

## Elaboration d'un capteur hyperfréquence pour la mesure in situ de la densité des sédiments marins

Rassoul Mansour

#### ▶ To cite this version:

Rassoul Mansour. Elaboration d'un capteur hyperfréquence pour la mesure in situ de la densité des sédiments marins. Electronique. Université de Bretagne occidentale - Brest; Université Saint-Joseph (Beyrouth), 2020. Français. NNT: 2020BRES0046. tel-03284347

#### HAL Id: tel-03284347 https://theses.hal.science/tel-03284347

Submitted on 12 Jul 2021

**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.







## **THESE DE DOCTORAT EN COTUTELLE**

DE L'UNIVERSITE DE BRETAGNE OCCIDENTALE AVEC L'UNIVERSITE SAINT-JOSEPH DE BEYROUTH (LIBAN)

ECOLE DOCTORALE N° 601 Mathématiques et Sciences et Technologies DE L'INFORMATION ET DE LA COMMUNICATION Spécialité : *Electronique*  FACULTE DE TECHNOLOGIE Spécialité : *Physique* 

Par

## **Rassoul MANSOUR**

Elaboration d'un capteur hyperfréquence pour la mesure *in situ* de la densité des sédiments marins.

Thèse présentée et soutenue à Beyrouth, le 12 octobre 2020 Unités de recherche : Lab-STICC, CNRS, UMR 6285

#### Rapporteurs avant soutenance :

Christian LEGRAND Sawsan SADEK Professeur, UDSMM ULCO Professeure, Faculté de Technologie, Université Libanaise (UL), LIBAN

#### Composition du jury :

Président :	Maher ABBOUD	Professeur, Faculté des sciences, Université Saint-Joseph de Beyrouth (USJ), LIBAN
Examinateurs :	Stéphane RIOUAL	MCF HDR, Lab-STICC Université de Bretagne Occidentale
	Benoit LESCOP	MCF HDR, Lab-STICC Université de Bretagne Occidentale
	Joseph AL ASSAD	MCF, Université Saint-Esprit de Kaslik (USEK), LIBAN
	Christian LEGRAND	Professeur, UDSMM ULCO
	Sawsan SADEK	Professeure, Faculté de Technologie, Université Libanaise (UL), LIBAN

Dir.de thèse : Gérard TANNE Professeur Lab-STICC, Université de Bretagne Occidentale / Wehbeh FARAH Professeur, Faculté des sciences, Université Saint-Joseph de Beyrouth (USJ), LIBAN



Invités : Bruno MARSSET Philippe TALBOT Chercheur, IFREMER MCF, Lab-STICC UBO

## **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.

Je remercie tout d'abord le conseil national de la recherche scientifique du Liban (CNRS-L) de m'avoir accordé une bourse de doctorat.

Je remercie ensuite L'institut français de recherche pour l'exploitation de la mer (IFREMER) d'avoir offert ce sujet de thèse.

Je voudrais remercier grandement mes directeurs de thèse, M. TANNE Gérard (France) et M. FARAH Wehbeh (Liban), pour toute leurs aides et leurs conseils. Je suis ravi d'avoir travaillé en leur compagnie.

M. LEGRAND Christian et Mme. SADEK Sawsan m'ont fait l'honneur d'être rapporteurs de ma thèse, ils ont pris le temps de m'écouter et de discuter avec moi. Leurs remarques m'ont permis d'envisager mon travail sous un autre angle. Pour tout cela je les remercie.

Je tiens à remercier M. AL ASSAD Joseph pour avoir accepté de participer à mon jury de thèse et pour sa participation scientifique.

Je remercie également M. ABBOUD Maher pour l'honneur qu'il me fait d'être président de mon jury de thèse.

Je tiens à remercier mes encadrants, M. RIOUAL Stéphane et M. LESCOP Benoit, pour toutes nos discussions et ses conseils qui m'ont accompagné tout au long de cette thèse. M. RIOUAL Stéphane était le support permanent que ça soit au niveau scientifique ou au niveau moral. Je suis sûr que sans lui, la thèse aurait été beaucoup plus difficile.

Il m'est impossible d'oublier M. TALBOT Philippe pour son aide précieuse dans les mesures expérimentales. Il a toujours fait tout son possible pour m'aider.

Un grand merci à ma famille (Les MANSOURS) et plus particulièrement mes chers parents ISSAM et MONA qui ont été toujours à mes côtés tout au long de mon cursus universitaire, que ça soit au niveau psychologique ou financier.

Je remercie toutes les personnes avec qui j'ai partagé mes études et notamment ces années de thèse : Abboudi, Lalo, Haddi, Hassouun, Mashnish, Ali, Rebecca, Anna, Rim, Nay, Elena.

Mes derniers remerciements vont à KHALIFEH Rania qui a tout fait pour m'aider, qui m'a soutenu et surtout encouragé dans tout ce que j'ai entrepris.

## Table des matières

Introduction générale	
Chapitre I : Etat de l'art des mesures de densité des sols sous-marins	20
I.Les pénétromètres	21
I.1- Pénétromètre statique	21
I.2- Pénétromètre dynamique	
Synthèse de la partie I	
II.Les méthodes de caractérisation de la densité des sédiments marins	27
II.1- Notions de base	27
II.2- Méthode gravimétrique	
II.3- Mesures de la résistivité électrique	
II.4- Méthodes radioactives	
II.5- Méthodes acoustiques	
II.6- Méthode optique	
II.7- Tomodensitométrie	
II.8- Méthodes hyperfréquences	
Synthèse de la partie II	45
Conclusion	47
Chapitre II : Caractérisation diélectrique des sédiments marins	54
I.La kaolinite	
I-1. Caractérisation par diffraction de rayon X de la kaolinite	
I-2. Caractérisation par microscopie électronique à balayage	
II.Les propriétés diélectriques des matériaux	
II.1- La permittivité diélectrique complexe	
II.2- Modèles théoriques de la relaxation dipolaire	
II.3- Loi des mélanges	
III.Caractérisation diélectrique de la kaolinite par sonde coaxiale	64
III.1- Méthodes et préparation des échantillons	64

III.2- Résultats expérimentaux de la caractérisation des mélanges de kaolinite	e et d'eau dé-
ionisée par sonde coaxiale	70
IV. Influence des ions NaCl sur les propriétés diélectriques de la caractérisation d	le la kaolinite 76
IV.1- Effet des ions NaCl	76
IV.2- Résultats expérimentaux de la caractérisation des mélanges de kaolis salée par sonde coaxiale	nite et d'eau 78
Synthèse des parties III et IV	
V.Caractérisation des sédiments réels par sonde coaxiale V.1- Sédiments prélevés en Méditerranée	
V.2- Sédiments prélevés en Nouvelle Guinée	
Synthèse de la partie V	
Conclusion	
Chapitre III : Développement d'une fonction hyperfréquence en réflexion	91
I.Antenne patch II. Fonction HF optimisée dans les mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée ( $\varepsilon' = 0,1$ )	$35 \text{ et } tan\delta = 97$
II.1- Simulations HFSS	97
II.2- Mesures expérimentales	
III.Fonction HF optimisée dans les mélanges de kaolinite et d'eau salée (3%) III.1- Simulations HFSS	
III.2- Mesures expérimentales de l'antenne dans des mélanges de kaolinite et d'e	au salée (3%) 127
Conclusion	
Chapitre IV : Développement d'une fonction hyperfréquence en transmission	133
Fonctions HF optimisées dans des mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée ( $\varepsilon' = 0,1$ )	$35 \text{ et } tan\delta =136$
1-Simulations HFSS	
2-Mesures expérimentales	
Conclusion	157
Conclusion générale	158
Annexes	

Annexe A1	
Annexe A2	
Publications	

## **Liste des Figures**

Figure I-1. Les constituants d'un pénétromètre statique	10
Figure I-2. a) Déploiement du pénétromètre Penfeld et b) Enfoncement de la po	inte
pénétrométrique dans le fond marin	11
Figure I-3. Différents éléments du pénétromètre Penfeld.	11
Figure I-4. Pointe multi-capteur.	12
Figure I-5. Pointe de célérimétrie développée par Orca Instrumentation.	12
Figure I-6. Les éléments d'un pénétromètre dynamique	13
Figure I-7. Figure présentant le pénétromètre FFCPT.	14
Figure I-8.a) Masse volumique réelle, b) Masse volumique apparente.	15
Figure I-9. Constitution d'un sédiment marin	16
Figure I-10. Principe de la méthode basée sur la mesure de la résistivité électrique	17
Figure I-11. Principe de la méthode gammamétrique.	19
Figure I-12. Humidimètre de neutrons.	20
Figure I-13. Deux transducteurs acoustiques face à face, immergés dans les couches de sédime	nts.
	20
Figure I-14. Sondeur de sédiments comportant une source acoustique et plusieurs récepteurs.	21
Figure I-15. Capteur à rétrodiffusion par fibre optique	22
Figure I-16. Schéma de principe de la scanographie d'une carotte de sédiment.	23
Figure I-17- Principe de la méthode Ground-Penetrating Radar (GPR)	24
Figure I-18- Variation de la distance entre les antennes en fonction du temps d'arrivée de l'o	nde
par mesure WARR	25
Figure I-19- Principe de la méthode AEM	26
Figure I-20. Méthode de Réflectométrie à Domaine Temporel (TDR).	27
Figure I-21. Variation de la constante diélectrique en fonction de la teneur en eau pour différe	ents
pourcentages de salinité.	28
Figure I-22. Sonde FDR.	29
Figure I-23- Sonde Theta.	29
Figure I-24. Sonde Hydraprobe	30
Figure I-25. Sonde coaxiale	31
Figure I-26. Variation de la constante diélectrique en fonction de la fréquence de sédiments m	ious
[66]	31

Figure I-27- Dispositif de mesure pour la caractérisation des mélanges de sol et d'eau avec
différentes quantités de NaCl à l'aide d'une sonde monopole [67]32
Figure I-28. Variation du paramètre S <sub>11</sub> en fonction de la fréquence pour différentes teneurs en
eau
Figure I-29. Variation du paramètre S <sub>11</sub> en fonction de la fréquence pour différents taux de salinité
et pour une teneur en eau de 35 ml
Figure II-1. Schéma présentant la cristallographie de la kaolinite46
Figure II-2. Diffractogramme obtenu par DRX à l'UBO46
Figure II-3. Microscopie électronique de la poudre de kaolinite réalisée à l'UBO47
Figure II-4. Spectre de permittivité diélectrique complexe sur une large gamme de fréquences. 48
Figure II-5. Comparaison des résultats de la permittivité diélectrique complexe obtenus
expérimentalement [18] avec ceux obtenus avec le modèle de Cole-Cole [13]50
Figure II-6. Comparaison des résultats corrigés de la permittivité diélectrique complexe obtenus
expérimentalement [17] avec ceux obtenus avec le modèle de Cole-Cole [13]51
Figure II-7. Modèle de Topp donnant la constante diélectrique en fonction de de la teneur en eau
volumique [19]52
Figure II-8. Échantillon de kaolinite et d'eau dé-ionisée
Figure II-9. Conductimètre S-470, Mettler Toledo54
Figure II-10. Principe de la sonde coaxiale à extrémité ouverte54
Figure II-11. Modèle de la sonde rayonnante
Figure II-12. Modèle de la sonde en ligne virtuelle
Figure II-13. Modèle électrique de la sonde plongée dans le matériau étudié56
Figure II-14. Variation de la permittivité diélectrique a) partie réelle et b) partie imaginaire en
fonction de la fréquence pour de l'eau dé-ionisée et l'eau salée à 1,5% et 3%
Figure II-15. Dispositif expérimental avec la sonde coaxiale Keysight, l'ARV et le matériau à
caractériser
Figure II-16. Variation de la constante diélectrique en fonction de la fréquence pour différentes
masses volumiques des mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée
Figure II-17. Variation de la masse volumique en fonction de la constante diélectrique à 4
différentes valeurs de fréquence60
Figure II-18- Variation de la masse volumique en fonction de la constante diélectrique à 4
différentes valeurs de fréquence et comparaison avec les modèles de CRIM et de TOPP61
Figure II-19- Variation de la permittivité diélectrique imaginaire en fonction de la fréquence pour
différentes masses volumiques des mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée

Figure II-20. a) Variation de la constante diélectrique en fonction de la fréquence (modèle de Debye) pour différentes valeurs de masse volumique, b) Comparaison des résultats obtenus avec la sonde coaxiale avec les courbes issues du modèle de Debye pour deux valeurs de masse Figure II-21. a) Variation de la permittivité diélectrique imaginaire en fonction de la fréquence (modèle de Debye) pour différentes valeurs de masse volumique, b) Comparaison des résultats obtenus avec la sonde coaxiale avec les courbes issues du modèle de Debye pour deux valeurs de Figure II-22. a) Variation de la constante diélectrique en fonction de la fréquence (modèle de Cole-Cole) pour différentes valeurs de masse volumique, b) Comparaison des résultats obtenus avec la sonde coaxiale avec les courbes issues du modèle de Cole-Cole pour deux valeurs de masse Figure II-23.a) Variation de la permittivité diélectrique imaginaire en fonction de la fréquence (modèle de Cole-Cole) pour différentes valeurs de masse volumique, b) Comparaison des résultats obtenus avec la sonde coaxiale avec les courbes issues du modèle de Cole-Cole pour deux valeurs Figure II-25. Variation de la permittivité diélectrique a) partie réelle, b) partie imaginaire en fonction de la fréquence pour une masse volumique de 1,666 g/cm<sup>3</sup> à différentes concentrations Figure II-26. Variation de la permittivité diélectrique a) partie réelle, b) partie imaginaire en Figure II-27. a) Constantes diélectriques en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de masses volumiques (c = 3%), b) Variation de la masse volumique en fonction de la constante diélectrique pour 3 valeurs différentes de fréquence et comparaison avec les modèles de CRIM et Figure II-28. Variation de la permittivité diélectrique imaginaire en fonction de la fréquence pour Figure II-29. Variation de la permittivité diélectrique a) partie réelle, b) partie imaginaire en fonction de la fréquence pour les masses volumiques suivantes : 1,793 g/cm<sup>3</sup>, 1,543 g/cm<sup>3</sup> et 1,378 Figure II-30. Variation de la masse volumique en fonction de la constante diélectrique à a) 0,5 Figure II-31. Variation de la masse volumique en fonction de la conductivité électrique......71

Figure II-32. Variation de la permittivité diélectrique a) partie réelle, b) partie imaginaire en
fonction de la fréquence pour trois masses volumiques différentes
Figure II-33. Variation de permittivité diélectrique a) partie réelle, b) partie imaginaire en fonction
de la fréquence pour trois masses volumiques différentes74
Figure II-34.a) Variation de la masse volumique en fonction de la constante diélectrique pour les
mélanges de kaolinite et d'eau salée (3%) avec les sédiment de Nouvelle Guinée et de la
Méditerranée et en comparant avec le modèle de CRIM et de TOPP b) Variation de la masse
volumique en fonction de la conductivité électrique des mélanges de kaolinite et eau salée (3%)
avec les sédiment de Nouvelle Guinée et de la Méditerranée75
Figure III-1- Antenne patch rectangulaire
Figure III-2. Circuit équivalent d'un patch rectangulaire alimenté par une ligne de transmission.
Figure III-3. Alimentation par ligne micro-ruban
Figure III-4. Alimentation par câble coaxial
Figure III-5. a) Schéma de l'antenne vue de dessus, variation du coefficient de réflexion en
fonction de la fréquence pour différentes positions d'alimentation et en fixant la largeur à b) $W =$
10 mm, c) $W = 5 mm$ et d) $W = 3 mm$
Figure III-6. a) Antenne optimisée dans $\varepsilon' = 35$ et tan $\delta = 0$ en 3D, b) Antenne placée dans une
boîte représentant les sédiments ayant $\varepsilon' = 35$ et $tan \delta = 0$ 90
Figure III-7. Réponse de l'antenne obtenue avec le rajout des pertes ( $tan\delta = 0,1$ )90
Figure III-8. Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes
positions d'alimentation en fixant la largeur à a) $W = 8 mm$ , b) $W = 4 mm$ et c) $W = 3 mm.91$
Figure III-9. Passage d'une antenne optimisée pour $\varepsilon' = 35$ et $tan\delta = 0$ à une antenne optimisée
pour $\varepsilon' = 35$ et $tan\delta = 0,1$
Figure III-10. a) Variation du coefficient de réflexion de l'antenne en fonction de la fréquence pour
différentes constantes diélectriques du milieu, b) Variation de la fréquence de résonance et du
coefficient de réflexion en fonction de la constante diélectrique du milieu92
Figure III-11. a) Variation du coefficient de réflexion de l'antenne en fonction de la fréquence pour
différentes valeurs de tangente des pertes du milieu, b) Variation de la fréquence de résonance et
du coefficient de réflexion en fonction de $tan\delta$
Figure III-12. a) Schéma de l'antenne vue de dessus, Variation du coefficient de réflexion en
fonction de la fréquence pour différentes positions d'alimentation en fixant la largeur à b) $W =$
7 mm, c) W = 5 mm, d) W = 3 mm

Figure III-13. a) Variation du coefficient de réflexion de l'antenne en fonction de la fréquence pour
différentes valeurs de constantes diélectriques du milieu, b) Variation de la fréquence de résonance
et du coefficient de réflexion en fonction de la constante diélectrique du milieu96
Figure III-14. Variation de la fréquence de résonance en fonction de la constante diélectrique pour
les deux antennes optimisées à 0,5 GHz (Rouge) et à 1,3 GHz (Bleu)96
Figure III-15. a) Variation du coefficient de réflexion de l'antenne en fonction de la fréquence pour
différentes valeurs de tangente des pertes du milieu, b) Variation de la fréquence de résonance et
du coefficient de réflexion en fonction de $tan\delta$
Figure III-16. Variation de la fréquence de résonance en fonction de la tangente des pertes pour
les deux antennes optimisées à 0,5 GHz (Rouge) et à 1,3 GHz (Bleu)98
Figure III-17. Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes
positions d'alimentation en fixant la largeur à a) $W = 5 mm$ , b) $W = 3 mm$ , c) $W = 2 mm$ 99
Figure III-18. a) Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes
valeurs de constantes diélectriques, b) Variation de la fréquence de résonance et du coefficient de
réflexion en fonction de la constante diélectrique du milieu
Figure III-19. a) Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes
valeurs de tangente des pertes, b) Variation de la fréquence de résonance et du coefficient de
réflexion en fonction de $tan\delta$
Figure III-20. Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes
positions d'alimentation en fixant la largeur à a) $W = 9 mm$ , b) $W = 7 mm$ , c) $W = 5 mm$ et d)
$W = 3 \ mm.$ 101
Figure III-21. a) Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes
valeurs de constantes diélectriques, b) Variation de la fréquence de résonance et du coefficient de
réflexion en fonction de la constante diélectrique du milieu
Figure III-22. a) Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes
valeurs de tangente des pertes, b) Variation de la fréquence de résonance et du coefficient de
réflexion en fonction de $tan\delta$
Figure III-23. Diagramme de rayonnement obtenu pour $\varepsilon' = 35$ et $tan\delta = 0,1$ (Rouge : Plan H ;
Mauve : Plan E)
Figure III-24.a), c) Principe de l'étude de la résolution spatiale de l'antenne, Variation du
coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes distances d séparant l'antenne
du milieu ayant b) $\varepsilon' = 30$ et $tan\delta = 0,1$ et d) $\varepsilon' = 10$ et $tan\delta = 0,1$
Figure III-25. Système final montrant l'antenne fixée au bord de la cuve et les mélanges 106

Figure III-26. a) Variation du coefficient de réflexion de l'antenne en fonction de la fréquence pour
différentes valeurs de masse volumique des mélanges, b) Variation de la fréquence de résonance
en fonction de la masse volumique107
Figure III-27. Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes
valeurs de masse volumique en fixant la concentration d'ions NaCl à a) $c = 0.5$ %, b) $c = 1$ %,
c) $c = 1,5 \%$
Figure III-28. Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes
concentrations d'ions NaCl ( $d = 1,640 \ g/cm3$ , $c = 0$ %) et ( $d = 1,646 \ g/cm3$ , $c = 1$ %). 109
Figure III-29. Variation de la fréquence de résonance en fonction de la masse volumique pour
différentes concentrations de NaCl
Figure III-30. a) Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes
valeurs d'ions NaCl, b) variation du paramètre de réflexion mesuré à 0,5 GHz en fonction de la
concentration c de NaCl
Figure III-31. Variation de la conductivité électrique en fonction de la masse volumique pour
différentes concentrations de NaCl
Figure III-32. a) Variation du paramètre de réflexion $S_{11}$ en fonction de la température, b)
Variation de la fréquence de résonance et de la conductivité électrique en fonction de la
température
Figure III-33. Variation du paramètre de réflexion en fonction du temps de sédimentation113
Figure III-34. Schéma illustratif de l'antenne recouverte avec une couche de résine114
Figure III-35. Diagramme de rayonnement obtenu pour $\varepsilon' = 35$ et $tan\delta = 0,6$ (Rouge : Plan H ;
Vert : Plan E)
Figure III-36. a) Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes
valeurs de constantes diélectriques, b) Variation de la fréquence de résonance et du paramètre
$S_{11}$ en fonction de la constante diélectrique du milieu116
Figure III-37. a) Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes
valeurs de tangente des pertes, b) Variation de la fréquence de résonance et du paramètre $S_{11}$ en
fonction de la tangente des pertes du milieu
Figure III-38. Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes
distances d séparant l'antenne du milieu ayant a) $\varepsilon' = 30 \text{ et } tan\delta = 0,1, \text{ b}) \varepsilon' = 10 \text{ et } tan\delta =$
0,1
Figure III-39. Dépôt de la résine par Spin-Coating118
Figure III-40. Photo d'épaisseur de résine par Microscopie électronique

Figure III-41. Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes
valeurs de masses volumiques, b) Variation de la fréquence de résonance et du paramètre $S_{11}$ en
fonction de la masse volumique du milieu119
Figure III-42. Variation du coefficient de réflexion $S_{11}$ en fonction de la fréquence pour différentes
concentrations
Figure III-43.a) Variation du coefficient de réflexion $S_{11}$ en fonction de la fréquence pour
différentes valeurs de masse volumique, b) Variation de la fréquence de résonance en fonction de
la masse volumique
Figure IV-1. Diagramme de rayonnement a) en 2D et b) en 3D obtenu pour $\varepsilon' = 35$ et $tan\delta = 0,1$
(Rouge : Plan H ( $Phi = 0^{\circ}$ ) ; Mauve : Plan E ( $Phi = 90^{\circ}$ ) )
Figure IV-2. Variation de la position de la deuxième antenne par rapport à la première129
Figure IV-3. Variation du paramètre $S_{12}$ en fonction de la fréquence pour différentes positions de
la deuxième antenne, en faisant varier $h$ en considérant a) $d = 6 cm$ et b) $d = 4 cm$
Figure IV-4. Variation du paramètre $S_{12}$ en fonction de la fréquence pour différentes positions de
la deuxième antenne, en faisant varier $d$ considérant $h = 4 \ cm$
Figure IV-5. Variation des paramètres $S_{11}$ en fonction de la fréquence pour différentes positions
de la deuxième antenne, en faisant varier $d$ et en considérant $h = 4 \ cm$ 132
Figure IV-6. a) Variation du paramètre de transmission en fonction de la fréquence pour différentes
valeurs de constante diélectrique du milieu, b) Variation de la fréquence de résonance et du
coefficient de transmission en fonction de la constante diélectrique133
Figure IV-7. a) Variation du paramètre de réflexion $S_{11}$ en fonction de la fréquence pour
différentes valeurs de constante diélectrique du milieu b) Variation de la fréquence de résonance
et du coefficient de réflexion en fonction de la constante diélectrique133
Figure IV-8. Diagrammes de rayonnement obtenus pour a) $\varepsilon' = 25$ et $tan\delta = 0,1$ et b) $\varepsilon' = 45$ et
$tan\delta = 0,1$ (Rouge : Plan H ( $Phi = 0^{\circ}$ ); Mauve : Plan E ( $Phi = 90^{\circ}$ ))
Figure IV-9. a) Variation du paramètre de transmission en fonction de la fréquence pour différentes
valeurs de tangente des pertes du milieu, b) Variation de la fréquence de résonance et du niveau
de transmission en fonction de la tangente des pertes134
Figure IV-10. a) Variation du paramètre de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes
valeurs de tangente des pertes du milieu, b) Variation de la fréquence de résonance et du niveau
de transmission en fonction de la constante diélectrique135
Figure IV-11. Diagrammes de rayonnement obtenus pour a) $\varepsilon' = 35$ et $tan\delta = 0.05$ et b) $\varepsilon' = 35$
et $tan\delta = 0,4$ (Rouge : Plan H ( <i>Phi</i> = 0°) ; Mauve : Plan E ( <i>Phi</i> = 90°) )

Figure IV-12. Diagramme de rayonnement obtenu à 0,52 GHz avec cette antenne dans $\varepsilon' = 35$ et
$tan\delta = 0,1$ (Rouge : Plan H ; Mauve : Plan E)
Figure IV-13. Variation du paramètre $S_{12}$ en fonction de la fréquence pour différentes positions de
la deuxième antenne, en faisant varier $d$ considérant $h = 4 \ cm$
Figure IV-14. Variation du paramètre $S_{11}$ en fonction de la position de la deuxième antenne pour
$h = 4 \ cm.$ 138
Figure IV-15. a) Variation du paramètre de transmission en fonction de la fréquence pour
différentes valeurs de constante diélectrique du milieu, b) Variation de la fréquence de résonance
et du coefficient de transmission en fonction de la constante diélectrique
Figure IV-16. a) Variation du paramètre de réflexion $S_{11}$ en fonction de la fréquence pour
différentes valeurs de constante diélectrique du milieu, b) Variation de la fréquence de résonance
et du coefficient de réflexion en fonction de la constante diélectrique139
Figure IV-17. a) Variation du paramètre de transmission en fonction de la fréquence pour
différentes valeurs de tangente des pertes du milieu, b) Variation de la fréquence de résonance et
du coefficient de transmission en fonction de la tangente des pertes du milieu
Figure IV-18. a) Variation du paramètre de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes
valeurs de tangente des pertes du milieu, b) Variation de la fréquence de résonance et du coefficient
de réflexion en fonction de la tangente des pertes du milieu
Figure IV-19. a) Photo illustrant le système de deux antennes utilisées en transmission, b) Photo
montrant le système relié à un analyseur ARV et plongé dans le sédiment142
Figure IV-20. Variation du paramètre de réflexion mesuré de a) l'antenne 1 et b) l'antenne 2 en
fonction de la fréquence pour différentes valeurs de masse volumique des différents mélanges de
kaolinite et d'eau dé-ionisée
Figure IV-21. Variation de la fréquence de résonance en fonction de la masse volumique des
différents mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée pour les deux antennes143
Figure IV-22. Variation des paramètres de transmission mesurés a) $S_{12}$ et b) $S_{21}$ en fonction de la
fréquence pour différentes valeurs de masse volumique des différents mélanges143
Figure IV-23. Variation des paramètres de transmission et de réflexion mesurés en fonction de la
fréquence pour la masse volumique $d = 1,683 \ g/cm3$
Figure IV-24. Variation du paramètre de réflexion mesuré de a) l'antenne 1 et b) l'antenne 2 en
fonction de la fréquence pour différentes concentrations d'ions c

Figure IV-25.a) Variation du paramètre de transmission mesuré en fonction de la fréquence pour
différentes concentrations c et pour une même masse volumique, b) Variation du niveau $S_{12}$ en
fonction de la fréquence pour différentes concentrations d'ions c à 1,3 GHz145
Figure IV-26. Échantillon en Téflon (PTFE) à positionner au milieu des deux antennes 146
Figure IV-27. Variation des paramètres de réflexion a) $S_{11}$ et b) $S_{22}$ respectivement et c) le
paramètre de transmission $S_{12}$ en fonction de la fréquence après l'insertion d'un échantillon en
téflon (PTFE)147
Figure IV-28. Variation des paramètres de réflexion mesurés a) $S_{11}$ , b) $S_{22}$ et c) le paramètre de
transmission $S_{12}$ en fonction de la fréquence après l'insertion d'un échantillon en mousse de pur
polyuréthane
Figure A-1. Levés continus du pénétromètre
Figure A-2. Déploiement du pénétromètre GOST
Figure A-3. Photo du système PROD
Figure A-4. Schéma illustrant le système SEACALF159
Figure A-5. Schéma du dispositif XDP
Figure A-6. Figure montrant le pénétromètre Nimrod160
Figure A-7. Figure illustrant le pénétromètre LIRmeter à MARUM161
Figure A-8. Le pénétromètre MSP-2161
Figure A-9. Variation de la permittivité diélectrique a) réelle et b) imaginaire en fonction de la
fréquence pour des sédiments prélevés du bord le la mer163

## Liste des tableaux

Tableau I-1. Comparaison entre les différentes méthodes de caractérisation de la densité des
sédiments marins
Tableau II-1- Valeurs obtenues avec le modèle de Debye pour la superposition des courbes63
Tableau II-2- Valeurs obtenues avec le modèle de Cole-Cole pour la reproduction des courbes 65
Tableau II-3. Valeurs obtenues avec le modèle de Cole-Cole pour la reproduction des courbes.69
Tableau II-4- Constantes diélectriques et tangente des pertes pour chaque mélange à 1 GHz70
Tableau II-5. Constantes diélectriques et les tangentes des pertes obtenues à 2 GHz72
Tableau II-6. Constantes diélectriques et les tangentes des pertes obtenues à 2 GHz73
Tableau II-7- Constantes diélectriques et les tangentes des pertes obtenues à 2 GHz74
Tableau III-1. Comparaison des trois antennes alimentées par différents câbles coaxiaux102
Tableau III-2. Tableau comparatif des valeurs de la sensibilité de l'antenne à la variation de la
constante diélectrique effective du milieu104
Tableau III-3. Valeurs de $\alpha$ et de $\beta$ extraites de la Figure III-29110
Tableau III-4. Valeurs de $\delta$ et de $\gamma$ extraites de la Figure III-31
Tableau III-5. Tableau comparatif des trois différentes antennes avec différentes épaisseurs de
résine
Tableau III-6. Les différentes valeurs d'épaisseurs obtenues pour différentes vitesses et durées de
dépôts
Tableau IV-1. Tableau comparatif des niveaux de transmission, des valeurs de sensibilité à la
variation de $\varepsilon'$ du milieu et à la variation de <i>tan</i> $\delta$ du milieu par chaque paire d'antennes141
Tableau A-1. Tableau récapitulatif des différents paramètres mesurés et déduits par les différents
pénétromètres existants
Tableau A-2- Constantes diélectriques et les tangentes des pertes obtenues à 2 GHz163

Introduction générale

Cette thèse a été réalisée en collaboration entre l'Université Saint-Joseph de Beyrouth (Liban), l'Université de Bretagne Occidentale (Lab-STICC) et l'Institut Français de Recherche pour l'Exploitation de la Mer, « IFREMER » (France). Ce travail a été cofinancé d'une part, par le CNRS Libanais (50%) et d'autre part, par IFREMER (50%). Le déroulement initial de la thèse consistait à effectuer une alternance chaque 6 mois entre la France et le Liban, pour une durée de trois ans. Cette configuration a été modifiée par la suite pour des raisons administratives, ce qui a abouti à diviser le travail en deux phases : les premiers 18 mois en France et le reste au Liban, tout en effectuant plusieurs aller-retour en France afin de finaliser les mesures expérimentales.

Les sédiments marins couvrent une très grande partie des 70 % de la surface de la Terre représentée par l'océan qui est considéré comme étant le plus grand écosystème unique de la Terre. Il n'est donc pas surprenant que les sédiments soient des systèmes riches en espèces (animales, végétales et microorganismes) [1]. Il existe quatre types de sédiments regroupés selon l'origine de leurs particules : cosmogène (provenant de l'espace), volcanogène (éruptions volcaniques), tergène (érosion des continents et ruissellement des rivières) et biogène (squelettes de créatures marines). Ces différentes sources d'origine permettent de les classer selon plusieurs tailles : argile, limon, sable, galets, galets et rochers (du plus petit au plus grand) [2]. Le temps de dépôt et la distance des côtes sont des facteurs importants qui influent sur la taille des sédiments sachant que plus le voyage dans la mer est long, plus il y a de chances pour que les grains minéraux soient arrondis et réduits en taille par abrasion. C'est pour cette raison que la plupart des sédiments à grande profondeur, déposés depuis longtemps et loin des côtes sont généralement constitués d'argiles [3]. L'étude des systèmes sédimentaires marins et l'évaluation des aléas géologiques associés s'avèrent fondamentales pour la connaissance du fond marin. Ceci est réalisé en effectuant une caractérisation des propriétés physiques et mécaniques du milieu. L'un des paramètres fondamentaux mis en jeux est la densité des sédiments. Cette information permet d'identifier au mieux le mouvement des pentes sous-marines et indirectement d'anticiper des phénomènes liés à ces mouvements (tremblement de terre, tsunami, éruption volcanique...). Cette caractérisation des matériaux peut se faire en laboratoire sur des échantillons sédimentaires prélevés par carottage sur le site à étudier. La récupération de ces échantillons s'accompagne souvent de perturbations non négligeables générées par le carottage ce qui nous amène aujourd'hui à favoriser les mesures in situ dans le milieu naturel intact. Pour cela, il est nécessaire de disposer d'outils de mesure in situ adaptés à l'environnement d'une part et ne nécessitant pas de longue phase de post traitement d'autre part. Malheureusement, malgré les avancées dans le domaine de l'instrumentation et des capteurs associés, peu de méthodes sont capables d'atteindre de tels objectifs. La meilleure façon

#### Introduction générale | R.Mansour

permettant de faire un sondage *in situ*, en temps réel et à grande profondeur, est l'utilisation d'un pénétromètre, déposé sur les fonds marins, comportant un capteur de densité. Le pénétromètre Penfeld [4] développé par IFREMER est le seul pénétromètre présentant déjà des outils de mesure de densité. Ce dernier comporte un gamma-densimètre qui consiste à sonder le milieu avec une source gamma et à mesurer le coefficient d'absorption du rayonnement [5]. Il dispose également d'une fourche équipée de deux transducteurs ultrasons et qui va pénétrer jusqu'à 30 m dans le sol sous-marin et mesure la vitesse des ondes acoustiques dans le milieu [6].

Récemment, grâce à leur taille réduite, leur non-nocivité et leur faible coût, les capteurs hyperfréquences [7]–[9] et plus précisément les antennes [10] sont devenus largement utilisés pour la caractérisation des propriétés diélectriques des sols sous-marins. Leurs réponses sont fortement corrélées avec la teneur en eau (densité). Par conséquent, afin d'attribuer un caractère innovant à notre travail, notre objectif sera de concevoir un nouveau capteur hyperfréquence, à base d'antennes, pouvant être positionné sur la fourche du pénétromètre Penfeld. Ce capteur permettra de remplacer les deux capteurs (acoustique et gammamétrique) et d'éviter l'utilisation d'une source radioactive.

Ce manuscrit est divisé en quatre chapitres :

- Le chapitre I comporte un état de l'art sur les différents types de pénétromètres utilisés pour l'exploration des sédiments sous-marins suivi par un état de l'art sur les différentes méthodes de caractérisation de la densité des sédiments marins.
- Le chapitre II détaille les propriétés diélectriques et les processus de relaxations diélectriques des matériaux. La caractérisation diélectrique des sédiments modèles (kaolinite) et des sédiments réels, à l'aide d'une sonde coaxiale est également présentée.
- En utilisant le logiciel de simulation Ansys HFSS, le chapitre III présente l'optimisation d'une antenne patch fonctionnant en réflexion dans les milieux caractérisés dans le chapitre
  Les essais expérimentaux réalisés sur l'ensemble des antennes sélectionnées sont détaillés.
- Le chapitre IV comporte l'étude en transmission des antennes optimisées, en positionnant deux antennes face à face. La position optimale sera déterminée en utilisant le logiciel de simulation et sera ensuite validée expérimentalement.

Enfin, nous présenterons une conclusion décrivant les principaux points abordés tout au long de ce travail ainsi que quelques perspectives donnant de nouvelles pistes pour compléter le présent travail.

### **Références**

- P. V. R. Snelgrove, «Marine Sediments», in Encyclopedia of Biodiversity (Second Edition), Second Edition., S. A. Levin, Éd. Waltham: Academic Press, p. 105-115, 2013.
- [2] N. Smith, «Types of Marine Sediments», Article Myriad, déc. 07, 2011. https://www.articlemyriad.com/types-marine-sediments/.
- [3] National Research Council, « Bioavailability of contaminants in soils and sediments: processes, tools, and applications », National Academies Press, 2003.
- [4] J. Meunier, N. Sultan, P. Jegou, et F. Harmegnies, « First Tests of Penfeld: a New Seabed Penetrometer », in The Fourteenth International Offshore and Polar Engineering Conference, ISOPE, p. 8, 2004.
- [5] G. H. Keller, « Deep-sea nuclear sediment density probe », Deep Sea Research and Oceanographic Abstracts, vol. 12, nº 3, p. 373-376, 1965.
- [6] J. P.-Y. Maa, K.-J. Sun, et Q. He, « Ultrasonic characterization of marine sediments: a preliminary study », Marine Geology, vol. 141, nº 1-4, p. 183-192, 1997.
- [7] M. A. Hilhorst et C. Dirksen, « Dielectric water content sensors: time domain versus frequency domain. », in Proc of the Symposium on TDR in environmental, infrastructure, and mining applications, Evanston, Illinois, p. 22-23, 1994.
- [8] H. Gao-wei, Y. Yu-guang, D. Shao-bo, Z. Jian, et L. Chang-ling, «Time domain reflectometry (TDR) in measuring water contents and hydrate saturations in marine sediments », in Proceeding of the 7th International Conference on Gas Hydrate, Edinburgh, Scotland, United Kingdom, p. 1-7, 2011
- [9] R. L. van Dam, « Causes of ground-penetrating radar reflections in sediment », Thèse de Doctorat de l'Université de VU Amsterdam, Netherlands, 2001.
- [10] S. Dey, N. Karmakar, R. Bhattacharyya, et S. Sarma, « Electromagnetic characterization of soil moisture and salinity for UHF RFID applications in precision agriculture », in 46th European Microwave Conference, London, UK, p. 616-619, 2016.

# Chapitre I : Etat de l'art des mesures de densité des sols sous-marins

Notre étude est basée sur un sondeur pouvant descendre en eau profonde afin d'effectuer des mesures *in situ* et de caractériser la densité volumique des sédiments marins. Pour cela, ce chapitre présentera, dans un premier temps, un état de l'art des différents types de pénétromètres qui existent pour l'exploration des sédiments sous-marins. Parmi ces pénétromètres, nous présenterons plus en détail le pénétromètre Penfeld puisque c'est sur ce dernier que nous comptons placer le capteur, développé dans cette thèse, dédié à la mesure de la densité des sédiments. Dans un second temps, afin d'identifier le type de capteur (acoustique, optique, hyperfréquence...) le mieux adapté à notre étude, un état de l'art des méthodes de caractérisation de la densité des sédiments marins sera présenté. Notre choix prendra en considération la capacité du capteur à être facilement positionné sur la fourche du pénétromètre Penfeld et à supporter les fortes profondeurs d'eau. L'ensemble des résultats obtenus dans ce chapitre nous permettra de choisir le capteur présentant le meilleur compromis.

#### I. Les pénétromètres

La connaissance de la nature des sols sous-marins présente un aspect très important dans les études géotechniques et géophysiques. Afin d'effectuer des études *in situ* des sols sous-marins, le pénétromètre, pouvant s'enfoncer à des profondeurs précises, est actuellement le dispositif le plus utilisé dans l'identification des paramètres géotechniques (la pression interstitielle, les frottements latéraux et la résistance des sols). Par contre, les paramètres géophysiques (densité, porosité, permittivité diélectrique, conductivité) sont généralement déterminés en laboratoire après carottage (*ex situ*). Il existe plusieurs pénétromètres pouvant s'enfoncer dans les fonds marins et effectuer des mesures *in situ* pour connaître la nature des sédiments présents. Ces pénétromètres sont répartis en deux catégories : dynamique et statique. Ils sont détaillés dans cette partie.

#### I.1- Pénétromètre statique

Les pénétromètres statiques [1], [2] reposent sur le principe de l'enfoncement d'un train de tiges/tubes dans le fond marin, sans aucune vibration, choc ou rotation, à des vitesses constantes (0,2 à 2 cm/s) à l'aide d'une charge statique : un vérin. Ce pénétromètre se termine par une pointe conique.



Figure I-1. Les constituants d'un pénétromètre statique.

La Figure I-1 présente le système d'un pénétromètre statique. Il est constitué d'un tube extérieur de diamètre variant de 5 à 10 cm contenant un train de tiges et se terminant par un cône fixe (le tube et le cône vont se comporter comme un seul élément). Le pénétromètre fonctionne à l'aide d'un dispositif hydraulique, électrique ou mécanique, il mesure l'effort de frottement latéral au voisinage de la pointe et l'effort s'exerçant sur la pointe de façon continue et simultanée. Les autres paramètres généralement recueillis par les pénétromètres statiques sont : la densité, la résistance au cisaillement, le taux de consolidation ainsi que la pression interstitielle mesurée en cours de forage [3], [4]. Dans certains cas, il est possible de trouver des pénétromètres disposant d'une pointe multi-capteurs comprenant des capteurs de température, d'inclinaison, de profondeur ... La plupart des pénétromètres statiques sont dédiés aux sols terrestres. Dans notre cas, nous nous intéressons seulement au pénétromètre Penfeld utilisé par IFREMER pour les études sous-marines. Des détails sur les pénétromètres GOST, Seacalf, PROD utilisés dans d'autres pays sont donnés

Pénétromètre Penfeld

en Annexe 1.

En France, l'Institut Français de la Recherche pour l'Exploitation de la Mer (IFREMER) utilise un pénétromètre statique afin d'effectuer des mesures géotechniques des sols sous-marins. Il est connu sous le nom du pénétromètre Penfeld [5]. Il a un poids de 65 kN dans l'air et peut descendre jusqu'à 6000 m de profondeur sous la mer. La Figure I-2.a montre le pénétromètre sur le bateau avant sa mise à l'eau à l'aide d'un portique. Il comporte une tige qui peut s'enfoncer à une profondeur de 30 m dans le sol sous-marin avec une force de pénétration maximale égale à 40 kN comme l'illustre la Figure I-2.b.



Figure I-2. a) Déploiement du pénétromètre Penfeld et b) Enfoncement de la pointe pénétrométrique dans le fond marin.

Comme montre la Figure I-3, ce pénétromètre comporte plusieurs éléments. La pénétration s'effectue par un système appelé injecteur enfermant deux moteurs hydrauliques qui transmettent le mouvement aux deux chaînes munies de mors qui enserrent la tige et l'entraînent. Ces dernières vont, par la suite, appuyer sur la tige pour qu'elle pénètre dans le sol. Cette tige en acier inoxydable de diamètre 36 mm, d'une section de 10 cm<sup>2</sup> et d'une épaisseur de 8 mm, peut pousser deux types de pointes dans le sédiment pour effectuer alternativement des sondages au piézocône ou acoustiques.



Figure I-3. Différents éléments du pénétromètre Penfeld.

La pointe pénétrométrique (Piézocône), comme illustré sur la Figure I-4, développée à IFREMER, comporte différents capteurs permettant d'effectuer les mesures de la résistance de la pointe  $q_c$ , les frottements latéraux  $f_s$  et la pression d'eau interstitielle  $u_2$ . Cette pointe comporte également une source au Césium de faible énergie pour mesurer la **densité** ainsi que deux inclinomètres et un thermomètre.



Figure I-4. Pointe multi-capteur.

La pointe de mesure de célérimétrie (fourche), développée par Orca Instrumentation, déposée sur la pointe du pénétromètre Penfeld, comme le montre la Figure I-5, est utilisée par IFREMER pour mesurer les résistances des sols sous-marins. Son principe consiste à enregistrer le temps de propagation des ondes de compression produites à l'aide d'un transducteur de 1 MHz, d'une branche (émetteur) à une autre (récepteur) éloignées de 7 cm. L'atténuation du signal est ainsi mesurée et est traduite par le rapport d'amplitude des signaux d'entrée et des signaux reçus. Connaissant le temps de propagation, les vitesses sont alors calculées. Ces paramètres peuvent servir comme base pour en déduire la densité, la porosité, la taille des grains et la nature des sédiments [6].



Figure I-5. Pointe de célérimétrie développée par Orca Instrumentation.

#### I.2- <u>Pénétromètre dynamique</u>

Les pénétromètres dynamiques [7], comme illustré sur la Figure I-6, consistent à enfoncer dans le sol un train de tiges, dont l'extrémité se termine par une pointe, par une succession de battages. Le battage se fait généralement à l'aide d'une masse appelée mouton tombant en chute libre sur l'enclume.



Figure I-6. Les éléments d'un pénétromètre dynamique.

Ce type de pénétromètres mesure le nombre de coups N et la profondeur de la pointe pour une pénétration désirée. D'après ces mesures, la résistance dynamique de pointe ainsi que la résistance latérale sont déduites. Dans la plupart des cas, le déploiement de ces pénétromètres se fait en chute libre ou par treuil abaissé. Le paramètre mesuré sera alors la décélération de la pointe dans le sol en fonction de la profondeur de pénétration afin de déduire la résistance du sol et sa capacité portante [8].

Les pénétromètres dynamiques actuellement utilisés sont nombreux. Parmi ces pénétromètres, nous présentons quelques exemples : FFCPT (*Free Fall Cone Penetrometer*), XDP (*Expandable Doppler Penetrometer*), Nimrod, LIRmeter (*Lance Insertion Retardation meter*) et MSP 1 et 2. Ces quatre derniers pénétromètres sont détaillés dans l'Annexe A1.

#### Pénétromètre conique en chute libre (FFCPT)

Le FFCPT (*Free Fall Cone Penetrometer*) [9] est une sonde disponible sur le marché mesurant la pression interstitielle et hydrostatique, la rétrodiffusion optique et l'accélération. Les registres de pression et d'accélération servent à fournir des renseignements sur la profondeur ou à classer les sédiments. La rétrodiffusion optique permet de remonter à la concentration des sédiments en suspension (SSC). Le pénétromètre FFCPT, représenté sur la Figure I-7, a été développé à l'institut MARUM de l'université de Brême et existe en deux versions différentes :

#### Etat de l'art des mesures de densité des sols sous-marins | R.Mansour

un instrument en eau peu profonde (ShallowWater FFCPT)[10], [11] et un instrument en eau profonde (DeepWater FFCPT) [10], [12]. Le SW FFCPT a une longueur de tige allant de 1,5 à 9,5 m et une masse variante de 45 (1,5 m) à 140 Kg (8,5 m). La sonde est constituée d'un piézocône de 15 cm<sup>2</sup> protégé de l'eau, contenant des éléments microprocesseurs, une mémoire volatile, une batterie et des accéléromètres. L'instrument enregistre des mesures de l'accélération, de la résistance du cône, du frottement latéral du manchon et de la pression interstitielle. Il peut être déployé en chute libre (vitesse finale : 6 m/s) ou en treuil abaissé. Le DW FFCPT a une longueur de 4 à 7 m, une masse de 500 à 550 Kg et une section transversale (cône) de 15 cm<sup>2</sup>. En plus de la résistance au cône, du frottement du manchon et de l'accélération, la pression interstitielle (différentielle) est enregistrée.



Figure I-7. Figure présentant le pénétromètre FFCPT.

#### Synthèse de la partie I

Dans cette partie, nous avons présenté les pénétromètres existants. Il existe deux types de pénétromètres : statique et dynamique. Nous remarquons que les pénétromètres sont généralement plus utilisés pour effectuer des mesures géotechniques que des mesures géophysiques. Seulement FFCPT et Penfeld comportent un capteur de mesure géophysique. FFCPT utilise la rétrodiffusion optique (*OBS*) permettant de déterminer la concentration des sédiments en suspension (pouvant par la suite remonter à la densité). Penfeld mesure la densité des sédiments soit par gammamétrie (gamma-densimètre) ou soit par l'acoustique. Notre objectif est de concevoir un capteur capable de mesurer la densité *in situ* et pouvant être positionné sur la fourche du pénétromètre Penfeld tout en évitant l'utilisation d'une source radioactive. Afin de bien choisir le type de notre capteur, nous allons présenter une étude bibliographique permettant de résumer les différentes méthodes utilisées pour effectuer la mesure de la densité des sédiments marins.

## II. <u>Les méthodes de caractérisation de la densité des sédiments</u> <u>marins</u>

#### II. 1- Notions de base

#### a. La masse volumique réelle, la masse volumique apparente et densité

La masse volumique réelle  $(d_{r\acute{e}el})$ , comme le montre la Figure I-8.a, est le rapport entre la masse du matériau  $(M_{tot})$  et le volume réel des grains  $(V_{r\acute{e}el})$  (volumes élémentaires des grains y compris le volume des cavités vides fermés, appelées pores). L'équation est donnée par :

$$d_{r\acute{e}el} = \frac{M_{tot}}{V_{r\acute{e}el}}$$
Équation I-1

La masse volumique apparente ( $d_{app}$ ), comme présentée sur la Figure I-8.b, est le rapport entre la masse du matériau et le volume apparent (total) ( $V_{app}$ ) de l'ensemble des grains. L'équation est donnée par :

$$d_{app} = \frac{M_{tot}}{V_{app}}$$
Équation I-2

Nous pouvons remonter à la densité qui est le rapport entre la masse volumique (d) et la masse volumique de l'eau ( $d_{eau}$ ) (en général égale à 1 g/cm<sup>3</sup>).



Figure I-8.a) Masse volumique réelle, b) Masse volumique apparente.

#### b. Composition des sédiments

Un sédiment est un milieu poreux constitué d'une matrice solide et des pores [13]. Lorsque tous les pores sont occupés par de l'eau de mer, le sédiment devient saturé en eau. Les sédiments

#### Etat de l'art des mesures de densité des sols sous-marins | R.Mansour

sont des milieux poreux constitués de trois fractions présentes en proportions variables (solide, liquide et gazeuse) comme le montre la Figure I-9. La fraction sédimentaire solide est constituée de plusieurs espèces minérales, comme le quartz, l'hydroxyde métallique, les carbonates et les argiles, ou des matières organiques, la fraction liquide renferme l'eau et la fraction gazeuse due à l'activité respiratoire des microorganismes. [14]. En eau profonde, les sédiments sous-marins sont entièrement saturés en eau, d'où, la masse volumique réelle  $d_{réel}$  devient égale à la masse volumique apparente  $d_{app}$  (pour cela, nous allons utiliser le terme masse volumique **d** dans la suite du travail). La masse volumique moyenne des sédiments dans l'eau de mer varie autour de 1,6  $g/cm^3$  [15].



Figure I-9. Constitution d'un sédiment marin.

La mesure de la densité des sédiments marins est une source essentielle pour l'identification de la nature des sols sous-marins. Citons comme exemple : la méthode gravimétrique, les méthodes radioactives, les méthodes optiques, les méthodes hyperfréquences...

#### II.2- Méthode gravimétrique

Cette méthode est considérée la plus simple pour mesurer la densité des sédiments. Son principe est basé sur la comparaison de la masse de l'échantillon avant et après l'élimination de l'eau en utilisant un four fonctionnant à 105 °C pour éliminer la vapeur d'eau. La masse volumique d des mélanges pourra être déduite avec l'Équation I-4 si la masse volumique du sédiment sec est connue :

$$d = \frac{M_{tot}}{V_{tot}} = \frac{M_{sed} + M_{eau}}{V_{tot}} = \frac{M_{sed} + M_{eau}}{V_{sed} + V_{eau}} = \frac{M_{sed} + M_{eau}}{\frac{M_{sed}}{d_{sed}} + \frac{M_{eau}}{d_{eau}}}$$
Équation I-4

Avec  $M_{sed}$ , la masse du sédiment sec,  $M_{eau}$ , la masse de l'eau dé-ionisée rajoutée,  $d_{sed}$ , la masse volumique du sédiment sec et  $d_{eau}$ , la masse volumique de l'eau dé-ionisée.

Cette méthode est déployée *ex situ*, donc il faut apporter les échantillons au laboratoire afin d'effectuer les mesures.

#### II.3- Mesures de la résistivité électrique

Cette méthode consiste à mesurer la résistivité électrique des sédiments marins à partir d'une sonde de 13 m de long, pesant 700 kg dans l'eau et déployée en chute libre depuis un navire comme montre la Figure I-10 [16]. La résistivité est mesurée alors avec la sonde qui est un système de 4 électrodes montées sur une plaquette en plastique pressée contre les sédiments. Son principe consiste à envoyer un courant d'onde carrée de 16 Hz à travers les électrodes extérieures (A) et à mesurer la tension en régime permanent entre les électrodes intérieures (B). Cette tension est proportionnelle à la résistance électrique d'un volume de sédiment situé entre les deux électrodes internes.





La résistivité est généralement inversement liée à la porosité n et directement liée à la masse volumique d. La porosité n est reliée au rapport entre la résistivité des sédiments marins et la résistivité de l'eau interstitielle et déduite de l'équation suivante :

$$\frac{R_s}{R_w} = n^{-m}$$
Équation I-5

Avec,  $R_s$ , la résistivité du sédiment saturé,  $R_w$ , la résistivité de l'eau interstitielle et m, fonction de cimentation variante entre 1,8 et 2.

De nombreux chercheurs ont étudié la relation entre la masse volumique et la porosité des sédiments marins. Kermabon *et al* [16] ont trouvé une relation linéaire, d'après les résultats de dix carottes, présentée par l'équation suivante :

$$d = 2, 6 - 0, 0158 n$$
 Équation I-6

Cette méthode présente quelques inconvénients. Il est impossible d'obtenir des mesures si la sonde est incapable de pénétrer le fond. De plus, le volume de sédiment sondé est faible, ce qui peut entraîner des erreurs d'interprétation si le milieu sondé n'est pas représentatif de la zone environnante [17].

#### II.4- Méthodes radioactives

Dans les années 60, les méthodes radioactives ont été les premières abondamment utilisées dans le domaine de caractérisation des paramètres physiques des sédiments marins (densité, humidité, porosité). Récemment, ces méthodes ont été limitées à cause de la contamination du milieu marin. Les deux méthodes les plus utilisées ont été : la méthode gammamétrique [18]–[21] et la méthode par sonde à neutrons [19], [22].

#### a. Méthode gammamétrique

Cette méthode, utilisée sur le pénétromètre Penfeld, permet de mesurer la masse volumique des sédiments marins. Elle consiste à sonder le milieu par une source radioactive  ${}^{127}Cs$  de 50 mCi avec un collimateur d'ouverture de 1 mm pour orienter le champ de radiation perpendiculairement à la cible (détecteur), comme illustré sur la Figure I-11. La distance entre la source et le centre du détecteur est de 28 cm. La source est couverte par un écran de plomb ; ce blindage de quelques centimètres réduit le rayonnement dans les autres directions. Le rayonnement sort à travers un trou sur l'axe de symétrie qui fait face au détecteur. Un tube photomultiplicateur lié à un cristal d'iodure de sodium dopé au thallium joue le rôle d'un détecteur qui reçoit la radiation après son interaction avec le matériau. L'appareil est conçu pour étudier des tubes carottiers de 10 à 15 cm de diamètre et de 3 m de longueur. L'intensité de rayonnement va diminuer d'après la loi de Beer-Lambert donnée par l'équation suivante :

$$I = I_0 e^{-\mu dx}$$
 Équation I-7

Avec I, l'intensité du rayonnement reçue,  $I_0$ , l'intensité du rayonnement dans l'air,  $\mu$ , le coefficient d'absorption du matériau, d, la masse volumique du sédiment, x, l'épaisseur du matériau.

Avec cette équation, nous pouvons obtenir la masse volumique du sédiment étudié.



Figure I-11. Principe de la méthode gammamétrique.

Cette méthode est également utilisée sur le pénétromètre Penfeld, mais présente plusieurs inconvénients : son principe de mesure ne permet pas de faire des mesures en temps réel, calibration délicate à effectuer périodiquement au laboratoire et durée de vie limitée.

#### b. Méthode par sonde à neutrons

Cette méthode sert à détecter l'humidité volumique du sol. Elle est basée sur l'interaction de neutrons avec la matière. Des neutrons rapides sont émis dans toutes les directions à l'aide d'une source radioactive comme illustré sur la Figure I-12. Ces derniers subissent un ralentissement lors de leur rencontre avec les noyaux des atomes qui se trouvent dans le sol. Puisque la masse du noyau d'hydrogène est proche de la masse d'un neutron, le ralentissement est très important. Le nombre de neutrons ralentis sera d'autant plus élevé que le nombre d'atomes hydrogène rencontrés est grand. Sachant que l'hydrogène se trouve dans le sol sous forme d'eau, le détecteur de neutrons lents ainsi placé à proximité de la source va capter le nombre de neutrons ralentis, en d'autres termes, le nombre de noyaux d'hydrogène rencontrés. Avec cette méthode, nous pouvons remonter de façon indirecte à la densité volumique avec l'Équation I-4. Cette méthode reste particulièrement efficace mais sa mise en œuvre est difficile sans intervention d'un spécialiste.

Etat de l'art des mesures de densité des sols sous-marins | R.Mansour



Figure I-12. Humidimètre de neutrons.

Comme déjà mentionné, l'inconvénient des méthodes radioactives est qu'elles ont des effets très nocifs sur le milieu marin, c'est pourquoi, de nombreuses restrictions existent sur ce type de méthodes.

#### II.5- Méthodes acoustiques

Les méthodes acoustiques sont souvent utilisées dans la caractérisation des sédiments marins. Les ondes acoustiques (vibrations mécaniques) permettent de transporter sous la mer des informations avec des caractéristiques facilement exploitables. Ces ondes se propagent quatre fois plus vite, à environ 1500 m/s, dans l'eau que dans l'air, ce qui leur permet d'être les seuls moyens d'investigation, à des niveaux très élevés, et en transmission à grande distance [23].

#### a. Transducteurs ultrasons

Cette méthode [24] consiste à utiliser deux transducteurs acoustiques placés face à face pour identifier les boues fluides et les couches de sédiments à grains fins partiellement consolidés (même principe utilisé par la pointe de célérimétrie Penfeld). La Figure I-13 montre le système.



Figure I-13. Deux transducteurs acoustiques face à face, immergés dans les couches de sédiments.

On y trouve deux transducteurs fonctionnant à quelques MHz et placés face à face, où l'un joue le rôle de la source des ondes acoustiques et l'autre le rôle du récepteur. La fourche est immergée dans les sédiments. Un générateur de signal électrique envoie les ondes électriques au transducteur

qui va à son tour les transformer en ondes acoustiques. En mesurant la vitesse des ondes et l'atténuation du signal, cette méthode peut permettre de faire la distinction entre les sédiments à grains fins et les sédiments à grains grossiers. Elle permet de suivre le processus de consolidation des lits de sédiments à grains fins avec une interface eau-sédiment à haute résolution. En plus, la vitesse des ondes acoustiques V dans les sédiments marins augmente généralement avec la masse volumique et, en général, ces deux paramètres sont fortement corrélés [25], [26]. Hamilton *et al.* [27] ont pu remonter à la masse volumique des sédiments d'après l'équation suivante :

$$V = 2330.4 - 1257.0d + 487.7d^2$$
 Équation I-8

#### b. <u>Sondeur de sédiments</u>

Cette méthode [28], [29] consiste à déterminer la densité des sédiments. Ce prototype comporte une source et plusieurs récepteurs acoustiques. Comme l'illustre la Figure I-14, la source envoie des ondes acoustiques qui, après interaction avec plusieurs couches de sédiments, sont réfléchies. Les récepteurs vont capter la réponse acoustique réfléchie de chaque couche sédimentaire.



Figure I-14. Sondeur de sédiments comportant une source acoustique et plusieurs récepteurs.

Le système fournit des mesures précises du coefficient de réflexion ainsi que la vitesse des ondes réfléchies, ce qui pourra ensuite fournir des informations sur la nature des sédiments marins. Avec l'équation du coefficient de réflexion présenté par l'Équation I-9, la densité apparente des sédiments peut être alors calculée.

$$R = \frac{S_r}{S_i} = \frac{d_2 V_2 - d_1 V_1}{d_2 V_2 + d_1 V_1}$$
Équation I-9

Avec,  $d_n$ , la masse volumique du milieu,  $V_n$ , vitesses des ondes de compression.

#### II.6- Méthode optique

#### Capteur à rétrodiffusion par fibre optique (OBS)

Cette méthode [30], [31] consiste à mesurer les concentrations de sédiments en suspension (SSC). La Figure I-15 illustre le capteur OBS (*Optical Backscatter Sensor*) qui utilise un faisceau de fibres optiques pour transmettre et recevoir une lumière proche de l'infrarouge. Les particules en suspension dans le faisceau transmis renvoient la lumière vers les fibres de réception. La lumière rétrodiffusée permet ainsi de remonter à la quantité de matière située devant le capteur (SSC). Plus la concentration des sédiments en suspension augmente, plus l'intensité de la lumière rétrodiffusée sera élevée [32].



Figure I-15. Capteur à rétrodiffusion par fibre optique.

#### II.7- Tomodensitométrie

Cette technique d'imagerie médicale permet de calculer la densité des sédiments, leur mode de déposition ainsi que leur compacité en mesurant l'absorption des rayons par l'échantillon [33]. Il suffit de déposer l'échantillon, c'est à dire les sédiments récupérés par des carottes, sur un lit coulissant. Comme illustré sur la Figure I-16, la couronne formée par la source et le détecteur de rayons X placé directement en face de la source viennent tourner autour des échantillons en mouvement hélicoïdal. Ceci permet d'avoir une bonne visualisation des structures sédimentaires dans toutes les directions de l'espace, c'est à dire en 3D. Cette méthode offre une excellente résolution en contraste de densité. La densité de l'échantillon est exprimée en terme d'Intensité Tomographique (IT) par :

$$IT = \left(\frac{\mu}{\mu_{eau}} - 1\right) \times 1000$$
Équation I-10

Avec,  $\mu$ , le coefficient d'absorption linéaire de l'échantillon et  $\mu_{eau}$ , le coefficient d'absorption linéaire de l'eau.



Figure I-16. Schéma de principe de la scanographie d'une carotte de sédiment.

Malgré la représentation des structures en 3D et la bonne résolution photographique, cette méthode est très coûteuse puisqu'un scanographe est indispensable. De plus, il s'agit d'une méthode *ex situ* qui impose de ramener les échantillons en carottes au laboratoire afin d'effectuer les mesures.

#### II.8- Méthodes hyperfréquences

Les méthodes hyperfréquences sont devenues les méthodes les plus utilisées pour la caractérisation des propriétés diélectriques des matériaux. Les propriétés diélectriques fondamentales décrivant les interactions entre le champ électrique appliqué et le matériau sont exprimées par la permittivité complexe  $\boldsymbol{\varepsilon}^*$  du matériau [34], [35]:

$$\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon''_{tot} = \varepsilon' - j(\varepsilon'' + \frac{\sigma}{\omega\varepsilon_0})$$
 Équation I-11

La partie réelle  $\varepsilon$ ' (constante diélectrique) traduit l'aptitude du diélectrique à se polariser. La partie imaginaire  $\varepsilon$ '' correspond aux phénomènes de pertes diélectriques responsables du déphasage entre le champ appliqué et la polarisation induite.  $\sigma$  désigne la conductivité électrique du milieu et  $\omega$  désigne la pulsation. Quand le matériau est à faible conductivité, le terme  $\frac{\sigma}{\omega \varepsilon_0}$  devient négligeable et alors les pertes diélectriques du matériau sont exprimées par l'équation suivante :

$$tan\delta = \frac{\varepsilon_{tot}''}{\varepsilon'} = \frac{\varepsilon'' + \frac{\sigma}{\omega\varepsilon_0}}{\varepsilon'} = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'}$$
Équation I-12

Les propriétés diélectriques des sédiments sont fortement corrélées avec leur teneur en eau. Ceci est dû à la constante diélectrique de l'eau qui est plus importante que celle des autres constituants du matériau. Parmi les modèles qui ont réussi à relier la constante diélectrique à la teneur en eau volumique, et alors à la densité, il existe le modèle de Topp et le modèle de CRIM (Complex Index Refractive Model) qui seront détaillés dans le chapitre suivant.
#### Etat de l'art des mesures de densité des sols sous-marins | R.Mansour

Peu de chercheurs ont été capables de caractériser les sédiments marins sachant que la conductivité, pouvant fortement atténuer les milieux, est très élevée dans l'eau de mer. Pour cela, de nombreuses études de caractérisation sont dédiées aux sols non marin pour lesquels la conductivité est largement moins forte que les sédiments marins. Nous citons comme exemple le radar à pénétration de sol (GPR – *Ground Penetrating Radar*), les relevés électromagnétiques aériens (AEM – *Airbone Electromagnetic Method*), la méthode de réflectométrie temporelle (TDR – *Time Domain Reflectometry*), la méthode de réflectométrie fréquentielle (FDR –*Frequency Domain Reflectometry*), la méthode de réflectométrie d'amplitude (ADR – *Amplitude Domain Reflectometry*), la méthode sonde coaxiale et la méthode basée sur l'utilisation d'une antenne monopôle.

#### a. Radar à pénétration de sol (GPR)

La méthode GPR (*Ground Penetrating Radar*) mesure également la permittivité diélectrique du milieu [36]–[39]. Dam *et al.* [40] ont été les seuls à appliquer cette méthode de mesure dans les sédiments. Comme nous le schématisons sur la Figure I-17, cette méthode consiste à placer une antenne émettrice sur la surface du milieu étudié rayonnant dans toutes les directions (dans l'air et dans le sol) ainsi qu'une antenne réceptrice en face. La première approche consiste à calculer la constante diélectrique d'après les ondes réfléchies dans le sol : au moment où l'onde traverse le sol, ayant une constante diélectrique  $\varepsilon_1$ , elle rencontre une couche ayant une constante diélectrique différente, aboutissant à sa réflexion qui sera captée par l'antenne réceptrice. En mesurant la vitesse des ondes réfléchies avec le temps aller-retour de l'onde (*travel time*), nous pouvons remonter à la constante diélectrique du sol. Le problème rencontré sera alors l'estimation de la profondeur du sol.



Figure I-17- Principe de la méthode Ground-Penetrating Radar (GPR).

La deuxième approche, sans connaître la profondeur du sol, consiste à regarder l'onde de sol. Cette dernière est l'onde qui passe de l'antenne émettrice à l'antenne réceptrice directement à proximité du sol (quelques centimètres) comme nous le voyons sur la Figure I-17. L'onde de sol est identifiée

en fixant une antenne et en éloignant, au fur et à mesure, celle d'en face. La Figure I-18, présente la mesure *WARR (Wide Angle Reflection and Refraction)* qui permet d'obtenir une relation linéaire entre le temps d'arrivée de l'onde et la distance séparant les deux antennes.



Figure I-18- Variation de la distance entre les antennes en fonction du temps d'arrivée de l'onde par mesure WARR.

Grâce à la pente désignant la vitesse de l'onde dans le milieu, on peut remonter directement à la constante diélectrique du milieu. Ou alors, avec une autre mesure de type *STA (Single Trace Analysis)*, il est possible aussi de calculer la vitesse de l'onde de sol, mais dans ce cas, par une mesure radar en fixant la distance séparant les antennes. Ainsi, l'indice de réfraction n sera calculé à partir de la formule suivante :

$$\boldsymbol{n} = \frac{\boldsymbol{c}(\boldsymbol{t}_{GW} - \boldsymbol{t}_{AW}) + \boldsymbol{x}}{\boldsymbol{x}}$$
Équation I-13

Avec,  $t_{GW}$ , le temps d'arrivée de l'onde de sol,  $t_{AW}$ , le temps d'arrivée de l'onde dans l'air, x, la distance séparant les deux antennes et c, la vitesse de l'onde dans l'air.

Avec l'indice de réfraction, la vitesse de l'onde de sol pourra être déduite et enfin, la constante diélectrique du milieu pourra être calculée.

A noter que les ondes de sol sont très atténuées dans les sols de grandes textures, en d'autres termes, dans les sols ayant des valeurs de conductivité très élevées. Dans notre cas, ce facteur est considéré comme un inconvénient majeur puisque nos études seront réalisées dans le fond marin, où la grande conductivité électrique provoquerait une extinction des ondes de sol.

### b. Levés électromagnétiques aériens (AEM)

La méthode AEM (*Airborne Electromagnetic Method*) consiste à mesurer directement les profils de profondeurs, la conductivité électrique de l'eau, ainsi que celles des sédiments. Elle peut être réalisée à une vitesse de sondage élevée avec une résolution latérale élevée sans aucun contact

direct avec le sol. L'AEM [41] consiste à utiliser deux paires de bobines coplanaires horizontales en mode Emission (TX) / Réception (RX) opérant à 385 Hz et à 7200 Hz qui vont générer des champs magnétiques. Chaque paire est séparée d'une distance de 8 mètres. Ce capteur est relié à un hélicoptère par un câble de 30 mètres et placé à une hauteur de 40 à 50 mètres au-dessus du niveau de la mer. La Figure I-19 montre davantage le schéma de principe de la méthode AEM qui permet de discriminer les conductivités électriques de deux milieux différents.



Figure I-19- Principe de la méthode AEM.

En utilisant des méthodes et des techniques d'inversion, nous pouvons remonter aux paramètres inconnus : la profondeur de l'eau, la conductivité diélectrique de l'eau et des sédiments. Enfin, à l'aide des équations empiriques, et d'après les valeurs obtenues par la méthode AEM, nous déduisons les propriétés physiques des sédiments comme la porosité, la densité, etc...

Cette méthode, limitée en profondeur, nécessite un hélicoptère pour opérer, ce qui la rend difficile et coûteuse à mettre en œuvre.

### c. <u>Réflectométrie à domaine temporel (TDR)</u>

La méthode TDR (*Time Domain Reflectom*etry) [21], [36], [42]–[53], proposée initialement par Topp *et al.* [46], est l'une des méthodes les plus utilisées pour la détermination de la teneur en eau des milieux. La Figure I-20 présente la méthode composée de deux générateurs d'impulsions, une unité de temporisation, une tête d'échantillonnage avec des installations de conversion de données, une sonde TDR et un microcontrôleur. Un câble coaxial relie la sonde aux générateurs. La sonde est un guide d'onde formé de deux ou trois tiges en acier inoxydable qui seront immergées dans le milieu à caractériser. La vitesse de l'impulsion électromagnétique se propageant dans le guide d'onde sera affectée par la permittivité diélectrique du milieu sachant que les pertes dans le milieu n'ont aucun effet sur la vitesse des ondes. Deux réflexions seront mises en évidence : une première au début du guide (a) et une deuxième à sa sortie (b). Le réflectomètre, à son tour, enregistre la tension au cours de temps. Le temps d'aller-retour dans le

sol (entre les guides d'onde),  $(t_b - t_a)$ , de l'onde correspond à l'intervalle de temps entre les échos de ces 2 réflexions.



Figure I-20. Méthode de Réflectométrie à Domaine Temporel (TDR).

Pour une longueur L du guide d'onde, nous pouvons déduire la vitesse moyenne de l'onde dans le matériau :

$$\boldsymbol{v}_{\boldsymbol{a}} = \frac{2L}{(\boldsymbol{t}_{\boldsymbol{b}} - \boldsymbol{t}_{\boldsymbol{a}})}$$
Équation I-14

Où  $\boldsymbol{v}_a$ , la vitesse moyenne et L, la longueur du guide.

Or, pour trois matériaux différents (air, eau, sol), donc trois permittivités différentes, la relation de la permittivité relative globale apparente ( $\varepsilon_{ra}$ ) est donnée par la relation suivante :

$$\sqrt{\varepsilon_{ra}} = c \frac{(t_b - t_a)}{2L}$$
Équation I-15

Avec, c, la vitesse de l'onde dans l'air et  $v_a$  (égale à  $\frac{c}{\sqrt{\varepsilon_{ra}}}$ ), la vitesse moyenne de l'onde dans le matériau.

Le temps aller-retour permet d'obtenir la constante diélectrique relative du sol puis la teneur en eau en utilisant la loi de Topp (détaillée dans le chapitre 2). Cette méthode est considérée comme simple à opérer, précise, rapide, sans calibration, non destructive et pouvant comporter plusieurs sondes. Par contre, cette méthode nécessite beaucoup de compétences et d'instruments professionnels pour pouvoir maintenir des paramètres stables puisque les temps de parcours des impulsions le long du guide doivent être déterminés avec une résolution en picosecondes. En plus,

#### Etat de l'art des mesures de densité des sols sous-marins | R.Mansour

dans des milieux à fortes pertes (conducteurs), la deuxième impulsion réfléchie sera fortement atténuée. Chen *et al.* [54], [55] ont proposé une nouvelle approche de mesure de la permittivité diélectrique dans les sols à haute conductivité, à partir des réflexions de surface des signaux TDR. Cependant, cela ne s'appliquait qu'aux sols ayant une conductivité inférieure à 122 mS/m, ce qui signifie une conductivité inférieure à la conductivité trouvée dans les milieux sous-marins. Enfin, Gao-Wei *et al.* [56] étaient les seuls à avoir développé une solution pour l'utilisation du TDR dans les sédiments marins. Ils ont trouvé que la protection de la sonde à l'aide d'un revêtement isolant diminue l'atténuation de l'impulsion réfléchie et rend la sonde de nouveau utilisable. Environ 21 mesures TDR pour 4 salinités différentes ont été effectués et les constantes diélectriques obtenues ont été reliées aux teneurs en eau connues. La Figure I-21 présente les courbes obtenues.



Figure I-21. Variation de la constante diélectrique en fonction de la teneur en eau pour différents pourcentages de salinité.

### d. <u>Réflectométrie à domaine fréquentiel (FDR)</u>

La méthode FDR (*Frequency Domain Reflectometry*) [57] permet de mesurer la teneur en eau dans le sol. Elle consiste d'un condensateur considérant le sol comme un diélectrique, dont la capacité (permittivité diélectrique) dépend fortement de la teneur en eau du sol. Lors de la connexion de ce condensateur (constitué de plaques métalliques ou de tiges plongées dans le sol comme le montre la Figure I-22) avec un oscillateur pour former un circuit électrique, des changements dans l'humidité du sol peuvent être détectés suite à des changements dans la fréquence de fonctionnement du circuit. En contrôlant la fréquence de l'oscillateur dans une certaine plage de fréquence, nous déterminons la fréquence de résonance et ainsi la teneur en eau dans le sol. L'inconvénient de cette méthode est qu'elle a besoin d'un étalonnage spécifique des sols et qu'elle présente une difficulté d'obtention d'un bon contact de la sonde avec le sol.



Figure I-22. Sonde FDR.

## e. <u>Réflectométrie à domaine d'amplitude (ADR)</u>

La méthode ADR (*Amplitude Domain Reflectometry*) consiste à mesurer la constante diélectrique et la conductivité électrique du milieu. Lorsqu'une onde électromagnétique circulant dans une ligne de transmission atteint une surface d'impédance différente (ayant deux composantes : la conductivité électrique et la constante diélectrique), une partie de l'énergie transmise est réfléchie et interagit avec l'onde incidente, produisant ainsi une onde stationnaire le long de la ligne de transmission, c'est à dire, une variation d'amplitude de tension le long de cette ligne de transmission. Si la combinaison sol/sonde est la cause du changement d'impédance dans la ligne de transmission, la mesure de la différence d'amplitude donne l'impédance de la sonde et alors la constante diélectrique et la conductivité du milieu. Cette méthode peut également indiquer indirectement la teneur en eau volumique [45], [47], [57]. La Figure I-23 présente un exemple d'une sonde d'impédance (Thêta Probe) développée par Delta-T devices à Cambridge [58].



Figure I-23- Sonde Theta.

Cette sonde génère un signal sinusoïdal de 100 MHz et mesure l'impédance du milieu placé dans un cylindre de 4 cm de diamètre et de 6 cm de long entourant les électrodes de la sonde. La sonde immergée dans le milieu, enregistre la tension mesurée dans le milieu. La racine carrée de la constante diélectrique est calculée en fonction de la tension de sortie de la sonde Thêta en utilisant le polynôme du 3<sup>ème</sup> ordre conformément aux directives du fabricant. L'équation est présentée cidessous :

$$\sqrt{\varepsilon} = 1.07 + 6,4V - 6,4V^2 + 4,7V^3$$
 Équation I-16

1

### Etat de l'art des mesures de densité des sols sous-marins | R.Mansour

Où V, la tension et  $\boldsymbol{\varepsilon}$ , la constante diélectrique du milieu.

Un autre type de sonde similaire est la sonde Hydraprobe [59]. Elle est présentée sur la Figure I-24 et mesure aussi l'impédance diélectrique. Elle a été développée par le département de physique de l'Université du Dartmouth. La sonde Hydraprobe caractérise entièrement le spectre diélectrique à l'aide d'un signal radiofréquence à 50 MHz. Des calculs mathématiques complexes sont effectués par un microprocesseur embarqué qui traite les mesures du signal réfléchi pour déterminer avec précision les permittivités diélectrique aussi traitée. Comme dans le cas du l'humidité du sol et de la conductivité électrique peut être aussi traitée. Comme dans le cas du FDR, l'inconvénient de cette méthode est qu'elle nécessite d'un étalonnage spécifique des sols pour des mesures fiables et elle présente également une difficulté d'avoir un bon contact entre la sonde et le sol.



Figure I-24. Sonde Hydraprobe.

## f. Sonde coaxiale

La sonde coaxiale [44], [50], [60]–[65] comme le montre la Figure I-25 permet d'étudier les propriétés diélectriques des liquides et des matériaux mous et donc des sédiments marins. Cette dernière permet d'obtenir les valeurs de la permittivité diélectrique complexe ( $\varepsilon'$  et  $\varepsilon''$ ) en fonction de la fréquence sur une large bande de fréquences. Elle nécessite l'utilisation d'un analyseur de réseau vectoriel qui mesure le coefficient de réflexion (paramètre  $S_{11}$  ou  $S_{22}$ ) entre la sonde et le matériau à caractériser. L'analyseur de réseau émet une onde électromagnétique à travers la sonde qui va interagir avec le matériau et récupère ensuite le signal réfléchi à l'interface sonde/matériau.



Figure I-25. Sonde coaxiale

Le principe sera détaillé dans le chapitre 2. Klein *et al.* [66] ont utilisé cette méthode pour caractériser les sédiments mous. Ils ont utilisé la sonde coaxiale (HP-85070A) connectée à un analyseur de réseau vectoriel HP-8752A. Les mesures de la permittivité complexe ont été effectuées entre 20 MHz et 1,3 GHz. Une partie des résultats qu'ils ont obtenus est présentée sur la Figure I-26. Cette dernière présente la variation de la constante diélectrique en fonction de la fréquence. Ils ont trouvé que ces sédiments ont une forte constante diélectrique qui diminue faiblement avec l'augmentation de la fréquence.



Figure I-26. Variation de la constante diélectrique en fonction de la fréquence de sédiments mous [66].

### g. Capteur basé sur l'utilisation d'une antenne monopôle

Dey *et al.* [67] ont proposé une méthode de caractérisation électromagnétique des sols à faible coût pour la surveillance de l'humidité et de la salinité du sol (NaCl) en utilisant une antenne monopôle. Le principe de fonctionnement des antennes repose sur une structure résonnante sensible à la variation des propriétés diélectriques du matériau qui l'entoure. La fréquence de résonance ( $F_r$ ) et le facteur de qualité (Q) de l'appareil sont ensuite exploités et reliés aux parties réelle  $\varepsilon'$  et imaginaire  $\varepsilon''$  de la permittivité diélectrique complexe. Leur méthode consiste à

#### Etat de l'art des mesures de densité des sols sous-marins | R.Mansour

immerger une antenne monopole dans le matériau à caractériser. L'antenne a une longueur de 80,5 mm et un rayon du plan de masse de 19,05 mm. Le capteur fonctionne à 1,11 GHz en espace libre. Ce choix a été pris en compte pour que l'antenne puisse fonctionner à 926 MHz dans le sol sec. La Figure I-27 montre le principe avec l'antenne reliée à un analyseur de réseau vectoriel et qui mesure le paramètre de réflexion  $S_{11}$  dans la gamme de fréquences choisie. Ils ont préparé plusieurs mélanges de différentes quantité d'eau avec et sans NaCl, mais aussi d'autres mélanges avec la même quantité d'eau mais différentes quantités de NaCl.



Figure I-27- Dispositif de mesure pour la caractérisation des mélanges de sol et d'eau avec différentes quantités de NaCl à l'aide d'une sonde monopole [67].

Les résultats sont présentés sur la Figure I-28. Les auteurs ont trouvé que l'augmentation de la teneur en eau (diminution de d) entraîne un décalage fréquentiel vers les basses fréquences. Ceci est expliqué par l'augmentation de la constante diélectrique globale du milieu puisque la constante diélectrique de l'eau ( $\varepsilon' = 80$ ) est bien plus importante que celle du sol ( $2 < \varepsilon' < 3$ ),



Figure I-28. Variation du paramètre S<sub>11</sub> en fonction de la fréquence pour différentes teneurs en eau.

Ils ont également étudié l'effet de la variation du taux de salinité et les résultats sont présentés sur la Figure I-29.



Figure I-29. Variation du paramètre S<sub>11</sub> en fonction de la fréquence pour différents taux de salinité et pour une teneur en eau de 35 ml.

Les résultats obtenus ont montré que lorsque le taux de salinité augmente, les pertes du milieu augmentent d'où le facteur de qualité (Q) diminue, ce qui entraîne une détérioration du coefficient de réflexion de l'antenne. Cette détérioration se stabilise à un certain niveau de salinité. Nous pouvons alors conclure que cette antenne est inutilisable dans l'eau salée puisque la réponse de l'antenne est complètement détériorée avec un niveau S<sub>11</sub> en dessous de 10 dB.

# Synthèse de la partie II

Il existe un nombre important de méthodes capables de caractériser directement ou indirectement la densité des sédiments marins/terrestres. Notre but est de concevoir un capteur de mesure de densité *in situ* des sédiments marins, intégrable sur la fourche, à faible coût, non nocif et pouvant sonder un volume suffisant afin d'éliminer les problèmes d'inhomogénéité. D'après le Tableau I-1, les seules méthodes qui répondent à nos besoins sont les méthodes acoustiques, optiques et hyperfréquences.

Afin d'attribuer un caractère innovant à notre travail, nous avons choisi de nous situer dans le domaine hyperfréquence. La plupart des méthodes hyperfréquences semble avoir des problèmes de calibration, de contact, de difficulté de mise en œuvre ou non efficiente dans des milieux conducteurs. La seule méthode semblant prometteuse est celle utilisant une antenne monopôle en réflexion. Cette dernière, appartenant à la famille des capteurs, ne présente aucun problème de contact, de faible coût ainsi que sa réponse est directement liée à la teneur en eau/densité du matériau ainsi qu'aux taux de salinité présent. Par contre, pour des grandes salinités, la réponse de l'antenne monopôle est complètement détériorée. Par conséquent, nous avons choisi de concevoir un nouveau capteur de densité in situ à base d'antenne qui sera déployé dans les sédiments marins sans détérioration de sa réponse. La fréquence de résonance et l'amplitude du signal de l'antenne sont ensuite exploités pour calculer la permittivité diélectrique complexe et déterminer la densité. L'antenne devra être robuste (capacité de supporter la pression à 6000 m de profondeur), intégrable sur la fourche, avec un gain dans l'air acceptable et finalement une bande passante étroite (meilleure sensibilité suite à une variation de densité). L'antenne patch [68]-[74] (détaillée dans le chapitre III) alimentée par un câble coaxial, pouvant atteindre un gain maximal supérieur à celui d'une antenne monopôle, répond bien à ces exigences.

Méthodes de Caractérisation des sédiments		Paramètres mesurés	Paramètres déduits	In Situ	Intégration sur la fourche	Inconvénient principal
1. Gravimétrique		Masse	Teneur en eau volumique	Non	Non	Ex situ
2. Electrique		Tension en régime permanent entre les deux électrodes intérieures	Résistivité électrique, porosité, densité apparente	Oui	Oui	Faible volume sondé
3. Radioactive	a. Gamma	Intensité de rayonnement	Masse volumique	Oui	Oui	Contamination
	b. Sonde à neutrons	Nombre de neutrons ralentis	Teneur en eau			
4. Acoustiques	a. Transducteurs ultrasons	Vitesse des ondes acoustiques et atténuation du signal	Processus de consolidation des sédiments	Oui	Oui	XXX
	b. Sondeurs de sédiments	Coefficient de réflexion et vitesses des ondes réfléchies	Masse volumique			
5. Optiques	OBS	Rétrodiffusion de la lumière (IR)	Concentration des sédiments en suspension	Oui	Oui	Destruction de l'étalonnage par rapport au type de sédiment (composition, dimension)
6. Médicale	Scanographie	Absorption des Rayon X	Densité	Non	Non	Ex situ
7. Hyperfréquences	a. GPR	Vitesse de l'onde de sol	Constante diélectrique	Oui	Non	Extinction de l'onde de sol dans des milieux conducteurs
	b. AEM	Rapport du rapport du champ magnétique total $(H_z)$ et du champ magnétique principal $(H_z^p)$	Profils de profondeurs, la conductivité de l'eau et des sédiments, densité	Oui	Non	Difficile à utiliser pour les fonds sous-marins
	c. TDR	Vitesse des impulsion EM Réfléchies	Teneur en eau et constante diélectrique	Oui	Non	Non fonctionnante dans les milieux conducteurs, résolution en picosecondes
	d. FDR	Fréquence de résonance électrique	Teneur en eau	Oui	Non	Contact sonde/sol
	e. ADR	Différence d'amplitude de l'onde stationnaire	Constante diélectrique	Oui	Non	sols
	f. Sonde coaxiale	coefficient de réflexion dans le matériau	Permittivité diélectrique complexe	Non	Non	Influencée par texture du matériau et perte rapide de la calibration
	g. Antenne Monopole	Fréquence de résonance	Teneur en eau et salinité	Oui	Oui	Détérioration de la réponse pour des milieux à forte salinité

Tableau I-1. Comparaison entre les différentes méthodes de caractérisation de la densité des sédiments marins.

# **Conclusion**

D'après ce que nous venons de présenter, notre but est de concevoir un nouveau capteur de densité permettant de réaliser des mesures in situ, tout en tenant compte de sa robustesse, sa taille et sa forme pour faciliter son intégration sur la fourche du pénétromètre Penfeld. Dans la première partie du chapitre, nous avons présenté brièvement les types des pénétromètres existants, les paramètres géotechniques et géophysiques qu'ils mesurent tout en détaillant le pénétromètre Penfeld puisque c'est sur la fourche de ce dernier que nous comptons placer notre capteur. La deuxième partie du chapitre avait pour but de choisir le meilleur type de caractérisation (acoustique, optique, hyperfréquence...) de la densité. Pour cela, cette partie comprenait une comparaison des différentes méthodes capables de caractériser la densité des sédiments. La plupart des méthodes, mis à part les méthodes acoustiques et hyperfréquences, semble avoir un inconvénient, soit un coût élevé, soit en présentant une difficulté de mise en œuvre, soit en effectuant des études ex situ uniquement. Afin de réaliser un système innovant, notre choix s'est porté sur un capteur hyperfréquence, précisément à base d'antennes. L'antenne patch alimentée par câble coaxial a été enfin choisie en se basant sur sa facilité d'intégration sur la fourche, sa taille, sa robustesse (capacité de supporter la pression à 6000 m de profondeur), son gain relativement acceptable et finalement sa bande passante étroite.

Afin de concevoir notre capteur, une optimisation de la structure antennaire choisie est nécessaire. Cette optimisation dépend des propriétés diélectriques du milieu dans lequel sera plongé le capteur. Pour cela, une caractérisation diélectrique du milieu étudié est indispensable.

# **Références**

- D. E. Benouis, « Etude d'un glissement de terrain par différente méthodes (Mémoire) », Algérie, 2010.
- [2] J. C. Faugeras, « L'essai de compressibilité des sols au pénétromètre statique et son interprétation sur modèle analogique », Thèse de Doctorat de l'Université Paul Sabatier, Toulouse, France, 1979.
- [3] H. Ali, «Caractérisation améliorée des sols par l'essai de chargement de pointe au piézocone. Application au calcul des fondations profondes », Thèse de Doctorat de l'Université Blaise Pascal, Clermont-Ferrand II, 2010.
- [4] J.-P. Kurtz, « Dictionary of Civil Engineering: English-French », Springer Science & Business Media, 2007.
- [5] J. Meunier, N. Sultan, P. Jegou, et F. Harmegnies, « First Tests of Penfeld: a New Seabed Penetrometer », in The Fourteenth International Offshore and Polar Engineering Conference, ISOPE, p. 8, 2004.
- [6] L. Ruffine, D. Broseta, et A. Desmedt, «Gas Hydrates 2: Geoscience Issues and Potential Industrial Applications », John Wiley & Sons, 2018.
- [7] G. Bigot, « Les essais et sondages de pénétration », Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées, Paris, France, p. 112-115, 1997.
- [8] N. Stark, A. Kopf, H. Hanff, S. Stegmann, et R. Wilkens, «Geotechnical investigations of sandy seafloors using dynamic penetrometers », in Oceans 2009, New York, USA, p. 1-10, 2009.
- [9] S. Stephan, « A rugged marine impact penetrometer for sea floor assessment », Thèse de Doctorat de l'University of Bremen, Germany, 2015.
- [10] «Freefall CPTU Instruments ». https://www.marum.de/en/Infrastructure/Freefall-CPTU-Instruments.html.
- [11] S. Stegmann, T. Mörz, et A. Kopf, « Initial Results of a new Free Fall-Cone Penetrometer (FF-CPT) for geotechnical in situ characterisation of soft marine sediments », Norwegian Journal of Geology, vol. 86, nº 3, p. 10, 2006.
- [12] S. Stegmann et A. Kopf, « Marine Deep-Water Free-Fall Cpt Measurements For Landslide Characterisation Off Crete, Greece (Eastern Mediterranean Sea) Part 1: A New 4000M Cone Penetrometer », in Submarine Mass Movements and Their Consequences: 3 International Symposium, Dordrecht, p. 171-177, 2007.

- [13] B. Rusch, « Etude spectroscopique en conditions hydrodynamiques contrôlées du transfert des espèces organiques à l'interface minéral / solution », Thèse de Doctorat de l'Université Henri-Poincaré, Nancy, 2010.
- [14] L. C. Marie, « Caractérisation physico-chimique d'un sédiment marin traité aux liants hydrauliques – Évaluation de la mobilité potentielle des polluants inorganiques », Thèse de Doctorat de l'INSA de Lyon, France, 2012.
- [15] R. Tenzer et V. Gladkikh, « Assessment of Density Variations of Marine Sediments with Ocean and Sediment Depths », The Scientific World Journal, vol. 2014, p. 1-9, 2014.
- [16] A. Kermabon, C. Gehin, et P. Blavier, «A deep-sea electrical resistivity probe for measuring of unconsolidated sediments », Geophysics, vol. 34, nº 4, p. 554-571, 1969.
- [17] H. D. Hess, « Marine Sand and Gravel Mining Industry of the United Kingdom (Vol. 55)
   », U.S. National Oceanic and Atmospheric Administration, Environmental Research Laboratories, 1971.
- [18] G. H. Keller, « Deep-sea nuclear sediment density probe », Deep Sea Research and Oceanographic Abstracts, vol. 12, nº 3, p. 373-376, 1965.
- [19] J. C. Corey et D. W. Hayes, « Determination of density and water content of marine sediment in an unextruded core using fast neutron and gamma ray attenuation », Deep Sea Research and Oceanographic Abstracts, vol. 17, nº 5, p. 917-922, 1970.
- [20] K. Preiss, « Non-destructive laboratory measurement of marine sediment density in a core barrel using gamma radiation », Deep Sea Research and Oceanographic Abstracts, vol. 15, n° 3, p. 401-407, 1968.
- [21] J. Ledieu, P. De Ridder, P. De Clerck, et S. Dautrebande, « A method of measuring soil moisture by time-domain reflectometry », Journal of Hydrology, vol. 88, nº 3-4, p. 319-328, 1986.
- [22] M. J. Fayer et G. W. Gee, « Neutron Scattering », in Encyclopedia of Soils in the Environment, Oxford: Elsevier, p. 6-12, 2005.
- [23] X. Lurton, « Acoustique sous-marine. Présentation et applications », Editions Quae, 1998.
- [24] J. P.-Y. Maa, K.-J. Sun, et Q. He, « Ultrasonic characterization of marine sediments: a preliminary study », Marine Geology, vol. 141, nº 1-4, p. 183-192, 1997.
- [25] Z. Hou, C. Guo, J. Wang, W. Chen, Y. Fu, et T. Li, « Seafloor Sediment Study from South China Sea: Acoustic & Physical Property Relationship », Remote Sensing, vol. 7, nº 9, p. 11570-11585, 2015.

- [26] T. J. Gorgas et al., « In situ acoustic and laboratory ultrasonic sound speed and attenuation measured in heterogeneous soft seabed sediments: Eel River shelf, California », Marine Geology, vol. 182, nº 1-2, p. 103-119, 2002.
- [27] E. L. Hamilton et R. T. Bachman, « Sound velocity and related properties of marine sediments », The Journal of the Acoustical Society of America, vol. 72, nº 6, p. 1891-1904, 1982.
- [28] D. Bell, W. Porter, et A. Westneat, « Progress in the use of acoustics to classify marine sediments », in Ocean 73 - IEEE International Conference on Engineering in the Ocean Environment, Seattle, WA, USA, p. 354-360, 1973.
- [29] S. Pinson, « Caractérisation des fonds marins par la méthode des sources images », Thèse de Doctorat de l'Université de Bretagne Occidentale (UBO), Brest, France, 2011.
- [30] P. Ridd et P. Larcombe, « Biofouling control for optical backscatter suspended sediment sensors », Marine Geology, vol. 116, nº 3-4, p. 255-258, 1994.
- [31] P. Ridd, G. Day, S. Thomas, J. Harradence, et D. Fox, «Measurement of Sediment Deposition Rates using an Optical Backscatter Sensor », Estuarine, Coastal and Shelf Science, vol. 52, nº 2, p. 155-163, 2001.
- [32] R. A. Beach, R. W. Sternberg, et R. Johnson, «A fiber optic sensor for monitoring suspended sediment », Marine Geology, vol. 103, nº 1-3, p. 513-520, 1992.
- [33] J.-F. Crémer, B. Long, G. Desrosiers, L. de Montety, et J. Locat, « Application de la scanographie à l'étude de la densité des sédiments et à la caractérisation des structures sédimentaires : exemple des sédiments déposés dans la rivière Saguenay (Québec, Canada) après la crue de juillet 1996 », Canadian Geotechnical Journal, vol. 39, nº 2, p. 440-450, 2002.
- [34] R. Fournié et R. Coelho, « Diélectriques Bases théoriques », Techniques de l'ingénieur, D2300, p. 1-18, 2000.
- [35] R. Coelho et B. Aladenize, « Les diélectriques: propriétés diélectriques des matériaux isolants », Hermes Science Publications, 1993.
- [36] J. A. Huisman, C. Sperl, W. Bouten, et J. M. Verstraten, « Soil water content measurements at different scales: accuracy of time domain reflectometry and ground-penetrating radar », Journal of Hydrology, vol. 245, nº 1-4, p. 48-58, 2001.
- [37] S. Du, « Determination of water content in the subsurface with the ground wave of ground penetrating radar », Geowissenschaften, Utz, Wiss., 1996.
- [38] G. S. Baker, T. E. Jordan, et J. Pardy, « An introduction to ground penetrating radar (GPR) », in Special Paper Geological Society of America, vol. 432, p. 1, 2007.

- [39] J. A. Huisman, S. S. Hubbard, J. D. Redman, et A. P. Annan, «Measuring Soil Water Content with Ground Penetrating Radar: A Review », Vadose Zone Journal, vol. 2, nº 4, p. 476-491, 2003.
- [40] R. L. van Dam, « Causes of ground-penetrating radar reflections in sediment », Thèse de Doctorat de l'Université de VU Amsterdam, Netherlands, 2001.
- [41] I.J. Won et K. Smits, « Characterization of Shallow Ocean Sediments Using the Airborne Electromagnetic Method », IEEE Journal of oceanic engineering, vol. 11, nº 1, p. 113-122, 1986.
- [42] M. A. Malicki et W. Skierucha, «A manually controlled TDR soil moisture meter operating with 300 ps rise-time needle pulse », Irrigation Science, vol. 10, nº 2, p. 153-163, 1989.
- [43] S. P. Friedman, « A saturation degree-dependent composite spheres model for describing the effective dielectric constant of unsaturated porous media », Water Resources Research, vol. 34, nº 11, p. 2949-2961, 1998.
- [44] W. Skierucha, R. Walczak, et A. Wilczek, « Comparison of Open-Ended Coax and TDR sensors for the measurement of soil dielectric permittivity in microwave frequencies », vol. 18, nº 4, p. 9, 2004.
- [45] M. A. Hilhorst et C. Dirksen, « Dielectric water content sensors: time domain versus frequency domain. », in Proc of the Symposium on TDR in environmental, infrastructure, and mining applications, Evanston, Illinois, p. 22-23, 1994.
- [46] G. C. Topp, J. L. Davis, et A. P. Annan, « Electromagnetic determination of soil water content: measurement in coaxial transmission lines », Land Resource Research Institute, Agriculture Canada, Ottawa, Canada, vol. 16, nº 3, p. 574-582, 1980.
- [47] U. D. Perdok, B. Kroesbergen, et M. A. Hilhorst, « Influence of gravimetric water content and bulk density on the dielectric properties of soil », European Journal of Soil Science, vol. 47, nº 3, p. 367-371, 1996.
- [48] G. Giot et I. Cousin, « Méthode d'étalonnage des réflectomètres de teneur en eau CS616 pour la mesure et le suivi de l'humidité du sol sur le site atelier OS<sup>2</sup> », Le Cahier des Techniques de l'INRA p. 17, 2012.
- [49] T. Miyamoto, T. Annaka, et J. Chikushi, « Soil Aggregate Structure Effects on Dielectric Permittivity of an Andisol Measured by Time Domain Reflectometry », Vadose Zone Journal, vol. 2, nº 1, p. 90-97, 2003.

- [50] B. Brisco, T. J. Pultz, R. J. Brown, G. C. Topp, M. A. Hares, et W. D. Zebchuk, « Soil moisture measurement using portable dielectric probes and time domain reflectometry », Water Resources Research, vol. 28, nº 5, p. 1339-1346, 1992.
- [51] H. H. Nissen et P. Møldrup, « Theoretical Background for the TDR Methodology », in Proceedings of the Symposium : Time-Domain Reflectometry Applications in Soil Science, vol.16, p. 9-23, 1995.
- [52] S. Dasberg et F. N. Dalton, « Time Domain Reflectometry Field Measurements of Soil Water Content and Electrical Conductivity », Soil Science Society of America Journal, vol. 49, nº 2, p. 293-297, 1985.
- [53] R. Cerny, « Time-domain reflectometry method and its application for measuring moisture content in porous materials: A review », Measurement, vol. 42, nº 3, p. 329-336, 2009.
- [54] R. Chen, V. P. Drnevich, X. Yu, R. L. Nowack, et Y. Chen, « Time Domain Reflectometry Surface Reflections for Dielectric Constant in Highly Conductive Soils », Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, vol. 133, nº 12, p. 1597-1608, 2007.
- [55] R. Chen, W. Xu, Y. Chen, et W. Chen, «Measuring Dielectric Constant in Highly Conductive Soils Based on Surface Reflection Coefficients », Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, vol. 135, nº 12, p. 1883-1891, 2009.
- [56] H. Gao-wei, Y. Yu-guang, D. Shao-bo, Z. Jian, et L. Chang-ling, «Time domain reflectometry (TDR) in measuring water contents and hydrate saturations in marine sediments », in Proceeding of the 7th International Conference on Gas Hydrate, Edinburgh, Scotland, United Kingdom, p. 1-7, 2011.
- [57] J. Alvarez-Benedi et R. Munoz-Carpena, « Soil-Water-Solute Process Characterization: An Integrated Approach », CRC Press, Boca Raton, Florida, 2004.
- [58] A. L. Kaleita, J. L. Heitman, et S. D. Logsdon, « Field calibration of the theta probe for des moines lobe soils », Applied Engineering in Agriculture, vol. 21, nº 5, p. 865-870, 2005.
- [59] M. S. Seyfried, L. E. Grant, E. Du, et K. Humes, « Dielectric Loss and Calibration of the Hydra Probe Soil Water Sensor », Vadose Zone Journal, vol. 4, nº 4, p. 1070-1079, 2005.
- [60] X. Dong, « Characterization of soil behavior using electromagnetic wave-based technique », Thèse de Doctorat de l'Université de Hong Kong, Hong Kong, 2006.
- [61] M. Schwing, Z. Chen, A. Scheuermann, et N. Wagner, « Dielectric properties of a clay soil determined in the frequency range from 1 MHz to 40 GHz », In Proceedings of the 10th Int. Conf. Electromagn. Wave Interact. Water Moist Substances, p. 242-250, 2013.
- [62] W. J. Ellison et J.-M. Moreau, « Open-Ended Coaxial Probe: Model Limitations », IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 57, nº 9, p. 1984-1991, 2008.

- [63] M. A. Stuchly et S. S. Stuchly, « Coaxial Line Reflection Methods for Measuring Dielectric Properties of Biological Substances at Radio and Microwave Frequencies-A Review », IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 29, nº 3, p. 176-183, 1980.
- [64] A. La Gioia, E. Porter, I. Merunka, A. Shahzad, et S. Salahuddin, « Open-Ended Coaxial Probe Technique for Dielectric Measurement of Biological Tissues: Challenges and Common Practices », Diagnostics, vol. 8, nº 2, p. 40, 2018.
- [65] D. M. Hagl, D. Popovic, S. C. Hagness, J. H. Booske, et M. Okoniewski, « Sensing volume of open-ended coaxial probes for dielectric characterization of breast tissue at microwave frequencies », IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 51, nº 4, p. 1194-1206, 2003.
- [66] K. Klein et J. C. Santamarina, «Soft Sediments: Wave-based Characterization», International Journal of Geomechanics, vol. 5, nº 2, p. 147-157, 2005.
- [67] S. Dey, N. Karmakar, R. Bhattacharyya, et S. Sarma, « Electromagnetic characterization of soil moisture and salinity for UHF RFID applications in precision agriculture », in 46th European Microwave Conference, London, UK, p. 616-619, 2016.
- [68] C. A. Balanis, « Antenna theory: analysis and design », 3rd ed. Hoboken, NJ: John Wiley, 2005.
- [69] Y. Huang et K. Boyle, « Antennas : From Theory to Practice », 1st éd. United Kingdom: John Wiley, 2008.
- [70] S. K. Sidhu, « Comparison of Different Types of Microstrip Patch », International Journal of Computer Applications, vol. 975, p. 8887, 2015.
- [71] T. D. Prasad, K. V. S. Kumar, K. Muinuddin, C. B. Kanthamma, et V. Santosh, « Comparisons of Circular and Rectangular Microstrip Patch Antennas », International Journal of Communication Engineering Applications-IJCEA, vol. 02, nº 04, p. 11, 2011.
- [72] G. Misra, A. Agarwal, et K. Agarwal, « Design and Performance Evaluation of Microstrip Antenna for Ultra-Wideband Applications Using Microstrip Feed », American Journal of Electrical and Electronic Engineering, vol. 3, nº 4, p. 7, 2015.
- [73] J.R. James et P.S. Hall, « Handbook of Microstrip Antennas », vol. 1 and 2, 2 vol. London, UK: Peter Pergrinus, 1989.
- [74] T. J. Rouphael, « Antenna Systems, Transmission Lines, and Matching Networks », Book Chapter in Wireless Receiver Architectures and Design, Elsevier, p. 1-60, 2014.

Chapitre II : Caractérisation diélectrique

des sédiments marins

La propagation de l'onde électromagnétique dans un milieu est affectée par les propriétés physiques du milieu, particulièrement la permittivité diélectrique complexe et la conductivité électrique. L'étude de ces propriétés est pertinente pour la conception d'un capteur radiofréquence sensible à la densité du milieu. Par conséquent, au début de ce chapitre, les propriétés diélectriques et les processus de relaxations diélectriques seront détaillés. Suite à cela, la caractérisation diélectrique de sédiments modèles (kaolinite) présentant différentes densités sera réalisée à l'aide d'une sonde coaxiale et d'un conductimètre. Cette partie permettra de comprendre le lien entre la permittivité diélectrique complexe, la conductivité électrique et la densité du milieu. Finalement, les résultats obtenus seront comparés à ceux mesurés sur des sédiments réels provenant des fonds marins à haute profondeur recueillis par IFREMER. L'ensemble des résultats obtenus nous permettra de définir un cahier des charges pour la conception d'un capteur résonant radiofréquence.

# I. <u>La kaolinite</u>

Il existe trois différentes tailles de sédiments : les galets et les gravillons dont la taille est supérieure à 2 mm, le sable dont la taille du grain varie de quelques dizaines de micromètres à deux millimètres et les limons et les vases/argiles dont la taille du grain est inférieure à  $60 \mu m$  [1]. En eau profonde, l'argile présente le constituant majeur des sédiments marins [2]. Les argiles ont une taille de grain inférieure à 2  $\mu m$  et appartiennent à la famille des phyllosilicates hydratés. Leur structure est cristalline, formée d'un empilement de feuillets tétraédriques et octaédriques. Nous citons comme exemple d'argiles : la kaolinite, l'illite et la smectite. L'écartement des feuillets (espace interfoliaire) est considéré comme étant une caractéristique principale des argiles. Certaines argiles peuvent augmenter leurs espaces interfoliaires (gonflement) en intégrant de l'eau, entraînant par conséquent une variation de la densité apparente. Ce n'est pas le cas pour la kaolinite dont les feuillets, reliés par des liaisons hydrogènes, sont très rapprochés, ne permettant pas aux molécules d'eau de pénétrer entre deux feuillets et de gonfler. Afin d'éviter cette problématique supplémentaire associée au gonflement, la kaolinite sera considérée dans la suite de la thèse comme un modèle de sédiments réels.

# I-1. Caractérisation par diffraction de rayon X de la kaolinite

La kaolinite (fournisseur : Société Kaolinière Armoricaine (SOKA)) de formule chimique  $Al_2Si_2O_5(OH)_4$  [3]–[5], ayant une masse volumique sèche de 2,6 g/cm<sup>3</sup>, est un minéral argileux de type 1/1 dioctotaédrique, à équidistance stable entre les feuillets. La Figure II-1 présente la structure cristallographique de la kaolinite.

#### Caractérisation diélectrique des sédiments-marins | R.Mansour



O Oxygène ; ⊕ Hydroxyle ; ● Aluminium; • Silicium

Figure II-1. Schéma présentant la cristallographie de la kaolinite.

La kaolinite est constituée d'égales concentrations de silicium Si et d'aluminium Al (monosiallitisation). Pour simplifier, un feuillet élémentaire de kaolinite est formé d'une couche de tétraèdres de silicium (SiO<sub>4</sub>) et une couche d'octaèdres d'aluminium (AlO<sub>6</sub>). Le silicium Si et l'aluminium Al occupent respectivement le centre des tétraèdres et des octaèdres. Nous avons caractérisé la poudre par diffraction des rayons X (DRX) à l'UBO et le diffractogramme obtenu est présenté à la Figure II-2. Nous remarquons que la poudre que nous utilisons contient de la kaolinite, mais également de l'illite, du mica et du quartz en faibles concentrations.



Figure II-2. Diffractogramme obtenu par DRX à l'UBO.

# I-2. Caractérisation par microscopie électronique à balayage

Nous représentons sur la Figure II-3 la morphologie de la poudre à base de kaolinite obtenue par microscopie électronique à balayage effectuée à l'UBO. Cette figure montre la présence de feuillets, en accord avec la structure attendue.



Figure II-3. Microscopie électronique de la poudre de kaolinite réalisée à l'UBO.

# II. Les propriétés diélectriques des matériaux

# II.1- La permittivité diélectrique complexe

Les propriétés diélectriques fondamentales décrivant les interactions entre le champ électrique appliqué et le matériau sont exprimées par la permittivité complexe du matériau dépendante de la fréquence. La permittivité diélectrique complexe d'un milieu est donnée par l'équation suivante [6], [7] :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^* = \boldsymbol{\varepsilon}' - \boldsymbol{j}\boldsymbol{\varepsilon}''_{tot} = \boldsymbol{\varepsilon}' - \boldsymbol{j}(\boldsymbol{\varepsilon}'' + \frac{\boldsymbol{\sigma}}{\boldsymbol{\omega}\boldsymbol{\varepsilon}_0})$$
 Équation II-1

La partie réelle  $\varepsilon'$  (constante diélectrique) traduit l'aptitude du diélectrique à se polariser. La partie imaginaire  $\varepsilon''$  correspond aux phénomènes de pertes diélectriques responsables du déphasage entre le champ appliqué et la polarisation induite.  $\sigma$  désigne la conductivité électrique du milieu. Quand le matériau est à faible conductivité, le terme  $\frac{\sigma}{\omega \varepsilon_0}$  devient négligeable et alors les pertes diélectriques du matériau sont exprimées par l'équation suivante :

$$tan\delta = \frac{\varepsilon_{tot}''}{\varepsilon'} = \frac{\varepsilon'' + \frac{\sigma}{\omega\varepsilon_0}}{\varepsilon'} = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'}$$
Équation II-2

Le milieu diélectrique étudié réagit au champ appliqué suite à différents mécanismes diélectriques. Différents types de polarisation diélectrique existent. Ils sont représentés sur la Figure II-4 [8].





Dans le cas des radiofréquences (< 10<sup>9</sup> Hz), le processus de **polarisation interfaciale**, également appelée polarisation Maxwell-Wagner [9]–[11] existe. Il se produit dans le cas d'un matériau composite formé de deux matériaux ayant différentes conductivités et polarisations. L'accumulation des charges se produit alors au niveau des interfaces.

La **polarisation dipolaire** ou d'**orientation** décrit l'orientation de molécules polaires sous l'action du champ électrique. Ce processus est fortement dépendant de la température, de la pression et des produits chimiques environnants. La relaxation associée à ce processus est observée aux fréquences micro-ondes ( $10^9$  à  $10^{11}$  Hz)

La **polarisation ionique** est le déplacement mutuel des ions constituant une molécule. Ce mécanisme n'est observé qu'en dessous des fréquences infrarouges  $(10^{11} \text{ à } 10^{12} \text{ Hz})$ .

La **polarisation électronique** ou **optique** correspond au déplacement des nuages électroniques vis-à-vis du noyau des atomes. Celle-ci opère en dessous des fréquences ultraviolets  $(10^{12} \text{ à } 10^{14} \text{ Hz})$ .

Notre étude sera basée sur l'élaboration d'un capteur dans le domaine des radiofréquences (autour de quelques GHz). Pour cela, les relaxations que nous rencontrerons seront la relaxation interfaciale et plus particulièrement la relaxation dipolaire de l'eau ayant une constante diélectrique de 80 qui est bien plus importante que celle du sol sec ( $3 < \varepsilon' < 5$ ).

# II.2- Modèles théoriques de la relaxation dipolaire

Il existe plusieurs modèles théoriques pour modéliser la relaxation dipolaire. Nous pouvons citer les modèles de Debye [12], Cole-Cole [13], Davidson-Cole [14] et Havriliak-Negami [15].

### a. Modèle de Debye

Ce modèle généralement considéré comme le modèle le plus simple, est dédié aux systèmes idéaux (matériaux polaires purs), où tous les dipôles ont le même temps d'orientation et n'interagissent pas entre eux. En effet, les molécules du matériau présentent une distribution aléatoire de leurs orientations. Mais en présence d'un champ électromagnétique, les pôles positifs des molécules s'orientent dans la même direction que le champ à basse fréquence. A hautes fréquences, l'oscillation des molécules s'effectue non pas de manière synchrone avec l'onde incidente, mais avec un déphasage ; à tout moment, l'orientation polaire des molécules est décalée avec l'orientation du champ électrique de l'onde. Ce déphasage induit des pertes diélectriques, traduites par des sources de chaleur, d'où le phénomène de relaxation de Debye. L'Équation I-11 sera alors exprimée sous la forme suivante :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^{*}(\boldsymbol{\omega}) = \boldsymbol{\varepsilon}_{\boldsymbol{\omega}}' + \frac{(\boldsymbol{\varepsilon}_{s}' - \boldsymbol{\varepsilon}_{\boldsymbol{\omega}}')}{1 + j\boldsymbol{\omega}\tau} - j\frac{\sigma}{\boldsymbol{\omega}\boldsymbol{\varepsilon}_{0}}$$
Equation II-3

Avec,  $\varepsilon_s$ , la permittivité diélectrique statique,  $\varepsilon_{\infty}$ , la permittivité diélectrique pour une fréquence infinie,  $\tau$ , le temps de relaxation des dipôles,  $\sigma$ , la conductivité ionique du liquide et  $\varepsilon_0$ , la permittivité diélectrique du vide

En séparant la partie imaginaire de la partie réelle dans l'Equation II-3, nous obtenons :

$$\boldsymbol{\varepsilon}' = \boldsymbol{\varepsilon}'_{\infty} + \frac{(\boldsymbol{\varepsilon}'_s - \boldsymbol{\varepsilon}'_{\infty})}{1 + (\boldsymbol{\omega}\boldsymbol{\tau})^2}$$
 Équation II-4

$$\varepsilon'' = \frac{(\varepsilon'_s - \varepsilon'_{\infty})(\omega\tau)}{1 + (\omega\tau)^2} + \frac{\sigma}{2\pi f\varepsilon_0}$$
 Équation II-5

La relaxation de Debye [16] est généralement limitée à l'eau dans son état liquide et aux solutions diluées de liquides polaires dans des solvants non polaires. Peu de matériaux se composent de matériaux polaires purs avec un même temps de relaxation. Afin de tenir compte de cette limitation, plusieurs autres modèles ont été développés pour mieux décrire le comportement des matériaux avec plusieurs temps de relaxation ou une distribution des temps de relaxation.

#### b. <u>Modèle de Cole-Cole</u>

Le modèle de Cole-Cole [13], [16], présenté par l'Équation II-6, décrit les spectres diélectriques de nombreux liquides et de certains diélectriques solides amorphes présentant un pic de perte symétrique et une zone de dispersion plus étendue par rapport à la formule de Debye. Le phénomène de Cole-Cole est exprimé par :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^{*}(\boldsymbol{\omega}) = \boldsymbol{\varepsilon}_{\boldsymbol{\omega}}' + \frac{(\boldsymbol{\varepsilon}_{s}' - \boldsymbol{\varepsilon}_{\boldsymbol{\omega}}')}{1 + (j\boldsymbol{\omega}\boldsymbol{\tau})^{1-\alpha}} - j\frac{\sigma}{\boldsymbol{\omega}\boldsymbol{\varepsilon}_{0}}$$
 Équation II-6

#### Caractérisation diélectrique des sédiments-marins | R.Mansour

Avec,  $\alpha$ , le paramètre de distribution qui dépend du type du matériau, de la température et de la pression ( $1 \ge \alpha > 0$ ).

La partie réelle de la permittivité diélectrique est présentée par :

$$\varepsilon' = \varepsilon'_{\infty} + \frac{(\varepsilon'_{s} - \varepsilon'_{\infty})(1 + (\omega\tau)^{1-\alpha} \sin\frac{\alpha\pi}{2})}{1 + 2(\omega\tau)^{1-\alpha} \sin\frac{\alpha\pi}{2} + (\omega\tau)^{2(1-\alpha)}}$$
Équation II-7

La partie imaginaire de la permittivité diélectrique est présentée par :

$$\varepsilon'' = \frac{(\varepsilon'_s - \varepsilon'_{\infty})(\omega\tau)^{1-\alpha} \sin\frac{\alpha\pi}{2}}{1 + 2(\omega\tau)^{1-\alpha} \sin\frac{\alpha\pi}{2} + (\omega\tau)^{2(1-\alpha)}} + \frac{\sigma}{2\pi f\varepsilon_0}$$
Équation II-8

Ce modèle a été déjà utilisé pour décrire le comportement des sols et des mélanges de kaolinite et de l'eau dans [17] et [18]. Schwing *el al.* [18], par exemple, ont mesuré la permittivité diélectrique complexe des sols à grains fins dans une gamme de fréquences allant de 1 MHz à 40 GHz. Les auteurs ont reproduit le spectre diélectrique avec le modèle Cole-Cole comme le montre la Figure II-5. Plusieurs types de relaxation sont observés et reproduits par trois termes du type Cole-Cole. Des relaxations évidentes sont observées autour de 100 MHz et dans la gamme du GHz qui sont associées à la relaxation interfaciale et la relaxation de l'eau respectivement. Pour les fréquences inférieures à 10 MHz, le modèle ne reproduit plus la courbe expérimentale. Par conséquent, une relaxation supplémentaire pour les très basses fréquences est rajoutée. Elle pourrait s'expliquer par la polarisation du nuage d'ions entourant les particules d'argile.



Figure II-5. Comparaison des résultats de la permittivité diélectrique complexe obtenus expérimentalement [18] avec ceux obtenus avec le modèle de Cole-Cole [13].

Dong *et al.* [17] ont caractérisé les propriétés diélectriques d'un mélange de kaolinite et d'eau sur la gamme de fréquence (2 KHz – 3 GHz). En utilisant le modèle de Cole-Cole, ils ont reproduit

les courbes. La Figure II-6 présente les résultats obtenus. Nous remarquons en-dessous de 100 MHz, l'apparition de la relaxation interfaciale, et au-dessus, la relaxation dipolaire de l'eau.



Figure II-6. Comparaison des résultats corrigés de la permittivité diélectrique complexe obtenus expérimentalement [17] avec ceux obtenus avec le modèle de Cole-Cole [13].

Sachant que plusieurs études l'ont déjà utilisé pour modéliser les spectres diélectriques des sols, nous pouvons nous attendre à ce que ce modèle puisse concorder avec les résultats obtenus.

#### c. Modèle de Davidson-Cole

Ce modèle est une modification du modèle du Cole-Cole et est dédié aux liquides diélectriques comme le glycérol et le propylène-glycol et les types de verre et de substances semblables au verre ayant le pic de pertes asymétrique. L'équation de Davidson-Cole (D-C) est exprimée par :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^{*}(\boldsymbol{\omega}) = \boldsymbol{\varepsilon}_{\boldsymbol{\omega}}' + \frac{(\boldsymbol{\varepsilon}_{s}' - \boldsymbol{\varepsilon}_{\boldsymbol{\omega}}')}{(1 + \boldsymbol{j}\boldsymbol{\omega}\boldsymbol{\tau})^{1-\beta}} - \boldsymbol{j}\frac{\boldsymbol{\sigma}}{\boldsymbol{\omega}\boldsymbol{\varepsilon}_{0}}$$
 Équation II-9

Avec,  $\beta$ , une constante dépendante des propriétés du matériau, de la température et de la pression.

#### d. Modèle de Havriliak-Negami

Certains polymères ont des spectres de type Cole-Cole à basse fréquence et des spectres de type Davidson-Cole à haute fréquence. Pour cela, ce modèle intervient pour généraliser les trois modèles par l'équation suivante :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^{*}(\boldsymbol{\omega}) = \boldsymbol{\varepsilon}_{\boldsymbol{\omega}}' + \frac{(\boldsymbol{\varepsilon}_{\boldsymbol{s}}' - \boldsymbol{\varepsilon}_{\boldsymbol{\omega}}')}{(1 + (\boldsymbol{j}\boldsymbol{\omega}\boldsymbol{\tau})^{1-\alpha})^{\beta}} - \boldsymbol{j}\frac{\boldsymbol{\sigma}}{\boldsymbol{\omega}\boldsymbol{\varepsilon}_{0}}$$
 Équation II-10

Il est important de noter que pour  $\beta = 1$ , nous avons le modèle Cole-Cole, alors que pour  $\alpha = 0$ , nous avons le modèle Davidson-Cole et finalement, avec  $\alpha = 0$  et  $\beta = 1$ , nous remontons au premier modèle proposé par Debye.

## II.3- Loi des mélanges

#### a. <u>Modèle de Topp</u>

Topp *et al.* [19] ont mesuré la constante diélectrique des sols entre 0,1 et 1 GHz, où la dépendance fréquentielle de la constante diélectrique est plutôt négligeable, à l'aide de la réflectométrie à domaine temporel (TDR). Selon ces auteurs, il existe une relation entre la constante diélectrique  $\varepsilon'$  et la teneur en eau volumique  $\theta$  indépendante de la fréquence. Cette relation se traduit par :

$$\theta = 5.3 \times 10^{-2} + 2.92 \times 10^{-2} \varepsilon' - 5.5 \times 10^{-4} \varepsilon'^2 + 4.3 \times 10^{-6} \varepsilon'^3$$
 Équation II-11

Où  $\boldsymbol{\varepsilon}'$  est la constante diélectrique du milieu.

Le modèle de Topp est représenté sur la Figure II-7.



Figure II-7. Modèle de Topp donnant la constante diélectrique en fonction de de la teneur en eau volumique [19].

### b. <u>CRIM</u>

La constante diélectrique d'un mélange ne dépend pas des volumes fractionnaires des constituants uniquement, mais aussi de la distribution géométrique. Plusieurs lois ont été étudiées pour mesurer la constante diélectrique d'un mélange mais dans le cas des mélanges des sols, une seule loi était satisfaisante : la loi de CRIM (*Complex Index Refractive Model*) [20], [21]. Dans ce modèle, la constante diélectrique des mélanges  $\varepsilon_{mix}$  dépend de la constante diélectrique de l'eau et celle du sol ainsi que de la teneur en eau volumique. D'où, la loi de CRIM est représentée par l'équation suivante :

$$\sqrt{\varepsilon_{mix}} = V_1 \sqrt{\varepsilon_1} + V_2 \sqrt{\varepsilon_2}$$
Équation II-12

où  $V_1$  est la fraction volumique en eau (désigné comme  $\theta$  dans la loi de Topp),  $V_2$ , la fraction volumique en sol ( $V_2 = 1 - V_1$ ),  $\varepsilon_1$  la constante diélectrique de l'eau (dans le cas de l'eau salée, la constante diélectrique passe de 80 à 73,5 [22]) et  $\varepsilon_2$  la constante diélectrique du sol sec.

# III. Caractérisation diélectrique de la kaolinite par sonde coaxiale

# III.1- Méthodes et préparation des échantillons

### a. Mesure de la masse volumique

Afin de préparer des mélanges de kaolinite avec de l'eau dé-ionisée, nous avons fait varier le rapport kaolinite/eau pour obtenir des mélanges de différentes masses volumiques. Le mélange préparé (Figure II-8) présente une masse volumique de 1,7 g/cm<sup>3</sup>. A partir de ce matériau, nous avons ajouté de l'eau progressivement afin de diminuer la masse volumique de ce mélange.



Figure II-8. Échantillon de kaolinite et d'eau dé-ionisée.

La masse volumique des mélanges a été mesurée par la méthode gravimétrique selon l'équation suivante :

$$d = \frac{M_{tot}}{V_{tot}} = \frac{M_{kao} + M_{eau}}{V_{tot}} = \frac{M_{kao} + M_{eau}}{V_{kao} + V_{eau}} = \frac{M_{kao} + M_{eau}}{\frac{M_{kao}}{d_{kao}} + \frac{M_{eau}}{d_{eau}}}$$
équation II-13

Avec  $M_{kao}$ , la masse du sédiment sec,  $M_{eau}$ , la masse de l'eau dé-ionisée rajoutée,  $d_{kao}$ , la masse volumique du sédiment sec et  $d_{eau}$ , la masse volumique de l'eau dé-ionisée.

### b. Mesure de la conductivité électrique

Plusieurs études bibliographiques ont mesuré la conductivité électrique (résistivité) afin de remonter à la densité et à la porosité du milieu [23]–[25]. Pour cela, la mesure de la conductivité électrique est effectuée dans notre étude puisqu'elle pourra fournir des informations sur la densité.

La mesure est effectuée à l'aide d'un conductimètre (S-470, Mettler Toledo) présenté à la Figure II-9 par immersion de la cellule conductimétrique dans les différents mélanges. Un étalonnage de la sonde sur un liquide de référence de conductimétrie connue est effectué à chaque mesure.



Figure II-9. Conductimètre S-470, Mettler Toledo.

### c. Mesure de la permittivité diélectrique complexe

Les mesures de la permittivité complexe ont été effectuées à l'aide d'une sonde coaxiale ouverte [26]–[28]. La sonde coaxiale ouverte est formée d'une ligne coaxiale de diamètre extérieur b, de diamètre intérieur a et d'une impédance caractéristique  $Z_0$  comme le montre la Figure II-10. Les diamètres a et b sont dimensionnés pour obtenir une impédance caractéristique de 50 ohms.



Figure II-10. Principe de la sonde coaxiale à extrémité ouverte.

La sonde est placée en contact direct avec l'échantillon étudié. Elle est parfaitement adaptée aux liquides et aux matériaux mous. Le principe est expliqué par Tanabe *et al.* [28] : le champ électromagnétique se propage le long de la ligne coaxiale et la réflexion se produit lorsque ce dernier rencontre un décalage d'impédance entre la sonde et l'échantillon. Ensuite, l'analyse électromagnétique associée à la sonde de mesure permet de remonter à la permittivité électrique complexe de l'échantillon (matériau) dans une large bande de fréquences (0.2 - X GHz). Dans la littérature, diverses méthodes d'analyses électromagnétiques ont été proposées jusqu'ici pour déterminer la permittivité des milieux liquides diélectriques.

Les méthodes dites « dynamiques » [29],[30] décrivent de manière rigoureuse le comportement électromagnétique de la structure de propagation, en particulier par la prise en compte de l'ensemble des modes de propagation dans la sonde et, notamment, les modes d'ordre supérieur générés au niveau des discontinuités de cette dernière. Elles fournissent alors de bons résultats quel que soit la fréquence exploitée. Cependant, la mise en application de telles méthodes est assez complexe. Par ailleurs, un problème inverse comprenant une procédure d'optimisation numérique est requis pour caractériser le liquide à tester. Cela implique, outre des temps de calcul conséquents, un encombrement mémoire important du dispositif informatique de calcul.

L'autre type de méthodes d'analyse électromagnétique repose sur l'hypothèse que seul le mode fondamental se propage dans la structure de test et qu'il est de type TEM, ou quasi-TEM pour le cas d'une section transverse inhomogène de la structure [26]. Ces méthodes ne considèrent donc pas les modes d'ordre supérieur pouvant apparaître au niveau des discontinuités rencontrées par l'onde électromagnétique propagée. De fait, elles présentent l'inconvénient d'être limitées en fréquence. L'intérêt majeur de telles méthodes réside dans l'existence de relations purement analytiques entre les paramètres de répartition (paramètres S) de la structure de test contenant le milieu à caractériser et les caractéristiques électromagnétiques recherchées de ce dernier. Notre choix s'est orienté vers de telles méthodes [31]–[33].

#### i. Modèle de la sonde rayonnante

Tout d'abord, il existe le modèle de la sonde rayonnante. Cette dernière peut être considérée comme une source de rayonnement et le circuit équivalent du modèle de rayonnement est présenté sur la Figure II-11.



Figure II-11. Modèle de la sonde rayonnante

La capacité  $C_1$  est principalement déterminée par la structure de la sonde coaxiale indépendamment du matériau étudié. Le matériau diélectrique étudié peut être modélisée en tant que capacité  $\varepsilon_r C_2$ . La résistance  $(R = \frac{1}{G})$ , connectée en parallèle aux capacités, est principalement liée au rayonnement de l'ouverture.

### ii. <u>Modèle de la ligne virtuelle</u>

Ce modèle [34],[35], présenté sur la Figure II-12, représente la sonde coaxiale ouverte par une ligne de transmission physique de longueur D et le liquide diélectrique à tester par une ligne virtuelle de longueur L. Le principe général de ce modèle repose sur une représentation en admittances équivalentes (Y) des lignes physique et virtuelle ainsi définies. Au final, une relation analytique relie la permittivité du milieu sous test à la fréquence, à la constante de propagation de la sonde coaxiale, au coefficient de réflexion mesuré en entrée de sonde (plan de référence B'B), ainsi qu'aux longueurs D et L ; cette dernière ne pouvant être déterminée de façon expérimentale. L et D doivent être calculées à partir du coefficient de réflexion mesuré pour la sonde en contact avec deux diélectriques étalons (typiquement l'air et de l'eau dé-ionisée). Toutefois, cela requiert l'utilisation d'une procédure itérative [35], consommatrice de temps de calculs.



Figure II-12. Modèle de la sonde coaxiale ouverte en ligne virtuelle.

### iii. Modèle capacitif

Le modèle capacitif (Figure II-13) est le plus employé pour déterminer la permittivité complexe de liquides diélectriques à l'aide d'une sonde coaxiale ouverte. C'est ce modèle que nous avons utilisé dans notre étude.



Figure II-13. Modèle électrique de la sonde plongée dans le matériau étudié.

Il consiste simplement à modéliser la cellule de mesure et le liquide à caractériser par des éléments capacitifs en parallèle. Les grandeurs recherchées ( $\varepsilon'$  et  $\varepsilon''$ ) [34],[35] sont directement reliées au coefficient de réflexion complexe ( $S_{11}$  ou  $S_{22}$ ) mesuré en sortie de sonde, à la pulsation angulaire ( $\omega$ ), à l'impédance caractéristique ( $Z_0$ ) de la ligne de transmission, ainsi qu'à deux capacités  $C = \varepsilon' C_0$  et  $C_f$ :

$$\varepsilon^* = \frac{1}{j\omega Z_0 C_0} \left(\frac{1 - S_{11}}{1 + S_{11}}\right) - \frac{C_f}{C_0}$$
Équation II-14

 $C_0$  et  $C_f$  représentent, respectivement, les effets de bord (fuite du champ électrique radiofréquence) en sortie de sonde (air) et dans celle-ci (fonction du diélectrique inséré entre les conducteurs interne et externe de la sonde). Pour estimer les capacités inconnues  $C_0$  et  $C_f$ , une première étape de calcul consiste à déterminer la permittivité complexe d'un liquide diélectrique étalon. Ce dernier doit avoir des propriétés électromagnétiques proches de celles des liquides à tester ultérieurement. Pour notre cas, il s'agit de l'eau dé-ionisée, dont la permittivité complexe peut être aisément déterminée en fonction de la fréquence et de la température, à partir du modèle de Cole-Cole. Connaissant cette grandeur et, après obtention du paramètre  $S_{11}$  ou  $S_{22}$  mesuré en bout de sonde, pour cette dernière plongée dans l'eau dé-ionisée, l'identification des parties réelle et imaginaire de chaque membre de l'Équation II-14 permet d'aboutir aux capacités recherchées. Une dernière étape de calcul consiste alors, en utilisant une nouvelle fois l'Équation II-14, à déterminer l'évolution en fréquence de la permittivité complexe du liquide diélectrique à tester, placé en contact de la sonde de mesure.

#### Prise en compte de la correction des paramètres S mesurés

En pratique, le paramètre de réflexion  $S_{11}$  (ou  $S_{22}$ ) intervenant dans le calcul de la permittivité  $\boldsymbol{\varepsilon}^*$  recherchée est fourni par un analyseur de réseau vectoriel, auquel est reliée, via des interconnexions (câbles, transitions, etc.), la sonde coaxiale ouverte. Cela étant, comme déjà mentionné, le paramètre de réflexion à utiliser pour calculer  $\boldsymbol{\varepsilon}^*$  est celui mesuré en bout de sonde, autrement dit, dans le plan A'A (Figure II-12). Ainsi, il est nécessaire de faire coïncider précisément le plan de référence et ce plan.

Une des solutions consiste à connecter successivement trois standards (air, un court- circuit, eau dé-ionisée) en sortie de sonde et à mesurer le paramètre de réflexion correspondant [26],[31]. Ce dernier est alors corrigé pour le ramener dans le plan A'A. Cette opération nécessite, toutefois, la connaissance préalable des erreurs systématiques inhérentes à l'instrumentation hyperfréquence (erreur de directivité du signal, erreur en fréquence, etc.). Ces erreurs sont fournies par le fabricant de l'analyseur employé.

Afin de valider le fonctionnement de la sonde coaxiale ouverte associé au modèle capacitif décrit et notre procédure d'étalonnage SOL, nous avons mesuré systématiquement avant chaque mesure de sédiments, l'évolution en fréquence de la permittivité complexe d'un liquide « étalon » (eau déionisée). Les résultats obtenus sur ce liquide dont les propriétés diélectriques sont connues dans la littérature scientifique montrent une erreur relative inférieure à 5%.

#### Effet de polarisation d'électrode avec la sonde coaxiale

Afin d'évaluer les effets de polarisation d'électrode avec la sonde coaxiale, les propriétés diélectriques de l'eau dé-ionisée et de l'eau salée à l'aide d'une sonde coaxiale ouverte (*Keysight technologies*) fonctionnant entre 0,2 et 10 GHz et d'un analyseur de réseau vectoriel (Agilent E8364A, 45 MHz - 50 GHz) ont été mesurées. Les résultats sont présentés sur la Figure II-14. Nous pouvons déduire de la Figure II-14.a que l'augmentation de la concentration des ions, audelà de 1 GHz, entraîne une diminution de la constante diélectrique. Cet effet augmente avec la concentration des ions. Par contre, ce n'est pas le cas en-dessous de 1 GHz où nous observons une augmentation de la constante diélectrique. Peyman *et al.* [22] ont montré, en comparant l'eau dé-ionisée avec l'eau à différentes concentrations d'ions NaCl, que l'augmentation de la concentration des ions entraîne une diminution de  $\varepsilon'$  que nous observons en dessous de 1 GHz est alors expliquée par les effets de polarisation interfaciale. Nous n'avons pas un matériau composite, donc pas de polarisation au niveau de grains ou d'interfaces dans le matériau. Cette décroissance est donc expliquée par la polarisation d'électrode avec la sonde coaxiale. L'effet de cette dernière semble négligeable au-dessus de 1 GHz.

Sur la Figure II-14.b qui présente la variation de la permittivité diélectrique imaginaire en fonction de la fréquence, nous constatons une augmentation de la permittivité diélectrique imaginaire à basse fréquence avec l'augmentation de la concentration des ions. Ceci s'explique bien par les pertes diélectriques associées à la conductivité électrique qui augmentent avec la concentration de NaCl (cf Équation I-11, où  $\varepsilon''$  dépend de la conductivité électrique  $\sigma$ ).



Figure II-14. Variation de la permittivité diélectrique a) partie réelle et b) partie imaginaire en fonction de la fréquence pour de l'eau dé-ionisée et l'eau salée à 1,5% et 3%.

# III.2- <u>Résultats expérimentaux de la caractérisation des mélanges de</u> <u>kaolinite et d'eau dé-ionisée par sonde coaxiale</u>

Dans cette partie nous présentons les résultats de caractérisation par sonde coaxiale des mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée. La Figure II-15 illustre le dispositif expérimental comprenant la sonde coaxiale, l'ARV et le matériau placé dans un bécher en verre.



Figure II-15. Dispositif expérimental avec la sonde coaxiale Keysight, l'ARV et le matériau à caractériser.

## a. <u>Partie réelle : constante diélectrique</u>

Sur la Figure II-16, nous présentons la variation de la constante diélectrique en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de masses volumiques.



Figure II-16. Variation de la constante diélectrique en fonction de la fréquence pour différentes masses volumiques des mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée.

Nous remarquons que la constante diélectrique  $\varepsilon'$  est sensible à la variation de la masse volumique **d**. En effet, l'augmentation de la teneur en eau, en d'autres termes, la diminution de **d**,

#### Caractérisation diélectrique des sédiments-marins | R.Mansour

entraîne une augmentation de  $\varepsilon'$ . Ceci s'explique bien par la valeur élevée de la constante diélectrique de l'eau ( $\varepsilon' = 80$ ) par rapport à celle de la kaolinite ( $\varepsilon' \approx 2$ ) [36]. Pour une valeur de masse volumique donnée, la variation de  $\varepsilon'$  est relativement faible sur la plage fréquentielle [0,2 -2 GHz]. Elle n'est cependant pas négligeable. A plus haute fréquence, la diminution de  $\varepsilon'$  s'explique par la relaxation dipolaire des molécules d'eau.



Figure II-17. Variation de la masse volumique en fonction de la constante diélectrique à 4 différentes valeurs de fréquence.

La Figure II-17 présente la variation de la masse volumique en fonction de la constante diélectrique à quatre fréquences différentes (0,5, 1, 2, 4 GHz). Deux observations sont notées : la première est qu'il existe une variation linéaire entre la constante diélectrique et la masse volumique pour les valeurs de fréquences considérées. Ce résultat est d'une importance cruciale, car la variation de  $\varepsilon'$ permet d'assurer la sensibilité du capteur à la masse volumique. Le deuxième point montre bien que la droite à haute fréquence (4 GHz) est décalée par rapport aux trois autres droites montrant que pour une valeur de masse volumique donnée, nous avons plusieurs constantes diélectriques.

Afin de pouvoir comparer les résultats de la Figure II-17 avec les modèles de Topp et de CRIM qui relient la constante diélectrique à la teneur en eau volumique, nous avons essayé de remonter à la constante diélectrique obtenue par chaque modèle sur nos mélanges.

La courbe obtenue par Topp [19] à partir de l'Équation II-11 montre que pour  $25 < \varepsilon' < 65$ , il existe une relation linéaire entre la constante diélectrique et la teneur en eau volumique  $\theta$ . Nous en déduisons alors l'équation linéaire présentée par :

$$\varepsilon' = 99, 7\theta - 15, 2$$
 Équation II-15

De même, il existe une variation linéaire entre la masse volumique et la quantité d'eau volumique. En effet :

$$d = \frac{M_{tot}}{V_{tot}} = \frac{M_{eau} + M_{kao}}{V_{tot}} = \frac{d_{eau}V_{eau}}{V_{tot}} + \frac{d_{kao}V_{kao}}{V_{tot}}$$

$$= \frac{d_{kao}(V_{tot} - V_{eau})}{V_{tot}} + \theta = d_{kao} - d_{kao}\theta + \theta = d_{kao} - \theta(d_{kao} - 1)$$
Équation II-16

Avec  $d_{kao}$  est la masse volumique de la kaolinite sèche qui est égale à 2,6 g/cm<sup>3</sup> et  $d_{eau}$ , la masse volumique de l'eau dé-ionisée.

D'après l'Équation II-15 et l'Équation II-16, nous pouvons remonter à la constante diélectrique. Ces équations montrent également qu'il existe une variation linéaire entre la constante diélectrique et la masse volumique des mélanges.

Le modèle de CRIM [20], [21] présenté par l'Équation II-12 a été également appliqué à nos mélanges pour remonter à la constante diélectrique, après avoir calculé la fraction d'eau volumique  $V_1$  pour chaque masse volumique avec l'Équation II-16 ( $V_1 = \theta$ ).

En ajoutant sur la Figure II-17, les droites obtenues par les modèles de Topp et de CRIM pour différentes masses volumiques comme le montre la Figure II-18, nous remarquons que les résultats obtenus selon le modèle de Topp s'écartent de ceux obtenus dans ce travail. Cependant, ceux obtenus par le modèle de CRIM semblent concorder à nos résultats à plus forte raison pour les faibles fréquences de 0,5 à 1 GHz.



Figure II-18- Variation de la masse volumique en fonction de la constante diélectrique à 4 différentes valeurs de fréquence et comparaison avec les modèles de CRIM et de TOPP.

#### b. Partie imaginaire

Dans ce paragraphe, nous avons examiné la permittivité diélectrique imaginaire  $\varepsilon''$  qui désigne généralement les pertes. Les résultats sont présentés sur la Figure II-19 où nous pouvons observer la variation de la permittivité diélectrique imaginaire en fonction de la fréquence. Sur la
### Caractérisation diélectrique des sédiments-marins | R.Mansour

plage fréquentielle [0,5 - 2 GHz], nous remarquons que les valeurs de  $\varepsilon''$  sont minimales. A basse fréquence (< 0,5 GHz), toutes les courbes sont sensiblement confondues, cependant, à haute fréquence (> 3 GHz), ces courbes s'écartent les unes des autres dénotant une dépendance de  $\varepsilon''$  à la masse volumique. Ces résultats expérimentaux sont en accord avec ceux obtenus par Dong et *al.* [17] qui les attribuent principalement à la polarisation des molécules d'eau.



Figure II-19- Variation de la permittivité diélectrique imaginaire en fonction de la fréquence pour différentes masses volumiques des mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée.

### c. Comparaison des résultats avec les modèles théoriques

Afin de comprendre les résultats des propriétés diélectriques obtenus, nous avons essayé de reproduire les résultats de la sonde coaxiale avec les modèles théoriques mentionnés dans la partie I.2 en commençant tout d'abord avec le modèle de Debye [16], [37], [38]. Le Tableau II-1 présente les valeurs obtenues pour la meilleure superposition possible entre les valeurs expérimentales et celles issues du modèle de Debye. La Figure II-20.a et la Figure II-21.a présentent les courbes obtenus avec le modèle de Debye. La Figure II-20.b et la Figure II-21.b présentent la comparaison entre les résultats obtenus avec la sonde coaxiale et les courbes issues du modèle de Debye. La Figure II-20.b et la Figure II-21.b présentent la comparaison entre les résultats obtenus avec la sonde coaxiale et les courbes issues du modèle de Debye. L'apparition d'une légère diminution de  $\varepsilon'$  avec la fréquence pour ces mélanges renfermant de la kaolinite laisse penser à l'impossibilité de ce modèle à reproduire les courbes avec une bonne précision.



Figure II-20. a) Variation de la constante diélectrique en fonction de la fréquence (modèle de Debye) pour différentes valeurs de masse volumique, b) Comparaison des résultats obtenus avec la sonde coaxiale avec les courbes issues du modèle de Debye pour deux valeurs de masse volumique.



Figure II-21. a) Variation de la permittivité diélectrique imaginaire en fonction de la fréquence (modèle de Debye) pour différentes valeurs de masse volumique, b) Comparaison des résultats obtenus avec la sonde coaxiale avec les courbes issues du modèle de Debye pour deux valeurs de masse volumique.

<i>d</i> (g/ cm <sup>3</sup> )	$\boldsymbol{\varepsilon}_{s}$	$\boldsymbol{\mathcal{E}}_{\infty}$	τ	σ (μS/cm)	$\sigma_{exp}~(\mu S/cm)$
1,73	30,6	2	<b>5.10</b> <sup>-12</sup>	800	450
1,68	34,0	2	<b>5.10</b> <sup>-12</sup>	800	530
1,64	35,6	2	<b>5.10</b> <sup>-12</sup>	800	530
1,58	38,8	2	5.10 <sup>-12</sup>	800	510
1,54	40,6	2	5.10 <sup>-12</sup>	800	480

Tableau II-1- Valeurs obtenues avec le modèle de Debye pour la superposition des courbes

Après avoir bien vérifié que ce modèle ne pourra pas s'appliquer sur nos mélanges, nous avons choisi de travailler avec le modèle de Cole-Cole [13], [16]. La Figure II-22.a les courbes obtenus avec le modèle de Cole-Cole. La Figure II-22.b présente la comparaison entre les résultats obtenus avec la sonde coaxiale et les courbes issues du modèle de Cole-Cole pour deux mélanges différents. Le Tableau II-2 présente les valeurs obtenues pour la meilleure reproduction possible entre les valeurs expérimentales et celles issues du modèle de Cole-Cole. A basse fréquence, inférieure à 2 GHz, une valeur presque constante de  $\varepsilon'$  très proche de  $\varepsilon'_s$  est observée. A haute fréquence, la diminution de  $\varepsilon'$  due à la relaxation dipolaire est également bien reproduite. D'après le Tableau II-2, il apparaît clairement que la masse volumique dépend uniquement de  $\varepsilon'_s$ , les deux autres paramètres  $\tau$  et  $\alpha$  restant constantes.



Figure II-22. a) Variation de la constante diélectrique en fonction de la fréquence (modèle de Cole-Cole) pour différentes valeurs de masse volumique, b) Comparaison des résultats obtenus avec la sonde coaxiale avec les courbes issues du modèle de Cole-Cole pour deux valeurs de masse volumique.

Nous avons pu également reproduire les courbes de la permittivité diélectrique imaginaire avec le modèle de Cole-Cole comme le montre la Figure II-23.a. La Figure II-23.b présente la comparaison entre les courbes théoriques et expérimentales pour deux mélanges différents : les courbes sont très proches. Cette figure montre également la contribution des deux termes de l'Équation II-8 où le premier terme désigne les pertes diélectriques du matériau et le second désigne les pertes par conductivité. A basse fréquence, inférieure à 0,5 GHz, le deuxième terme de l'Équation II-8, dépendant de la conductivité électrique  $\sigma$ , est la contribution majeure à  $\varepsilon''$ , le premier étant négligeable. Puisque toutes les courbes représentées sur la Figure II-23.b sont presque identiques dans cette gamme de fréquences, la reproduction des données expérimentales conduit alors à une seule valeur de la conductivité électrique pour les différentes masses volumiques (800 S/cm). Audessus de 2 GHz, l'augmentation de  $\varepsilon''$  associée au processus de relaxation est directement liée au premier terme de l'Équation II-8. En raison de la présence de  $\varepsilon'_s$  dans ce terme, l'augmentation de la partie imaginaire  $\varepsilon''$  dépend alors de la masse volumique.



Figure II-23.a) Variation de la permittivité diélectrique imaginaire en fonction de la fréquence (modèle de Cole-Cole) pour différentes valeurs de masse volumique, b) Comparaison des résultats obtenus avec la sonde coaxiale avec les courbes issues du modèle de Cole-Cole pour deux valeurs de masse volumique.

Malgré le bon accord avec le modèle, la représentation des données de  $\varepsilon'$  aux très basses fréquences n'est pas obtenue. Ceci peut s'expliquer, comme nous l'avons vu précédemment sur l'eau salée par la polarisation d'électrodes avec la sonde. Cependant, dans le cas de la kaolinite, des effets de polarisation d'interface dans le matériau ne peuvent pas non plus être exclus. Des désaccords apparaissent également entre la conductivité mesurée  $\sigma_{exp}$  (Valeurs obtenues extrêmement faibles et du même ordre de grandeur (10<sup>-4</sup> S/m)) et la conductivité  $\sigma$  extraite du modèle de Cole-Cole comme montre le Tableau II-2. D'après Schwing *et al.* [18], ces désaccords peuvent s'expliquer par l'influence du processus de relaxation interfaciale dans la gamme des MHz qui n'est pas prise en compte dans le modèle actuel.

<i>d</i> (g/ cm <sup>3</sup> )	Es	$oldsymbol{arepsilon}_{\infty}$	α	τ	$\sigma(\mu S/cm)$	$\sigma_{exp}(\mu S/cm)$
1,73	30,6	2	0,2	5.10 <sup>-12</sup>	800	450
1,68	34,0	2	0,2	5.10 <sup>-12</sup>	800	530
1,64	35,6	2	0,2	5.10 <sup>-12</sup>	800	500
1,58	38,8	2	0,2	5.10 <sup>-12</sup>	800	510
1,54	40,6	2	0,2	5.10 <sup>-12</sup>	800	480

Tableau II-2- Valeurs obtenues avec le modèle de Cole-Cole pour la reproduction des courbes

# IV. <u>Influence des ions NaCl sur les propriétés diélectriques de la</u> <u>caractérisation de la kaolinite</u>

Après avoir finalisé la partie eau dé-ionisée/kaolinite, nous avons voulu nous rapprocher du modèle des sédiments rencontrés au fond des mers. Pour cela, nous avons étudié l'effet de l'eau salée dans les sédiments.

## IV.1- Effet des ions NaCl

Nous avons alors préparé un mélange d'une masse volumique de 1,66 g/cm<sup>3</sup> auquel nous avons ajouté différents pourcentages de NaCl : 1,5% et 3%. La Figure II-24 illustre la démarche. Après l'ajout du sel, la masse volumique a été mesurée avec l'Équation II-13.



Figure II-24. Schéma illustrant l'expérience.

Avec 1,5% de sel, la masse volumique du mélange est évaluée à 1,663 g/cm<sup>3</sup>, alors qu'avec 3% de sel, elle passe à 1,666 g/cm<sup>3</sup>. Nous pouvons alors considérer comme négligeable la variation de la masse volumique. La Figure II-25.a présente la variation de la constante diélectrique en fonction de la fréquence pour les différentes concentrations c d'ions NaCl.



Figure II-25. Variation de la permittivité diélectrique a) partie réelle, b) partie imaginaire en fonction de la fréquence pour une masse volumique de 1,666 g/cm<sup>3</sup> à différentes concentrations de sel.

Nous observons les mêmes comportements que ceux obtenus avec l'eau dé-ionisée et l'eau salée (Figure II-14.a). Une diminution de la constante diélectrique avec l'augmentation de la concentration des ions au-delà de 1 GHz. Une décroissance en dessous de 1 GHz liée à la fois aux effets de polarisation d'électrode avec la sonde coaxiale et éventuellement aux effets d'interface au niveaux des grains. La Figure II-25.b présente la variation de la permittivité diélectrique imaginaire en fonction de la fréquence pour différentes concentrations c. L'augmentation de c implique une augmentation de la permittivité diélectrique imaginaire à cause de la conductivité (pertes) dans le matériau qui augmente avec la concentration de NaCl.

## IV.2- <u>Résultats expérimentaux de la caractérisation des mélanges de</u> <u>kaolinite et d'eau salée par sonde coaxiale</u>

Afin de caractériser la kaolinite avec différentes masses volumiques et possédant des ions NaCl, nous avons préparé plusieurs mélanges avec deux concentrations distinctes d'eau salée (1,5%, 3%).



Figure II-26. Variation de la permittivité diélectrique a) partie réelle, b) partie imaginaire en fonction de la fréquence pour différentes masses volumiques (c = 1, 5%).

La Figure II-26.a présente la variation de la constante diélectrique en fonction de la fréquence pour différentes masses volumiques avec une concentration de NaCl de 1,5%. Nous remarquons que la diminution de la masse volumique engendre une augmentation de  $\varepsilon'$ , quel que soit la fréquence. Ceci est cohérent avec les résultats obtenus avec l'eau dé-ionisée. Cette diminution est accompagnée par une augmentation de la conductivité électrique. Ce résultat est opposé à celui obtenu dans le cas des mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée où la conductivité restait constante. La Figure II-26.b montre la variation de la permittivité diélectrique imaginaire en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de masses volumiques. Nous remarquons que l'augmentation de la conductivité implique une augmentation de la permittivité imaginaire  $\varepsilon''$  à basse fréquence. Le minimum observé autour du GHz sur l'eau dé-ionisée n'existe plus. De plus, nous trouvons que  $\varepsilon''$  est beaucoup plus élevée à 1 GHz que dans le cas de l'eau dé-ionisée.

Dans le but de se rapprocher au mieux du cas réel des sédiments marins, l'expérience est reprise avec de l'eau salée à 3%. Nous avons préparé 12 mélanges de masses volumiques variant entre 1,3 à 1,8 g/cm<sup>3</sup> en mesurant à chaque fois la conductivité électrique. La Figure II-27.a présente la constante diélectrique en fonction de la fréquence pour les différentes masses volumiques. Nous remarquons le même phénomène que précédemment, indiquant une augmentation de  $\varepsilon'$  avec la diminution de la masse volumique. A basse fréquence, plus précisément en dessous de 1 GHz, le processus de la relaxation interfaciale devient de plus en plus important. A haute fréquence, la diminution de  $\varepsilon'$  s'explique toujours par le phénomène de la relaxation dipolaire des molécules

#### Caractérisation diélectrique des sédiments-marins | R.Mansour

d'eau. La Figure II-27.b montre la variation de la masse volumique en fonction de  $\varepsilon'$  pour trois valeurs de fréquence différentes (1, 2 et 4 GHz) tout en rajoutant le modèle de CRIM et de Topp. Nous remarquons que la corrélation linéaire entre la constante diélectrique et la masse volumique sur n'importe quelle valeur de fréquence considérée existe toujours avec de l'eau salée. Nous trouvons également que le modèle de CRIM reste toujours le seul modèle qui concorde avec les résultats obtenus, plus précisément entre 2 GHz et 4 GHz.



Figure II-27. a) Constantes diélectriques en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de masses volumiques (c = 3%), b) Variation de la masse volumique en fonction de la constante diélectrique pour 3 valeurs différentes de fréquence et comparaison avec les modèles de CRIM et de TOPP.

Concernant les pertes, la Figure II-28.a présente la variation de la permittivité diélectrique imaginaire en fonction de la fréquence. A basse fréquence, nous observons des valeurs de  $\varepsilon''$  très élevées à cause de la forte conductivité du matériau qui augmente progressivement avec la diminution de la masse volumique (légende).



Figure II-28. Variation de la permittivité diélectrique imaginaire en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de masses volumiques.

### Comparaison avec le modèle de Cole-Cole

Nous avons essayé de reproduire les courbes de la permittivité complexe avec le modèle de Cole-Cole. Trois masses volumiques ont été choisies : 1,793 g/cm<sup>3</sup>, 1,543 g/cm<sup>3</sup> et 1,378 g/cm<sup>3</sup>.

Les paramètres obtenus sont présentés dans le Tableau II-3. La Figure II-29.a présente la variation de la constante diélectrique en fonction de la fréquence. Nous pouvons voir qu'à basse fréquence, inférieure à 1 GHz, le modèle de Cole-Cole n'est pas adapté du tout à nos mélanges. Ce dernier est incapable de reproduire la moitié des courbes (<1 GHz). Ceci est expliqué par le processus de la polarisation d'électrode de la sonde coaxiale et le processus de la polarisation d'interfaces au niveau des grains de kaolinite. Par contre, ce n'est pas le cas pour les permittivités diélectriques imaginaires présentées sur la Figure II-29.b. Nous pouvons voir que le modèle de Cole-Cole reproduit bien les courbes à basse fréquence puisque le premier terme de l'Équation II-8 qui désigne les pertes diélectriques est négligeable devant le terme associé à la conductivité électrique  $\sigma$ . Comme le montre le Tableau II-3, nous trouvons un bon accord entre la conductivité extraite du modèle de Cole-Cole et celle mesurée.



Figure II-29. Variation de la permittivité diélectrique a) partie réelle, b) partie imaginaire en fonction de la fréquence pour les masses volumiques suivantes : 1,793 g/cm<sup>3</sup>, 1,543 g/cm<sup>3</sup> et 1,378 g/cm<sup>3</sup>.

<i>d</i> (g/ cm <sup>3</sup> )	$\boldsymbol{\varepsilon}_{s}$	${m \mathcal E}_\infty$	α	τ	$\sigma(\mu S/cm)$	$\sigma_{exp}(\mu S/cm)$
1,793	28	3	0,2	<b>6.10</b> <sup>-12</sup>	9000	8632
1,543	40	3	0,2	6.10 <sup>-12</sup>	16800	17700
1,378	55	3	0,2	6.10 <sup>-12</sup>	21500	19880

Tableau II-3. Valeurs obtenues avec le modèle de Cole-Cole pour la reproduction des courbes

### Synthèse des parties III et IV

D'après les résultats de la partie III, concernant les mélanges de kaolinite et d'eau déionisée, nous avons montré que la plage fréquentielle (0,5 GHz - 2 GHz) est la meilleure pour l'étude des mélanges, puisque les pertes sont minimisées et la constante diélectrique est stable. Le Tableau II-4 montre alors la constante diélectrique et la tangente des pertes à 1 GHz pour chaque mélange. Nous avons une constante diélectrique moyenne de 35 et une tangente des pertes aux alentours de 0,1.

### Caractérisation diélectrique des sédiments-marins | R.Mansour

<i>d</i> (g/ cm <sup>3</sup> )	$m{arepsilon}_{exp}'$	tan b
1,73	29,5	0,097
1,68	33,0	0,095
1,64	35,0	0,092
1,58	38,0	0,088
1,54	40,0	0,085

Tableau II-4- Constantes diélectriques et tangente des pertes pour chaque mélange à 1 GHz.

Afin de mieux comprendre mieux l'effet d'ions NaCl c sur les résultats de caractérisation, nous avons tracé tout d'abord la variation de la masse volumique en fonction de la constante diélectrique à 0,5 GHz (Figure II-30.a), à 2 GHz (Figure II-30.b) et à 4 GHz (Figure II-30.b) pour 3 concentrations différentes c.



Figure II-30. Variation de la masse volumique en fonction de la constante diélectrique à a) 0,5 GHz, b) 2 GHz et c) 4 GHz, pour 3 concentrations différentes c.

Nous remarquons bien sur la Figure II-30.a, que l'augmentation de la concentration d'ions c aboutit à une augmentation de la constante diélectrique à cause de l'effet de polarisation interfaciale qui intervient et cause des complications. Par conséquent, pour une valeur de masse volumique donnée, nous obtenons trois valeurs de  $\varepsilon'$  différentes. Ce n'est pas le cas à haute fréquence (2 GHz ou 4 GHz) comme le montre la Figure II-30.b et la Figure II-30.c, où pour une valeur de masse volumique donnée, nous obtenons une seule valeur de  $\varepsilon'$ . D'où, en présence d'ions NaCl, il est nécessaire de se situer à haute fréquence (2 GHz et 4 GHz) où les effets de polarisation deviennent négligeables.

Ensuite, nous avons tracé la variation de la masse volumique en fonction de la conductivité électrique pour 3 concentrations différentes c comme le montre la Figure II-31. Nous trouvons que la présence d'ions NaCl augmente fortement la conductivité et contrairement aux mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée (c = 0%), la conductivité électrique varie avec la masse volumique. Ce graphique montre que, pour une valeur de masse volumique donnée, nous pouvons remonter à trois conductivités différentes, d'où l'intérêt de se baser sur la constante diélectrique pour remonter à la masse volumique.



Figure II-31. Variation de la masse volumique en fonction de la conductivité électrique.

Le Tableau II-5 présente les valeurs de la constante diélectrique et la tangente des pertes obtenues à 2 GHz pour les mélanges de kaolinite et d'eau salée (c = 3%). Nous avons une constante diélectrique moyenne autour de 35 et une tangente des pertes proche de de 0,6.

d	$\varepsilon'_{exp}$	tan <b>b</b>	$\sigma_{exp}(\mu S/cm)$
1,793	26,6	0,47	8632
1,736	29,6	0,47	10524
1,687	30,6	0,52	12700
1,644	32,1	0,50	14966
1,606	34,6	0,52	16175
1,572	36,3	0,54	16900
1,543	38,8	0,55	17750
1,516	41	0,54	18350
1,481	43,4	0,55	18850
1,450	45,5	0,54	19300
1,415	46,9	0,56	19880
1,378	50,1	0,55	21400

Tableau II-5. Constantes diélectriques et les tangentes des pertes obtenues à 2 GHz.

## V. Caractérisation des sédiments réels par sonde coaxiale

Afin de comparer les mélanges de kaolinite et d'eau salée, une caractérisation des sédiments réels est indispensable dans cette étude. Pour cela, nous avons étudié deux types de sédiments. Le premier type concerne des sédiments prélevés juste au bord de la mer : un échantillon du Conquet à Brest et deux du Liban (un à Sour et un autre à Damour). Mais avec ces sédiments, de type sableux, nous avons eu des difficultés à mesurer leurs masses volumiques. Par conséquent, nous ne pouvons pas les comparer aux mélanges de kaolinite et d'eau salée (propriétés diélectriques présentées en Annexe 2).

Le deuxième type concerne des sédiments provenant de la Méditerranée (Nice) et de la Nouvelle Guinée extraits du fond marin à grande profondeur par carottage. Nous avons utilisé la méthode gravimétrique pour mesurer leurs masses volumiques. Ils étaient faiblement humides mais renfermaient toujours le NaCl. Afin d'avoir plusieurs masses volumiques pour chaque sédiment, nous avons fait varier la quantité d'eau dé-ionisée. La conductivité électrique pour chaque masse volumique a été en plus mesurée et les résultats sont présentés dans le Tableau II-6.

## V.1- Sédiments prélevés en Méditerranée

Les résultats de caractérisation des sédiments de la Méditerranée sont présentés sur la Figure II-32.



Figure II-32. Variation de la permittivité diélectrique a) partie réelle, b) partie imaginaire en fonction de la fréquence pour trois masses volumiques différentes.

La Figure II-32.a présente la variation de la constante diélectrique en fonction de la fréquence pour trois masses volumiques différentes. Nous remarquons des comportements similaires par rapport aux mélanges de la kaolinite avec 3% eau salée. A haute fréquence, au-delà de 1 GHz, la masse volumique diminue avec l'augmentation de la constante diélectrique. Nous remarquons également le phénomène de la relaxation dipolaire. A basse fréquence, en dessous de 1 GHz, Nous notons l'effet du processus de la relaxation interfaciale. La Figure II-32.b montre la variation de la permittivité diélectrique imaginaire en fonction de la fréquence. Le même comportement trouvé avec les mélanges de kaolinite et d'eau salée est obtenu : des valeurs de  $\varepsilon''$  très élevées à basse fréquence à cause de la forte conductivité présente dans le matériau.

Le Tableau II-6 rassemble les valeurs obtenues avec la sonde coaxiale à 2 GHz et la conductivité mesurée. Nous remarquons que les valeurs sont similaires à celles obtenues avec les mélanges de kaolinite et d'eau salée (3%). La conductivité électrique n'a pas varié en fonction de la masse volumique parce que la concentration des ions NaCl présente dans le mélange initial était fixe (rajout de l'eau dé-ionisée).

<i>d</i> (g/cm <sup>3</sup> )	$\epsilon_{exp}^\prime$	tan <b>S</b>	$\sigma_{exp}(\mu S/cm)$
1,65	31,5	0,63	18200
1,57	36,0	0,61	17700
1,49	41,0	0,56	17400

Tableau II-6. Constantes diélectriques et les tangentes des pertes obtenues à 2 GHz.

### V.2- Sédiments prélevés en Nouvelle Guinée

La même procédure a été appliquée sur un autre type de sédiment prélevé en Nouvelle Guinée afin de comparer ses caractéristiques par rapport au sédiment prélevé en Méditerranée. Les

### Caractérisation diélectrique des sédiments-marins | R.Mansour

résultats obtenus sont présentés sur la Figure II-33. Nous observons le même comportement dans les trois figures ci-dessous. Par contre, ce type de sédiment semble être moins dense. D'après la Figure II-33.a et la Figure II-33.b, nous remarquons des valeurs de constantes diélectriques supérieures à celles obtenues dans les cas précédents montrant bien que ce sédiment est différent. Les valeurs des propriétés diélectriques obtenues à 2 GHz sont alors présentées sur le Tableau II-7. Nous pouvons voir sur ce tableau que la constante diélectrique moyenne de ce sédiment,  $\varepsilon' =$ 51, est largement plus élevée que 35. Par contre, la tangente des pertes (0,63) est toujours proche de 0,6. De plus, nous avons trouvé une conductivité plus élevée que les cas précédents.



Figure II-33. Variation de permittivité diélectrique a) partie réelle, b) partie imaginaire en fonction de la fréquence pour trois masses volumiques différentes.

<i>d</i> (g/ cm <sup>3</sup> )	$\epsilon_{exp}'$	tan <b>b</b>	$\sigma(\exp)(us/cm)$
1,355	48,0	0,67	27000
1,320	51,5	0,64	25500
1,278	54,5	0,59	24300

Tableau II-7- Constantes diélectriques et les tangentes des pertes obtenues à 2 GHz.

## Synthèse de la partie V

Afin de comparer ces deux sédiments réels aux résultats des mélanges de kaolinite et d'eau salée (3%), nous avons rajouté sur la Figure II-27 les trois masses volumiques de chaque sédiment et le résultat est présenté sur la Figure II-34.a. Nous pouvons voir que les résultats des sédiments réels coïncident avec les résultats des mélanges de la kaolinite et d'eau salée (3%), ainsi qu'avec le modèle de CRIM. Ceci confirme que les mélanges de kaolinite et d'eau salée (3%) peuvent être considérés comme des sédiments réels.



Figure II-34.a) Variation de la masse volumique en fonction de la constante diélectrique pour les mélanges de kaolinite et d'eau salée (3%) avec les sédiment de Nouvelle Guinée et de la Méditerranée et en comparant avec le modèle de CRIM et de TOPP b) Variation de la masse volumique en fonction de la conductivité électrique des mélanges de kaolinite et eau salée (3%) avec les sédiment de Nouvelle Guinée et de la Méditerranée.

Nous avons également rajouté les valeurs de la conductivité électrique et de la masse volumique moyenne pour chaque sédiment sur la Figure II-31. La Figure II-34.b présente les résultats et montre toujours que pour une même valeur de masse volumique, nous pouvons remonter à plusieurs valeurs de conductivités.

## **Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons caractérisé plusieurs types de sédiments à l'aide d'une sonde coaxiale et d'un conductimètre : le premier type concerne des sédiments modèles préparés au laboratoire à base de kaolinite qui représente parfaitement des sédiments réels, le deuxième type consiste des sédiments réels prélevés de deux sites différents. Ces caractérisations nous ont permis de déterminer la permittivité complexe et la conductivité électrique des sédiments. Ces paramètres sont indispensables pour la conception du capteur.

Concernant les sédiments du premier type, nous avons initialement préparé des mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée. Après caractérisation diélectrique, nous avons observé trois comportements principaux : une stabilité de la constante diélectrique indépendamment de la fréquence à une masse volumique donnée, une forte corrélation entre la constante diélectrique et la masse volumique, ainsi qu'une tangente des pertes minimale sur la plage fréquentielle (0,5 GHz -2 GHz). Sur cette dernière, la constante diélectrique moyenne des mélanges trouvée est de 35 et la tangente des pertes est de 0,1. Ensuite, nous avons préparé des mélanges de kaolinite et d'eau salée (3%). Après caractérisation, nous avons trouvé qu'autour de 1 GHz, la constante diélectrique a augmenté à cause des effets de polarisation interfaciale ainsi que les pertes sont devenues très élevées. Nous avons alors déduit qu'il est important de passer à plus haute fréquence (aux alentours de 2 GHz) afin de minimiser des pertes et éliminer les effets de polarisation. Pour ces mélanges, autour de 2 GHz, nous avons une constante diélectrique moyenne toujours proche à 35 mais avec une tangente des pertes de 0,6. Finalement, concernant le deuxième type des sédiments, nous avons caractérisé deux sédiments prélevés de la méditerranée et de la Nouvelle Guinée et nous avons trouvé que des résultats similaires à ceux obtenus sur des mélanges de kaolinite et d'eau salée à 3%.

Par conséquent, la première partie du prochain chapitre (Chapitre III) sera consacrée au développement d'un capteur optimisé dans des mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée ( $\varepsilon' = 35$  et  $tan\delta = 0,1$  sur la plage fréquentielle (0,5 GHz - 2 GHz). La deuxième partie du chapitre suivant sera dédiée au développement d'un autre capteur optimisé autour de 2 GHz dans des mélanges de kaolinite et d'eau salée ( $\varepsilon' = 35$  et  $tan\delta = 0,6$ ).

## **Références**

- C. Tribout, « Valorisation de sédiments traités en techniques routières: contribution à la mise en place d'un protocole d'acceptabilité », Thèse de Doctorat de l'Université Toulouse III-Paul Sabatier, Toulouse, France, 2010.
- [2] T. Hammad, « Comportement de sédiments marins de grande profondeur : approche multi échelle », Thèse de Doctorat de l'Ecole Centrale, Paris, France, 2010.
- [3] L. Marini, Éd., « Chapter 5 The Product Solid Phases », in Geological Sequestration of Carbon Dioxide, Elsevier, vol. 11, p. 79-167, 2007.
- [4] D. B. Hawkins et R. Roy, « Electrolytic Synthesis of Kaolinite Under Hydrothermal Conditions », Journal of the American Ceramic Society, vol. 45, nº 10, p. 507-508, 1962.
- [5] M. C. Van Oosterwyck-Gastuche, «Kaolinite Synthesis. II. A Review and Discussion of the Factors Influencing the Rate Process », Clays and Clay Minerals, vol. 26, p. 409-417, 1978.
- [6] R. Fournié et R. Coelho, « Diélectriques Bases théoriques », Techniques de l'ingénieur, D2300, p. 1-18, 2000.
- [7] R. Coelho et B. Aladenize, « Les diélectriques: propriétés diélectriques des matériaux isolants », Hermes Science Publications, 1993.
- [8] J. C. Dubois, « Propriétés diélectriques des plastiques ». Ed. Techniques Ingénieur, Plastiques et composites, vol. 1, no AM3140, p. 1-20, 2001.
- [9] M. Josh et B. Clennell, « Broadband electrical properties of clays and shales: Comparative investigations of remolded and preserved samples », Geophysics, vol. 80, nº 2, p. D129-D143, 2015.
- [10] Z. G. Datsios et P. N. Mikropoulos, « Characterization of the frequency dependence of the electrical properties of sandy soil with variable grain size and water content », IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, vol. 26, nº 3, p. 904-912, 2019.
- [11] M. Oh, Y. Kim, et J. Park, « Factors affecting the complex permittivity spectrum of soil at a low frequency range of 1 kHz–10 MHz », Environmental Geology, vol. 51, nº 5, p. 821-833, 2006.
- [12] P. J. W. Debye, « Polar molecules », Chemical Catalog Company Incorporated, New York, p. 77-108, 1929.
- [13] K. S. Cole et R. H. Cole, « Dispersion and Absorption in Dielectrics I », Alternating Current Characteristics, vol. 9, nº 4, p. 341-351, 1941.
- [14] D. W. Davidson et R. H. Cole, « Dielectric Relaxation in Glycerol, Propylene Glycol, and n-Propanol », The Journal of Chemical Physics, vol. 19, nº 12, p. 1484-1490, 1951.

- [15] S. Havriliak et S. Negami, « A complex plane analysis of α-dispersions in some polymer systems », Journal of Polymer Science Part C: Polymer Symposia, vol. 14, nº 1, p. 99-117, 1966.
- [16] A. A. Lukichev, « Relaxation function for the non-Debye relaxation spectra description », Chemical Physics, vol. 428, p. 29-33, 2014.
- [17] X. Dong et Y.-H. Wang, « The Effects of the pH-influenced Structure on the Dielectric Properties of Kaolinite–Water Mixtures », Soil Science Society of America Journal, vol. 72, nº 6, p. 1532-1541, 2008.
- [18] M. Schwing, Z. Chen, A. Scheuermann, et N. Wagner, « Dielectric properties of a clay soil determined in the frequency range from 1 MHz to 40 GHz », In Proceedings of the 10th Int. Conf. Electromagn. Wave Interact. Water Moist Substances, p. 242-250, 2013.
- [19] G. C. Topp, J. L. Davis, et A. P. Annan, « Electromagnetic determination of soil water content: measurement in coaxial transmission lines », Water Resources Research, vol. 16, no 3, p. 574-582, juin 1980.
- [20] J. R. Birchak, C. G. Gardner, J. E. Hipp, et J. M. Victor, «High dielectric constant microwave probes for sensing soil moisture », Proceedings of the IEEE, vol. 62, nº 1, p. 93-98, 1974.
- [21] K. Roth, R. Schulin, H. Flühler, et W. Attinger, « Calibration of time domain reflectometry for water content measurement using a composite dielectric approach », Water Resources Research, vol. 26, nº 10, p. 2267-2273, 1990.
- [22] A. Peyman, C. Gabriel, et E. H. Grant, « Complex permittivity of sodium chloride solutions at microwave frequencies », Bioelectromagnetics, vol. 28, nº 4, p. 264-274, 2007.
- [23] A. Kermabon, C. Gehin, et P. Blavier, «A deep-sea electrical resistivity probe for measuring of unconsolidated sediments », Geophysics, vol. 34, nº 4, p. 554-571, 1969.
- [24] H. D. Hess, « Marine Sand and Gravel Mining Industry of the United Kingdom (Vol. 55)»,
   U.S. National Oceanic and Atmospheric Administration, Environmental Research Laboratories, 1971.
- [25] C. Schlumberger, M. Schlumberger, et E. G. Leonardon, « Electrical Coring; a Method of Determining Bottom-hole Data by Electrical Measurements », Transactions of the AIME, vol. 110, nº 01, p. 237-272, 1934.
- [26] M. A. Stuchly et S. S. Stuchly, « Coaxial Line Reflection Methods for Measuring Dielectric Properties of Biological Substances at Radio and Microwave Frequencies-A Review », IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 29, nº 3, p. 176-183, 1980.

- [27] T. P. Marsland et S. Evans, « Dielectric measurements with an open-ended coaxial probe », IEEE Proceedings H Microwaves, Antennas and Propagation, vol. 134, nº 4, p. 341, 1987.
- [28] E. Tanabe et W. T. Joines, «A nondestructive method for measuring the complex permittivity of dielectric materials at microwave frequencies using an open transmission line resonator », IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. IM-25, n° 3, p. 222-226, 1976.
- [29] G. B. Gajda, S. S. Stuchly, « Numerical analysis of open-ended coaxial lines », IEEE Trans. Microwave Theory Tech., vol. MTT 31, nº.5, p. 380-384, 1983.
- [30] J. R. Mosig et. al, «Reflection of an open-ended coaxial line and application to nondestructive measurement of materials », IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. IM\_30, no. 1, pp. 40-51, March 1981.
- [31] T. W. Athey, M. A. Stuchly, et S. S. Stuchly, «Measurement of Radio Frequency Permittivity of Biological Tissues with an Open-Ended Coaxial Line: Part I », IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 30, nº 1, p. 82-86, 1982.
- [32] J. P. Grant, R. N. Clarke, G. T. Symm, et N. M. Spyrou, « A critical study of the openended coaxial line sensor technique for RF and microwave complex permittivity measurements », Journal of Physics E: Scientific Instruments, vol. 22, nº 9, p. 757-770, 1989.
- [33] L. F. Chen, C. K. Ong, C. P. Neo, V. V. Varadan, et V. K. Varadan, « Microwave Electronics: Measurement and Materials Characterization », John Wiley & Sons, 2004.
- [34] D. Bérubé, F. M. Ghannouchi, and P. Savard, "A comparative study of four open-ended coaxial probe models for permittivity measurements of lossy dielectric/biological materials at microwave frequencies," IEEE Trans. Microwave Theory Tech., vol. 44, no. 10, pp. 1928-1934, Oct. 1996.
- [35] F. M. Ghannouchi and R. G. Bosisio, "Measurement of microwave permittivity using a six-port reflectometer with an open-ended coaxial line," IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. 38, no. 2, pp. 505-508, April 1989
- [36] C. Gac, G. Tanné, P. Laurent, P. Talbot, S. Rioual, et B. Lescop, «Mesures électromagnétiques pour la caractérisation in situ de sédiments sous-marins», XXèmes Journées Nationales Microondes, Saint-Malo, France, 2017.
- [37] R. Garrappa, F. Mainardi, et G. Maione, «Models of dielectric relaxation based on completely monotone functions », Fractional Calculus and Applied Analysis, vol.19, nº 5, p. 1105-1160, 2016.

### Caractérisation diélectrique des sédiments-marins | R.Mansour

[38] S. P. Friedman, « A saturation degree-dependent composite spheres model for describing the effective dielectric constant of unsaturated porous media », Water Resources Research, vol. 34, nº 11, p. 2949-2961, 1998. Chapitre III : Développement d'une fonction hyperfréquence en réflexion Ce chapitre est basé sur l'optimisation d'une antenne patch, en réflexion, dans les différents mélanges que nous avons déjà présentés dans le chapitre 2. Dans la première partie de ce chapitre, nous présenterons en détail une antenne patch avec ses différents types d'alimentation. Dans la deuxième partie du chapitre et suite aux résultats du chapitre 2, une optimisation de plusieurs antennes patch (en variant la fréquence de travail, le type de substrat et l'impédance du câble coaxial) dans un milieu ayant une constante diélectrique  $\varepsilon' = 35$  et une tangente des pertes  $tan \delta = 0,1$  sera effectuée à l'aide du logiciel Ansys HFSS. La meilleure antenne, présentant une forte sensibilité à la variation de  $\varepsilon'$  et une faible sensibilité à la variation de  $tan \delta$  du milieu, sera expérimentalement testée dans des mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée. Suite aux résultats obtenus dans le chapitre 2, la troisième partie présentera l'optimisation d'une antenne patch, autour des 2 GHz, dans un milieu ayant une constante diélectrique  $\varepsilon' = 35$  et une tangente des pertes  $tan \delta = 0,6$ . L'antenne finale sera également immergée expérimentalement dans les mélanges de kaolinite et d'eau salée.

## I. <u>Antenne patch</u>

Comme déjà présentées dans la partie précédente, les antennes sont considérées comme des outils prometteurs pour la caractérisation des propriétés diélectriques des matériaux en raison de leur intégration possible dans des circuits intégrés hyperfréquences, de leur faible consommation électrique ainsi que leur faible coût. Le principe de fonctionnement des antennes repose sur une structure résonnante influencée par la variation des propriétés diélectriques (qui sont liées à la masse volumique d'après le chapitre 2) du matériau qui l'entoure. Pour correspondre au besoin de notre étude, l'antenne devra être robuste (capacité de supporter la pression à 6000 m de profondeur), intégrable sur la fourche et présentant une bande passante étroite (pour des questions de sensibilité). L'antenne patch répond bien à ces exigences.

L'antenne patch [1]–[7], comme le montre la Figure III-1, est composée d'une plaque métallique qui peut prendre diverses formes [2]. Les formes rectangulaires et circulaires sont les plus utilisées en raison de leur facilité de fabrication et leurs forts rayonnements. La plaque est imprimée sur un substrat diélectrique d'épaisseur d et de permittivité diélectrique relative  $\varepsilon_r$ . Le rayonnement du patch est perpendiculaire à la plaque sur laquelle il est placé.



Figure III-1- Antenne patch rectangulaire.

Pour un patch rectangulaire, le circuit équivalent, valable uniquement pour le mode fondamental, est présenté sur la Figure III-2.



Figure III-2. Circuit équivalent d'un patch rectangulaire alimenté par une ligne de transmission.

L'élément rayonnant présente une largeur W et une longueur L. La longueur de l'antenne définit la fréquence de résonance  $F_r$  à laquelle l'antenne doit rayonner. En fait, la longueur L du patch est égale à  $\lambda / 2$  (avec  $\lambda = \frac{c}{F_r \sqrt{\epsilon_{eff}}}$ ). Électriquement parlant, en raison des effets de bords, l'élément rayonnant semble plus grand que ses dimensions physiques [1], [2] ; l'élargissement sur L est donné par :

$$\Delta L = \mathbf{0}, \mathbf{412} \times \mathbf{h} \frac{\left(\varepsilon_{eff} + \mathbf{0}, \mathbf{3}\right) \left(\frac{W}{h} + \mathbf{0}, \mathbf{264}\right)}{\left(\varepsilon_{eff} - \mathbf{0}, \mathbf{258}\right) \left(\frac{W}{h} + \mathbf{0}, \mathbf{8}\right)}$$
Équation III-1

Où W, la largeur de l'élément de rayonnement, h, l'épaisseur du substrat et  $\varepsilon_{eff}$ , la constante diélectrique effective (constante diélectrique qui modélise un milieu homogène qui remplacerait la structure antennaire et le milieu dans lequel il est placé) présentée par l'équation suivante :

$$\varepsilon_{eff} = \frac{\varepsilon_r + 1}{2} + \frac{\varepsilon_r - 1}{2\sqrt{1 + 12\frac{h}{W}}}$$
Équation III-2

Ainsi, la longueur effective de l'antenne est donnée par :

$$L_{eff} = L + 2\Delta L = \frac{\lambda}{2} + 2 \times 0,412 \times h \frac{\left(\varepsilon_{eff} + 0,3\right)\left(\frac{W}{h} + 0,264\right)}{\left(\varepsilon_{eff} - 0,258\right)\left(\frac{W}{h} + 0,8\right)}$$

$$L_{eff} = \frac{c}{2F_r \sqrt{\varepsilon_{eff}}} + 2 \times 0,412 \times h \frac{\left(\varepsilon_{eff} + 0,3\right)\left(\frac{W}{h} + 0,264\right)}{\left(\varepsilon_{eff} - 0,258\right)\left(\frac{W}{h} + 0,8\right)}$$
Équation III-3
$$\frac{2\sqrt{\varepsilon_{eff}}(L_{eff} - 2\Delta L)}{c} = \frac{1}{F_r}$$

La largeur de l'antenne est donnée par :

$$W = \frac{c}{2F_r \sqrt{\frac{\varepsilon_r + 1}{2}}}$$
Équation III-4

Nous voyons clairement avec les deux dernières équations que nous pouvons faire fonctionner notre antenne autour de la fréquence  $F_r$  souhaitée en faisant varier la longueur L ou la largeur Wde l'antenne. Par contre, parmi ces équations, seule la longueur L dépend de la constante diélectrique effective et alors du milieu entourant l'antenne. Par conséquent nous allons régler la fréquence de résonance avec la longueur L principalement et la largeur W pourra servir ensuite à

### Développement d'une fonction hyperfréquence en réflexion | R.Mansour

adapter l'antenne. Ces antennes sont considérées comme simples, peu coûteuses à fabriquer en utilisant les moyens actuels de réalisation des circuits imprimés, robustes mécaniquement lorsqu'elles sont montées sur des surfaces rigides et très adaptables en terme de fréquence de résonance, d'impédance d'entrée et de rayonnement. Les antennes patch sont très utilisées dans les bandes de fréquences supérieures à 300 MHz. Les principaux inconvénients de ce type d'antennes sont le faible rendement (pertes conductrices, diélectriques et surtout surfaciques), la faible tenue en puissance et une bande passante relativement étroite (ceci est considéré comme un avantage par rapport à notre étude). La directivité de l'antenne patch varie entre 6,6 et 8,2 dBi (par rapport à une antenne isotrope) quand  $W \ll \lambda_0$  (avec  $\lambda_0 = \frac{c}{F_r}$ , la longueur d'onde dans l'air). Quand  $W \gg \lambda_0$ , la directivité sera égale à  $\frac{8W}{\lambda_0}$ . Il s'en suit alors que plus la largeur de l'antenne est grande et plus la directivité est importante.

Les antennes patch ont des techniques d'alimentation diverses [1], [2]. Comme ces antennes présentent un plan de masse d'un côté du substrat diélectrique et l'élément rayonnant de l'autre, leur alimentation est divisée en deux catégories : directe et indirecte. Les techniques d'alimentation les plus populaires sont les suivantes : alimentation par ligne micro-ruban (directe), par câble coaxial (directe), par couplage à proximité ou couplée par ouverture (indirecte). Par la suite, nous allons détailler les deux premières techniques d'alimentation puisque les autres sont généralement utilisées pour obtenir une bande passante large et les antennes deviennent difficiles à fabriquer en raison des deux couches diélectriques qui doivent être correctement alignées et l'épaisseur globale de l'antenne augmentera également (Ces deux techniques sont détaillées dans l'annexe A3).

L'alimentation par ligne micro-ruban est la méthode la plus utilisée. D'après la Figure III-3, une ligne micro-ruban de 50 ohms est reliée au patch. Les avantages de ce type d'alimentation résident dans sa simplicité ainsi que la facilité d'adaptation et que la gravure de la ligne est faite sur le même substrat, de sorte que la structure totale reste planaire. L'inconvénient est que si l'épaisseur du substrat augmente, les ondes de surface et les rayonnements parasites augmentent, ce qui limite la bande passante. De plus, dans la gamme d'ondes millimétriques, la taille de la ligne d'alimentation est comparable à la taille du patch, ce qui entraîne une augmentation du rayonnement indésirable.



Figure III-3. Alimentation par ligne micro-ruban.

L'alimentation par câble coaxial, représentée sur la Figure III-4, est une technique très utilisée pour alimenter les antennes micro-rubans. Dans ce cas, le conducteur intérieur du connecteur coaxial traverse le diélectrique et est soudé au patch, alors que le conducteur externe est relié au plan de masse. L'avantage de cette alimentation est qu'elle est facile à fabriquer et qu'elle peut être appliquée à n'importe quel endroit choisi au niveau du patch pour obtenir l'adaptation d'impédance. Par contre, les inconvénients de cette alimentation sont qu'elle est difficile à modéliser pour les substrats épais, au niveau du diagramme de rayonnement : la connexion génère un pic de courant localisé au niveau de l'élément rayonnant qui peut induire une dissymétrie dans le diagramme de rayonnement. De plus, des pertes apparaissent avec le perçage du plan de masse, du diélectrique ainsi que de l'élément rayonnant.



Figure III-4. Alimentation par câble coaxial.

Dans les deux cas d'alimentation déjà présentés, la bande passante est étroite, mais nous avons choisi d'alimenter l'antenne par câble coaxial (50 ohms) grâce à sa facilité d'intégration dans la fourche, sa simplicité pour obtenir l'adaptation d'impédance et l'absence de la ligne micro-ruban. L'antenne alimentée par ligne micro-ruban n'est pas faisable dans le contexte de la fourche dont l'impédance peut être facilement influencée par le matériau qu'il entoure et entraînant alors des résultats non fiables.

# II. <u>Fonction HF optimisée dans les mélanges de kaolinite et d'eau</u> <u>dé-ionisée ( $\varepsilon' = 35$ et $tan\delta = 0, 1$ )</u>

## II.1- Simulations HFSS

D'après les résultats de caractérisation des mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée, la plage fréquentielle (0,5 GHz - 2 GHz) était la plage à privilégier pour dimensionner l'antenne. La constante diélectrique moyenne trouvée était proche de 35 et la tangente des pertes était proche de 0,1. Par conséquent, nous avons choisi de commencer à travailler à une fréquence située au milieu de la plage : 1,3 GHz. Ainsi, la conception a été réalisée sur un substrat FR4 ( $\varepsilon'_{FR4} = 4,4, tan\delta_{FR4} = 0,02, h = 1,6 mm$ ). Ce choix initial a été fait suite à son faible coût, sa facilité de percer un trou et à y placer le câble coaxial, sa robustesse. Au début de cette partie, les pertes dans le milieu ne seront pas prises en compte ( $\varepsilon' = 35$  et  $tan\delta = 0$ ) afin de pouvoir plus facilement optimiser l'antenne.

## a. <u>Optimisation d'une antenne réalisée sur un substrat FR4 dans $\varepsilon' = 35$ </u> sans perte ( $tan\delta = 0$ ) à 1,3 GHz

Une antenne patch travaillant à 1,3 GHz conduit à une longueur de 28 mm (avec  $L = \frac{\lambda}{2}$  $\frac{c}{f\sqrt{\varepsilon_{eff}}}$  sachant que  $\varepsilon'_{FR4} = 4,4$  et  $\varepsilon' = 35$ , d'où  $\varepsilon_{eff} \approx 17$ ). Cette longueur est très faible par rapport à une antenne patch similaire conçue dans l'air en raison de la forte influence de la constante diélectrique du milieu  $\varepsilon' = 35$  sur la constante diélectrique effective  $\varepsilon_{eff}$ . L'optimisation de l'antenne est obtenue en faisant varier la largeur W et la position d'alimentation de l'antenne  $y_f$  (distance par rapport au centre du patch). La Figure III-5.a présente le schéma de l'antenne en vue de dessus. La Figure III-5.b, c et d présente la variation du paramètre de réflexion  $S_{11}$  en fonction de la position d'alimentation  $y_f$  sur le patch par rapport à son centre, pour différentes largeurs W. La Figure III-5.b présente les résultats pour W = 10 mm. Nous remarquons que l'augmentation de  $y_f$  améliore le paramètre de réflexion. Par contre, le niveau -10 dB n'est jamais atteint, ce qui exclut cette configuration. La Figure III-5.c présente les résultats pour W = 5 mm. Dans ce cas, une valeur optimale de  $y_f$  (10 mm) est trouvée avec une adaptation de -33 dB. Nous avons décidé de minimiser encore plus la largeur (W = 3 mm) de l'antenne pour voir si nous pouvons améliorer encore plus la réponse. Les résultats sont représentés sur la Figure III-5.d. Nous obtenons une réponse optimisée pour  $y_f = 6 mm$  mais pas optimale. D'où, la seule réponse optimale est obtenue pour W = 5 mm et  $y_f = 10 mm$ .



Figure III-5. a) Schéma de l'antenne vue de dessus, variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes positions d'alimentation et en fixant la largeur à b) W = 10 mm, c) W = 5 mm et d) W = 3 mm.

La Figure III-6.a présente l'antenne optimisée pour  $\varepsilon' = 35$  et  $tan\delta = 0$  en 3D. Nous remarquons que la forme de l'antenne diffère de la forme carrée d'une antenne patch classique. Ceci est dû à la présence des sédiments entraînant une forte augmentation de la constante diélectrique effective. Le terme « patch » ne correspond pas alors, parfaitement, pour décrire notre structure. Or, puisque le point de départ de notre conception était basé sur l'architecture d'une antenne patch, nous allons cependant conserver cette appellation de « patch » dans la suite de notre travail. La Figure III-6.b présente l'antenne placée dans une boîte représentant les sédiments. Nous avons choisi une boîte suffisamment grande afin de modéliser le cas réel où l'antenne est complètement immergée dans les sédiments.



Figure III-6. a) Antenne optimisée dans  $\varepsilon' = 35$  et tan  $\delta = 0$  en 3D, b) Antenne placée dans une boîte représentant les sédiments ayant  $\varepsilon' = 35$  et tan  $\delta = 0$ .

### b. Ajout des pertes : $tan\delta = 0, 1$

Après avoir étudié le fonctionnement de l'antenne dans un milieu sans perte  $(tan\delta = 0)$ , nous avons ajouté sur HFSS les pertes  $(tan\delta = 0,1)$  au milieu entourant l'antenne. Le résultat obtenu est présenté sur la Figure III-7. Nous remarquons que la réponse n'est plus optimale, le niveau  $S_{11}$  est passé de -33 à -14 dB à la même fréquence. Par conséquent, une nouvelle optimisation est nécessaire.



Figure III-7. Réponse de l'antenne obtenue avec le rajout des pertes ( $tan\delta = 0, 1$ ).

### i. Optimisation de l'antenne

Afin d'optimiser de nouveau l'antenne, nous avons suivi la même démarche que précédemment tout en gardant la même longueur (L = 28 mm) de l'antenne afin de rester à la fréquence 1,3 GHz. La Figure III-8.a, b et c présente la variation du paramètre de réflexion S<sub>11</sub> en fonction de la position d'alimentation  $y_f$ . La Figure III-8.a présente les résultats pour W = 8 mm. Le même comportement est observé : une augmentation de  $y_f$  améliore le paramètre de réflexion  $S_{11}$ . Par contre, le niveau -10 dB n'est pas atteint, ce qui amène à diminuer encore plus la largeur à 4 mm comme le montre la Figure III-8.b. Sur cette dernière, lorsque  $y_f = 12 mm$ , la réponse de

l'antenne est optimisée avec un niveau  $S_{11}$  de -31 dB. En raison des limitations physiques de  $y_f$ (l'alimentation est très proche du bord du patch), ce cas n'est pas retenu. Par conséquent, nous avons décidé de minimiser encore plus la largeur (W = 3mm) de l'antenne, comme le montre la Figure III-8.c. Une réponse optimale est alors obtenue pour  $y_f = 10 mm$ . Une diminution supplémentaire de W n'est pas possible à cause des limitations mécaniques de W (impossible de placer le câble coaxial correctement). Par conséquent, nous concluons que pour  $tan \delta = 0,1$ , la meilleure solution est obtenue pour une largeur W de 3 mm et un point d'excitation à 10 mm du centre.



Figure III-8. Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes positions d'alimentation en fixant la largeur à a) W = 8 mm, b) W = 4 mm et c) W = 3 mm.

La Figure III-9 présente le passage de l'antenne optimisée pour un milieu  $\varepsilon' = 35$  et  $tan \, \delta = 0$  à une antenne optimisée pour  $\varepsilon' = 35$  et  $tan \, \delta = 0,1$ . Nous remarquons que l'optimisation dans un milieu ayant des pertes nécessite un rétrécissement de la largeur de l'antenne W.



Figure III-9. Passage d'une antenne optimisée pour  $\varepsilon' = 35$  et  $tan\delta = 0$  à une antenne optimisée pour  $\varepsilon' = 35$  et  $tan\delta = 0, 1$ .

D'après les résultats de caractérisation du chapitre 2, nous avons montré que la constante diélectrique du milieu est fortement liée à la masse volumique. Par conséquent, il est important de présenter l'effet de la variation de la constante diélectrique du milieu sur la réponse de l'antenne.

### ii. <u>Sensibilité à la constante diélectrique S<sub>e'</sub></u>

Suite à l'optimisation de l'antenne, la sensibilité du capteur à la constante diélectrique du milieu a été étudiée. Plusieurs simulations électromagnétiques de l'antenne ont été alors effectuées en faisant varier la valeur de  $\varepsilon'$  tout en gardant  $tan\delta$  fixe. La Figure III-10.a présente la variation du paramètre  $S_{11}$  en fonction de la constante diélectrique du milieu. L'augmentation de la constante diélectrique du milieu de 10 (30 à 40) engendre un décalage fréquentiel vers les basses fréquences de 0,17 GHz (1,39 GHz à 1,22 GHz) montrant la faisabilité de la méthode. Ensuite, nous remarquons qu'un changement du niveau  $S_{11}$  apparaît à la fréquence de résonance lorsque  $\varepsilon'$  varie. Cet effet s'explique par la procédure d'optimisation qui dépend fortement de  $\varepsilon'$ . En d'autres termes, le coefficient de réflexion se détériore pour une constante diélectrique différente de 35-38, montrant que l'antenne est bien optimisée aux alentours de cette constante diélectrique. La Figure III-10.b présente la variation de la fréquence de résonance et du coefficient de réflexion en fonction de la constante diélectrique du milieu.



Figure III-10. a) Variation du coefficient de réflexion de l'antenne en fonction de la fréquence pour différentes constantes diélectriques du milieu, b) Variation de la fréquence de résonance et du coefficient de réflexion en fonction de la constante diélectrique du milieu.

La Figure III-10.b montre qu'il existe une relation linéaire entre la fréquence de résonance et la constante diélectrique du milieu avec une sensibilité  $S_{\epsilon'}$  présentée par l'équation suivante :

$$S_{\varepsilon'} = \frac{\Delta F_r}{\Delta \varepsilon'} = 0,0168 GHz$$
 Équation III-5

Avec  $\varepsilon'$ , la constante diélectrique du milieu et  $F_r$ , la fréquence de résonance correspondante. Plus que la sensibilité  $S_{\varepsilon'}$  augmente, plus que le capteur devient plus sensible à la variation de la constante diélectrique du milieu (et alors à la masse volumique du milieu). Nous avons montré dans le chapitre 2 que la tangente des pertes est fixe ( $tan\delta \approx 0,1$ ) dans le cas des mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée. Nous pouvons donc directement remonter à la masse volumique du milieu à partir de la fréquence de résonance obtenue. Pour cela, une courbe de calibration est cependant nécessaire.

Sachant que nous allons étudier l'influence des ions NaCl sur la réponse de l'antenne dans les parties suivantes, il sera intéressant de faire varier le paramètre désignant les pertes en simulation  $(tan\delta)$  et montrer son effet sur la réponse de l'antenne. Nous avons alors fixé  $\varepsilon'$  du milieu tout en faisant varier la  $tan\delta$ .

### iii. <u>Sensibilité de l'antenne à la tangente des pertes S<sub>tan</sub>s</u>

Dans cette partie, l'antenne est placée dans une boîte représentant un milieu de constante diélectrique fixe à 35 et  $tan\delta$  qui varie. La Figure III-11.a présente la variation du paramètre de réflexion  $S_{11}$  en fonction de la tangente des pertes  $tan\delta$  de la boîte pour  $\varepsilon' = 35$ . Nous remarquons que la variation de  $tan\delta$  change le niveau  $S_{11}$ . Ce dernier atteint un maximum pour  $tan\delta = 0,1$ montrant que l'antenne est à l'état optimal à cette valeur. En dessous ou au-delà de 0,1, la réponse de l'antenne se détériore. De plus, nous observons que l'augmentation de  $tan\delta$  entraîne un faible décalage fréquentiel vers les hautes fréquences. Nous obtenons une variation de 0,045 GHz (1,295 GHz à 1,340 GHz) lorsque  $tan\delta$  varie de 0,45 (0,05 à 0,50). Ce décalage fréquentiel est relativement faible par rapport au décalage de 0,17 GHz (1,39 GHz à 1,22 GHz) obtenu suite à une variation de  $\varepsilon'$  du milieu de 10 (30 à 40). La Figure III-11.b décrit mieux les résultats en présentant la variation de la fréquence de résonance et du niveau  $S_{11}$  en fonction de  $tan\delta$ .



Figure III-11. a) Variation du coefficient de réflexion de l'antenne en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de tangente des pertes du milieu, b) Variation de la fréquence de résonance et du coefficient de réflexion en fonction de tanδ.

La Figure III-11.b montre qu'il existe une relation linéaire entre la fréquence de résonance et la  $tan\delta$  du milieu. La sensibilité est alors présentée par l'équation suivante :

$$S_{tan\delta} = \frac{\Delta F_r}{\Delta tan\delta} = 0$$
, 114 *GHz* Équation III-6

D'après l'Équation III-6, nous remarquons que l'augmentation des pertes du milieu peuvent également engendrer un décalage fréquentiel. Par conséquent, la fréquence de résonance de l'antenne dépendra alors à la fois de la constante diélectrique et du niveau des pertes présent dans le milieu.

Afin de pouvoir comparer l'effet des deux paramètres ( $\varepsilon'$  et de  $tan\delta$ ) sur la réponse de l'antenne, nous avons calculé la sensibilité relative ( $S^r = \frac{\Delta F_r}{F}$ ) dans chaque cas. Par conséquent, la sensibilité relative à  $\varepsilon'$  ( $S_{\varepsilon'}^r = 0,122$ ) est quatre fois plus importante qu'à  $tan\delta$  ( $S_{tan\delta}^r = 0,035$ ).

### Synthèse des parties II.1.a et b

Nous pouvons conclure qu'afin que l'antenne puisse fonctionner correctement dans les sédiments ayant  $\varepsilon' = 35$  et  $tan\delta = 0,1$ , nous aurons besoin d'une largeur W de 3 mm, d'une longueur L de 28 mm et d'une alimentation à 10 mm du centre. Cette antenne est à la fois sensible à la variation de  $\varepsilon'$  et de  $tan\delta$ . Afin d'attribuer le décalage fréquentiel à la variation de  $\varepsilon'$ , il est nécessaire d'essayer de diminuer la sensibilité  $S_{tan\delta}$ .

Par conséquent, nous avons commencé à étudier l'influence de la fréquence de travail sur les résultats de sensibilités  $S_{\varepsilon'}$  et  $S_{tan\delta}$ . Pour cela, une antenne résonante à la fréquence la plus basse de la plage fréquentielle (0,5 GHz - 2 GHz) sera considérée dans la suite.

### c. Effet de la fréquence sur la sensibilité de l'antenne : 0,5 GHz

### i. Optimisation de l'antenne

La modélisation d'une antenne à plus basse fréquence nécessite un élargissement de la taille du substrat puisque l'élément rayonnant sera plus grand. Pour cela, nous avons choisi de travailler avec une antenne ayant un substrat de dimensions :  $130 \text{ mm} \times 130 \text{ mm}$ . Afin de garantir un rayonnement aux alentours de 0,5 GHz, nous sommes amenés à augmenter la longueur *L* de l'élément rayonnant jusqu'à 80 mm. La Figure III-12.a présente le schéma de l'antenne vue de dessus. L'optimisation de l'antenne a été réalisée de la même façon que dans les cas précédents : en diminuant la largeur de l'antenne et en changeant le point d'alimentation. Les résultats sont présentés sur la Figure III-12.b, c et d.



Figure III-12. a) Schéma de l'antenne vue de dessus, Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes positions d'alimentation en fixant la largeur à b) W = 7 mm, c) W = 5 mm, d) W = 3 mm.

L'antenne avec W = 5 mm et  $y_f = 22 mm$  est celle montrant une réponse optimale avec un coefficient de réflexion égal à -34 dB. Cette antenne sera considérée dans la suite pour étudier sa sensibilité à la variation de  $\varepsilon'$  du milieu.

### ii. <u>Sensibilité de l'antenne à la constante diélectrique S<sub>e'</sub></u>

Après l'optimisation, nous avons testé la sensibilité de l'antenne à la constante diélectrique du milieu. La Figure III-13.a présente la variation du paramètre de réflexion  $S_{11}$  en fonction de la

### Développement d'une fonction hyperfréquence en réflexion | R.Mansour

constante diélectrique de la boîte. Lorsque la constante diélectrique effective du milieu augmente, nous obtenons exactement les mêmes phénomènes que nous avons obtenu avec l'antenne à 1,3 GHz : un décalage fréquentiel vers les basses fréquences et un changement du niveau  $S_{11}$  à la fréquence de résonance liée à la procédure d'optimisation.



Figure III-13. a) Variation du coefficient de réflexion de l'antenne en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de constantes diélectriques du milieu,
b) Variation de la fréquence de résonance et du coefficient de réflexion en fonction de la constante diélectrique du milieu.

La Figure III-13.b présente la variation de la fréquence de résonance et du coefficient de réflexion en fonction de la constante diélectrique du milieu. Nous observons une relation linéaire entre la fréquence de résonance et la constante diélectrique du milieu avec une sensibilité  $S_{\varepsilon'} =$ 0,0052 *GHz*. Avant de passer aux mesures expérimentales, nous avons intérêt à choisir l'antenne la plus sensible à  $\varepsilon'$ . Une comparaison des résultats de  $S_{\varepsilon'}$  obtenus avec l'antenne optimisée à 0,5 GHz et celle optimisée à 1,3 GHz est présentée sur la Figure III-14. Cette dernière montre la variation de la fréquence de résonance en fonction de la constante diélectrique du milieu pour les deux antennes. L'antenne optimisée à 1,3 GHz ( $S_{\varepsilon'} = 0,0168 GHz$ ) est trois fois plus sensible que l'antenne à 0,5 GHz ( $S_{\varepsilon'} = 0,0052 GHz$ ) à la variation de la constante diélectrique du milieu.



Figure III-14. Variation de la fréquence de résonance en fonction de la constante diélectrique pour les deux antennes optimisées à 0,5 GHz (Rouge) et à 1,3 GHz (Bleu).

### iii. Sensibilité de l'antenne à la tangente des pertes Stans

Dans cette partie, nous avons fait varier  $tan\delta$  en fixant  $\varepsilon'$  à 35. La Figure III-15.a présente la variation du paramètre de réflexion  $S_{11}$  en fonction de la tangente des pertes pour  $\varepsilon' = 35$ . Nous remarquons que la variation de  $tan\delta$  aboutit à un changement du niveau  $S_{11}$ . Ce dernier atteint un maximum pour  $tan\delta = 0,1$  montrant que l'antenne fonctionne bien à cette valeur avec une adaptation de -33 dB. Pour un  $tan\delta$  différent de 0,1, la réponse de l'antenne se détériore. Comme dans le cas de l'antenne à 1,3 GHz, cette figure montre également que la variation de la tangente des pertes affecte faiblement la fréquence de résonance. Afin de mieux observer ces résultats, nous avons tracé sur la Figure III-15.b la variation de la fréquence de résonance en fonction de la tangente des pertes.



Figure III-15. a) Variation du coefficient de réflexion de l'antenne en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de tangente des pertes du milieu, b) Variation de la fréquence de résonance et du coefficient de réflexion en fonction de  $tan\delta$ .

Nous remarquons la présence d'une relation linéaire entre ces deux paramètres. Avec la variation de la tangente des pertes de 0,45 (0,05 à 0,5), la fréquence se décale de 0,009 GHz (0,521 GHz à 0,530 GHz). La sensibilité  $S_{tan\delta}$  est égale à 0,0235 GHz. Nous avons comparé les résultats de sensibilité à  $tan\delta$  obtenus pour l'antenne optimisée à 0,5 GHz et celle optimisée à 1,3 GHz sur la Figure III-16. Nous observons une linéarité dans les deux cas mais l'antenne à 0,5 GHz ( $S_{tan\delta} = 0,0253 GHz$ ) présente une sensibilité quatre fois plus faible que celle à 1,3 GHz ( $S_{tan\delta} = 0,114 GHz$ ). Ceci est considéré comme un avantage à 0,5 GHz afin de limiter la variation fréquentielle à une constante diélectrique.



Figure III-16. Variation de la fréquence de résonance en fonction de la tangente des pertes pour les deux antennes optimisées à 0,5 GHz (Rouge) et à 1,3 GHz (Bleu).

### Synthèse de la partie II.1.c

D'après les résultats de simulations, nous pouvons conclure que le passage à 0,5 GHz permet de diminuer fortement la sensibilité  $S_{tan\delta}$  au dépend de  $S_{\varepsilon'}$ . D'où, les deux antennes présentent chacune un avantage dans un cas et un inconvénient dans un autre. Par conséquent, sachant que notre étude sera basée principalement autour d'une antenne fortement sensible à une variation de  $\varepsilon'$  pour pouvoir bien détecter la masse volumique, nous avons choisi de travailler avec l'antenne à 1,3 GHz.

L'effet de la fréquence sur la réponse de l'antenne n'est pas le seul facteur à étudier avant de passer à la réalisation de l'antenne. Nous avons étudié l'effet de l'impédance caractéristique du câble coaxial sur la réponse de l'antenne. Sachant que l'utilisation d'un câble coaxial 50 ohms est recommandée puisque la plupart des matériels sont adaptés à 50 ohms et il est très répandu sur le marché, nous avons fait le choix de tester deux autres câbles de différentes impédances : 25 ohms et 75 ohms.

### d. Effet de l'impédance sur la sensibilité de l'antenne

### i. Cas d'un câble coaxial 75 ohms

### a) Optimisation de l'antenne

Le changement du câble coaxial nécessite une ré-optimisation de l'antenne en faisant varier de nouveau la largeur W et la position d'alimentation  $y_f$ . La Figure III-17.a, b et c présente le paramètre de réflexion  $S_{11}$  en fonction de la position d'alimentation  $y_f$ , pour des largeurs W de l'ordre de quelques mm. Dans ce cas-là, nous avons pu diminuer la largeur jusqu'à 2 mm puisqu'un câble coaxial de 75 ohms est plus petit que celui de 50 ohms. Nous remarquons sur ces figures que l'optimisation de l'antenne avec un câble de 75 ohms est obtenue pour une largeur plus faible que
dans le cas de 50 ohms. La réponse optimale est atteinte pour une largeur W de 2 mm et une position d'alimentation à 10 mm du centre avec un niveau  $S_{11}$  de -34 dB.



Figure III-17. Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes positions d'alimentation en fixant la largeur à a) W = 5 mm, b) W = 3 mm, c) W = 2 mm.

#### b) Sensibilité de l'antenne à la constante diélectrique S<sub>c</sub>/

Après avoir fait varier la constante diélectrique effective du milieu, dont les résultats sont présentés sur la Figure III-18, nous remarquons les mêmes comportements rencontrés dans les cas précédents.



Figure III-18. a) Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de constantes diélectriques, b) Variation de la fréquence de résonance et du coefficient de réflexion en fonction de la constante diélectrique du milieu.

#### Développement d'une fonction hyperfréquence en réflexion | R.Mansour

Comme prévu, une linéarité entre ces deux paramètres est observée avec une sensibilité  $S_{\varepsilon'} = 0,0160 \ GHz$ . Cette sensibilité est un peu plus faible que celle obtenue dans le cas de l'antenne optimisée avec un câble coaxial de 50 ohms ( $S_{\varepsilon'} = 0,0168 \ GHz$ ).

#### c) <u>Sensibilité de l'antenne à la tangente des pertes</u> $S_{tan\delta}$

Nous avons testé la sensibilité de cette antenne à la variation de la tangente des pertes du milieu comme le montre la Figure III-19. Les mêmes comportements qu'observés précédemment sont toujours présents.



Figure III-19. a) Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de tangente des pertes, b) Variation de la fréquence de résonance et du coefficient de réflexion en fonction de tanδ.

Nous constatons qu'il existe toujours une relation linéaire entre la fréquence de résonance et la tangente des pertes avec une sensibilité  $S_{tan\delta} = 0,08 \ GHz$  qui est plus faible que celle obtenue avec l'antenne alimentée à 50 ohms où  $S_{tan\delta} = 0,114 \ GHz$ .

#### ii. Cas d'un câble coaxial 25 ohms

#### a) Optimisation de l'antenne

La même démarche a été effectuée pour l'optimisation de l'antenne alimentée par un câble coaxial de 25 ohms dans  $\varepsilon' = 35$  et  $tan\delta = 0,1$ . Pour cela, nous avons fait varier la largeur et la position d'alimentation pour arriver à une structure optimisée de l'antenne. Les résultats sont présentés sur la Figure III-20. Nous constatons une réponse optimale de l'antenne dans tous les cas, à l'exception du cas où la largeur est de 9 mm. Par conséquent, nous avons décidé de choisir la réponse optimale obtenue avec la largeur la plus grande (W = 7 mm et  $y_f = 12 mm$ ) (on se rapproche de la forme d'une antenne patch classique). Le niveau  $S_{11}$  obtenu est alors de -48 dB.



Figure III-20. Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes positions d'alimentation en fixant la largeur à a) W = 9 mm, b) W = 7 mm, c) W = 5 mm et d) W = 3 mm.

#### b) Sensibilité de l'antenne à la constante diélectrique S<sub>el</sub>

La sensibilité de l'antenne à la variation de la constante diélectrique a été étudiée. Les résultats sont présentés sur la Figure III-21.



Figure III-21. a) Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de constantes diélectriques, b) Variation de la fréquence de résonance et du coefficient de réflexion en fonction de la constante diélectrique du milieu.

Une variation linéaire entre la fréquence de résonance et la constante diélectrique est toujours présente mais avec une sensibilité plus importante ( $S_{\varepsilon'} = 0,0194 \ GHz$ ) que le cas d'une alimentation à 50 ohms ( $S_{\varepsilon'} = 0,0168 \ GHz$ ).

#### c) <u>Sensibilité de l'antenne à la tangente des pertes S<sub>tan</sub>s</u>

La même procédure a été adoptée pour étudier la sensibilité de cette antenne à la variation de la tangente des pertes du milieu. Les résultats sont présentés sur la Figure III-22 où les mêmes comportements que précédemment sont trouvés. Mais, dans ce cas-là, le décalage fréquentiel est plus important que les deux cas précédents avec une sensibilité  $S_{tan\delta} = 0,3170 \ GHz$ .



Figure III-22. a) Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de tangente des pertes, b) Variation de la fréquence de résonance et du coefficient de réflexion en fonction de tanδ.

#### Synthèse de la partie II.1.d

Le Tableau III-1 compare les trois antennes alimentées par différents câbles coaxiaux. Celle alimentée par un câble coaxial de 25 ohms semble être la plus prometteuse en terme de sensibilité  $S_{\epsilon'}$ . Par contre, en terme de sensibilité  $S_{tan\delta}$ , c'est l'antenne alimentée à 75 ohms est la plus pertinente puisque sa valeur est la plus faible.

Impédance (ohms)	25	50	75
$\boldsymbol{S}_{\boldsymbol{\varepsilon}'} = \frac{\Delta F}{\Delta \boldsymbol{\varepsilon}'} (\mathrm{GHz})$	0,0194	0,0168	0,0160
$S_{tan\delta} = \frac{\Delta F}{\Delta tan\delta}$ (GHz)	0,3170	0,1140	0,0800

Tableau III-1. Comparaison des trois antennes alimentées par différents câbles coaxiaux.

Sachant que notre étude est basée principalement autour d'une antenne fortement sensible à une variation de  $\varepsilon'$  pour pouvoir bien détecter la masse volumique, l'antenne alimentée à 25 ohms semble être le choix le plus pertinent. Par contre,  $S_{tan\delta}$  est très importante et alors, le décalage fréquentiel sera fortement lié à  $\varepsilon'$  et à  $tan\delta$ . Par conséquent, et comme compromis entre les différentes antennes, l'antenne alimentée à 50 ohms est choisie, sachant que la plupart des matériels sont adaptés à 50 ohms.

Nous avons ensuite étudié l'effet de la constante diélectrique du substrat sur la réponse du capteur. Nous rappelons que notre choix initial du substrat FR4 a été fait suite à son faible coût, sa

facilité d'utilisation et perçage, sa robustesse. Pourtant, il est important de présenter son effet sur la réponse de l'antenne et sur les sensibilités  $S_{\varepsilon'}$  et  $S_{tan\delta}$ . Pour cela, nous avons choisi deux autres substrats, le premier étant du BaTiO<sub>3</sub>, une céramique ayant une constante diélectrique très élevée ( $\varepsilon'_{BaTi} = 38$  et  $tan\delta_{BaTi} = 3 \times 10^{-4}$ ) proche de la constante diélectrique du sédiment et le deuxième étant de la mousse polymère de polyuréthane ayant une constante diélectrique très faible ( $\varepsilon'_{Mousse} = 1,07$  et  $tan\delta_{Mousse} = 15 \times 10^{-5}$ ). De plus, ces deux substrats sont des matériaux à très faibles pertes par rapport au FR4. Pour chaque substrat, comme déjà fait avec le substrat FR4, nous allons tester l'effet de la fréquence en travaillant à 0,5 GHz et à 1,3 GHz.

#### e. Effet de la nature du substrat sur la sensibilité de l'antenne

#### i. <u>Substrat BaTiO3</u>

Pour que l'antenne puisse résonner à la fréquence 1,3 GHz, la longueur de l'antenne doit être de 17,5 mm. En adoptant la même procédure d'optimisation détaillée précédemment, la réponse optimale est obtenue pour une largeur W de 9 mm et une position d'excitation  $y_f$  à 7 mm du centre. Les sensibilités ont été également étudiées avec les démarches détaillées précédemment et les résultats sont :  $S_{\varepsilon'} = 0,006 GHz$ ,  $S_{tan\delta} = 0 GHz$ .

Ensuite, la conception d'une antenne 0,5 GHz nécessite d'une longueur *L* de 44 mm. L'optimisation est obtenue pour une largeur W = 23 mm et une position d'alimentation du centre  $y_f = 19 mm$ . Les sensibilités obtenues suite à une variation de  $\varepsilon'$  et de  $tan\delta$  sont données par :  $S_{\varepsilon'} = 0,0015 GHz, S_{tan\delta} = 0 GHz$ .

#### ii. Substrat de mousse de polyuréthane

En considérant ce substrat, nous avons besoin d'une longueur *L* de 30 mm pour que l'antenne résonne à 1,3 GHz. Dans ce cas-là, le meilleur résultat (non optimal) est obtenu à une largeur de 3 mm et un point d'alimentation à 14 mm du centre du patch. En raison des limitations mécaniques, nous n'avons pas pu diminuer encore plus la largeur pour voir si la réponse optimale peut être trouvée. Nous pouvons alors conclure que le choix d'un substrat de faible constante diélectrique à 1,3 GHz n'est pas pertinent puisque l'optimisation ne pourra jamais être atteinte. En passant à 0,5 GHz, l'optimisation est obtenue pour une longueur *L* de 85 mm, une largeur *W* de 3 mm et une position d'alimentation  $y_f$  de 27 mm du centre. Les sensibilités obtenues suite à une variation de  $\varepsilon'$  et de  $tan\delta$  sont données par :  $S_{\varepsilon'} = 0,008 GHz, S_{tan\delta} = 0,027 GHz$ .

#### Développement d'une fonction hyperfréquence en réflexion | R.Mansour

#### Synthèse de la partie II.1.e

Dans cette partie, l'étude des antennes sur différents substrats a été effectuée (tout en choisissant deux fréquences de travail pour chaque substrat). Le Tableau III-2 permet de comparer les différentes antennes à différentes fréquences de travail en terme de sensibilité  $S_{\varepsilon'}$  et  $S_{tan\delta}$ .

Sensibilité	Substrat	1,3 GHz	0,5 GHz	
$S_{arepsilon'}$ (GHz)	FR4	0,017	0,005	
	BaTiO₃	0,006	0,002	
	Mousse	Pas optimisée	0,008	
$S_{tan\delta}$ (GHz)	FR4	0,114	0,025	
	BaTiO₃	≈0	≈0	
	Mousse	Pas optimisée	0,027	

Tableau III-2. Tableau comparatif des valeurs de la sensibilité de l'antenne à la variation de la constante diélectrique effective du milieu.

Ce tableau montre que, à 1,3 GHz, l'antenne sur un substrat FR4 présente une sensibilité suite à une variation de  $\varepsilon'$  largement supérieure que celles obtenues avec les autres substrats. Par contre, elle présente en même temps la plus forte sensibilité à une variation de  $tan\delta$ . Sachant que le but de notre étude est de concevoir un capteur de densité, nous allons privilégier la sensibilité de l'antenne à la variation de  $\varepsilon'$ . A 0,5 GHz, c'est l'antenne sur de la mousse que présente la meilleure sensibilité  $S_{\varepsilon'}$ . Or, par rapport à notre étude, la robustesse et la faible taille de l'antenne (intégration sur la fourche) nous intéresse et l'antenne sur du FR4 adaptée à 1,3 GHz possède ces caractéristiques. Pour cela, elle sera sélectionnée pour effectuer par la suite les mesures expérimentales.

#### f. Antenne optimisée sur un substrat FR4 à 1,3 GHz

Nous représentons sur la Figure III-23 le diagramme de rayonnement de cette antenne.



Figure III-23. Diagramme de rayonnement obtenu pour  $\varepsilon' = 35$  et  $tan\delta = 0, 1$ (Rouge : Plan H ; Mauve : Plan E).

Nous constatons que malgré l'optimisation de l'antenne, nous observons un faible gain vers l'avant  $G_{dB} = -22,2$  dBi (à 0 degré) à cause de la forte constante diélectrique et les fortes pertes présentes dans le milieu étudié. Par contre, l'antenne rayonne mieux vers les côtés, précisément à 45 degrés, avec un gain de -12,5 dBi. Par conséquent, dans un premier temps, nous allons nous contenter de l'utiliser uniquement en réflexion.

Ensuite, dans le but est de connaître la distance à partir de laquelle la variation de la constante diélectrique entraîne un décalage fréquentiel, une étude spatiale de notre système a été effectuée comme le montre la Figure III-24.a. Pour cela, nous avons immergé l'antenne dans un milieu ayant une constante diélectrique de 35 et  $tan\delta = 0,1$  et nous avons placé en face un autre milieu ayant une constante diélectrique de 30 et  $tan\delta = 0,1$  éloignée d'une distance d qui varie entre 0 et 10 mm. La Figure III-24.b montre la variation du paramètre de réflexion  $S_{11}$  en fonction de la distance qui sépare l'antenne immergée dans  $\varepsilon' = 35$  du milieu ayant  $\varepsilon' = 30$ . Lorsque le milieu de constante diélectrique  $\varepsilon' = 30$  est en contact avec l'antenne, nous obtenons une résonance à 1,4 GHz. En éloignant progressivement le milieu de l'antenne, nous revenons à la fréquence 1,3 GHz à partir d'une distance de 1'antenne, varie de zéro à 5 mm. Par conséquent, notre capteur sonde environ 5 mm. Le même processus a été répété mais en considérant le deuxième milieu ayant  $\varepsilon' = 10$  et  $tan\delta = 0,1$ . Les résultats, présentés sur la Figure III-24.d, montrent que la région d'interaction est devenue plus importante et varie de zéro à 13 mm.



Figure III-24.a), c) Principe de l'étude de la résolution spatiale de l'antenne, Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes distances d séparant l'antenne du milieu ayant b)  $\varepsilon' = 30$  et  $tan\delta = 0, 1$  et d)  $\varepsilon' = 10$  et  $tan\delta = 0, 1$ .

## II.2- Mesures expérimentales

## a. Sensibilité de la réponse de l'antenne à la masse volumique du mélange

L'antenne (substrat FR4) à 1,3 GHz a été réalisée et immergée dans les mélanges de kaolinite avec différentes quantités d'eau dé-ionisée. La Figure III-25 montre l'antenne réalisée et illustre bien l'expérience. L'antenne est fixée au fond de la cuve et les mélanges sont versés dessus.



Figure III-25. Système final montrant l'antenne fixée au bord de la cuve et les mélanges.

La Figure III-26.a présente la variation du paramètre de réflexion  $S_{11}$  en fonction de la fréquence pour différentes masses volumiques de kaolinite/eau dé-ionisée variant de 1,57 à 1,73 g/cm<sup>3</sup>. En accord avec les simulations électromagnétiques, une diminution de la masse volumique entraîne un décalage fréquentiel vers les basses fréquences ainsi qu'une variation du niveau  $S_{11}$ . Le minimum du niveau  $S_{11}$  est atteint pour  $d = 1,6 g/cm^3$ , ce qui correspond, d'après les résultats de caractérisation dans le chapitre 2, à une valeur de  $\varepsilon'$  proche de 38. Ce résultat est en accord avec les simulations présentées sur la Figure III-10.a) où la valeur minimale de  $S_{11}$  se trouve pour  $\varepsilon' = 35 - 38$ . La variation de la fréquence de résonance en fonction de la masse volumique est représentée sur la Figure III-26.b. Comme prévu, un comportement linéaire est observé entre ces deux paramètres. Nous pouvons alors conclure que nous avons créé un capteur capable de mesurer la masse volumique des sédiments de kaolinite et d'eau dé-ionisée.



Figure III-26. a) Variation du coefficient de réflexion de l'antenne en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de masse volumique des mélanges, b) Variation de la fréquence de résonance en fonction de la masse volumique.

## b. <u>Sensibilité de la réponse de l'antenne à la concentration d'ions NaCl du</u> mélange

Sachant que l'étude d'une antenne dans un milieu de kaolinite et d'eau salée ( $tan\delta = 0,6$ ) sera mise en évidence dans la deuxième partie de ce chapitre, il est important d'étudier l'influence de la concentration des ions dans les sédiments sur la réponse du capteur. Avant de passer directement aux mélanges de kaolinite avec 3% d'eau salée, nous augmentons progressivement la concentration de sel dans les mélanges afin de mieux comprendre les phénomènes qui s'y produisent. Pour cela, des mesures similaires au précédentes ont été effectuées avec des concentrations c de NaCl (0%, 0,5%, 1%, 1,5% en masse). La Figure III-27 présente la variation du paramètre de réflexion en fonction de la masse volumique pour différentes concentrations de sel.



Figure III-27. Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de masse volumique en fixant la concentration d'ions NaCl à a) c = 0, 5 %, b) c = 1 %, c) c = 1, 5 %.

Un décalage fréquentiel vers les basses fréquences est observé avec la diminution de d en accord avec les résultats observés sur la Figure III-26. Le même comportement est observé quel que soit la concentration des ions dans le milieu. La conductivité électrique du matériau augmente avec la diminution de la masse volumique, en accord avec les résultats du chapitre 2, dans lequel nous avons montré que  $\sigma$  augmente linéairement avec d en cas de présence d'ions. Par exemple, sur la Figure III-27.a,  $\sigma$  passe de 2200 à près de 4000 µS/cm lorsque d passe de 1,734 à 1,571 g/cm<sup>3</sup>. Cette augmentation de  $\sigma$  conduit à une diminution du niveau  $S_{11}$  à basse fréquence en raison des pertes associées.

Bien que le capteur soit conçu à des fréquences où les effets de polarisation doivent être négligeables, afin d'étudier la polarisation d'électrode, nous avons comparé deux mélanges différents en concentrations d'ions c, mais ayant des masses volumiques proches. La Figure III-28 présente les résultats pour le mélange ( $d = 1,64 \ g/cm^3$ , c = 0%) et le mélange ( $d = 1,646 \ g/cm^3$ , c = 1%). Nous remarquons que la présence des ions dans les sédiments entraîne un décalage fréquentiel clair associé à la diminution de  $\varepsilon'$ . Ce résultat est attendu et a été observé au-dessus de 1 GHz dans le chapitre 2 lorsque les effets de polarisation devenaient

négligeables. Ceci montre que le matériau, à cette fréquence, peut être considéré comme un simple mélange d'eau salée et de minéraux.



Figure III-28. Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes concentrations d'ions NaCl ( $d = 1, 640 \ g/cm^3$ , c = 0%) et ( $d = 1, 646 \ g/cm^3$ , c = 1%).

Les courbes représentées sur la Figure III-28, étant associées à la même masse volumique, montre clairement que l'extraction de la masse volumique à partir des mesures présentées ne peut pas être effectuée en considérant uniquement la fréquence de résonance mesurée  $F_r$ . Ce résultat a été également observé dans les résultats de simulations avec lesquelles nous avons trouvé qu'une augmentation des pertes (désignés par  $tan\delta$ ) aboutit à un décalage fréquentiel vers les hautes fréquences. Par conséquent, la concentration des ions dans le matériau devra être connue au préalable. Afin de remonter à ce paramètre, la Figure III-28 montre que le niveau à basse fréquence (hors fréquence de résonance) varie fortement avec la concentration d'ions. Pour cela, le niveau  $S_{11}$  à basse fréquence (hors fréquence de résonance), particulièrement à 0,5 GHz. La Figure III-29 présente la variation de la fréquence de résonance en fonction de la masse volumique pour différentes concentrations d'ions NaCl.



Figure III-29. Variation de la fréquence de résonance en fonction de la masse volumique pour différentes concentrations de NaCl.

Des droites de pentes relativement proches sont observées à cause des décalages produits par les espèces ioniques présentes dans l'eau. La masse volumique d peut être alors extraite de la fréquence de résonance  $F_r$  mesurée par l'équation suivante :

Développement d'une fonction hyperfréquence en réflexion | R.Mansour

$$d = \frac{F_r - \alpha(c)}{\beta(c)}$$

Équation III-7

Les val	eurs	de $\alpha$	et de	β	sont	présentées	dans	le	tableau 2	•

c(%)	lpha (GHz)	eta (GHz/g.cm <sup>-3</sup> )
0,0	0,060	0,820
0,5	0,130	0,783
1,0	0,316	0,682
1,5	0,338	0,674

Tableau III-3. Valeurs de  $\alpha$  et de  $\beta$  extraites de la Figure III-29.

Nous remarquons que les valeurs  $\beta$  sont proches, en d'autres termes, elles sont indépendantes de la concentration du sel, ce qui explique les droites de pentes similaires obtenues sur la Figure III-29. Ce n'est pas le cas pour  $\alpha$  (c), nous voyons que cette valeur varie avec la concentration de NaCl. Pour cela, la connaissance de la concentration est d'une importance cruciale pour extraire la masse volumique des mesures. La Figure III-30.a présente la variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes valeurs d'ions NaCl. Nous pouvons clairement voir la variation du niveau  $S_{11}$  à basse fréquence. Sur la Figure III-30.b, nous avons tracé la variation du niveau  $S_{11}$  à 0,5 GHz en fonction de la concentration du NaCl. Nous remarquons que le niveau  $S_{11}$  diminue de façon exponentielle avec la concentration c.



Figure III-30. a) Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes valeurs d'ions NaCl, b) variation du paramètre de réflexion mesuré à 0,5 GHz en fonction de la concentration c de NaCl.

Pour cela, grâce à la mesure du niveau  $S_{11}$  à 0,5 GHz, nous pouvons déduire la concentration de NaCl. Nous pouvons alors remonter à la masse volumique en se basant sur la Figure III-29 ou sur l'Équation III-7. La variation du niveau  $S_{11}$  à basse fréquence est induite par l'augmentation de la

conductivité électrique des sédiments. D'après les résultats, la conductivité électrique dépend de la masse volumique et de la concentration des ions c. D'où, la Figure III-31 présente la variation de la conductivité électrique en fonction de la masses volumiques pour différents pourcentages d'ions. La conductivité électrique s'exprime alors par :

$$\sigma = d \times \varphi(c) + \gamma(c)$$
 Équation III-8

Les valeurs de  $\varphi(c)$  et de  $\gamma(c)$  dépendantes de c sont présentées dans le Tableau III-4.



Figure III-31. Variation de la conductivité électrique en fonction de la masse volumique pour différentes concentrations de NaCl.

c(%)	arphi (µS.cm²/g)	γ (μS/cm)
0,5	-11255	21578
1,0	-21674	41356
1,5	-27566	53320

Tableau III-4. Valeurs de  $\delta$  et de  $\gamma$  extraites de la Figure III-31.

Nous pouvons donc conclure qu'avec le niveau  $S_{11}$  à basse fréquence (hors fréquence de résonance, 0,5 GHz dans notre cas), nous remontons à la concentration c. Avec  $S_{11}$  et  $F_r$ , nous obtenons la masse volumique du milieu d. Finalement, avec d et c, nous trouvons la conductivité électrique  $\sigma$  du milieu.

#### c. Effet de la température

Nous avons aussi testé la sensibilité du capteur à la température du milieu. Pour cela, nous avons préparé un mélange de masse volumique 1,6 g/cm<sup>3</sup> et l'avons mis au froid pendant une nuitée afin qu'il atteigne les conditions froides du fond marin. Par la suite, il est retiré et la réponse de l'antenne est mesurée tout en tenant compte de l'augmentation de la température jusqu'à l'ambiante. La Figure III-32.a présente la variation du paramètre de réflexion  $S_{11}$  en fonction de la

température du mélange. La Figure III-32.b montre la variation de la fréquence de résonance ainsi que la conductivité en fonction de la température.



Figure III-32. a) Variation du paramètre de réflexion S<sub>11</sub> en fonction de la température, b) Variation de la fréquence de résonance et de la conductivité électrique en fonction de la température.

Nous remarquons sur la Figure III-32 que l'augmentation de la température entraîne un léger décalage fréquentiel vers les hautes fréquences (décalage de + 0,04 GHz pour une variation de température de 16,5 degrés). Ce résultat a été exploité par Moldoveanu *et al.* [8] : ils ont trouvé qu'il existe une relation linéaire entre la constante diélectrique et la température T de l'eau déionisée entre 0 et 20° ( $\varepsilon' = -0.4T + 88$ ). Lorsque la température augmente, la constante diélectrique diminue. Ce qui correspond au décalage fréquentiel obtenu vers les hautes fréquences. Nous constatons aussi que l'augmentation de la température aboutit à une augmentation de la conductivité électrique certainement comme conséquence d'une plus grande mobilité des ions. Hayashi [9] a observé des résultats similaires lorsqu'il a mesuré la variation de la température de l'eau de mer en fonction de la conductivité électrique.

#### d. Etude de la sédimentation

Dans ce paragraphe, nous présenterons la sensibilité du capteur à la sédimentation. Pour ce faire, nous avons préparé un mélange saturé en eau, ayant une masse volumique de 1,4 g/cm<sup>3</sup> et y avons ensuite immergé l'antenne en relevant plusieurs mesures sur un intervalle de temps de 28 h. La Figure III-33.a présente la variation du paramètre de réflexion  $S_{11}$  en fonction du temps de sédimentation. La Figure III-33.b montre la variation de la fréquence de résonance en fonction du temps.



Figure III-33. Variation du paramètre de réflexion en fonction du temps de sédimentation.

Nous observons, sur la Figure III-33.a, qu'avec le temps, un faible décalage fréquentiel vers les hautes fréquences se produit. Ceci est expliqué par le fait que la sédimentation permet à l'excès d'eau de remonter à la surface et par conséquent l'augmentation de la masse volumique des sédiments en contact direct avec l'antenne, en d'autres termes, la diminution de la constante diélectrique du mélange.

#### Synthèse de la partie II.2

Les résultats obtenus par simulation ont été confirmés expérimentalement avec la réalisation d'une antenne immergée dans un mélange de kaolinite et d'eau dé-ionisée. Cependant, lorsqu'il s'agit de sédiments contenants des ions NaCl, l'influence des espèces ioniques est critique et implique de considérer à la fois, la fréquence de résonance et le niveau  $S_{11}$  à basse fréquence, pour déterminer la masse volumique. De plus, la conductivité électrique pourra être également déduite avec la concentration des ions NaCl et la masse volumique. Par contre, d'après les résultats obtenus, l'antenne optimisée dans des mélanges où  $tan\delta = 0,1$  ne peut pas fonctionner dans des mélanges avec de l'eau salée (1,5% ou plus) puisque le coefficient de réflexion de l'antenne se détériore. Pour cela, l'antenne devra être optimisée de nouveau dans ces milieux.

# III. <u>Fonction HF optimisée dans les mélanges de kaolinite et d'eau</u> <u>salée (3%)</u>

## III.1- Simulations HFSS

Dans la partie II de ce chapitre, nous avons remarqué que, plus les pertes augmentent dans le matériau, plus l'optimisation de l'antenne nécessite une diminution de la largeur W de l'élément rayonnant. La dernière configuration de notre antenne avait déjà une largeur de 3 mm, donc, par contrainte mécanique, nous ne pouvons plus la rétrécir. De plus, d'après les résultats de caractérisation obtenus dans le chapitre 2, nous avons trouvé que l'optimisation de l'antenne

#### Développement d'une fonction hyperfréquence en réflexion | R.Mansour

devrait être effectuée aux alentours de 2 GHz pour les sédiments réels, où les pertes sont les plus faibles ( $tan\delta = 0,6$ ). Afin de se positionner autour de cette fréquence, nous avons eu recours à deux solutions : la première consiste à diminuer la longueur de l'antenne et la deuxième à rajouter une couche de résine de constante diélectrique faible sur l'antenne. Sachant que la longueur de l'antenne est déjà à 28 mm, sa diminution limitera le placement de l'alimentation et donc nous n'allons plus réussir à optimiser l'antenne. En ce qui concerne le rajout de la résine, cette dernière nous permet, d'une part, de diminuer la constante diélectrique effective du milieu (décalage fréquentiel vers les hautes fréquences) et d'autre part, de protéger l'antenne du contact direct avec le milieu à pertes. Une résine Synthene HPE 40-85 ISO [10], à base de polyol et d'isocyanate est alors choisie. Les propriétés électriques ont été mesurées par une méthode de caractérisation en ligne triplaque élaborée au laboratoire [11]. Autour de 2 GHz, nous obtenons une constante diélectrique  $\varepsilon'' = 2,8$  et une permittivité diélectrique imaginaire de  $\varepsilon'' = 0,17$  conduisant à une tangente des pertes égale à  $tan\delta = 0,06$ .

Dans le cas de la résine, son épaisseur doit être choisie pour que l'antenne reste sensible aux sédiments et pas seulement à la résine. Sur HFSS, nous avons fait le choix de tester trois épaisseurs différentes de résine (h = 0.5, 0.2 et 0.1 mm) sur l'antenne. L'optimisation et l'étude de la sensibilité de  $S_{\varepsilon'}$  ont été effectuées dans chaque cas. La Figure III-34 illustre le schéma de l'antenne avec la résine.



Figure III-34. Schéma illustratif de l'antenne recouverte avec une couche de résine.

La procédure d'optimisation détaillée précédemment a été adoptée. Dans le cas de l'antenne recouverte d'une résine d'épaisseur h = 0,5 mm, la valeur optimale, associée à une valeur  $S_{11}$  de -50 dB, est obtenue pour  $y_f = 11 mm$  et W = 5 mm. De même, l'étude de la sensibilité  $S_{\varepsilon'}$ , en variant la constante diélectrique du milieu entre 25 et 45 montre que l'antenne devient faiblement sensible à la variation de  $\varepsilon'$  avec  $S_{\varepsilon'} = 0,004 GHz$ . Il est donc préférable de diminuer l'épaisseur de la résine pour améliorer la sensibilité de l'antenne. L'optimisation de l'antenne recouverte par une épaisseur h = 0,2 mm nécessite une largeur W = 3 mm et une position d'alimentation  $y_f = 11 mm$ . Le coefficient de réflexion obtenu  $S_{11}$  est de - 40 dB. Après avoir étudié la sensibilité de l'antenne suite à une variation de la constante diélectrique du milieu nous avons trouvé que l'antenne est devenue plus sensible avec cette épaisseur de résine. La sensibilité  $S_{\varepsilon'}$  s'est bien améliorée de 0,004 GHz à 0,009 GHz.

Afin de tester la possibilité d'améliorer encore plus la sensibilité de l'antenne  $S_{\varepsilon'}$ , il sera intéressant de diminuer encore plus l'épaisseur de la résine jusqu'à h = 0,1 mm. La meilleure réponse de l'antenne est obtenue pour une largeur de W = 3 mm et une position d'alimentation  $y_f =$ 12 mm. Par contre la réponse optimale n'est pas obtenue en raison des limitations mécaniques, mais un niveau  $S_{11}$  de -21 dB confirme une bonne adaptation de notre antenne. La sensibilité de cette antenne  $S_{\varepsilon'}$  s'est améliorée de 0,009 GHz à 0,012 GHz.

Le Tableau III-5 compare les trois différentes antennes avec les différentes épaisseurs de résine selon leurs sensibilités à  $\varepsilon'$  et leur optimisation.

<i>h</i> (mm)	0,1	0,2	0,5	
$S_{\varepsilon'} = \frac{\Delta F}{\Delta \varepsilon'}$ (GHz)	0,012	0,009	0,004	
Optimisation	NON	OUI	OUI	
	$(S_{11}=-20\ dB)$	$(S_{11}=-40\ dB)$	$(S_{11}=-50\ dB)$	

Tableau III-5. Tableau comparatif des trois différentes antennes avec différentes épaisseurs de résine.

Nous remarquons sur ce tableau que la meilleure sensibilité est obtenue avec l'antenne couverte de 0,1 mm de résine. Par contre, comme déjà montré, l'optimisation n'est pas obtenue dans ce caslà et la largeur des résonances deviennent importantes. Avec l'antenne couverte de 0,2 mm, l'optimisation est obtenue mais en perdant une partie de la sensibilité par rapport à celle couverte avec 0,1 mm de résine. Avec l'antenne couverte de 0,5 mm de résine, l'optimisation est obtenue mais la sensibilité est très faible. Pour cela, afin de choisir l'antenne adaptée à notre étude, un compromis entre l'optimisation et la sensibilité de l'antenne est choisi. Par conséquent, l'antenne protégée avec 0,2 mm de résine sera sélectionnée pour la suite du travail.

#### Antenne optimisée à 2 GHz recouverte par 0,2 mm de résine

Le diagramme de rayonnement de cette antenne est représenté par la Figure III-35 sur lequel le gain trouvé est faible dans toutes les directions, décrivant la difficulté de travailler avec cette antenne en transmission.



Figure III-35. Diagramme de rayonnement obtenu pour  $\varepsilon' = 35$  et  $tan\delta = 0, 6$  (Rouge : Plan H ; Vert : Plan E).

Sachant que nous avons trouvé un type de sédiment (Nouvelle Guinée) possédant une constante diélectrique de 52 dans le chapitre 2, nous avons testé la sensibilité de l'antenne sur une gamme plus large, en faisant varier la valeur de  $\varepsilon'$  entre 25 et 55, mais toujours en gardant  $tan\delta$  fixe (D'après le chapitre 2 où  $tan\delta$  obtenue avec les mélanges de kaolinite et d'eau salée, ainsi qu'avec les sédiments réels était toujours proche de 0,6). Les résultats sont présentés sur la Figure III-36. Nous obtenons une corrélation linéaire entre la fréquence de résonance et la constante diélectrique avec la même sensibilité  $S_{\varepsilon'} = 0,009 \ GHz$ . Cette sensibilité est plus faible que celle obtenue dans le cas de l'antenne optimisée dans les mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée  $S_{\varepsilon'} = 0,017 \ GHz$ . Ceci est expliqué le contact indirect de l'antenne avec le milieu à cause de la résine qui couvre l'antenne et diminue par la suite sa sensibilité au milieu l'entourant.



Figure III-36. a) Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de constantes diélectriques, b) Variation de la fréquence de résonance et du paramètre S<sub>11</sub> en fonction de la constante diélectrique du milieu.

Afin de tester si l'antenne pourra fonctionner dans des mélanges ayant des pertes plus faibles ou plus fortes, nous l'avons placée dans une boîte de  $\varepsilon' = 35$  dans laquelle nous avons fait varier la tangente des pertes de 0,3 à 0,9 et les résultats sont présentés sur la Figure III-37. Nous remarquons

une variation négligeable de  $F_r$  ( $S_{tan\delta} \approx 0 \ GHz$ ) avec la variation de  $tan\delta$ . Ceci peut être considéré comme un avantage par rapport à l'antenne optimisée dans  $\varepsilon' = 35$  et  $tan\delta = 0,1$  où nous avons observé un décalage fréquentiel en fonction de la tangente des pertes avec une sensibilité  $S_{tan\delta} = 0,114 \ GHz$ .



Figure III-37. a) Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de tangente des pertes, b) Variation de la fréquence de résonance et du paramètre S<sub>11</sub> en fonction de la tangente des pertes du milieu.

La résolution spatiale de l'antenne a été enfin étudiée de la même façon que précédemment, et les résultats sont présentés sur la Figure III-38. Dans le cas où le milieu s'éloignant de l'antenne possède une constante diélectrique de 30, la région d'interaction, entraînant un décalage de la résonance de l'antenne, varie de zéro à 5 mm. Par conséquent, ce capteur sonde environ 5 mm. Par contre, dans le cas d'un milieu ayant une constante diélectrique très faible ( $\varepsilon' = 10$ ), la région d'interaction est devenue plus importante : jusqu'à 7 mm.



Figure III-38. Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes distances d séparant l'antenne du milieu ayant a)  $\varepsilon' = 30 \ et \ tan \delta = 0, 1, b$ )  $\varepsilon' = 10 \ et \ tan \delta = 0, 1$ .

## III.2- <u>Mesures expérimentales de l'antenne dans des mélanges de</u> <u>kaolinite et d'eau salée (3%)</u>

## a. <u>Dépôt de résine par Spin Coating</u>

Le dépôt de résine sur l'antenne a été effectué avec une machine Spin Coating à l'université Saint-Joseph de Beyrouth (USJ). La Figure III-39 illustre l'expérience. Le dépôt dépend de deux paramètres principaux : la vitesse exprimée en tours/s et la durée de dépôts en secondes. Les épaisseurs obtenues ont été observées par microscopie électronique. La Figure III-40 montre un exemple d'épaisseur d'une couche de résine déposée sur l'antenne observée par microscopie électronique à l'université Libanaise (UL). Le Tableau III-6 présente les résultats obtenus. Nous remarquons que l'épaisseur la plus proche de 0,2 mm est la 6<sup>ème</sup> épaisseur obtenue en appliquant une vitesse de 250 tours/s et un temps de rotation fixé à 120 secondes.



Figure III-39. Dépôt de la résine par Spin-Coating.



Leb Univ - EDST Fanar AIS2100C SEI WD = 28.1 20.0 kV X 250 100um

Figure III-40. Photo d'épaisseur de résine par Microscopie électronique.

essai	1	2	3	4	5	6
Bord (μm)	118	404	475	266	175	215
Centre (µm)	320	176	162	350	200	190
Moyenne (µm)	219	290	318	308	188	203

Tableau III-6. Les différentes valeurs d'épaisseurs obtenues pour différentes vitesses et durées de dépôts.

#### b. <u>Sensibilité de l'antenne à la masse volumique</u>

Après le dépôt de la résine sur l'antenne, nous l'avons testée dans des mélanges de kaolinite et d'eau salée 3% que nous avons caractérisés dans le chapitre 2. La Figure III-41.a montre la variation du paramètre de réflexion  $S_{11}$  en fonction de la fréquence pour différentes masses volumiques de kaolinite/eau salée (3%) allant de 1,35 à 1,8 g/cm<sup>3</sup>. Nous observons qu'une diminution de la masse volumique entraîne un décalage fréquentiel vers les basses fréquences ainsi qu'une variation du niveau  $S_{11}$ . Le minimum du niveau  $S_{11}$  est atteint pour  $d = 1,687 g/cm^3$ , ce qui correspond, d'après les résultats de caractérisation dans le chapitre 2, à une valeur de  $\varepsilon'$  proche de 32. Ce résultat est en accord avec les simulations présentées sur la Figure III-36.a) où la valeur minimale de  $S_{11}$  se trouve à  $\varepsilon' = 35$ . La variation de la fréquence de résonance en fonction de la masse volumique est représentée sur la Figure III-41.b. Comme prévu, un comportement linéaire est observé entre ces deux paramètres. L'ensemble de ces observations confirme la faisabilité d'un capteur de masse volumique pour des sédiments de kaolinite et d'eau salée.



Figure III-41. Variation du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de masses volumiques, b) Variation de la fréquence de résonance et du paramètre S<sub>11</sub> en fonction de la masse volumique du milieu.

Avec la valeur de la masse volumique et d'après la linéarité entre la masse volumique et la conductivité électrique d'après le chapitre 2, nous pouvons remonter à la conductivité électrique du milieu puisque ces deux paramètres varient de façon linéaire.

#### Développement d'une fonction hyperfréquence en réflexion | R.Mansour

#### c. <u>Sensibilité de l'antenne à la concentration des ions NaCl</u>

Le but étant d'étudier la sensibilité de l'antenne à la concentration du sel, nous avons immergé l'antenne dans un mélange d'eau dé-ionisée et de kaolinite (c = 0%) ayant une masse volumique de 1,733 g/cm<sup>3</sup> et nous avons augmenté au fur et à mesure la concentration du sel tout en effectuant une mesure de l'antenne à chaque étape. La Figure III-42 présente la variation du paramètre  $S_{11}$  en fonction de la fréquence tout en faisant varier la concentration d'ions NaCl.



Figure III-42. Variation du coefficient de réflexion S<sub>11</sub> en fonction de la fréquence pour différentes concentrations.

Nous remarquons que l'augmentation de la concentration d'ions NaCl améliore la réponse puisque nous nous rapprochons de l'optimisation de l'antenne. Pour une concentration de sel de 3%, nous remarquons un niveau  $S_{11}$  de -25 dB. Par contre, pour c = 0 %, nous remarquons que la réponse est détériorée ( $S_{11} = -12 \ dB$ ) puisque l'antenne a été conçue pour des milieux des mélanges de kaolinite et d'eau salée et non pas d'eau dé-ionisée. En plus, nous observons sur la Figure III-42, un faible décalage fréquentiel vers les hautes fréquences avec l'augmentation de la concentration du sel. Ce résultat est en accord avec les résultats de simulation présentées sur la Figure III-37.a qui montrent que lorsque les pertes ( $tan\delta$ ) augmentent de 0,3 à 0,6, une faible augmentation de la  $F_r$  est observée. Ce même comportement a été observé avec l'antenne optimisée à 1,3 GHz dans les mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée mais son effet ici est largement moins fort à cause de la présence de la résine qui diminue la sensibilité.

#### d. Test de l'antenne dans des mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée

Dans la partie I du chapitre, nous avons montré que l'antenne optimisée dans des mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée ne fonctionne pas dans des mélanges de kaolinite et d'eau salée. Pour cela, nous avons testé notre antenne avec la couche de résine dans des mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée pour voir si ça peut résonner dans ce type de mélange. La Figure III-43.a présente la variation du paramètre de réflexion  $S_{11}$  en fonction de la masse volumique du mélange.

Nous obtenons toujours le même comportement : un décalage fréquentiel vers les basses fréquences avec la diminution de la masse volumique. Mais, nous remarquons que les réponses sont détériorées puisque l'antenne n'est pas optimisée dans ce type de mélange (kaolinite et eau dé-ionisée). Pourtant, le décalage fréquentiel apparaît. La Figure III-43.b montre la variation de la fréquence de résonance en fonction de la masse volumique. Nous obtenons une relation linéaire entre ces deux paramètres. En comparant la droite obtenue pour les mélanges ayant une concentration c = 0 % avec celle obtenue pour les mélanges ayant une concentration c = 3 %, nous remarquons l'effet des ions produit des décalages fréquentiels mais qui est clairement moins fort que dans le cas de l'antenne optimisée à 1,3 GHz sans résine.



Figure III-43.a) Variation du coefficient de réflexion S<sub>11</sub> en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de masse volumique, b) Variation de la fréquence de résonance en fonction de la masse volumique.

## **Conclusion**

Ce chapitre est divisé en deux grandes parties : la première comporte l'optimisation d'une antenne patch dans les mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée ( $\varepsilon' = 35$  et tan $\delta = 0,1$ ), et la deuxième, l'optimisation d'une antenne patch dans les mélanges de kaolinite et d'eau salée ( $\varepsilon'$  = 35 et  $tan\delta = 0.6$ ). Pour la première partie, suite aux simulations électromagnétiques, nous avons pu sélectionner l'antenne la plus performante qui est concue sur un substrat FR4, alimentée par un câble coaxial de 50 ohms, résonant à 1,3 GHz. Cette antenne a été testée avec succès dans les mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée, en montrant que la masse volumique est directement liée à la fréquence de résonance obtenue. Par contre, en rajoutant des ions NaCl, la résonance de l'antenne seule ne nous a pas permis de remonter à la masse volumique ; pour cela, nous avons recours au niveau  $S_{11}$  à basse fréquence, hors fréquence de résonance (0,5 GHz dans notre cas) pour répondre à ce besoin. Dans la deuxième partie de ce chapitre, d'après les simulations électromagnétiques, l'optimisation de l'antenne à 2 GHz nécessitait le rajout d'une couche de protection (résine) de faible constante diélectrique et de faible épaisseur, précisément de 0,2 mm. L'antenne a été ensuite testée expérimentalement avec succès dans les mélanges de kaolinite et d'eau salée. Nous avons également testé cette antenne dans les mélanges de kaolinite et d'eau déionisée, où nous avons trouvé que la réponse de cette antenne a été détruite montrant bien que cette dernière est dédiée uniquement pour les mélanges avec de l'eau salée (3%).

Le prochain chapitre sera dédié à l'étude de la transmission de l'onde avec deux antennes placées face à face. Cette étude permettra d'avoir accès à un paramètre supplémentaire à la réflexion qui est le paramètre  $S_{12}$  et/ou  $S_{21}$  qui servira comme information complémentaire pour la détermination de la masse volumique du milieu. Elle permettra également de sonder un volume plus important par rapport à l'étude en réflexion, dans laquelle l'antenne, d'après les résultats de résolution spatiale, fournit des informations pour une région de quelques millimètres.

## **Références**

- C. A. Balanis, « Antenna theory : analysis and design », 3rd ed. Hoboken, NJ : John Wiley, 2005.
- [2] Y. Huang et K. Boyle, « Antennas : From Theory to Practice », 1st éd. United Kingdom: John Wiley, 2008.
- [3] T. D. Prasad, K. V. S. Kumar, K. Muinuddin, C. B. Kanthamma, et V. Santosh, « Comparisons of Circular and Rectangular Microstrip Patch Antennas », International Journal of Communication Engineering Applications-IJCEA, vol. 02, nº 04, p. 187-97, 2011.
- [4] G. Misra, A. Agarwal, et K. Agarwal, « Design and Performance Evaluation of Microstrip Antenna for Ultra-Wideband Applications Using Microstrip Feed », American Journal of Electrical and Electronic Engineering, vol. 3, nº 4, p. 93-99, 2015.
- [5] J. J.R. et H. P.S, «Handbook of Microstrip Antennas », vol. 1 and 2, 2 vol. London, UK : Peter Pergrinus, 1989.
- [6] T. J. Rouphael, « Antenna Systems, Transmission Lines, and Matching Networks », Book Chapter in Wireless Receiver Architectures and Design, Elsevier, p. 1-60, 2014.
- [7] S. K. Sidhu et J. S. Sivia, « Comparison of different types of microstrip patch antennas », International Journal of Computer Applications, vol. 975, p. 8887, 2015.
- [8] S. C. Moldoveanu et V. David, « Chapter 7 Mobile Phases and Their Properties », in Essentials in Modern HPLC Separations, Éd. Elsevier, p. 363-447, 2013.
- [9] M. Hayashi, « Temperature-Electrical Conductivity Relation of Water for Environmental Monitoring and Geophysical Data Inversion », Environmental Monitoring and Assessment, vol. 96, nº 1-3, p. 119-128, 2004.
- [10] « Synthene HPE 40-85 ISO 1KG (XSB16004) Bouteille 1kg », Samaro. https://samaro.fr/fr/elastomere/sy5684-synthene-hpe-40-85-iso-1kg-xsb16004-bouteille-1kg-4727.html.
- [11] E. Salahun, P. Queffelec, M. Le Floc'h et Ph. Gelin, « A broadband permeameter for "in situ" of rectangular samples», IEEE Transactions on Magnetics, Vol. 37, n°4, p. 2743-2745, 2001.

Chapitre IV: Développement d'une

fonction hyperfréquence en transmission

#### Développement d'une fonction hyperfréquence en transmission | R.Mansour

L'objectif final de notre travail est d'intégrer notre capteur dans la fourche du pénétromètre Penfeld. Le chapitre précédent a déjà montré que le capteur, fonctionnant en réflexion, permet de déterminer la masse volumique et donc il est prêt à être placé sur la fourche. Cette dernière présente deux bras espacés d'une distance de 7 cm. Cette distance pourra être modifiée (conception d'une nouvelle fourche) en fonction de l'application visée tout en gardant une distance minimale de 4 cm. Afin de profiter de la présence de ces deux bras, une étude de la transmission de l'onde est envisageable. Ceci peut être réalisé en positionnant une deuxième antenne sur l'autre bras de la fourche. Dans ce cas-là, deux objectifs sont visés. Le premier objectif est de sonder un volume plus important par rapport à l'étude en réflexion qui sert essentiellement à étudier les sédiments se trouvant au niveau de l'interface substrat/milieu. Le second est d'avoir accès à un paramètre supplémentaire pour la détermination de la masse volumique du milieu, représenté par le paramètre de transmission  $S_{12}$  ou/et  $S_{21}$ .

Au début de ce chapitre, nous étudierons la transmission de l'onde dans les mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée ( $tan\delta = 0,1$ ) avec l'antenne optimisée sur un substrat FR4 à 1,3 GHz. En se basant sur les diagrammes de rayonnement, nous positionnerons la deuxième antenne, de façon à la placer dans la direction où la première antenne rayonne le plus, pour obtenir une meilleure transmission. Une paire d'antennes optimisées sur un substrat FR4 à 0,5 GHz sera également testée. Suite à une comparaison détaillée des deux paires d'antennes en terme de niveau de transmission, de sensibilité à la variation de  $\varepsilon'$  ainsi qu'au  $tan\delta$  du milieu, la meilleure paire sera testée expérimentalement.

# Fonctions HF optimisées dans des mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée ( $\varepsilon' = 35$ et $tan\delta = 0, 1$ )

## 1- Simulations HFSS

Dans cette partie, nous commencerons par considérer deux antennes optimisées à la fréquence 1,3 GHz, sur un substrat FR4 et les positionnerons face à face afin d'étudier la transmission.

### a. Deux antennes optimisées à 1,3 GHz (FR4) placées face à face

Nous rappelons que l'antenne optimisée dans  $\varepsilon' = 35$  et  $tan\delta = 0,1$ , réalisée dans le chapitre précédent, possède une longueur *L* de 28 mm, une largeur *W* de 3 mm et alimentée à 10 mm du centre. Son diagramme de rayonnement est présenté en 2D sur la Figure IV-1.a et en 3D sur la Figure IV-1.b.



Figure IV-1. Diagramme de rayonnement a) en 2D et b) en 3D obtenu pour  $\varepsilon' = 35$  et  $tan\delta = 0, 1$ (Rouge : Plan H (*Phi* = 0°) ; Mauve : Plan E (*Phi* = 90°) ).

Nous remarquons que l'antenne rayonne plus pour  $\theta = 45^{\circ}/-45^{\circ}$  (Plan E) que vers le centre (pour  $\theta = 0^{\circ}$ ) avec un gain maximal de -12,5 dBi. Par conséquent, il serait important de faire varier la position de la deuxième antenne sur le plan E afin d'améliorer le niveau du coefficient de transmission de l'onde  $S_{12}$  et/ou  $S_{21}$ . Sachant que nous travaillons avec un dispositif réciproque  $(S_{12} = S_{21}$  et  $S_{11} = S_{22})$ , nous allons présenter dans la suite les paramètres  $S_{12}$  et  $S_{11}$  uniquement.

#### i. Variation de la position de l'antenne 2

La variation de la position de la deuxième antenne est effectuée en faisant varier deux paramètres h (distance séparant les antennes suivant l'axe des y) et d (distance du centre de

l'antenne 1 au centre de l'antenne 2). Les deux antennes restent parallèles entre elles. Soit nous faisons varier h et nous fixons d, soit l'inverse. La Figure IV-2 illustre le principe.



Figure IV-2. Variation de la position de la deuxième antenne par rapport à la première.

La Figure IV-3 présente la variation du paramètre  $S_{12}$  en fonction de la fréquence pour différentes positions de la deuxième antenne en considérant  $d = 6 \ cm$  puis  $d = 4 \ cm$  avec h variable. Dans ce cas, le centre de la seconde antenne se trouve sur un cercle de rayon d.



Figure IV-3. Variation du paramètre  $S_{12}$  en fonction de la fréquence pour différentes positions de la deuxième antenne, en faisant varier h en considérant a)  $d = 6 \ cm$  et b)  $d = 4 \ cm$ .

Nous voyons sur la Figure IV-3.a ( $d = 6 \ cm$ ) que la transmission pour  $\theta = 0^{\circ}$  est la plus faible à la fréquence de résonance 1,3 GHz (tiret pointillé rouge) présentant un niveau  $S_{12}$  de -35 dB. En diminuant h, en d'autres termes, en augmentant  $\theta$ , la transmission s'améliore ce qui semble cohérent avec ce qui est attendu. La meilleure transmission est obtenue pour  $\theta = 60^{\circ}$  ( $h = 3 \ cm$ ) et  $\theta = 75^{\circ}$  ( $h = 1,6 \ cm$ ) avec un niveau  $S_{12}$  de -23 dB à 1,3 GHz. Sur la Figure IV-3.b ( $d = 4 \ cm$ ), nous observons le même comportement et la meilleure transmission est obtenue pour plusieurs positions ( $\theta = 45^{\circ}$ ,  $60^{\circ} \ et \ 75^{\circ}$ ) avec un niveau  $S_{12}$  de -19 dB. De plus, nous constatons que le fait de diminuer la distance d de 6 à 4 cm améliore également le niveau de transmission  $S_{12}$ .

Ceci est expliqué avec le bilan de liaison pour les milieux diélectriques (connu sous la formule de FRIIS dans l'air [1]) présenté par l'équation suivante [2], [3]:

$$P_r(dBm) - P_t(dBm) = G_t(dBi) + G_r(dBi) - L_p(dB)$$
 Équation IV-1

avec  $P_r$ , la puissance reçue à l'antenne 2 en  $dBm (10log(P_r(mW)/1mW))$ ,  $P_t$ , la puissance transmise de l'antenne 1,  $G_t$ , le gain de l'antenne 1,  $G_r$ , le gain de l'antenne 2 et  $L_p$  le facteur des pertes de l'onde.

Le facteur des pertes L<sub>p</sub> dans les milieux diélectriques est présenté par l'équation suivante :

$$L_p(dB) = 6 + 20 \log_{10}(d) + 20 \log_{10}(\beta) + \alpha d$$
 Équation IV-2

avec d, la distance de propagation (en mètres),  $\alpha$ , la constante d'atténuation de l'onde et  $\beta$  la constante de phase.

Les constantes d'atténuation et de phase dépendent de la fréquence de travail  $F_r$  et des propriétés diélectriques du milieu et sont présentées par les équations suivantes [4] :

$$\alpha(dB) = 8.686 \times \frac{2\pi F_r}{c} \sqrt{\frac{\varepsilon'}{2} \left(\sqrt{1 + \left(\frac{\varepsilon''}{\varepsilon'}\right)^2} - 1\right)}$$
Équation IV-3

$$\boldsymbol{\beta}(dB) = \frac{2\pi F_r}{c} \sqrt{\frac{\varepsilon'}{2} \left( \sqrt{1 + \left(\frac{\varepsilon''}{\varepsilon'}\right)^2} + 1 \right)}$$
 Équation IV-4

avec  $F_r$ , la fréquence de travail et c, la célérité de la lumière.

Ces équations montrent que le facteur des pertes  $L_p$  dépend de la distance, de la fréquence et des propriétés diélectriques du milieu. Dans notre cas, pour un mélange de kaolinite et d'eau dé-ionisée ( $\varepsilon' = 35$  et  $tan\delta = 0,1$ ), le facteur des pertes est égal à 30 dB pour une distance de 6 cm et diminue à 25 dB pour une distance de 4 cm, d'où l'amélioration du niveau de transmission. Ces valeurs sont comparables avec celles obtenues par Akyildiz *et al* [3]. Ces derniers ont trouvé des valeurs aux alentours de 25 dB en étudiant les sols humides avec une onde électromagnétique à 0,9 GHz. Par contre, les résultats montrent que les meilleurs niveaux de transmissions sont obtenus pour des valeurs de h très faibles, inférieures à la distance minimale entre les deux bras de la fourche (4 cm). Pour cela, nous sommes ramenés à considérer h fixe à 4 cm et à faire varier d. La Figure IV-4 présente la variation du paramètre  $S_{12}$  en fonction de la fréquence pour différentes positions de la deuxième antenne en considérant  $h = 4 \ cm$  et d variable.



Figure IV-4. Variation du paramètre  $S_{12}$  en fonction de la fréquence pour différentes positions de la deuxième antenne, en faisant varier d considérant h = 4 cm.

Les résultats montrent que la transmission s'améliore de 13 dB (-35 dB à -22 dB) lorsque l'angle passe de  $\theta = 0^{\circ}$  à  $\theta = 30^{\circ}$  (augmentation de *d* de 4 à 4,7 cm) puisque la distance entre le deux antennes a très peu varié faiblement ( $L_p$  a très faiblement varié de -25 dB à -26,6 dB). Par contre, le passage à des angles supérieurs à  $\theta = 30^{\circ}$  entraîne une augmentation du facteur de pertes ( $L_p =$ -34 dB pour d = 8,2 cm) à cause de l'augmentation de la distance entre les deux antennes et par conséquent, la transmission commence à se détériorer. D'où, la meilleure transmission est obtenue pour d = 4,7 cm, h = 4 cm et  $\theta = 30^{\circ}$  avec un niveau  $S_{12}$  de -22 dB à la fréquence 1,3 GHz. Nous avons essayé de retrouver cette valeur avec le bilan de liaison après avoir calculé le facteur des pertes (26,6 dB) et en considérant le gain maximal (-13 dBi) obtenue d'après la Figure IV-1, nous obtenons une valeur (-13 - 13 - 26,6 = -53,6 dB) largement différente que celle obtenue avec le niveau de transmission (-22 dB). Ce résultat montre que le gain des antennes est supérieur à ce que HFSS donne comme résultat. Ceci peut être dû à la forte valeur de constante diélectrique, à la boîte des sédiments qui représente le domaine de calcul sur HFSS et à la distance faible séparant les deux antennes.

En plus, nous avons présenté sur la Figure IV-5 les résultats du coefficient de réflexion  $S_{11}$ .



Figure IV-5. Variation des paramètres  $S_{11}$  en fonction de la fréquence pour différentes positions de la deuxième antenne, en faisant varier d et en considérant h = 4 cm.

Les résultats montrent que la variation de la position de l'antenne 2 entraîne une très légère désadaptation des antennes surtout que nous restons toujours en dessous des -30 dB à la fréquence de résonance (1,3 GHz), d'où les résultats trouvés dans le chapitre précédent restent valides dans ce chapitre.

Dans la partie suivante, nous allons étudier l'effet de la variation de la constante diélectrique du milieu sur le paramètre de transmission, sachant que  $\varepsilon'$  est fortement liée à la masse volumique du milieu.

#### ii. Sensibilité du paramètre de transmission du capteur à la constante diélectrique S<sub>c</sub>/

Dans cette partie, nous présentons la sensibilité du paramètre de transmission du capteur à la variation de la constante diélectrique du milieu de 25 à 45. La Figure IV-6.a illustre la variation du coefficient de transmission  $S_{12}$  en fonction de la fréquence pour différentes constantes diélectriques. Nous observons un décalage fréquentiel vers les basses fréquences avec l'augmentation de la constante diélectrique : un décalage de 1,51 à 1,18 GHz pour une variation de  $\varepsilon'$  de 25 à 45. De plus, nous remarquons que le niveau  $S_{12}$  reste constant à -21 dB quel que soit la constante diélectrique.



Figure IV-6. a) Variation du paramètre de transmission en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de constante diélectrique du milieu, b) Variation de la fréquence de résonance et du coefficient de transmission en fonction de la constante diélectrique.

La Figure IV-6.b présente la variation de la fréquence de résonance et du niveau de transmission  $S_{12}$  en fonction de la constante diélectrique du milieu. Nous remarquons qu'il existe une relation linéaire entre  $F_r$  et  $\varepsilon'$ . Nous pouvons alors conclure que ce capteur est sensible à la constante diélectrique du milieu avec une sensibilité  $S_{\varepsilon'} = 0,016 \ GHz$ . Cette sensibilité est la même que celle obtenue en réflexion d'après les résultats présentés sur la Figure IV-7 (ces figures vérifient également la validité des résultats du chapitre III applicables dans le chapitre présent).



Figure IV-7. a) Variation du paramètre de réflexion  $S_{11}$  en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de constante diélectrique du milieu b) Variation de la fréquence de résonance et du coefficient de réflexion en fonction de la constante diélectrique.

Nous remarquons avec les résultats du paramètre de réflexion que le niveau varie avec la constante diélectrique du milieu, ce qui n'est pas le cas avec le paramètre de transmission, dans lequel nous observons une stabilité du niveau. Cette stabilité est expliquée à partir du bilan de liaison : d'une part,  $L_p$  reste constant à 25 dB et d'autre part, le gain maximal reste autour de -12 dBi pour  $\theta$  = 45° dans  $\varepsilon'$  = 25 à 1,52 GHz et  $\varepsilon'$  = 45 à 1,16 GHz d'après la Figure IV-8.



Figure IV-8. Diagrammes de rayonnement obtenus pour a)  $\varepsilon' = 25$  et  $tan\delta = 0, 1$  et b)  $\varepsilon' = 45$  et  $tan\delta = 0, 1$  (Rouge : Plan H (*Phi* = 0°) ; Mauve : Plan E (*Phi* = 90°) ).

Le niveau de transmission peut être alors directement lié au niveau des pertes ( $tan\delta = 0,1$ ) présente dans le milieu qui ne varie pas dans ce cas-là. Par conséquent, nous allons faire varier par la suite la tangente des pertes du milieu afin de déterminer son effet sur le niveau de transmission.

#### iii. <u>Sensibilité du niveau de transmission du capteur à la tangente des pertes S<sub>tan</sub>s</u>

Afin de déterminer l'effet des pertes sur le paramètre de transmission du capteur, nous avons fait varier la tangente des pertes du milieu. Sur la Figure IV-9.a, nous observons la variation du paramètre de transmission  $S_{12}$  en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de tangente des pertes.



Figure IV-9. a) Variation du paramètre de transmission en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de tangente des pertes du milieu, b) Variation de la fréquence de résonance et du niveau de transmission en fonction de la tangente des pertes.

Nous remarquons que l'augmentation de la tangente des pertes diminue le niveau. Nous observons également un faible décalage vers les hautes fréquences (trait pointillé rouge). Afin de bien illustrer ces observations, nous avons tracé sur la Figure IV-9.b la variation de la fréquence de résonance et du niveau de transmission  $S_{12}$  en fonction de la tangente des pertes. Nous remarquons qu'en transmission, la sensibilité à la tangente des pertes se traduit par la variation des deux paramètres :

1- La variation de 0,05 à 0,40 de  $tan\delta$  engendre une variation fréquentielle linéaire vers les hautes fréquences (1,31 GHz à 1,43 GHz) avec une sensibilité  $S'_{tan\delta}$  de 0,36 GHz. Cette variation a été également observée avec les résultats du coefficient de réflexion  $S_{11}$  présentés sur la Figure IV-10 mais avec une sensibilité plus faible ( $S'_{tan\delta} = 0,12 GHz$ ). Cette différence est expliquée par l'élargissement des pics obtenus en transmission en augmentant les pertes.



Figure IV-10. a) Variation du paramètre de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de tangente des pertes du milieu, b) Variation de la fréquence de résonance et du niveau de transmission en fonction de la constante diélectrique.

2- La variation de  $tan\delta$  0,05 à 0,4 entraîne une détérioration linéaire du niveau de transmission  $S_{12}$  avec une sensibilité  $S''_{tan\delta}$  ( $\frac{\Delta S_{12}}{\Delta tan\delta}$ ) de 59. Cette détérioration s'explique bien par le bilan de liaison puisque l'augmentation des pertes augmente d'une part le facteur des pertes ( $L_p$  augmente de 25 dB à 36,4 dB) et détériore d'autre part le gain de l'antenne à 1,3 GHz, présenté sur la Figure IV-11.



Figure IV-11. Diagrammes de rayonnement obtenus pour a)  $\varepsilon' = 35$  et  $tan\delta = 0,05$  et b)  $\varepsilon' = 35$  et  $tan\delta = 0,4$  (Rouge : Plan H (*Phi* = 0°) ; Mauve : Plan E (*Phi* = 90°) ).

Cette détérioration n'est pas observée avec les résultats de la réflexion, sur lesquels nous remarquons que la réponse de l'antenne s'améliore avec l'augmentation des pertes de 0,05 à 0,1

#### Développement d'une fonction hyperfréquence en transmission | R.Mansour

et puis se détériore à partir de cette dernière. Ceci s'explique par le fait que le niveau de réflexion dépend à la fois de la constante diélectrique et de la tangente des pertes du milieu, indiquant ainsi l'avantage de faire une étude en transmission.

#### Synthèse de la partie I.1.a

D'après les résultats obtenus, pour des mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée ( $tan\delta = 0,1$ ), nous avons montré que lorsque  $\varepsilon'$  du milieu varie, le décalage fréquentiel observé en transmission est le même que celui obtenu en réflexion avec la même sensibilité  $S_{\varepsilon'} = 0,016 \ GHz$ . D'où la constante diélectrique (directement liée à la masse volumique) peut être obtenue avec la fréquence de résonance ( $F_r = -0,016 \ \varepsilon' + 1,910$ ). Sachant que le pic est parfaitement résolu en réflexion, il est préférable de considérer la fréquence de résonance en réflexion au lieu qu'en transmission.

En augmentant  $tan\delta$  du milieu, nous avons trouvé que la fréquence de résonance varie également avec les pertes avec une sensibilité  $S'_{tan\delta} = 0,12 \ GHz$ . D'où, la constante diélectrique dépend à la fois de la fréquence de résonance et des pertes présentes dans le milieu. Or, l'étude en transmission a montré que le niveau de transmission  $S_{12}$  est linéairement lié aux pertes présentes dans le matériau (avec une sensibilité  $S''_{tan\delta} = 59$ ). Par conséquent, le niveau  $S_{12}$  permet de remonter directement au niveau des pertes présentes dans le milieu. Connaissant ce niveau, la constante diélectrique peut être alors obtenue (liée directement à la masse volumique) avec la fréquence de résonance obtenue en  $S_{11}$ .

Sachant que le niveau de transmission obtenu avec ce capteur est faible ( $S_{12} = -21 \, dB$ ), nous avons essayé de l'améliorer en se situant à basse fréquence, autour de 0,5 GHz. Ceci permettra de minimiser le facteur des pertes ( $L_p$  diminue de 26,6 dB à 16,6 dB). Par conséquent, nous avons choisi d'étudier la transmission avec l'antenne optimisée aux alentours de 0,5 GHz obtenue dans le chapitre précédent. Suite aux résultats, une comparaison de la sensibilité des deux capteurs à  $\varepsilon'$ et  $tan\delta$  pourra être alors étudiée.

## b. <u>Effet de la fréquence sur le paramètre de transmission du capteur : 0,5</u> <u>GHz</u>

#### i. Variation de la position de l'antenne 2

Nous rappelons que l'antenne optimisée aux alentours de 0,5 GHz possède une longueur L égale à 80 mm, une largeur W égale à 5 mm et est alimentée à 22 mm du centre. Son diagramme de rayonnement est présenté sur la Figure IV-12.


Figure IV-12. Diagramme de rayonnement obtenu à 0,52 GHz avec cette antenne dans  $\varepsilon' = 35$  et  $tan\delta = 0, 1$  (Rouge : Plan H ; Mauve : Plan E).

Comme dans le cas de l'antenne à 1,3 GHz, l'antenne rayonne toujours pour des angles importants, précisément pour  $\theta = 75^{\circ}/-75^{\circ}$  avec une amélioration du gain maximal de 5,5 dBi (G<sub>max</sub> = -7 dBi) par rapport à l'antenne à 1,3 GHz ( $G_{max} = -12,5 dBi$ ). Par conséquent, un changement de position (h fixe à 4 cm et d variable) de la deuxième antenne est nécessaire pour pouvoir obtenir la meilleure transmission possible.

La Figure IV-13 présente la variation du paramètre  $S_{12}$  en fonction de la fréquence pour différentes positions de la deuxième antenne en considérant h égale à 4 cm.



Figure IV-13. Variation du paramètre  $S_{12}$  en fonction de la fréquence pour différentes positions de la deuxième antenne, en faisant varier d considérant h = 4 cm.

Dans ce cas, l'augmentation de d, en d'autres termes, l'augmentation de  $\theta$  détériore le niveau de transmission contrairement à ce qui est attendu. Ce résultat est expliqué par l'augmentation de la distance entre les deux antennes entraînant une augmentation du facteur des pertes ( $L_p$  passe de 15 dB pour  $d = 4 \ cm$  à 22 dB pour  $d = 8,1 \ cm$ ). D'où, la meilleure transmission est obtenue  $\theta = 0^\circ d = h = 4 \ cm$  : un niveau  $S_{12}$  de -13 dB est obtenu. Cette amélioration du niveau de

#### Développement d'une fonction hyperfréquence en transmission | R.Mansour

transmission (par rapport au capteur à 1,3 GHz) est alors expliquée avec le bilan de liaison sachant que le capteur optimisé à 0,5 GHz présente un meilleur gain et un facteur de pertes plus faible. De même, nous avons observé les résultats des coefficients de réflexion obtenus présentés sur la Figure IV-14.



Figure IV-14. Variation du paramètre  $S_{11}$  en fonction de la position de la deuxième antenne pour h = 4 cm. Cette figure montre que les résultats trouvés dans le chapitre précédent restent aussi valides dans ce chapitre puisque l'adaptation de l'antenne est toujours présente ( $S_{11} = -25 \ dB$ ).

#### ii. Sensibilité du paramètre de transmission du capteur à la constante diélectrique S<sub>c</sub>

Dans cette partie, nous étudions l'effet de la variation de la constante diélectrique du milieu sur la réponse en transmission. Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure IV-15.



Figure IV-15. a) Variation du paramètre de transmission en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de constante diélectrique du milieu, b) Variation de la fréquence de résonance et du coefficient de transmission en fonction de la constante diélectrique.

Une variation linéaire entre la fréquence de résonance et la constante diélectrique est toujours présente mais avec une sensibilité ( $S_{\varepsilon'} = 0,0056 \ GHz$ ) trois fois moins importante que dans le cas d'une antenne optimisée à 1,3 GHz ( $S_{\varepsilon'} = 0,0160 \ GHz$ ). Cette sensibilité est la même que celle trouvée avec les résultats des coefficients de réflexion de ce capteur présentés sur la Figure IV-16 (ces figures vérifient également la validité des résultats du chapitre III applicables dans le chapitre présent).



Figure IV-16. a) Variation du paramètre de réflexion S<sub>11</sub> en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de constante diélectrique du milieu, b) Variation de la fréquence de résonance et du coefficient de réflexion en fonction de la constante diélectrique.

En plus, sachant que le niveau de transmission varie faiblement, entre -12 et -14 dB, pour une variation de 20 de  $\varepsilon'$  (25 à 45), nous pouvons quand même le considérer stable. Cette stabilité s'explique par le facteur des pertes qui reste égale à  $L_p = 15 \ dB$  avec la variation de la constante diélectrique. Cette stabilité n'est pas observée avec le coefficient de réflexion  $S_{11}$ .

#### iii. Sensibilité du paramètre de transmission du capteur à la tangente des pertes S<sub>tans</sub>

Nous avons également étudié l'effet de la variation de la tangente des pertes du milieu sur la réponse en transmission. Les résultats sont présentés sur la Figure IV-17. Nous observons le même comportement que précédemment : l'augmentation des pertes entraîne une détérioration de façon linéaire du niveau de transmission  $S_{12}$  avec une sensibilité  $S''_{tan\delta}$  de 45 qui est plus faible que dans le cas de l'antenne à 1,3 GHz où  $S''_{tan\delta}$  est de 59.



Figure IV-17. a) Variation du paramètre de transmission en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de tangente des pertes du milieu, b) Variation de la fréquence de résonance et du coefficient de transmission en fonction de la tangente des pertes du milieu.

Par contre, en réflexion (Figure IV-18), nous remarquons que le niveau de réflexion s'améliore avec l'augmentation des pertes de 0,05 à 0,1 et puis se détériore à partir de cette dernière. Ainsi, la linéarité entre le niveau de réflexion et la tangente des pertes n'est plus présente.



Figure IV-18. a) Variation du paramètre de réflexion en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de tangente des pertes du milieu, b) Variation de la fréquence de résonance et du coefficient de réflexion en fonction de la tangente des pertes du milieu.

#### Synthèse des parties I.1.a et b

Les deux parties précédentes ont montré que l'étude en transmission présente un intérêt puisque le niveau de transmission permet de remonter directement au niveau des pertes présentes dans le milieu. Connaissant ce niveau, nous pouvons déterminer la constante diélectrique avec la fréquence de résonance obtenue en réflexion. Après avoir étudié des capteurs conçus sur du substrat FR4 à 1,3 GHz et à 0,5 GHz, en transmission, une comparaison en terme de  $S_{\varepsilon'}$ ,  $S''_{tan\delta}$  et de niveau de transmission, est présentée dans le Tableau IV-1.

Fréquence	1,3 GHz	0,5 GHz
S <sub>12</sub> (dB)	-21	-13
$S_{\varepsilon'} = \frac{\Delta F}{\Delta \varepsilon'} (GHz)$	0,0160	0,0056
$S^{\prime\prime}_{tan\delta} = \frac{\Delta S_{12}}{\Delta tan\delta} (dB)$	59	45

Tableau IV-1. Tableau comparatif des niveaux de transmission, des valeurs de sensibilité à la variation de  $\varepsilon'$ du milieu et à la variation de *tan* $\delta$  du milieu par chaque paire d'antennes.

Le meilleur niveau de transmission  $S_{12}$  est obtenu avec le capteur à 0,5 GHz. Par contre, les sensibilités  $S_{\varepsilon'}$  et  $S''_{tan\delta}$  présentent de meilleures valeurs avec le capteur à 1,3 GHz. Par conséquent, sachant que notre étude est basée principalement autour d'un capteur sensible à une variation de  $\varepsilon'$  ( $S_{\varepsilon'}$  forte) ayant un niveau de transmission sensible à la quantité des pertes ( $S''_{tan\delta}$  forte) permettant de bien déterminer le niveau des pertes présent dans le milieu, le capteur à 1,3 GHz est mieux adaptée à nos critères.

Nous avons également testé la transmission avec les antennes déjà conçues au chapitre III sur le substrat BaTiO<sub>3</sub> (1,3 GHz et 0,5 GHz) et sur le substrat de mousse de polyuréthane (0,5 GHz) mais nous avons fait le choix de ne pas les présenter puisque, comme déjà montré dans le chapitre précédent, la sensibilité  $S_{\varepsilon'}$  est faible. Pourtant, comme le capteur sur du FR4 à 0,5 GHz, les capteurs avec du substrat BaTiO<sub>3</sub> ont montré des niveaux de transmissions élevés et donc peuvent être intéressants pour des applications différentes d'une mesure de masse volumique.

En conclusion, le capteur optimisé sur du FR4 à 1,3 GHz sera conçu et étudié expérimentalement dans des mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée même si le niveau de transmission est faible, ce dernier reste mesurable à l'aide d'un analyseur de réseau vectoriel. Par contre, l'étude en transmission avec ce capteur dans des mélanges de kaolinite et d'eau salée n'est pas possible à cause de l'augmentation énorme du facteur des pertes ( $L_p = 40 \ dB$  pour  $tan\delta = 0,6$ ) et la détérioration complète du gain de l'antenne.

### 2- Mesures expérimentales

#### a. <u>Sensibilité des paramètres S du capteur à la masse volumique d</u>

D'après les résultats des simulations, nous avons fabriqué deux antennes optimisées sur du substrat FR4 à 1,3 GHz et nous les avons placées en face à face à une distance d = 4,8 cm et h = 4 cm. La Figure IV-19.a illustre le dispositif expérimental avec les deux antennes utilisées. La Figure IV-19.b présente le système plongé dans un mélange de kaolinite et d'eau dé-ionisée où les deux antennes sont connectées à un analyseur de réseau vectoriel (ARV).



Figure IV-19. a) Photo illustrant le système de deux antennes utilisées en transmission, b) Photo montrant le système relié à un analyseur ARV et plongé dans le sédiment.

La Figure IV-20 présente les variations des paramètres de réflexion  $S_{11}$  et  $S_{22}$  mesurés respectivement en fonction de la fréquence pour différentes masses volumiques de kaolinite/eau dé-ionisée allant de 1,537 à 1,683 g/cm<sup>3</sup>. Une diminution de la masse volumique entraîne un décalage fréquentiel vers les basses fréquences ainsi qu'une variation du niveau  $S_{11}$  est observée à cause de la procédure d'optimisation. Le minimum du niveau  $S_{11}$  est atteint pour d =1,683 g/cm<sup>3</sup> (-23 dB), ce qui correspond, d'après les résultats de caractérisation dans le chapitre 2, à une valeur de  $\varepsilon'$  proche de 34.



Figure IV-20. Variation du paramètre de réflexion mesuré de a) l'antenne 1 et b) l'antenne 2 en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de masse volumique des différents mélanges de kaolinite et d'eau déionisée.

La Figure IV-21 montre la variation de la fréquence de résonance obtenue en réflexion en fonction de la masse volumique. Nous constatons une variation linéaire entre ces deux paramètres pour les deux antennes avec la même pente.



Figure IV-21. Variation de la fréquence de résonance en fonction de la masse volumique des différents mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée pour les deux antennes.

En transmission, la Figure IV-22 présente la variation des paramètres de transmission  $S_{12}$  et  $S_{21}$ en fonction de la fréquence pour différents mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée.



Figure IV-22. Variation des paramètres de transmission mesurés a)  $S_{12}$  et b)  $S_{21}$  en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de masse volumique des différents mélanges.

Nous remarquons que le niveau obtenu est proche du niveau observé dans les résultats de simulations (aux alentours de -20 dB) et reste stable avec la variation de la constante diélectrique du milieu. Par contre, le pic de résonance n'est observable qu'avec les deux premiers mélanges  $(d = 1,683 \text{ g/cm}^3 \text{ et } d = 1,640 \text{ g/cm}^3)$  et le décalage fréquentiel n'est pas visible comme en réflexion. D'après les simulations, le décalage devra apparaître de la même façon en transmission qu'en réflexion. Afin de pouvoir mieux observer les résultats, nous avons tracé sur un même graphique (Figure IV-23) les coefficients de réflexion et de transmission pour la masse volumique  $d = 1,683 \text{ g/cm}^3$ . Nous remarquons que la fréquence de résonance en transmission est décalée par rapport aux fréquences de résonances en réflexion. Ceci peut être expliqué par le pic large obtenue en transmission par rapport à la réflexion.



Figure IV-23. Variation des paramètres de transmission et de réflexion mesurés en fonction de la fréquence pour la masse volumique  $d = 1,683 \ g/cm^3$ .

D'après les résultats de simulations, le niveau de transmission est directement lié aux pertes. Afin de confirmer cela, nous allons faire varier la concentration d'ions c dans la suite et observer le niveau de transmission  $S_{12}$ .

#### b. Sensibilité du paramètre de transmission à la concentration d'ions c :

Nous avons choisi le mélange ayant une masse volumique  $d = 1,602 \ g/cm^3$  et nous avons fait varier la concentration c. La Figure IV-24 présente la variation des paramètres de réflexion  $S_{11}$  et  $S_{22}$  respectivement en fonction de la fréquence pour différentes concentrations d'ions NaCl.



Figure IV-24. Variation du paramètre de réflexion mesuré de a) l'antenne 1 et b) l'antenne 2 en fonction de la fréquence pour différentes concentrations d'ions c.

Sur ces deux figures, et comme déjà montré dans le chapitre III, l'incorporation des ions dans les sédiments entraîne un décalage fréquentiel clair vers les hautes fréquences associé à la diminution de  $\varepsilon'$  ainsi qu'une détérioration du niveau de réflexion. La masse volumique dépend à la fois de la

concentration d'ions et de la fréquence de résonance obtenue. Dans le chapitre précédent, nous avons montré que la concentration d'ions NaCl peut être obtenue avec le niveau  $S_{11}$  à basse fréquence, hors fréquence de résonance ( $|S_{11}| = 4, 2e^{-c} - 5, 56$ ).

La Figure IV-25.a montre la variation du paramètre de transmission de l'onde  $S_{12}$  en fonction de la fréquence pour différentes concentrations d'ions. Pour une même masse volumique, nous remarquons que le niveau de transmission se détériore avec l'augmentation des ions.



Figure IV-25.a) Variation du paramètre de transmission mesuré en fonction de la fréquence pour différentes concentrations c et pour une même masse volumique, b) Variation du niveau S<sub>12</sub> en fonction de la fréquence pour différentes concentrations d'ions c à 1,3 GHz.

En traçant la variation du niveau de transmission en fonction de la concentration d'ions c, comme montre la Figure IV-25.b, nous remarquons qu'il existe une relation linéaire entre ces deux paramètres. Par conséquent, nous pouvons également déterminer directement la concentration d'ions c grâce au niveau  $S_{12}$  obtenu avec l'équation suivante :

$$|S_{12}| = -14,56c - 22$$
 Équation IV-5

#### Synthèse des parties I.2.a et b

Les mesures expérimentales ont montré que la détermination de la masse volumique nécessite, à la fois, la concentration d'ions du milieu et la fréquence de résonance. Avec l'étude en transmission, nous avons montré qu'il existe une deuxième façon pour remonter à la concentration d'ions dans le milieu, supplémentaire à celle présentée dans le chapitre précédent, basée sur le niveau de transmission trouvé (Équation IV-5). Après avoir mesuré la concentration d'ions, nous pouvons déduire la masse volumique *d* et la conductivité électrique du milieu à l'aide des Équation III-7 et Équation *III-8* (chapitre III).

# c. <u>Application : détection d'un matériau de faible constante diélectrique</u> <u>entre les deux antennes</u>

La sensibilité du capteur à la présence d'un objet/obstacle de faible constante diélectrique a été également étudiée afin de savoir si la transmission permet de sonder un grand volume. Nous avons placé différents types de matériau entre les deux antennes. Dans un premier temps, nous avons inséré un échantillon en téflon ( $\varepsilon'_{teflon} = 2,1$  et  $tan\delta_{teflon} = 0,0001$ ) ayant les dimensions 7 cm × 3 cm × 0,41 cm au milieu des deux antennes. La Figure IV-26 présente l'échantillon avant de le positionner au milieu entre les deux antennes.



Figure IV-26. Échantillon en Téflon (PTFE) à positionner au milieu des deux antennes.

La Figure IV-27 présente la variation des paramètres de réflexion  $S_{11}$  et  $S_{22}$  respectivement et le paramètre de transmission  $S_{12}$  en fonction de la fréquence après l'insertion de l'échantillon.



Figure IV-27. Variation des paramètres de réflexion a)  $S_{11}$  et b)  $S_{22}$  respectivement et c) le paramètre de transmission  $S_{12}$  en fonction de la fréquence après l'insertion d'un échantillon en téflon (PTFE).

Nous remarquons que l'insertion d'un objet a une très légère désadaptation sur les paramètres  $S_{11}$  et  $S_{22}$ . Ceci est expliqué par le fait qu'en réflexion, l'onde est réfléchie à l'interface substrat/milieu. Ce n'est pas le cas pour la réponse en transmission où une détérioration significative du niveau de transmission  $S_{12}$  est observée montrant ainsi la présence d'un objet. A titre d'exemple, la présence de poches de gaz dans les sédiments marins peut être détectée en transmission et non pas en réflexion.

Afin d'étudier la reproductibilité des résultats obtenus, nous avons repris la même démarche avec un autre type de matériau. Nous avons utilisé une mousse de polyuréthane ( $\varepsilon'_{mousse} =$ 1,03 et  $tan\delta_{mousse} = 0,00015$ ) ayant les dimensions 7  $cm \times 3 cm \times 0,28 cm$ . La Figure IV-28 présente respectivement la variation des paramètres de réflexion  $S_{11}$  et  $S_{22}$  et celui de transmission  $S_{12}$  en fonction de la fréquence après l'insertion de l'échantillon en mousse. Le même comportement est observé confirmant bien que l'objet est détecté uniquement en transmission et pas en réflexion. D'où la nécessité de faire la transmission avec la réflexion.



Figure IV-28. Variation des paramètres de réflexion mesurés a)  $S_{11}$ , b)  $S_{22}$  et c) le paramètre de transmission  $S_{12}$  en fonction de la fréquence après l'insertion d'un échantillon en mousse de pur polyuréthane.

# **Conclusion**

Le but de ce chapitre était d'étudier la transmission avec la réflexion afin de sonder un volume important et d'avoir accès à un paramètre supplémentaire pour la détermination de la masse volumique du milieu, représenté par le paramètre de transmission  $S_{12}$ . D'abord, après avoir effectuées plusieurs simulations de transmission avec les antennes optimisées dans le chapitre III, une comparaison détaillée nous a permis de choisir le capteur optimisé à 1,3 GHz sur un substrat FR4. Les résultats de simulation ont montré que la constante diélectrique du milieu dépend à la fois de la fréquence de résonance et du niveau des pertes. Ce dernier peut être directement trouvé avec le niveau du paramètre de transmission  $S_{12}$ . Ensuite, avec la fréquence de résonance en réflexion (pic plus résolu qu'en transmission), la constante diélectrique (directement liée à la masse volumique) peut être obtenue. Nous avons pu confirmer cela expérimentalement, où nous avons montré que le paramètre de transmission permet de déterminer la concentration des ions et la masse volumique pourra être ensuite mesurée à partir des Équation III-7 et Équation III-8 (chapitre III). Ensuite, après avoir placé un objet entre les deux bras de la fourche (entre les antennes), nous avons trouvé que cet objet est facilement détecté en transmission et non pas en réflexion. Ceci montre que la transmission est capable de fournir des informations sur un volume important par rapport à la réflexion.

# **Références**

- H. T. Friis, «A Note on a Simple Transmission Formula », Proceedings of the IRE, vol. 34, nº 5, p. 254-256, 1946.
- [2] H. Huang, J. Shi, F. Wang, D. Zhang, et D. Zhang, « Theoretical and Experimental Studies on the Signal Propagation in Soil for Wireless Underground Sensor Networks », Sensors, vol. 20, nº 9, p. 2580, 2020.
- [3] I. F. Akyildiz, Z. Sun, et M. C. Vuran, « Signal propagation techniques for wireless underground communication networks », Physical Communication, vol. 2, nº 3, p. 167-183, 2009.
- [4] J. Tang et F. P. Resurreccion, « Electromagnetic basis of microwave heating », in Development of Packaging and Products for Use in Microwave Ovens, Éd. Woodhead Publishing, p. 3-38e, 2009.

Conclusion générale

L'objectif de cette thèse est d'effectuer un sondage électromagnétique, *in situ*, des sédiments sous-marins en eau profonde pour déterminer leur densité. Cette étude est basée sur l'utilisation d'un capteur hyperfréquence constitué d'une paire d'antennes patch, robustes, de petite taille qui sera positionnée sur la fourche du pénétromètre Penfeld développé par IFREMER.

Dans le premier chapitre, une étude bibliographique sur les différents types de pénétromètres existants a été présentée. Nous avons montré que la plupart des pénétromètres sont dédiés à effectuer des mesures géotechniques des sols sous-marins. Penfeld est un des rares pénétromètres permettant d'effectuer des mesures géophysiques et plus précisément des mesures de la densité par gammamétrie ou par l'acoustique. Par contre, sachant que l'utilisation d'une source radioactive n'est pas recommandée, nous avons eu recours à la conception d'un nouveau capteur pour la remplacer. Après avoir fait un état de l'art exhaustif sur les différentes méthodes de caractérisation de la densité, notre choix s'est porté sur un capteur hyperfréquence à bases d'antennes.

Dans le deuxième chapitre, l'optimisation et la conception du capteur nécessitait une caractérisation des propriétés diélectriques et de la conductivité électrique des sédiments modèles et réels à l'aide d'une sonde coaxiale et un conductimètre. Les sédiments modèles ont été classés selon deux catégories :

- Mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée : les résultats de caractérisation ont montré que le meilleur endroit pour optimiser le capteur était sur la plage fréquentielle (0,5 GHz 2 GHz) où nous avons trouvé une constante diélectrique de 35 et une tangente des pertes de 0,1.
- 2- Mélanges de kaolinite et d'eau salée à 3% : les résultats de caractérisation ont montré que l'optimisation du capteur devra être effectuée autour de 2 GHz où la constante diélectrique trouvée était toujours de 35 mais la tangente des pertes est passé à 0,6.

La caractérisation des sédiments réels prélevés de la Méditerranée et de la Nouvelle Guinée a montré des résultats similaires à ceux obtenus avec les mélanges de kaolinite et d'eau salée.

Le troisième chapitre était dédié à une étude en réflexion du capteur en utilisant une seule antenne patch alimentée par un câble coaxial. Après avoir simulé plusieurs antennes sur différents types de substrats et à différentes fréquences de travail, nous avons trouvé que l'antenne sur un substrat FR4 résonant à 1,3 GHz est la meilleure. Cette antenne a été testée avec succès dans des mélanges de kaolinite et d'eau dé-ionisée et les résultats ont montré que la masse volumique est

#### Conclusion générale | R.Mansour

linéairement liée à la fréquence de résonance de l'antenne uniquement. Par contre, avec l'ajout des ions, l'obtention de la masse volumique nécessitait la considération de la fréquence de résonance ainsi que le niveau de réflexion à basse fréquence (hors fréquence de résonance). Concernant les mélanges de kaolinite et d'eau salée à 3%, l'optimisation de l'antenne autour de 2 GHz nécessitait le rajout d'une couche de protection de faible constante diélectrique et d'épaisseur de 2 mm. Les mesures expérimentales effectuées avec cette antenne nous a permis d'établir une relation linéaire entre la fréquence de résonance et la masse volumique du milieu.

Le quatrième chapitre a montré que l'étude de la transmission tout en positionnant deux antennes patch face à face peut présenter des informations supplémentaires par rapport à une étude en réflexion seule. Cette étude propose alors une deuxième version du capteur en introduisant un nouveau paramètre un nouveau paramètre représenté par le paramètre de transmission  $S_{12}/S_{21}$ . Les résultats de simulation ont montré que la conception du capteur sur du substrat FR4 à 1,3 GHz était toujours la meilleure. Expérimentalement, le capteur a montré que la masse volumique est obtenue avec le niveau du paramètre de transmission, directement relié à la concentration d'ions, et la fréquence de résonance en réflexion. L'étude en transmission a montré que le capteur sonde un volume important puisqu'il a pu détecter la présence d'un objet entre les deux antennes.

Enfin, d'après l'ensemble des résultats présentés tout au long des quatre chapitres précédents, nous confirmons la faisabilité de notre capteur. La version proposée correspond bien à l'application visée imposant l'utilisation de la fourche du pénétromètre Penfeld. En s'éloignant des exigences que nous avons par rapport à la fourche, le réseau d'antennes peut être une solution alternative importante pour le sondage des sédiments. Le gain énorme obtenu avec ce dernier permettra d'obtenir une amélioration importante au niveau du paramètre de transmission et pourra alors offrir des résultats importants dans les sédiments réels malgré les fortes pertes présentes dans le milieu.

# Annexes

### Annexe A1

### a. <u>Pénétromètres Statiques</u>

#### i. Outil géotechnique en fonds marins (GOST)

GOST (*Geotechnical offshore seabed tool*) [1] est un pénétromètre utilisant un cône avec une surface de projection de 5 cm<sup>2</sup>. Par rapport aux cônes traditionnels ayant des surfaces de projection de 10 cm<sup>2</sup>, il est considéré beaucoup plus précis et sensible par rapport aux changements rapides des sols en couches minces grâce à une résolution verticale importante. GOST est capable de s'enfoncer jusqu'à 4000 m dans l'eau. Pendant les levées continues, l'outil est légèrement soulevé du fond marin et positionné sur le prochain site ciblé. La Figure A-1 illustre la procédure.



Figure A-1. Levés continus du pénétromètre.

La Figure A-2 montre le pénétromètre GOST qui est composé d'un châssis, d'un ballast, d'une unité de commande, communication et alimentation et finalement d'un système hydraulique. Il comporte également une tige qui peut s'enfoncer à une profondeur de 30 m dans le sol sous-marin avec une force de pénétration maximale égale à 2 kN. Le cône a la capacité de pénétrer à une vitesse de 3 cm/s. En pénétrant, il mesure la résistance à la pointe, le frottement latéral, la pression interstitielle, l'accélération et inclinaison dans les directions x,y,z.



Figure A-2. Déploiement du pénétromètre GOST.

#### <u> Annexes | R.Mansour</u>

#### ii. Foreuse portable Piloté (PROD)

PROD (*Portable Remoted Operated Drill*) [2], [3], est alimenté et contrôlé à partir d'un navire *via* un cordon ombilical. La Figure A-3 présente le pénétromètre. PROD peut basculer entre le forage au diamant rotatif, l'échantillonnage de sédiments à pistons ou les tests CPT *in situ*. Concernant les tests CPT, PROD comporte un pénétromètre à piézocône standard 10 cm<sup>2</sup> (CPT). Le CPT peut être plongé jusqu'à 2 000 m de profondeur dans l'eau et peut pénétrer le sol à des profondeurs supérieures à 50 m. Le système mesure en temps réel la pression à l'extrémité du cône, le frottement et la pression d'eau interstitielle. Le système PROD CPT se compose d'une sonde standard de 1 m de long et d'une tige poussoir de 36 mm de diamètre, fixées à une tige de forage PROD. Afin de permettre la redondance des outils et d'accroître la capacité opérationnelle, plusieurs sondes CPT peuvent être déployées conjointement avec des outils d'échantillonnage.



Figure A-3. Photo du système PROD.

#### iii. <u>SEACALF</u>

Le système SEACALF [4], [5], présenté sur la Figure A-4, est capable d'effectuer des essais continus du CPT et peut s'enfoncer jusqu'à 40 m de profondeur sous le fond marin si le sol le permet. Il peut être immergé jusqu'à des profondeurs d'eau de 2500 m et est principalement utilisé pour l'étude géotechnique du site, pour les structures de fonds marins, les plates-formes de forçage autoélévatrices... L'unité d'entraînement utilise deux ou quatre roues hydrauliques exerçant une pression, à une vitesse contrôlée, contre une tige de sondage (corde) à l'aide de vérins hydrauliques. La tige est équipée d'un cône muni de deux jauges de déformation fournissant une indication continue et simultanée des éléments suivants : résistance de la pointe et le frottement latéral.



Figure A-4. Schéma illustrant le système SEACALF.

### b. <u>Pénétromètres dynamiques</u>

#### i. <u>Pénétromètre Doppler Extensible (XDP)</u>

Le pénétromètre Doppler extensible (XDP : *Expandable Doppler Penetrometer*) [6], présenté sur la Figure A-5, est un dispositif hydrodynamique, remplit de plomb, destiné à déterminer la résistance des sédiments pour l'évaluation des installations d'ancrage.



Figure A-5. Schéma du dispositif XDP.

Le dispositif a une masse de 173 kg, un diamètre de 90 mm et une longueur de 2,45 m. Le pénétromètre s'enfonce à travers la colonne d'eau et atteint des vitesses d'impact allant jusqu'à 30 m/s. Il émet un son à une fréquence précise. Grâce au changement de fréquence, il est possible de calculer la vitesse de pénétration.

#### ii. <u>Pénétromètre NIMROD</u>

Le pénétromètre Nimrod [7]–[9], illustré sur la Figure A-6, beaucoup moins lourd que le FFCPT, possède une masse de 13 Kg et une longueur de 0,81 mètres. Son centre de masse est

#### <u>Annexes | R.Mansour</u>

représenté par la pointe. Il est déployé par chute libre. Il peut arriver à une profondeur d'eau de 200 m. Il atteint des vitesses d'impact maximales de 13 m/s dans les eaux peu profondes, de 2 m/s dans les eaux profondes et de 3 m/s lorsqu'il est déployé près du fond de la mer. La vitesse d'impact dépend de la hauteur de la chute, des conditions hydrodynamiques et de la traînée du câble de récupération. Le système pénètre jusqu'à 3 m dans des sédiments très mous et boueux. Les profondeurs de pénétration habituelles se situent entre 0,05 et 0,24 m (sable dense) et jusqu'à 0,34 m (sable carboné). NIMROD enregistre l'accélération avec différentes sensibilités, la température et la pression d'eau. La pointe est interchangeable et de formes différentes (60 cônes, cylindre, hémisphérique). Les données d'accélération servent à déterminer la profondeur de pénétration et la vitesse d'impact.



Figure A-6. Figure montrant le pénétromètre Nimrod.

Ces types de pénétromètres dynamiques mesurent la décélération afin de calculer la résistance de sol (force de résistance de sol  $F_{sr}$ ) et la capacité de charge  $q_u$ .

#### iii. Lirmètre retardateur d'insertion de lance

Un nouveau pénétromètre dynamique a été développé à MARUM, sous le nom de LIRmeter (*Lance Insertion Retardation* Meter) [10]. Il a une masse de 400 kg dans l'eau, sa tige seule pèse 300 kg. Comme illustré sur la Figure A-7, sa longueur, de 4 m, représente la profondeur à laquelle il peut pénétrer dans le sol. Ce pénétromètre possède également une pointe conique remplaçable dont son diamètre est plus grand que le diamètre de la tige. La tige et la pointe sont fabriquées en acier inoxydables. LIRmeter comporte trois tubes de montage renfermant les circuits électroniques. Pour pouvoir pénétrer plus profondément, il existe des masses jusqu'à 200 kg qui peuvent être insérées entre les tubes. Ce pénétromètre est déployé par treuil abaissé avec une vitesse de 1,5-2 m/s. Il mesure la décélération en fonction de la profondeur de pénétration ainsi que d'autres paramètres secondaires (température, inclinaison, pression interstitielle, ...).



Figure A-7. Figure illustrant le pénétromètre LIRmeter à MARUM.

#### iv. Marine Sediment Penetrometer (MSP)

En 1970, dans les laboratoires Sandia en Amérique en collaboration avec l'université de Texas A & M, deux pénétromètres ont été développés pour étudier les sédiments marins [11]. L'objectif final étant toujours la mesure de la décélération du pénétromètre en fonction de la profondeur de pénétration pour conclure sur la résistance du sol. Le premier pénétromètre développé à cette époque, appelé MSP-1, possédait une masse de 45 kg, une longueur de 1,27 m et un diamètre de 7,62 cm. Au niveau de l'extrémité arrière, trois accéléromètres axiaux sont présents pour mesurer la décélération, ainsi que d'autres composants nécessaires pour le conditionnement du signal. Son déploiement est en chute libre. Il a une vitesse d'impact moyenne égale à 15m/s et une pénétration moyenne de 4 mètres. Par contre, le deuxième pénétromètre, le MSP-2 pesant 47 kg, a été développé pour atteindre une meilleur vitesse moyenne arrivant jusqu'à 30 m/s, afin d'avoir des pénétrations plus profondes, arrivant jusqu'à 10 mètres. La Figure A-8, montre un schéma illustratif présentant les différentes dimensions de ce pénétromètre (une longueur de 1,52 mètre et un diamètre de 7,62 cm).



Figure A-8. Le pénétromètre MSP-2.

Le Tableau A-1 présente un tableau comparatif des différents types de pénétromètres.

Pénétromèti	res	Paramètres géotechniques mesurés	Paramètres géophysiques déduits	Fourche
	a. Penfeld	-Résistance à la pointe -Frottements latéraux -Pression d'eau interstitielle -Inclinaison - Température	-Densité (Gammamétrie + acoustique)	OUI
1. Statique	b. GOST	-Résistance à la pointe -Frottements latéraux -Pression interstitielle -Accélération -Inclinaison	х	NON
	c. PROD	-Pression à l'extrémité du cône -Frottements latéraux -Pression interstitielle	Х	NON
	d. Seacalf	-Résistance à la pointe -Frottements latéraux	Х	NON
	a. XDP	-Résistance des sédiments	Х	
	b. FFCPT	-Accélération -Résistance du cône -Frottement latéral du manchon -Pression interstitielle	-Concentration des sédiments en suspension (Optique : OBS)	
2. Dynamique	c. NIMROD	-Accélération -Température -Pression d'eau	Х	NON
	d. LIRmeter	-Accélération -Température -Pression d'eau -Inclinaison	Х	
	e. MSP	-Résistance du sol	Х	

Tableau A-1. Tableau récapitulatif des différents paramètres mesurés et déduits par les différents pénétromètres existants.

### Annexe A2

#### Sédiments prélevés du bord de la mer au Liban et en France

La caractérisation des sédiments prélevés du bord de la mer au Liban et en France a été effectuée afin d'avoir une idée sur les propriétés diélectriques de ces sédiments et de les comparer aux différents sédiments déjà présentés. Comme déjà discuté, ces sédiments sont de type sableux, d'où les valeurs de la masse volumique obtenues n'étaient pas fiables. Les résultats de caractérisation par sonde coaxiale sont présentés sur la Figure A-9. Les valeurs des constantes diélectriques et des tangentes des pertes à 2 GHz sont présentées dans le Tableau A-2. Nous remarquons que les valeurs sont similaires à celles obtenues précédemment, montrant ainsi que les constantes diélectriques des sédiments varient autour de 35 avec une tangente des pertes autour de 0,6.



Figure A-9. Variation de la permittivité diélectrique a) réelle et b) imaginaire en fonction de la fréquence pour des sédiments prélevés du bord le la mer.

Sédiment	$\epsilon'_{exp}$	tan <b>b</b>
Damour	29,0	0,65
Sour	36,6	0,58
Brest	41,5	0,54

Tableau A-2- Constantes diélectriques et les tangentes des pertes obtenues à 2 GHz.

### **Références**

- [1] M. E. Jorat, T. Mörz, W. Schunn, S. Kreiter, V. Moon, et W. de Lange, «Geotechnical Offshore Seabed Tool (GOST): A new cone penetrometer », in 3rd International Symposium on Cone Penetration Testing, Las Vegas, Nevada, p. 207-2015, 2014.
- M. F. Randolph, C. Gaudin, S. M. Gourvenec, D. J. White, N. Boylan, et M. J. Cassidy, « Recent advances in offshore geotechnics for deep water oil and gas developments », Ocean Engineering, vol. 38, nº 7, p. 818-834, 2011.
- [3] G. Bigot, « Les essais et sondages de pénétration », Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées, Paris, France, p. 112-115, 1997.
- [4] P. L. Tirant, « Seabed Reconnaissance and Offshore Soil Mechanics for the Installation of Petroleum Structures », Edition TECHNIP, 1979.
- [5] H. M. Zuidberg, «Seacalf: A submersible cone-penetrometer rig», Marine Geotechnology, vol. 1, nº 1, p. 15-32, 1975.
- [6] R. M. Beard, « Expendable Doppler penetrometer : interim report », Civil Engineering Laboratory, Naval Construction Battalion Center, 1976.
- [7] N. Stark, A. Kopf, H. Hanff, S. Stegmann, et R. Wilkens, «Geotechnical investigations of sandy seafloors using dynamic penetrometers », in OCEANS 2009. IEEE, p. 1–10, 2009.
- [8] N. Stark, G. Coco, K. R. Bryan, et A. Kopf, «In-Situ Geotechnical Characterization of Mixed-Grain-Size Bedforms Using A Dynamic Penetrometer », Journal of Sedimentary Research, vol. 82, nº 7, p. 540-544, 2012.
- [9] N. Stark et al., « Deployment of a dynamic penetrometer from manned submersibles for fine-scale geomorphology studies: Penetrometer deployment from submersible », Limnology and Oceanography: Methods, vol. 11, nº 10, p. 529-539, 2013.
- [10] S. Stephan, N. Kaul, N. Stark, H. Villinger, et T. Wever, « LIRmeter: a new tool for rapid assessment of sea floor parameters. Bridging the gap between free-fall instruments and framebased CPT », in OCEANS 2011, p. 1–10, 2011.
- [11] J. L. Colp, W. N. Caudle, et C. L. Schuster, « Penetrometer system for measuring in situ properties of marine sediment », in OCEAN 75 Conference, p. 405–411, 1975.

Publications

## **Revues**

 R. Mansour, S. Rioual, B. Lescop, P. Talbot, M. Abboud, W. Farah, G. Tanné 'Development of a resonant microwave sensor for sediment density characterization' Journal of Sensors (2020)

# **Conférences**

- **R. Mansour**, S. Rioual, B. Lescop, P. Talbot, C. Gac, W. Farah, G. Tanné 'Elaboration d'un capteur hyperfréquence pour la mesure de la densité *in situ* des sédiments marins', Journées de Caractérisation de microondes et de matériaux, Toulouse, France (2020).
- R. Mansour, S. Rioual, B. Lescop, P. Talbot, C. Gac, W. Farah, G. Tanné 'Elaboration d'un capteur hyperfréquence pour la mesure de la densité *in situ* des sédiments marins', Huitième conférence plénière biennale du GDR ONDES – CentraleSupélec, Gif-sur-Yvette, France (2019)
- R. Mansour, S. Rioual, B. Lescop, P. Talbot, C. Gac, W. Farah, G. Tanné 'Elaboration d'un capteur hyperfréquence pour la mesure de la densité *in situ* des sédiments marins', Journées Nationales des Microondes, Caen, France (2019)







# **Titre :** Elaboration d'un capteur hyperfréquence pour la mesure *in situ* de la densité des sédiments marins

Mots clés : sédiments, caractérisation diélectrique, densité, hyperfréquence, antenne patch

Résumé : La caractérisation de la densité des sédiments marins est une source essentielle pour l'identification de la nature des sols sous-marins. De nombreuses méthodes ont été utilisées pour la mesure de la densité de ces derniers : radioactives, optiques, acoustiques et hyperfréquences. Suite à une comparaison approfondie entre les différentes méthodes, les méthodes hyperfréquences ont été sélectionnées. Ces dernières sont basées sur la variation des propriétés diélectriques (permittivité complexe) du milieu étudié. Sachant que le but de notre travail est d'intégrer le capteur hyperfréquence sur la fourche du pénétromètre Penfeld qui va pénétrer de 30 m dans le sol à une profondeur d'eau de 6000 m, l'antenne patch

a été choisie. Les mesures expérimentales ont été effectuées sur des échantillons préparés au laboratoire, à base de kaolinite (représentatif des sédiments réels). Après avoir identifié les propriétés diélectriques de ces mélanges à l'aide d'une sonde coaxiale, plusieurs simulations électromagnétiques sur le logiciel Ansys HFSS ont été effectuées afin de concevoir les antennes adaptées à nos mélanges. Les antennes ont été réalisées expérimentalement : les mesures en réflexion et en transmission (fréquence de résonance, niveaux obtenus avec les paramètres S) ont permis de déduire la masse volumique et la conductivité électrique des sédiments.

#### Title : Development of a microwave sensor for in situ measurement of marine sediment density

Keywords : sediments, dielectric characterization, density, microwave, patch antenna

**Abstract** : The characterization of marine sediments density is an essential source for identifying the nature of underwater soils. Many methods have been used to measure sediments density : radioactive, optical, acoustic and microwave. Following a thorough comparison between the different methods, the microwave methods were selected. The latter are based on the variation of the dielectric properties (complex permittivity) of the studied medium. Knowing that the purpose of our work is to integrate our microwave sensor on the Penfeld penetrometer fork that penetrates 30 m into the ground up to water depth of 6000 m, the patch antenna was chosen. Experimental measurements were made on laboratory-prepared samples based on kaolinite (representative of real sediments). After identifying the dielectric properties of these mixtures using a coaxial probe, several electromagnetic simulations on the Ansys HFSS software were performed to design the antennas optimized in our mixtures. The antennas were made experimentally · reflection and transmission measurements (resonance frequency and levels obtained with S parameters) were used to derive the sediment density and electrical conductivity.