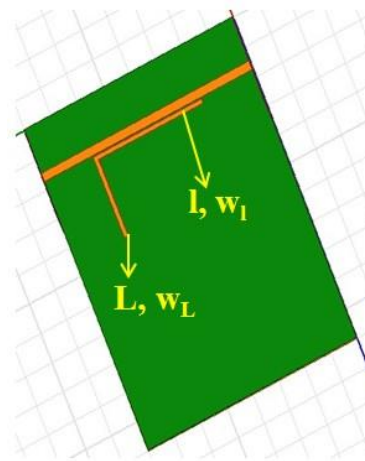


Figure VI.12: Photo du résonateur basé sur un couplage électromagnétique

La Figure VI.13 présente la variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence de résonance, pour différentes valeurs de  $l$  et  $L$  ainsi que pour des largeurs  $w_1$  et  $w_L$  variables.

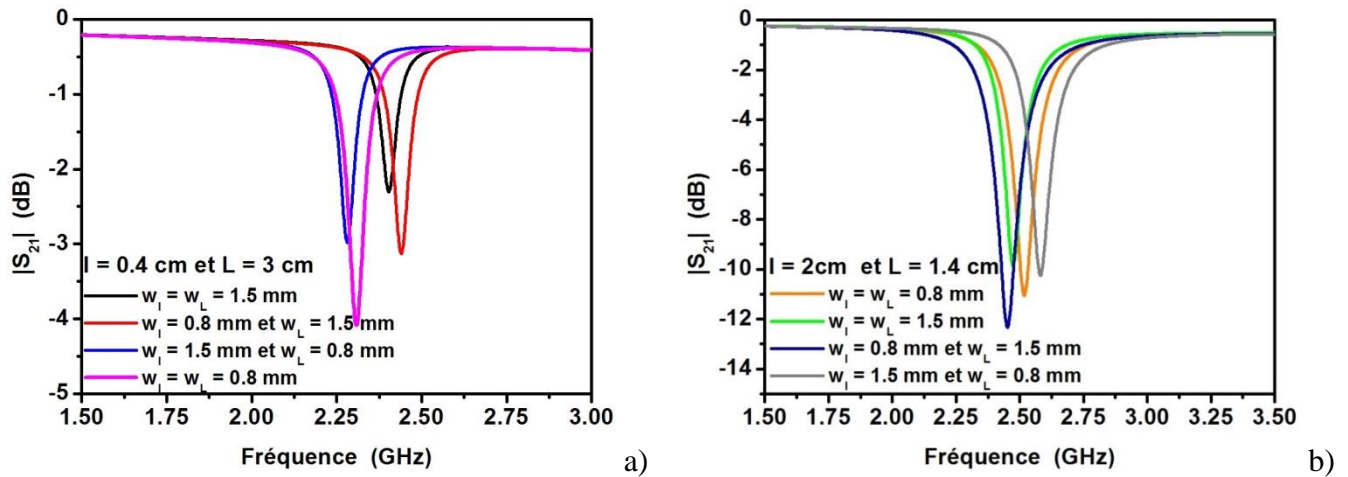


Figure VI.13: Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la longueur de  $l$  et  $L$  pour différentes valeurs de  $w_1$  et  $w_L$ .

Nous pouvons remarquer qu'une meilleure transmission du signal est obtenue lorsque  $l$  est fixée à 2 cm avec une largeur de 0.8 mm et  $L$  est égale à 1.4 cm avec une largeur de 1.5 mm. A noter, que le gap entre la ligne micro-ruban et le résonateur est fixé à 0.2 mm.

Expérimentalement, le résonateur ( $l = 2$  cm,  $w_1 = 0.8$  mm,  $L = 1.4$  cm et  $w_L = 1.5$  mm) est réalisé par photolithographie classique sur un substrat en FR4 d'épaisseur 0.8 mm (Figure VI.14(a)). La Figure VI.14(b) présente la variation du paramètre de transmission  $S_{21}$  du résonateur en fonction de la fréquence de résonance. Une fréquence de résonance égale à 2.48 GHz est enregistrée. Cette fréquence de résonance est incluse dans la bande ISM choisie mais par contre le résonateur ne sera pas exactement centré dans cette bande.

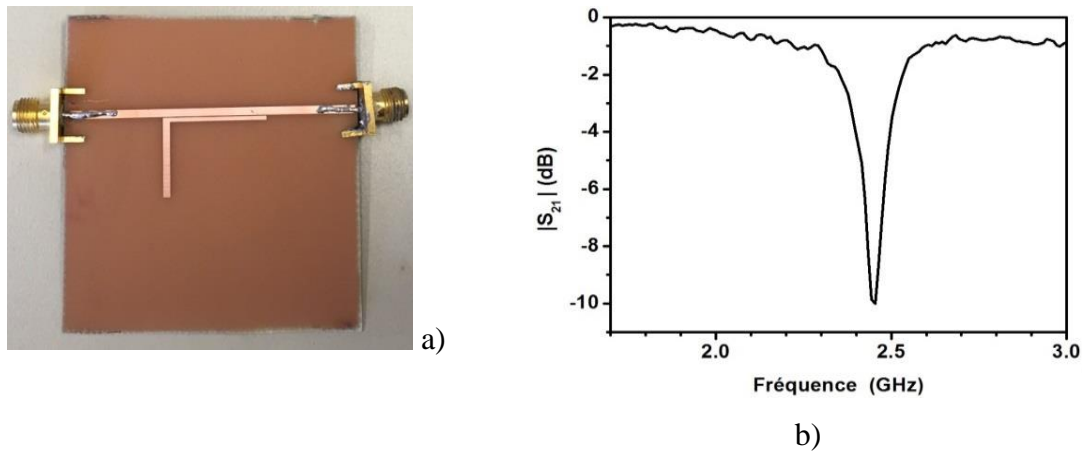


Figure VI.14: Photo du résonateur utilisé pour la réalisation du prototype, b) Caractérisation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence

## IV. Association du résonateur aux antennes patch

Après avoir caractérisé les deux types d'antennes et le résonateur, nous nous attachons dans cette partie à développer un prototype. Des mesures ont tout d'abord été réalisées en simplifiant l'architecture présentée sur la Figure VI.1. En effet, nous mesurons la transmission du signal envoyé par l'antenne  $Tx_C$  du capteur et reçu par  $Rx_L$  du lecteur, après son passage par l'élément sensible (Figure VI.15 dans le cas des antennes patch imprimées).

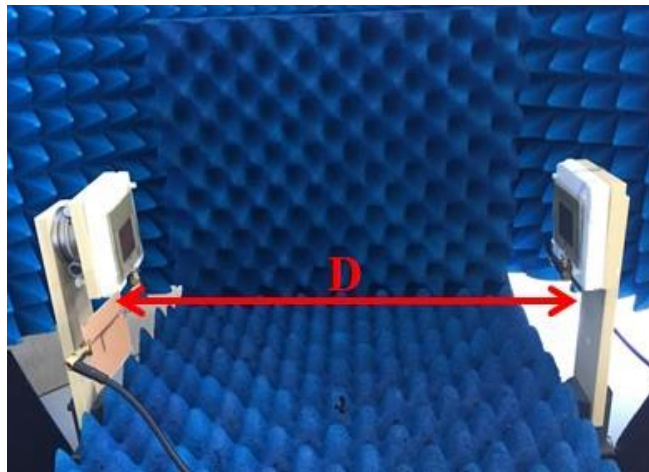


Figure VI.15: Banc de mesure expérimental dans le cas des antennes patch imprimées

Les résultats obtenus dans le cas des antennes patch imprimées sont représentés sur la Figure VI.16. Nous observons l'apparition du pic de résonance à 2.48 GHz. La Figure VI.17 présente un zoom de la Figure VI.16 au niveau de la résonance. La largeur du résonateur, entre les deux points A et B situés sur la Figure VI.17 est de 100 MHz, ce

qui correspond à la largeur de la bande ISM choisie. Ce résultat montre bien l'importance de concevoir une antenne présentant une largeur de bande plus importante que celle du résonateur. En outre, comme le montre la Figure VI.17, il est nécessaire d'étudier une variation fréquentielle sur une gamme de fréquence associée à la largeur de la bande ISM. La sensibilité du capteur sera fortement impactée par le facteur de qualité du résonateur.

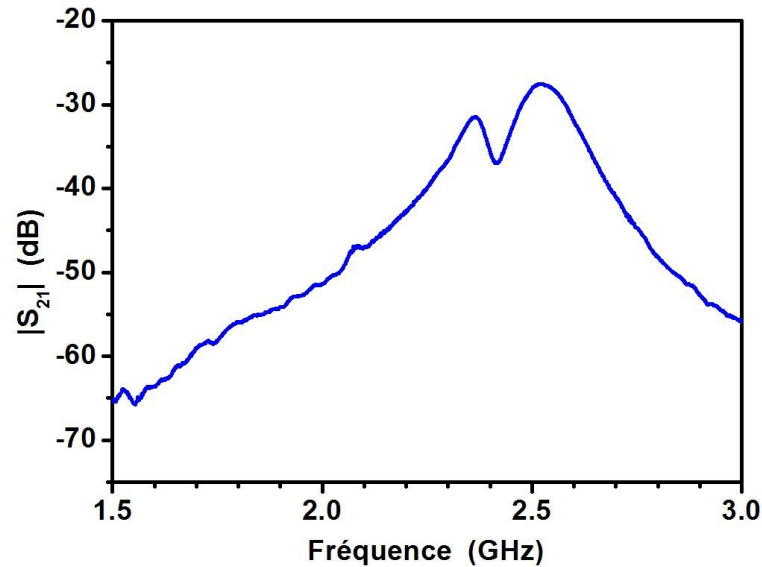


Figure VI.16: Variation des paramètres de transmission  $S_{21}$  en fonction de la fréquence (antennes patch imprimées)

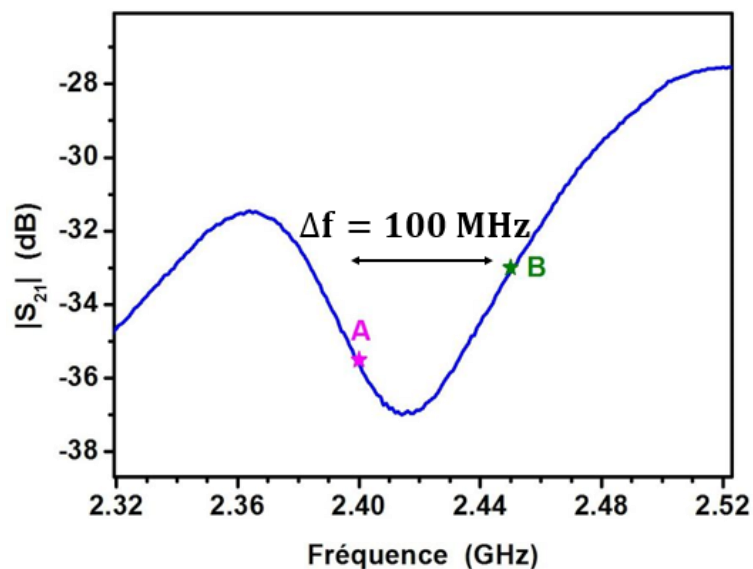


Figure VI.17: Zoom de la Figure VI.16 montrant la largeur du résonateur utilisé

Les mêmes mesures ont été réalisées en utilisant les antennes patch quart d'onde. Nous observons également le pic de résonance du résonateur qui apparaît au niveau de la transmission entre les deux antennes.

## V. Réalisation d'un démonstrateur d'un capteur passif et sans contact

Dans cette partie, nous considérons l'architecture complète de la Figure VI.1 avec les antennes patch imprimées. La réalisation d'un prototype a nécessité l'utilisation d'un VCO (*Voltage Controlled Oscillator*), CVC055 CRYSTEK, délivrant une puissance de 5 dBm comme source émettrice. La source réceptrice du lecteur est un module *Universal Software Radio Peripheral*, (USRP, N210), basé sur un système SDR (*Software Defined Radio*) qui permet de gérer le module grâce à un ordinateur. A noter que la puissance fournie par le VCO est atténuée de -30 dBm pour ne pas saturer le module de réception.

Le VCO émet une onde électromagnétique par l'antenne patch 1 de la Figure VI.19. Le module USRP est relié à l'antenne 4. Des mesures de transmission du signal ont été réalisées. Nous considérons deux séries de mesures : 1) en plaçant le résonateur entre les deux antennes 2 et 3 du capteur (Figure VI.18) et 2) sans la présence du résonateur mais en reliant les antennes 2 et 3 entre elles. La distance de lecture  $D_L$  entre le lecteur et le capteur est fixée à 7.5 cm. Nous représentons sur le graphique de la Figure VI.19 la variation de la puissance reçue en fonction de la fréquence pour chacun des deux cas.

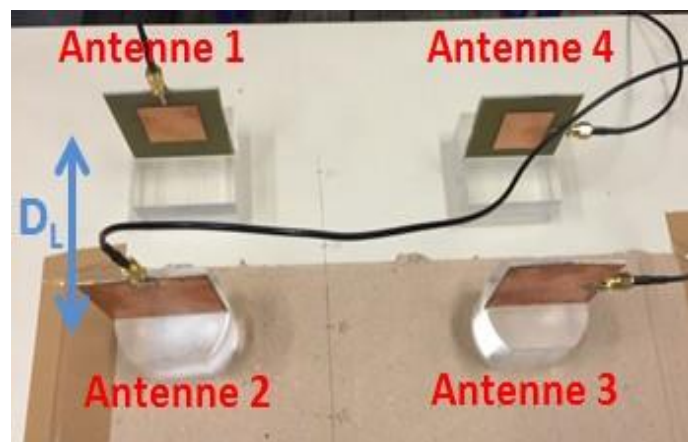


Figure VI.18: Photo montrant la disposition des quatre antennes Tx et Rx

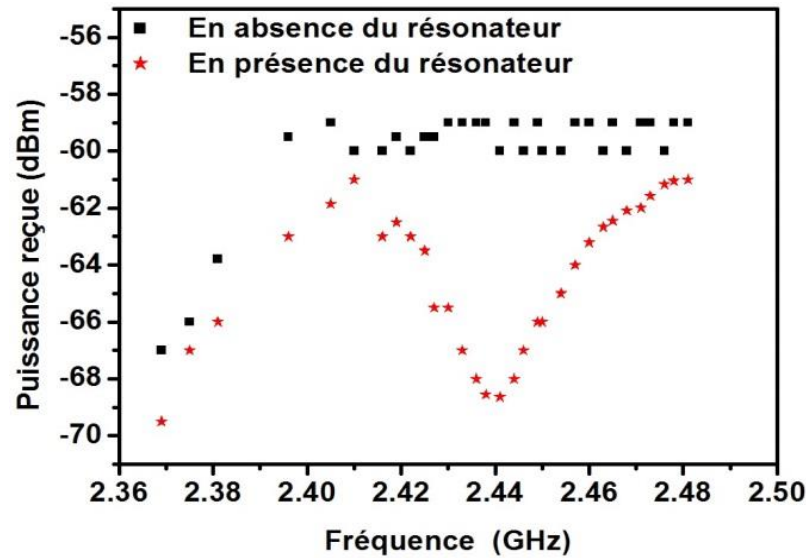


Figure VI.19: Variation de la puissance reçue en fonction de la fréquence avec et sans la présence du résonateur

Nous remarquons d'après le graphique ci-dessus que nous conservons une valeur stable de la puissance reçue,  $P_r = -60$  dBm, en l'absence du résonateur au-delà de 2.40 GHz. En dessous de cette fréquence, l'amplitude diminue. Ce résultat s'explique parfaitement à partir de la caractérisation des antennes. En plaçant le résonateur entre les deux antennes, nous pouvons clairement observer la résonance. Ce résultat prouve la faisabilité de la méthode. En outre, une variation de la fréquence de résonance doit être visible, à partir de ces résultats.

Notons que l'isolation du lecteur a été mesurée en éloignant suffisamment la partie du capteur de celle du lecteur. Dans ce cas, nous mesurons une isolation de 47 dBm (72-25 dBm) pour le lecteur. Notons que l'isolation mesurée pour les antennes dans les parties II.1 et II.2 ne correspond pas à l'isolation du lecteur. En effet, dans ce cas, les antennes étaient face à face. Il s'agissait dans ce cas de s'assurer que le signal passait bien de l'antenne 1 vers l'antenne 2 et non pas de 1 vers 3. Les valeurs mesurées de -45 dB doivent être rapportées à la mesure en co-polarisation d'environ -20 dB.

Une amélioration de l'isolation du lecteur doit permettre d'augmenter la distance de lecture. Ceci n'était pas l'objectif de ce travail, mais cela peut être réalisé par une optimisation des antennes. Notons que dans ce cadre, l'isolation est également dépendante de l'environnement, notamment de la présence de plans métalliques. Une

optimisation de l'antenne pour une augmentation de la distance doit dans ce contexte être réalisée en prenant en compte l'environnement dans lequel sera placé le capteur.

## **VI. Conclusion**

En conclusion, dans ce dernier chapitre, nous avons développé un capteur basé sur la technologie RFID sans puce dans la bande ISM à  $2.45 \pm 0.050$  GHz. Ceci a été réalisé en considérant une architecture présentant des antennes à polarisations croisées au niveau desquelles nous insérons le résonateur sensible. Sa dimension est réduite autorisant une intégration réelle dans des matériaux type bétons. Le capteur fonctionne parfaitement sur des distances de lecture de l'ordre de 10 cm. Comme discuté dans le chapitre, une amélioration de cette distance est possible via une amélioration de l'isolation, comme réalisée précédemment à plus basse fréquence [VI.4] Cela nécessite cependant la prise en compte de l'environnement final.



## Références Bibliographiques 6

- [VI.1] S. Preradovic and N. C. Karmakar, “Design of fully printable planar chipless RFID transponder with 35-bit data capacity”, European Microwave Conference, pp. 013–016, 2009.
- [VI.2] A. Vena, E. Perret and S. Tedjini, “Chipless RFID tag using hybrid coding technique”, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, Vol. 59, pp. 3356-3364, 2011.
- [VI.3] A. Vena, E. Perret and S. Tedjini, “Novel compact chipless RFID tag”, PIERS proceedings, Morocco, March 2011.
- [VI.4] M. Yasri, “Capteur de corrosion passif et sans contact”, Thèse : Matériaux et micro-ondes, Brest : Laboratoire de Magnétisme de Bretagne / Institut de la corrosion, 2016,188.
- [VI.5] C. A. Balanis, “Antenna Theory: Analysis and Design”, 2nd edition, John Wiley & Sons, Inc., 1997.
- [VI.6] T. Taga, K. Tsunekawa, “Performance analysis of a built-in planar inverted-F antenna for 800 MHz band radio units”, IEEE Journal on Selected Areas in Communications, vol. SAC-5, pp. 921-929, 1987.
- [VI.7] P. Le Thuc, “Antennes imprimées miniatures pour systèmes de télécommunications. Applications aux communications mobiles”, Université de Nice-Sophia Antipolis, thèse soutenue le 16/06/2003.
- [VI.8] C. R. Rowell and R. D. Murcha, “A compact PIFA suitable dual-frequency 900/1800 MHz operation”, IEEE Transactions on Antennas and Propagation, Vol. 46, n°4, pp. 596-598, 1998.
- [VI.9] Y. X. Guo, I. Ang and M. Y. W. Chia, “Compact internal multiband antennas for mobile handsets”, IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters, Vol. 2, pp. 143-146, 2003.







## Conclusion générale



Les travaux présentés dans ce manuscrit concernent le développement de résonateurs hyperfréquences destinés à être intégrés dans une technologie RFID *chipless* fréquentielle pour le développement de capteurs dédiés au suivi du processus de la dégradation des matériaux. Ces capteurs sans contact sont totalement autonomes, ce qui autorise le développement de nouvelles applications. La possibilité de les insérer au sein d'une infrastructure lors de sa construction est notamment un critère important pour leur développement. Ceci s'intègre pleinement dans les stratégies de maintenances prédictives de plus en plus développées.

Dans un premier chapitre, nous avons détaillé les différentes méthodes et techniques permettant de réaliser un suivi de la dégradation des matériaux. Notamment, nous avons montré que les méthodes électrochimiques ou celles basées sur des mesures d'impédances sont les plus utilisées pour la réalisation de capteurs non filaires. Ceci permet la mesure du potentiel de corrosion, ou encore potentiel OCP (*Open Circuit Potential*) de métaux revêtus ou pas par des revêtements organiques ainsi que la détermination de capacités/résistances via des mesures d'impédances. Cependant, leur emploi nécessite l'utilisation de composants actifs permettant de générer ou mesurer des tensions ou courants. En termes d'autonomie, cet aspect les rend inappropriés pour une intégration dans les structures. Pour répondre à ce besoin, nous proposons la réalisation de capteurs totalement autonomes basés sur la technologie RFID.

Dans un second chapitre, nous présentons de ce fait les principes généraux associés à cette technologie d'identification passive en dissociant les technologies conventionnelles et *chipless* (fréquentielle ou temporelle). Dans un second temps, l'introduction de la notion de sensibilité à un paramètre physique ou chimique au sein de cette technologie est décrite. Ceci nous permet d'argumenter nos choix sur l'utilisation de la technologie *chipless* fréquentielle et donc sur la réalisation de résonateurs sensibles.

Dans les chapitres trois, quatre et cinq, nous proposons des résonateurs micro-rubans passifs permettant de réaliser le suivi de la diffusion d'eau dans des matériaux diélectriques ou encore du potentiel de corrosion. Les principes physiques sur lesquels reposent les variations fréquentielles des résonances sont décrits, ce qui permet une analyse précise des résultats fournis. Ces derniers sont potentiellement très proches de

ceux obtenus par les méthodes électrochimiques décrites précédemment. Différents cas d'études sont proposés.

Une première application décrite dans le troisième chapitre a pour but d'effectuer un suivi en temps réel de la diffusion de l'eau dans des revêtements à base d'époxy. La réalisation de l'élément sensible est basée sur l'utilisation de la technologie micro-ruban qui assure une interaction entre l'onde se propageant dans le résonateur et le matériau sous surveillance. Les résultats obtenus durant cette étude sont conformes aux résultats présents dans la littérature et obtenus par des techniques différentes. Le quatrième chapitre présente une deuxième application concernant l'absorption de l'eau dans du mortier. Cette application basée sur l'utilisation de multirésonateurs prouve l'intérêt d'utiliser cette méthode dans le cadre d'une absorption d'eau par des matériaux hétérogènes.

Le cinquième chapitre présente un résonateur dont la fréquence de résonance est sensible à la variation du potentiel de corrosion OCP. L'étude de la passivation de l'acier en eau de mer et la dégradation des revêtements organiques est présentée. Dans ce chapitre, nous proposons également une nouvelle méthode de détection de la présence d'ions. Dans ce cadre, un matériau fonctionnel, l'alginate de calcium, permet du fait de son interaction avec des électrolytes de différencier les ions  $\text{Na}^+$  et  $\text{H}^+$ .

Pour compléter l'architecture du capteur, le dernier chapitre présente un prototype contenant un simple élément sensible associé à des antennes patch fonctionnant dans la bande ISM à  $2.45 \text{ GHz} \pm 50 \text{ MHz}$ . Le fonctionnement d'un capteur sans contact sur cette bande est alors prouvé.

L'ensemble des résonateurs produits dans cette thèse, associés à ceux réalisés par Yasri et *al* [i 19-20] pour suivre la perte de métal, doivent permettre la conception d'une solution globale permettant un suivi optimal de la dégradation des matériaux sous surveillance. Cependant l'utilisation de plusieurs résonateurs n'est pas possible dans l'architecture proposée dans le chapitre VI. Pour cela, le transfert des résultats obtenus ici vers la bande UWB peut représenter une solution intéressante. Cela implique une optimisation des antennes pour cette bande et leur association à l'architecture proposée. Comme discuté dans le dernier chapitre, cette procédure d'optimisation doit tenir compte de l'application réelle et du positionnement du capteur par rapport à la présence



éventuelle de plans réflecteurs. Une seconde solution, afin de rester dans une bande ISM, consiste en l'utilisation d'une isolation temporelle et non pas fréquentielle.







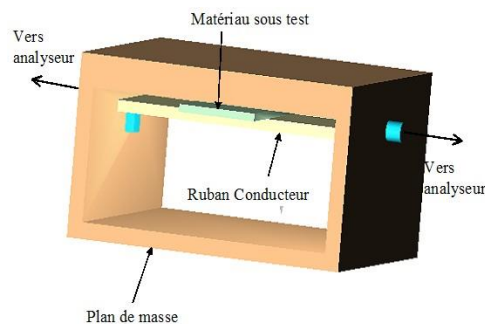
## Annexes



## Annexe A1

### Caractérisation électromagnétique de matériau en ligne triplaque

La caractérisation électromagnétique en ligne triplaque est une technique de spectroscopie diélectrique permettant la détermination de la perméabilité et de la permittivité complexes de matériaux isotropes sous forme de plaquettes ou de films minces de différentes épaisseurs (0,1  $\mu\text{m}$  -1800  $\mu\text{m}$ ) [A1.1]. La mesure simultanée des deux paramètres s'effectue sur une large bande de fréquence allant de 130 MHz jusqu'à 7 GHz. Elle est basée sur la mesure des paramètres S d'une triplaque asymétrique contenant l'échantillon à tester. L'originalité de cette méthode est de reproduire le même environnement pour le matériau comme celui dans les dispositifs à micro-ondes.



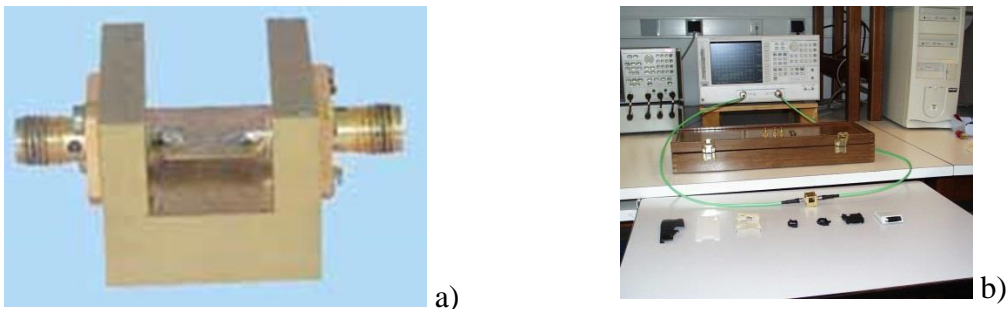
**Figure A.1 : Schéma illustratif de la ligne triplaque utilisée pour la caractérisation diélectrique**

La cellule de mesure, présentée dans la Figure A.1, est constituée de deux conducteurs isolés : un ruban métallique entouré par un plan de masse et un ruban conducteur dont les extrémités sont évasées des côtés afin de diminuer les effets capacitifs intervenant entre le ruban et les plans de masse en regard.

Le principe général de cette méthode consiste à placer l'échantillon, sur le trajet d'une onde électromagnétique progressive, à l'intérieur d'une structure de propagation (ligne de transmission). Une partie de cette onde est réfléchiée par le matériau, l'autre

partie est transmise à travers de ce dernier ou encore absorbée à l'intérieur du milieu. A partir des coefficients mesurés par un analyseur de réseaux et de l'analyse électromagnétique des discontinuités créées par l'échantillon, nous déterminons la permittivité et la perméabilité de l'échantillon.

Nous représentons, dans la Figure A.2, une photographie montrant la cellule de mesure qui a servi à caractériser les propriétés diélectriques des différents échantillons utilisés dans ce travail.



**Figure A.2: a) Cellule triplaque utilisée expérimentalement, b) Dispositif expérimental comprenant la ligne triplaque et l'analyseur de réseaux vectoriel (HP 8753ES) couvrant une gamme de fréquences de 10 MHz à 6 GHz.**

[A1.1] E. Salaun, P. Quéffelec, M. Le Floc'h and P. Gelin, "A broadband permeameter for "in situ" measurements of rectangular samples" *Magn. IEEE Trans.*, Vo. 37, pp. 2743–2745, 2001.







## Annexe A2

### Loi de Fick

La première loi de Fick constitue l'équation fondamentale de diffusion de molécules.

Elle s'applique aussi bien aux gaz, qu'aux liquides ou aux solides.

Considérons les flux de particules d'une certaine espèce; ces particules peuvent être des molécules, des atomes, des défauts ponctuels, etc... Soit  $C(x,t)$  leur concentration, exprimée en nombre de particules ou d'atomes par unité de volume.

On définit le flux de diffusion  $F$  comme la quantité de particules qui traverse, par seconde, l'unité d'aire d'une surface normale au mouvement de transfert étudié.  $F$  est aussi appelé la densité de courant de particules.

En présence d'un gradient de concentration, nous admettons qu'il s'établit un flux de particules dans le sens descendant du gradient, et que ce flux est proportionnel au gradient correspondant:

$$F = -D \frac{\partial C}{\partial x} = -D \text{grad}C \quad \text{Equation A2.1}$$

Où:  $D$  est le coefficient de diffusion exprimé en  $\text{m}^2/\text{s}$ ,  $C$  est la concentration de particules exprimée par atomes/ $\text{m}^3$ . Le signe négatif signifie que la diffusion du flux s'effectue de la région ayant la plus forte concentration de particules vers la moins forte.

L'équation 3.13 est connue sous le nom de l'équation de Fick, qui peut se généraliser également à trois dimensions. En considérant un milieu isotrope, le coefficient de diffusion représente alors une constante quelle que soit la direction de diffusion de l'espace. Nous obtenons, dans ce cas:

$$F = -D \left( \frac{\partial C}{\partial x} + \frac{\partial C}{\partial y} + \frac{\partial C}{\partial z} \right) \quad \text{Equation A2.2}$$

$$F = -D \nabla C \quad \text{Equation A2.3}$$

Où:  $\nabla$  est l'opérateur LAPLACIEN.

La loi de Fick affirme alors que le flux de diffusion et le gradient de concentration sont proportionnels.

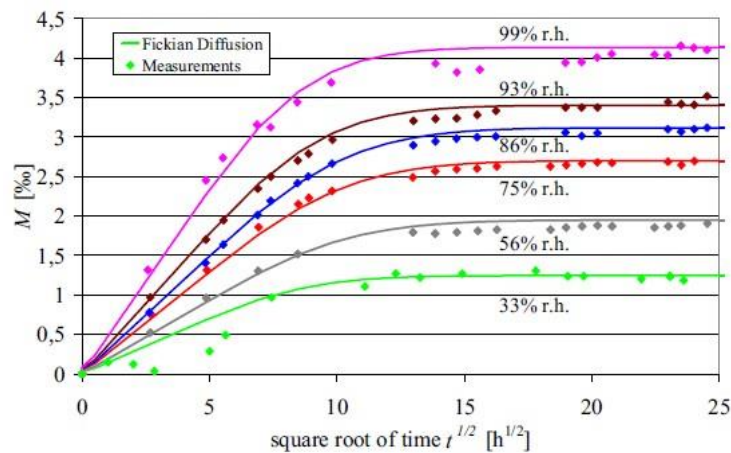
L'application de la loi de Fick au processus de la diffusion de l'eau dans les revêtements organiques, permet d'écrire l'expression de la teneur en eau [3.30], comme suit:

$$M = M_{\infty} - M_{\infty} \cdot \sum_{n=0}^{\infty} \frac{8}{(2n+1)^2 \pi^2} \exp\left\{- (2n+1)^2 \frac{4\pi^2 D t}{h^2}\right\} \quad \text{Equation A.4}$$

Où: D est le coefficient de diffusion et M: la teneur en eau maximale.

La présentation de M en fonction de la racine carrée du temps permet d'obtenir une dépendance linéaire dans les premières étapes de l'absorption de l'eau avant d'atteindre une valeur stable.

Cette loi a été vérifiée par Lutz *et al.* [A2.1], qui ont étudié le changement au niveau d'un revêtement à base d'époxy lorsqu'il était soumis à plusieurs taux d'humidité. Ce changement a été effectué en mesurant la différence de masse obtenue en fonction du temps. Les résultats obtenus suite à cette étude sont représentés dans la Figure A.1.



**Figure A.1: Variation de la teneur en eau en fonction de la racine carrée du temps, obtenue par Lutz *et al.***

Nous pouvons remarquer d'après le graphique précédent, que l'absorption d'humidité par le revêtement d'époxy suit la loi de Fick: nous observons une dépendance linéaire entre la teneur en eau et la racine carrée du temps dans les étapes initiales de l'exposition à l'humidité, pour les différents taux considérés.

[A2.1] B. Lutz and J. Kindersberger, "Influence of Absorbed Water on Volume Resistivity of Epoxy Resin Insulators", International Conference on Solid Dielectrics, Potsdam, Germany, 2010).





## Annexe A3

### Sonde RF coaxiale

La sonde coaxiale, associée à un analyseur de réseau, est utilisée pour effectuer les mesures de permittivité des matériaux ainsi que des liquides.

Le principe de mesure est basé sur un modèle liant le coefficient de réflexion au niveau de l'ouverture de la sonde à la permittivité du matériau en contact.

L'avantage de cette méthode par rapport aux méthodes traditionnelles est le pouvoir d'effectuer les mesures sur une large bande de fréquence.

La sonde coaxiale est modélisée suivant une ouverture coaxiale à un plan de masse infini. Ce système est généralement traité en raisonnant sur la distribution des champs magnétiques au niveau de l'ouverture. Dans ce cas, la mesure de la permittivité nécessite de combiner la solution donnant le coefficient de réflexion en fonction de la permittivité ainsi que la solution inverse.

L'ensemble du système est calibré en utilisant l'eau désionisée à 25°C. L'analyseur de réseau est utilisé pour mesurer le coefficient de réflexion de l'interface ouverture de la sonde/ matériau. La permittivité est ensuite calculée en utilisant le modèle mis en place par D.V. Blackham et *al.* [A3.1].

[A3.1] D.V. Blackham, R.D. Pollard, "An Improved Technique for Permittivity Measurements Using a Coaxial Probe", IEEE Transactions on instrumentation and measurement, Vol. 46, n°5, 1997.









# Bibliographie personnelle

## I. Revues

1. **R. Khalifeh**, B. Lescop, F. Gallée et S. Rioual, “Development of a radio frequency resonator for monitoring water diffusion in organic coatings”, *Sensors and Actuators A: Physical*, Vol. 247, pp. 30-36, 2016.
2. **R. Khalifeh**, M. Yasri, B. Lescop, F. Gallée, E. Diler, D. Thierry et S. Rioual, “Development of Wireless and Passive Corrosion Sensors for Material Degradation Monitoring in Coastal Zones and Immersed Environment”, *IEEE Journal of Oceanic Engineering*, n°99, pp. 1-7, 2016.

## II. Conférences

1. **R. Khalifeh**, F. Gallée, G. Le Roux, B. Lescop, et S. Rioual, “Développement d'un résonateur RF pour la surveillance de la diffusion de l'eau dans des matériaux diélectriques”, 14èmes Journées de caractérisation Microondes et Matériaux (JCMM), Calais-France, Mars 2016.
2. **R. Khalifeh**, A. Chevalier, F. Gallée, B. Lescop et S. Rioual, “Intégration d'un matériau bio-sourcé au sein d'un résonateur RF pour la détection de la pollution en ions métalliques des eaux usées”, 14èmes Journées de caractérisation Microondes et Matériaux (JCMM), Calais-France, Mars 2016.
3. **R. Khalifeh**, F. Gallée, G. Le Roux, B. Lescop et S. Rioual, “Développement de capteurs passifs sans fil pour des applications au génie civil”, Union radio-Scientifique Internationale (URSI), Cesson Sévigné-France, Mars 2016.
4. **R. Khalifeh**, F. Gallée, G. Le Roux, B. Lescop et S. Rioual, “Développement d'une nouvelle méthode de suivi de la corrosion par des capteurs sans fil basés sur la technologie RFID”, 7ème colloque Interdisciplinaire en Instrumentation, Saint-Nazaire-France, Janvier 2016.
5. **R. Khalifeh**, B. Lescop, F. Gallée et S. Rioual, “Développement d'un résonateur radiofréquence pour la caractérisation diélectrique de revêtements organiques lors

de leur dégradation’’, 36èmes Journées du groupe français des polymères (GFP) Ouest, Brest-France, Juin 2015.

6. **R. Khalifeh**, B. Lescop, F. Gallée et S. Rioual, ‘‘Développement d’un capteur radiofréquence de potentiel de corrosion de structures métalliques’’, Union Radio-Scientifique Internationale (URSI), Paris-France, Mars 2015.