



Développement de méthodes RF pour la caractérisation hydrique et l'évaluation non destructive de matériaux cimentaires et d'éco-matériaux cimentaires

Mehdi Ferhat

► To cite this version:

Mehdi Ferhat. Développement de méthodes RF pour la caractérisation hydrique et l'évaluation non destructive de matériaux cimentaires et d'éco-matériaux cimentaires. Autre. Université Paris-Saclay, 2021. Français. NNT : 2021UPAST064 . tel-03356098

HAL Id: tel-03356098

<https://theses.hal.science/tel-03356098>

Submitted on 27 Sep 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.

Développement de méthodes RF pour la caractérisation hydrique et l'évaluation non destructive de matériaux cimentaires et d'éco-matériaux cimentaires

Thèse de doctorat de l'Université Paris-Saclay

École doctorale n° 575, Electrical, optical, bio-physics and
engineering (EOBE)
Spécialité de doctorat : électronique et optoélectronique, nano-
et microtechnologies

Unité de recherche : Laboratoire des Systèmes et Applications
des Technologies de l'Information et de l'Energie - SATIE UMR
CNRS 8029
Réfèrent: ENS Paris-Saclay

Thèse présentée et soutenue à Paris-Saclay, le 07/07/2021, par

Mehdi Ferhat

Composition du jury:

Pierre-Yves Joubert Professeur, Université Paris Saclay	Président
Stéphane Holé Professeur, Sorbonne Université	Rapporteur
Pierre Sabouroux Maître de conférences, Université Aix-Marseille	Rapporteur
Sylvie Lesoille Ingénieure, HDR, Sodern	Examinatrice
Géraldine Villain Chercheuse, ingénieure, HDR, Université Gustave Eiffel	Examinatrice
Frédéric Taillade Chercheur sénior, EDF	Invité
Eric Vourc'h Maître de conférences, ENS Paris-Saclay	Directeur de thèse
Franck Daout Maître de conférences, Université Paris-Nanterre	Encadrant

Titre: Développement de méthodes RF pour la caractérisation hydrique et l'évaluation non destructive de matériaux cimentaires et d'éco-matériaux cimentaires.

Mots clés: Contrôle non-destructif, capteurs, microondes, permittivité diélectrique, matériaux cimentaires, teneur en eau, hydratation.

Résumé: Cette thèse porte sur le développement de méthodes électromagnétiques RF en vue de caractériser les propriétés hydriques de matériaux cimentaires et en particulier d'éco-matériaux. Un objectif sous-tendu par des enjeux pour le bâtiment et le génie civil. En effet, les performances et les propriétés mécaniques de ces matériaux sont liées à leurs caractéristiques hydriques, d'où le besoin de les mesurer, soit pour la connaissance des matériaux, soit pour des applications sur site (contrôle santé intégré ou autres). Face à ces enjeux, les mesures diélectriques RF ont l'intérêt d'être sensibles à l'humidité, grâce au fort contraste entre la permittivité diélectrique de l'eau et celle des autres constituants du matériau, et d'autre part de permettre des dispositifs non destructifs ou non invasifs. Cette thèse s'intéresse d'abord au béton de chanvre (BDC), un éco-matériau, caractérisé par une grande porosité, utilisé dans les bâtiments à des fins de régulation climatique (notamment hydrique). Nous avons caractérisé son spectre diélectrique couplé au cycle hydrique (adsorption-désorption) au moyen de mesures de paramètres S en cellule RF sur la bande [1,72 – 2,61] GHz et d'un algorithme d'inversion basé sur un modèle analytique. Nous avons étudié les incertitudes des mesures RF et celles du spectre diélectrique estimé, qui se sont révélées faibles ; ainsi que la dispersion entre plusieurs échantillons de BDC. Dans un second temps, nous avons utilisé ces données de permittivité diélectrique, dont les variations sur le cycle de sorption du BDC sont significatives,

pour concevoir des capteurs hydriques non invasifs opérant vers 2,4 GHz. Il s'agit d'antennes en circuits imprimés utilisées comme sondes de réflectométrie. A ces fréquences, leur surface leur permet d'interagir avec le volume élémentaire représentatif du BDC. Plusieurs capteurs ont été fabriqués et caractérisés. Ils présentent une bonne linéarité et une bonne sensibilité de la fréquence de résonance à la teneur en eau du matériau. Outre ces capteurs non invasifs, nous avons conçu et réalisé un dispositif à base de résonateurs en anneaux destiné à des mesures localisées d'humidité au sein d'un mur de BDC. Ceci en vue d'étudier son effet tampon hydrique. Les simulations réalisées et la caractérisation des capteurs sont encourageantes. Dans une dernière partie nous nous sommes intéressés à un matériau cimentaire classique, à savoir un mortier : mélange de ciment, de sable et d'eau, pour lequel nous proposons une approche RF de suivi d'hydratation (réaction chimique entre le ciment et l'eau). Celle-ci repose sur une mesure de la permittivité diélectrique du mortier au moyen d'une sonde à effet de bout et sur une modélisation diélectrique basée sur des lois de mélange, combinant fractions volumiques (évoluant au cours de l'hydratation) et permittivités diélectriques des constituants en présence. L'étude expérimentale, menée pour un dosage de mortier, montre une bonne sensibilité des mesures RF à l'hydratation du milieu avec des résultats cohérents avec les phénomènes en jeu au long de la réaction.

Title: Development of RF methods for moisture characterization and non-destructive evaluation of cementitious materials and eco-cementitious materials.

Keywords: Non destructive evaluation, sensors, microwaves, dielectric permittivity, cementitious materials, water content, hydration.

Abstract: This research work focuses on the development of RF electromagnetic methods with a view to characterize the hydric properties of some cementitious materials, in particular eco-materials. A goal related to issues regarding building and civil engineering applications. Indeed, the performance and the mechanical properties of such materials depend on their hydric features. Hence, it is important to measure them, either for material characterization purposes, or for in situ applications, such as structural health monitoring (SHM). In such a context, RF dielectric measurements have the advantage of being sensitive to moisture, thanks to the strong contrast between the dielectric permittivity of water and that of the other constituents of the material. Besides, non-destructive or non-invasive RF sensing techniques can be envisaged. The first part of this work focuses on hemp concrete, an eco-material featuring a high porosity which is used in buildings for moisture and temperature regulation. Firstly, we have characterized the dielectric spectrum of hemp concrete samples coupled to their sorption cycle using RF measurements in an waveguide cell operating in the [1.72 - 2.61] GHz band. We have studied the measurement errors, which were found to be low; as well as the variability of the dielectric features of several hemp concrete samples. Secondly, we have used the measured dielectric data

to design non-invasive hydric sensors operating at 2.4 GHz consisting in patch antennas used as reflectometry probes. At such a frequency, the patch surface allows the sensor to probe the representative elementary volume of hemp concrete. Several sensors have been manufactured and characterized. They feature good linearity and sensitivity of the resonant frequency to the material water content. In addition to these non-invasive sensors, we have designed and manufactured a microstrip two ring resonator device, with localized moisture measurements inside a hemp concrete wall in view. The simulation and the sensor characterization results are encouraging. In the last part of this work, we deal with a more conventional cementitious material, namely a mortar: i.e. a mixture of cement, water and sand, for which we propose an RF approach for monitoring hydration (chemical reaction between cement and water). The latter is based on the measurement of the dielectric permittivity of the mortar by means of an open-ended coaxial probe and on a dielectric model based on mixing laws, which combine the volume fractions (which change during hydration) and the dielectric permittivity of the mortar constituents. The experimental study, carried out for a given mortar sample, shows a good sensitivity of the RF measurements to the ongoing hydration, with results consistent with the phenomena at stake.

*A mes parents, pour tout
Pour Sabrina, pour ton amour
et ta patience
Pour Rayane et Raïs, pour la
Joie*

*On est parti dans la vie avec les
conseils des parentes. Ils n'ont
pas tenu devant l'existence. On
est tombé dans les salades
qu'étaient plus affreuses l'une
que l'autre. On est sorti comme
on a pu de ces conflagrations
funestes, plutôt de traviole, tout
crabe baveux, à reculons, pattes
en moins. On s'est bien marré
quelques fois, faut être juste,
même avec la *****, mais
toujours en proie d'inquiétudes
que les vacheries
recommenceraient...Et toujours
elles ont
recommencé...Rappelons-nous.*

Louis Ferdinand Céline
(Guignol's Band)

Remerciements

Je voudrais commencer par remercier Messieurs Eric Vourc'h et Franck Daout, respectivement mon Directeur de Thèse et mon encadrant, pour m'avoir encadré tout au long de la thèse, v pour leur aide sur les différentes facettes de ces travaux (instrumentation, hyperfréquences, ...), ainsi que pour leur gentillesse et leur disponibilité durant cette aventure.

Je présente mes vifs remerciements Stéphane Holé, Professeur des Universités à Sorbonne Université ainsi qu'à Pierre Sabouroux, maître de Conférence HDR à l'Université Aix-Marseille pour m'avoir fait l'honneur de rapporter mes travaux de thèse. Je remercie chaleureusement Géraldine Villain, Sylvie Lesoille et Pierre-Yves Joubert d'avoir accepté d'examiner mon travail de thèse. Un remerciement également à Frédéric Taillade d'avoir accepté l'invitation à ma soutenance de thèse.

Je remercie Messieurs Farid Benboudjema et Tulio Honorio pour m'avoir permis d'apprendre sur les matériaux cimentaires et de m'avoir guidé durant ces travaux. Je les remercie également de m'avoir permis de mener des expériences au sein du laboratoire LMT de l'ENS Paris Saclay. J'adresse également des remerciements à Kamilia Abahri de m'avoir permis de travailler sur le béton de chanvre ainsi qu'à Farès Bennai et Maroua Maaroufi de m'avoir aidé à fabriquer les échantillons de béton de chanvre et d'avoir répondu à certaines de mes questions relatives à ce matériau. Je remercie également Yasmine Kaci et Matthew Cruichshank de m'avoir aidé sur certaines mesures sur le mortier.

J'adresse de chaleureuses remerciements à Thierry Bore de m'avoir accueilli au département de Civil Engineering de l'Université de Queensland (Australie), de m'avoir donné de précieux conseils et aides durant cette thèse et surtout pour les bons moments passés ensemble. De chaleureux remerciements à Abdelhatif el Fellahi (Alias Père Castor) pour son encadrement durant le stage de M2 mais surtout pour les conseils qu'il m'a donné et qui m'ont permis de bien démarrer mes travaux.

Etant donné que les mesures de caractérisation ont été menées dans le département GEII de l'IUT de ville d'Avray, je remercie le directeur du département David Lautru d'accepté

de m'ouvrir les locaux du département. Je remercie également Xavier Durocher pour la réalisation de certains capteurs. J'adresse également des remerciements à tout le personnel du département et plus spécialement à Badreddine Ratni (il comprendra pourquoi).

Je remercie également Pascal Larzabal et François Costa de m'avoir accueilli au sein du laboratoire SATIE et de m'avoir permis de mener ces travaux de thèse dans les meilleures conditions. J'exprime ma gratitude à l'ensemble du personnel administratif et technique du laboratoire pour leur aide (et leur bonne humeur) et plus particulièrement à Sophie Abriet, Françoise Lachaud, Béatrice Bacquet, Dominique Bach et à Gwenael Robin. Je remercie également David Polizzi et Eugène William pour leur aide technique.

Je remercie l'ensemble des enseignants chercheurs du laboratoire et (le meilleur pour la fin) l'ensemble des doctorants du labo pour les merveilleux moments de rigolade et pour leur indéfectible soutien durant certains moments critiques de la thèse.

Table des matières

Table des matières	9
1 Contexte général de l'étude	17
1.1 Introduction	17
1.2 Impact du secteur du bâtiment sur l'environnement	18
1.2.1 Analyse du cycle de vie	20
1.3 Le béton de chanvre (BDC)	22
1.3.1 Composition et usages du BDC	23
1.3.2 Propriétés physiques du BDC	26
1.4 Caractéristiques hydriques du BDC et des matériaux poreux	29
1.4.1 Définitions [16]	29
1.4.2 Cycle d'hystérésis, alias isotherme d'adsorption-désorption	30
1.4.3 Fixation des molécules d'eau dans les pores	32
1.4.4 Capacité tampon hydrique	34
1.5 Problématique scientifique	34
1.6 Méthodes de mesure hydriques applicables in situ aux matériaux poreux	36
1.6.1 Préambule : mesure de l'humidité relative des bétons	36
1.6.2 Méthodes non électromagnétiques ou non électriques	37
1.6.3 Méthodes électromagnétiques	39
1.6.4 Comparaison des méthodes de caractérisation hydrique des bétons et autres matériaux poreux	45
1.7 Conclusion	46
2 Caractérisation du spectre diélectrique RF du BDC	49
2.1 Introduction	49
2.2 Permittivité et spectre diélectriques	50
2.2.1 Phénomènes de polarisation	50

2.2.2	Courants dans un diélectrique [103, 104]	51
2.2.3	Spectre diélectrique	54
2.3	Méthodes de spectroscopie diélectrique RF	54
2.3.1	Paramètres S	55
2.3.2	Méthode de réflectométrie	56
2.3.3	Méthodes en transmission/reflection	60
2.4	Banc de mesure et inversion : principes et analyse des incertitudes	74
2.4.1	Mesures en guides d'onde rectangulaires	74
2.4.2	Inversion des paramètres S	85
2.5	Caractérisation diélectrique du BDC sur un cycle de sorption	100
2.5.1	Fabrication des échantillons de BDC	101
2.5.2	Conditionnement des échantillons de BDC et mesure des cycles de sorption	102
2.5.3	Paramètres S des échantillons de BDC	108
2.5.4	Spectre diélectrique du BDC	112
2.6	Conclusion	121
3	Conception et caractérisation de capteurs hydriques pour l'évaluation non destructive du béton de chanvre	125
3.1	Introduction	125
3.2	Rappels sur les capteurs	126
3.2.1	caractéristiques d'un capteur [165]	126
3.2.2	Incertitudes de mesure [165]	128
3.3	Pourquoi la technologie à éléments imprimés	129
3.4	De l'antenne patch au capteur hydrique	131
3.4.1	Principe d'une antenne patch	131
3.4.2	Patch utilisé comme capteur hydrique pour le BDC	132
3.4.3	Eléments à prendre en compte dans le dimensionnement d'un capteur antenne imprimé	133
3.4.4	Antenne ou capteur patch rectangulaire [176]	137
3.4.5	Antenne ou capteur patch circulaire	140
3.4.6	Synthèse sur les antennes ou capteurs hydriques patches	141
3.5	Conception de capteurs hydriques patches pour le BDC	143
3.5.1	Cahier des charges des capteurs patches	143
3.5.2	Conception de capteurs patches rectangulaires	144

3.5.3	Conception de capteurs patches circulaires	152
3.6	Caractérisation de capteurs hydriques patches pour le BDC	160
3.6.1	Caractérisation des incertitudes des mesures de réflectométrie	160
3.6.2	Parcours du cycle hydrique du BDC par les capteurs patches	165
3.6.3	Caractérisation des capteurs patches à substrat FR4	167
3.6.4	Caractérisation des capteurs patches à substrat Polyguide	171
3.6.5	Conclusion sur les capteurs hydriques patches pour le BDC	177
3.7	Du résonateur en anneau au capteur hydrique	182
3.7.1	Principe d'un résonateur en anneau imprimé	182
3.7.2	Résonateur en anneau utilisé comme capteur hydrique pour le BDC	182
3.7.3	Modèle analytique d'un résonateur en anneau	183
3.7.4	Etat de l'art des mesures diélectriques au moyen d'un résonateur en anneau	185
3.8	Conception d'un capteur hydrique à double résonateur pour le BDC	186
3.8.1	Cahier des charges du capteur hydrique à double résonateur en anneau	186
3.8.2	Etude paramétrique d'un double résonateur en anneau	187
3.8.3	Optimisation d'un double résonateur en anneau	189
3.9	Caractérisation des résonateurs en anneaux	195
3.9.1	Caractérisation des deux mono-résonateurs sur des diélectriques de référence	196
3.9.2	Caractérisation du double résonateur sur des diélectriques de référence	197
3.10	Conclusion	201
4	Suivi par une méthode électromagnétique de l'hydratation des matériaux cimentaires	205
4.1	Le suivi de l'hydratation des matériaux cimentaires	206
4.1.1	Les matériaux cimentaires	206
4.1.2	La problématique du suivi de l'hydratation des matériaux cimentaires	207
4.1.3	Etat de l'art des méthodes de suivi de l'hydratation des matériaux cimentaires	208
4.2		216
4.2.1	Approche diélectrique RF	216
4.2.2	Mesures de calorimétrie	218
4.2.3	Mesures diélectriques	223

4.2.4	Combinaison des mesures diélectriques et calorimétriques de l'hydratation du mortier	231
4.2.5	Modélisation de l'hydratation des pâtes de ciment	234
4.2.6	Modélisation diélectrique	238
4.3	Conclusion	245
5	Conclusion générale	247
A	Annexe	253
A.1	Incertitudes sur la longueur de l'échantillon	253
A.2	Incertitudes de mesure du au VNA	254
A.3	Incertitudes sur le mesure des paramètres S	254
A.3.1	Incertitudes de mesure dues à l'opérateur :	256
A.4	Méthode NRW (§2.4.2.2)	258
A.5	Effet des incertitudes de mesure liées à l'opérateur sur le spectre estimé . .	259
A.6	Paramètres S du lot de BDC n°1 : 1 ^{er} cycle de mesures	260
A.7	Paramètres S du lot de BDC n°2 : 2 ^{ème} cycle de mesures	262
A.8	Paramètres S du lot de BDC n°2 : 3 ^{ème} cycle de mesures	267
A.9	Spectres diélectriques du 1er cycle de mesure	272
A.10	Spectres diélectriques du 2ème cycle de mesure	273
A.11	Spectre diélectrique du 3ème cycle de mesure	276
A.12	Lien entre la fréquence de résonance du patch rectangulaire et la teneur en eau	278
A.13	Etudes paramétriques sur le gap entre le capteur et l'échantillon de BDC .	279
A.14	Résonateurs en anneaux	284
	Bibliographie	285

Introduction générale

Les propriétés mécaniques des matériaux poreux, qu'ils soient cimentaires (ciments, mortiers, bétons) ou géotechniques (sols, argiles, sables), dépendent de leurs caractéristiques hydriques. La mesure de ces dernières (teneur en eau, saturation...) est indispensable pour étudier ces matériaux, mais aussi pour diagnostiquer l'état de santé et le vieillissement des ouvrages et des constructions qui les utilisent, ou pour suivre et prédire l'évolution des milieux géotechniques.

On comprend que la caractérisation hydrique des matériaux cimentaires ou géotechniques représente directement un enjeu pour le génie civil et la construction. C'en est un également pour d'autres industries ou activités économiques. Citons l'agriculture, concernée par l'évolution des sols et leur irrigation, les activités portuaires, concernées par l'évolution des fonds, le transport routier (ouvrages en béton...) ou fluvial, concerné par les milieux géotechniques. Citons, bien sûr, la production d'électricité, une industrie confrontée à d'énormes enjeux de sécurité concernant ses divers ouvrages en bétons pour lesquels il faut développer des moyens de contrôle santé intégré s'appuyant sur des capteurs et moyens de mesure non destructifs. Enfin, citons le domaine du bâtiment et de l'habitat, grand consommateur de béton, qui doit faire face à l'enjeu du développement soutenable et contribuer par une bonne isolation thermique, et par des choix judicieux de matériaux, à diminuer la consommation énergétique de chauffage, mais qui devrait aussi s'efforcer dans cette même optique de privilégier la rénovation à la construction neuve et recourir autant que possible à des éco-matériaux.

Tel est le contexte dans lequel s'inscrivent les travaux présentés dans ce mémoire. Notre problématique scientifique est de développer des méthodes électromagnétiques RF en vue de caractériser les propriétés hydriques de matériaux cimentaires, et en particulier d'éco-matériaux, et de développer des approches non destructives.

Ces méthodes englobent la conception de dispositifs de mesure adaptés aux milieux à caractériser, la modélisation de leurs interactions et l'inversion des mesures en vue d'estimer

les paramètres d'intérêt, en l'occurrence des caractéristiques hydriques.

Pourquoi des mesures électromagnétiques RF sont-elles pertinentes ? Parce qu'elles offrent a priori une bonne sensibilité aux caractéristiques hydriques des matériaux poreux, et cimentaires en particulier, en raison du fort contraste de permittivité diélectrique entre l'eau et les autres constituants. Parce que des dispositifs RF non destructifs et non invasifs compatibles avec le volume élémentaire représentatif (VER) de ces matériaux sont possibles.

Cette thèse s'intéresse essentiellement à deux matériaux : le béton de chanvre (BDC) et le mortier.

Le BDC est un éco-matériau utilisé dans les bâtiments à des fins de régulation des variations climatiques journalières (i.e. thermiques et hydriques) en raison de sa forte porosité due aux fibres de chanvre.

Le chapitre 1 décrit le contexte général de l'étude et propose un état de l'art des méthodes de caractérisation hydrique des matériaux poreux pour le bâtiment, le génie civil etc. susceptibles d'être déployées hors laboratoire et motive notre choix de développer des méthodes diélectriques RF.

Le chapitre 2 porte sur la caractérisation diélectrique du BDC couplée à son cycle hydrique (adsorption-désorption). Des mesures qui, à notre connaissance, n'avaient jamais été entreprises auparavant sur ce matériau. Cette caractérisation passe par la fabrication d'échantillons et leur conditionnement hydrique, une opération nécessitant plusieurs semaines pour chaque état hydrique. Afin de réaliser des mesures diélectriques, nous avons développé un banc de spectroscopie en guides d'ondes rectangulaires opérant sur la bande $[1,72 \text{ GHz} - 2,61 \text{ GHz}]$. Un algorithme d'inversion adapté à un modèle analytique des mesures RF a ensuite été mis en œuvre afin d'estimer la permittivité diélectrique des échantillons. Nous avons porté une attention particulière à l'estimation des incertitudes de mesure et à leur impact sur le spectre diélectrique estimé.

Le chapitre 3 est consacré à la conception de capteurs RF à 2,4 GHz en technologie imprimée pour la caractérisation hydrique du BDC. Un choix justifié notamment par des dimensions de dispositifs qui à cette longueur d'onde leur permet de sonder le volume élémentaire représentatif du BDC. En nous appuyant sur les résultats de la caractérisation diélectrique du BDC, nous avons conçu deux types de capteurs en vue d'applications distinctes. Les premiers sont des « antennes » imprimées (patches) placées au contact du BDC et effectuant des mesures de réflectométrie : on utilise leur fréquence de résonance pour mesurer la teneur en eau du milieu. Ces capteurs sont non invasifs. Le second type de cap-

teur est un dispositif invasif consistant en un double résonateur en anneaux destiné à des mesures hydriques locales à l'intérieur d'un mur de BDC, ceci dans la perspective d'étudier expérimentalement son effet tampon hydrique. Les deux types de capteurs font l'objet d'une validation expérimentale, les premiers via des mesures sur du BDC, les seconds sur des diélectriques de référence (air, polyméthacrylate de méthyle, polytétrafluoroéthylène). Le chapitre 4 traite d'un aspect de la caractérisation hydrique d'un matériau cimentaire plus commun : un mortier, pour lequel nous proposons une méthode RF de suivi d'hydratation (réaction chimique entre le ciment et l'eau au jeune âge du matériau). Il s'agit de proposer une alternative non destructive aux méthodes de calorimétrie habituellement utilisées pour ces mesures. L'approche proposée repose sur des mesures diélectriques et sur un modèle diélectrique de l'hydratation du mortier. Les mesures utilisent une sonde de réflectométrie à effet de bout de dimensions adaptées aux hétérogénéités du milieu. Le modèle diélectrique est basé sur des lois de mélange consistant à calculer la permittivité du milieu comme la somme des contributions de ses phases (solides, liquides et gazeuse). Cette approche est développée à partir de mesures diélectriques (à 800 MHz) réalisées sur l'hydratation d'un mortier de composition donnée.

Chapitre 1

Contexte général de l'étude

1.1 Introduction

Ce chapitre pose le contexte général de l'étude. Contexte sociétal et applicatif pour commencer : comment les bétons bio-sourcés tels que le béton de chanvre permettent de réduire l'impact environnemental des bâtiments ; problématique scientifique ensuite : nécessité de développer des méthodes de caractérisation hydriques adaptées au béton de chanvre, voire à d'autres matériaux poreux ; enfin : état de l'art des méthodes de mesure hydriques.

Les activités humaines, à la fois consommatrices de matières premières et génératrices de pollution, ont des conséquences destructrices sur l'environnement et celles-ci ont des répercussions écologiques, géopolitiques, économiques, sociales, sanitaires. . . La combustion des énergies fossiles, émettrices de gaz à effets de serre, au premier rang desquels le CO₂, est la cause d'un réchauffement climatique global de la terre qui provoque la fonte des glaces, le montée du niveau de la mer, perturbe les courants marins et bouleverse le climat. Témoin de ces bouleversements la canicule et les incendies records qui a touché l'Australie en 2019-2020 (un maximum historique de température de 42,9°C en moyenne sur le pays a été atteint le 18 décembre 2019 ; 12 millions d'hectares brûlés en 240 jours), pour ne citer qu'un exemple de catastrophe écologique survenue pendant que se déroulait cette thèse. Face à ces problèmes environnementaux et climatiques **il importe de faire évoluer l'activité humaine dans le sens d'un développement soutenable**. Ceci signifie, pour tout secteur d'activité, de recourir à des ressources renouvelables, d'économiser et recycler celles qui ne le sont pas et de limiter l'empreinte carbone.

Responsable de 6 % des émissions de CO₂ à l'échelle mondiale, **le secteur du bâtiment (résidentiel) doit s'inscrire dans cette logique. Les efforts doivent en particulier**

porter sur l'isolation thermique afin d'économiser l'énergie de chauffage et de climatisation. **Ils doivent aussi porter sur les matériaux utilisés qu'il faut, autant que possible, rendre bio-sourcés, recyclés et recyclables.** Tels sont, en partie, le contexte « sociétal » et la logique (celle du développement soutenable) dans laquelle s'inscrit cette thèse dont l'objet est de développer des méthodes électromagnétiques adaptées à la caractérisation hydriques des matériaux poreux que l'on rencontre dans le bâtiment, le génie civil, voire le géo-environnement (bétons, argiles, sols). **Cette thèse s'intéresse ainsi à différents matériaux, à commencer par le béton de chanvre (BDC),** un béton à base de fibres végétales présentant une forte porosité. Dans une optique de développement soutenable, l'intérêt du BDC est double : **il constitue un excellent isolant thermique pour les bâtiments et c'est un matériau bio-sourcé.** Or, les propriétés et les comportements mécanique ou thermique du BDC, comme ceux des autres matériaux poreux, sont fortement affectées par la présence d'eau en leur sein (dans la porosité). C'est en partie pourquoi **il est utile de disposer de méthodes permettant d'en mesurer les caractéristiques hydriques.** A cet égard les méthodes d'instrumentation électromagnétique que nous proposons présentent plusieurs avantages.

Dans ce chapitre d'introduction, nous nous attachons pour commencer à expliciter, sur la base de données quantitatives générales, le contexte sociétal et applicatif qui sous tend en partie cette thèse, à savoir l'impact du secteur du bâtiment (résidentiel) sur l'environnement. Nous expliquons aussi comment l'analyse sur cycle de vie doit être prise en compte dans le choix des matériaux utilisés afin d'en limiter l'impact environnemental. Nous introduisons ensuite le BDC dont nous décrivons les propriétés, notamment hydriques, pour lesquelles nous mettons en évidence le besoin de méthodes de caractérisation. **Ceci nous amène à dresser un état de l'art des méthodes de caractérisation hydrique des matériaux poreux pour le bâtiment, le génie civil et le géo-environnement d'une manière générale, et enfin à justifier l'intérêt de concevoir des méthodes de caractérisation hydrique basées sur des mesures microondes et de spectroscopie diélectrique.**

1.2 Impact du secteur du bâtiment sur l'environnement

Responsable de 18,3 % des émissions de CO₂ en France en 2019 [1], le secteur résidentiel et tertiaire représente, après ceux du transport routier (environ 29 %) et de l'agriculture

(19,3 %), le troisième émetteur de gaz à effet de serre (GES). Les émissions de CO₂ par le secteur du bâtiment (résidentiel) proviennent de la combustion d'énergies fossiles pour le chauffage et la régulation climatique des habitations et pour le chauffage de l'eau, ainsi que pour la fabrication des matériaux de construction. La consommation énergétique du secteur résidentiel en France à été, en 2019, de l'ordre de 26 % de la consommation totale (tableaux 1.1 et 1.2) [2]. A l'échelle mondiale ce secteur génère 6 % des émissions directes et 11% des émissions indirectes de CO₂ et représente 27 % de la consommation énergétique (tableaux 1.1 et 1.2) [3, 4]. On voit par là que **la sobriété énergétique dans les bâtiments représente un enjeu considérable. Celle-ci passe par différents niveaux d'action**, à savoir, selon les études et préconisations de l'association Negawatt [5] :

- **La maîtrise des surfaces occupées** et la réduction du nombre de logements neufs nécessaires : il s'agit notamment de stabiliser la surface moyenne de logement par occupant, par exemple en encourageant la colocation d'étudiants ou l'hébergement de jeunes travailleurs chez des personnes âgées.
- **Un rythme modéré de construction de bâtiments neufs.** En effet, bien que ces derniers aient souvent de meilleures performances énergétiques que les bâtiments anciens, en raison d'une forte consommation d'énergie grise (sauf à recourir à des matériaux bio-sourcés (bois, paille, isolants végétaux, etc.), il apparaît qu'il faut modérer le nombre de constructions nouvelles supplémentaires, et ne pas accélérer le rythme du cycle de démolition-reconstruction, aujourd'hui très faible à l'échelle du parc français. La construction d'une maison individuelle consomme environ 40 fois plus (en t.m⁻²) que la rénovation, et celle de logements collectifs 80 fois plus [6].
- **La rénovation énergétique des bâtiments**, avec pour objectif le traitement complet du parc existant d'ici à 2050 et un niveau élevé de performance énergétique, tant au niveau de l'enveloppe (isolation thermique) que des systèmes (chauffage, ventilation).

Il apparaît que **la contribution du secteur du bâtiment à l'objectif d'une neutralité carbone passe avant tout par la rénovation énergétique (en particulier l'isolation thermique) et par l'utilisation de matériaux présentant un meilleur impact environnemental.** Cet impact, il est indispensable de le quantifier de manière sincère. A partir de l'analyse du cycle de vie, nous avons deux indicateurs possibles : les émissions de CO₂ (§1.2.1.1) et l'énergie grise (§1.2.1.2).

	Monde (2019)	France (2019)
Transformation d'énergie	47 %	10 %
Transport	23 %	31 %
Industrie et construction	32 %	18 %
Résidentiel	6 %	18 %
Agriculture	/	19%
Autres secteurs	7 %	4%

Tableau 1.1 – Emissions de CO₂ par secteur d'activité dans le monde et en France (2019).

	Monde (2019)	France (2019)
Transport	28%	30 %
Industrie	32 %	18 %
Résidentiel	27 %	26 %
Tertiaire	8 %	15 %
Agriculture	/	3 %
Autres secteurs	5 %	8%

Tableau 1.2 – Consommation mondiale (2019) et française (2019) d'énergie par secteur d'activité.

1.2.1 Analyse du cycle de vie

L'analyse du cycle de vie (ACV) désigne une méthode d'évaluation de l'impact d'un produit ou service sur l'environnement. Elle prend en compte l'ensemble des étapes de la vie du produit : extraction des matières premières, transformation, fabrication, transport et distribution, utilisation, maintenance, consommation et enfin élimination ou recyclage (figure 1.1) [6]. L'ACV passe par l'évaluation des flux (de matières ou d'énergie) entrants et sortants à chaque étape de la vie du produit et par l'estimation des rejets, pollutions et dommages environnementaux occasionnés. Au-delà des impacts environnementaux, l'ACV peut aussi prendre en compte les aspects sociaux et économiques (conditions de travail

et de rémunération des personnes intervenant dans la fabrication ou dans toute étape économique de la vie du produit, etc.).

Notre propos n'est pas ici d'être exhaustif au sujet de l'ACV, pour cela nous renvoyons le lecteur à la référence [6], mais simplement d'en définir le principe général et de l'illustrer dans un cas en rapport avec les travaux menés dans cette thèse. Aussi nous focalisons-nous sur deux aspects de l'ACV, celui des émissions de CO₂ ainsi que l'énergie grise durant le cycle de vie des bétons

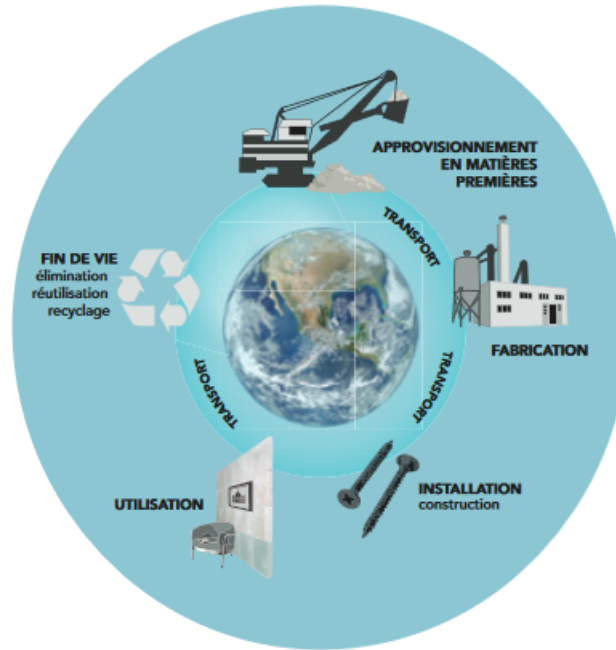


FIGURE 1.1 – Cycle de vie d'un produit [12].

1.2.1.1 Emission de CO₂

Le poids de chaque étape du cycle de vie d'un béton est habituellement mesuré en termes de quantités de CO₂ pour une surface de 1 m² et pour une utilisation sur un an. Si la quantité obtenue est positive, cela signifie que la quantité de CO₂ émis est supérieur à celui qui a été stocké, et si elle est négative, cela signifie que la quantité de CO₂ stockée est supérieure à celle émise. A titre d'exemple, citons une étude comparative du cycle de vie d'un béton standard et d'un béton de chanvre [7, 8], c'est-à-dire d'un béton contenant des fibres de chanvre. Pour 1 m² de mur pour une utilisation sur 1 an, le béton de chanvre présente une émission de négative, de l'ordre de -0,35 kg de CO₂ eq., tandis que pour

un bloc de béton conventionnel de mêmes dimensions l'émission est de 0,49 kg CO₂ eq. [9, 10, 11].

1.2.1.2 Energie grise

L'énergie grise représente la somme des énergies mises en jeu durant le cycle de vie d'un produit [13], hors celles liées à son utilisation. Par opposition à cette dernière, que l'utilisateur connaît, **l'énergie grise reflète l'énergie cachée du produit.** Elle inclut aussi bien l'énergie consommée pour les opérations d'extraction des matières premières, de transformation ou fabrication, transport ou distribution et enfin d'élimination ou recyclage du produit. L'énergie grise se calcule pour une certaine quantité (volume) de matière. A titre d'exemples, le tableau 1.3 indique l'énergie grise de quelques matériaux de construction [14]. Ainsi, pour un béton conventionnel, l'énergie grise est d'environ 400kWh.m⁻³ tandis que pour les briques elle peut atteindre 700kWh.m⁻³. En revanche, **l'énergie grise d'un BDC représente à peine 90 kWh.m⁻³, soit moins d'un quart de celles d'un béton conventionnel.** Toutefois, la comparaison ne doit pas se limiter à l'énergie grise, car les caractéristiques mécaniques de ces deux bétons différent, ils ne sont pas destinés aux mêmes usages.

Matériaux	Energie grise (kWh.m ⁻³)
Béton cellulaire	400
Béton plein	430
Bois léger	329
Béton de chanvre	90
Brique standard	696

Tableau 1.3 – Energie grise de quelques matériaux de construction. Ces données sont extraites de [14].

1.3 Le béton de chanvre (BDC)

Le béton de chanvre (BDC) appartient à la catégorie des matériaux dits bio-sourcés puisqu'il est en partie constitué de végétaux, en l'espèce la chènevotte issue de la tige de chanvre. Grâce à sa forte porosité il constitue un excellent isolant thermique pour les bâti-

ments. Mais ce n'est pas son seul usage. Ce matériau est doublement intéressant du point de vue écologique : d'une part en raison de ses qualités d'isolant thermique qui en font un élément utilisable pour contribuer à la sobriété énergétique des bâtiments, et d'autre part en raison de ses constituants bio-sourcés grâce auxquels son énergie grise est bien inférieure à celle des bétons conventionnels (d'un facteur quatre).

1.3.1 Composition et usages du BDC

Le BDC, comme tout béton, est fabriqué à partir d'agréats et d'un liant réagissant avec l'eau. S'agissant du BDC, les agrégats consistent en de la chènevotte. Cet élément extrait de la tige de chanvre a la particularité d'être hydrophile, ce qui lui permet de piéger les molécules d'eau (figure 1.2.a) [15]. Le liant (aérien ou hydraulique) est quant à lui à base de chaux. Il sert à assurer la cohésion des différents constituants du mélange [15]. Il s'agit d'une chaux hydraulique (figure 1.2.b).



FIGURE 1.2 – Constituants du BDC : (a) chènevotte, (b) chaux.

En fonction de l'utilisation que l'on veut en faire, le BDC est réalisé à partir de dosages différents de ses constituants, la formulation influant naturellement sur ses caractéristiques (porosité, masse volumique, résistance mécanique, conductivité thermique...) [16, 17, 18]. Quatre utilisations de ce matériau sont répertoriées [19] (figure 1.3) :

- Murs et cloisons : associé à des structures porteuses, le BDC peut être utilisé à des fins de remplissage et d'isolation.
- Sols : sa faible masse volumique ainsi que d'intéressantes propriétés mécaniques permettent l'utilisation du BDC pour l'isolation des sols.
- Enduit : l'application de BDC en tant qu'enduit sur les murs des habitations, côté intérieur ou extérieur, atténue les bruits ambiants et améliore le confort acoustique.
- Isolation de toiture : le BDC peut servir à l'isolation thermique des toits des habitations.

D'une manière générale le BDC est utilisé pour l'isolation à des fins de régulation thermique et hydrique des bâtiments, ce qui permet de réduire la consommation d'énergie de chauffage ou de climatisation et d'améliorer le confort en limitant les variations climatiques domestiques journalières [20, 21]. Ces dernières désignant tout à la fois les variations de température et d'humidité observées sur 24 h à l'intérieur des bâtiments.

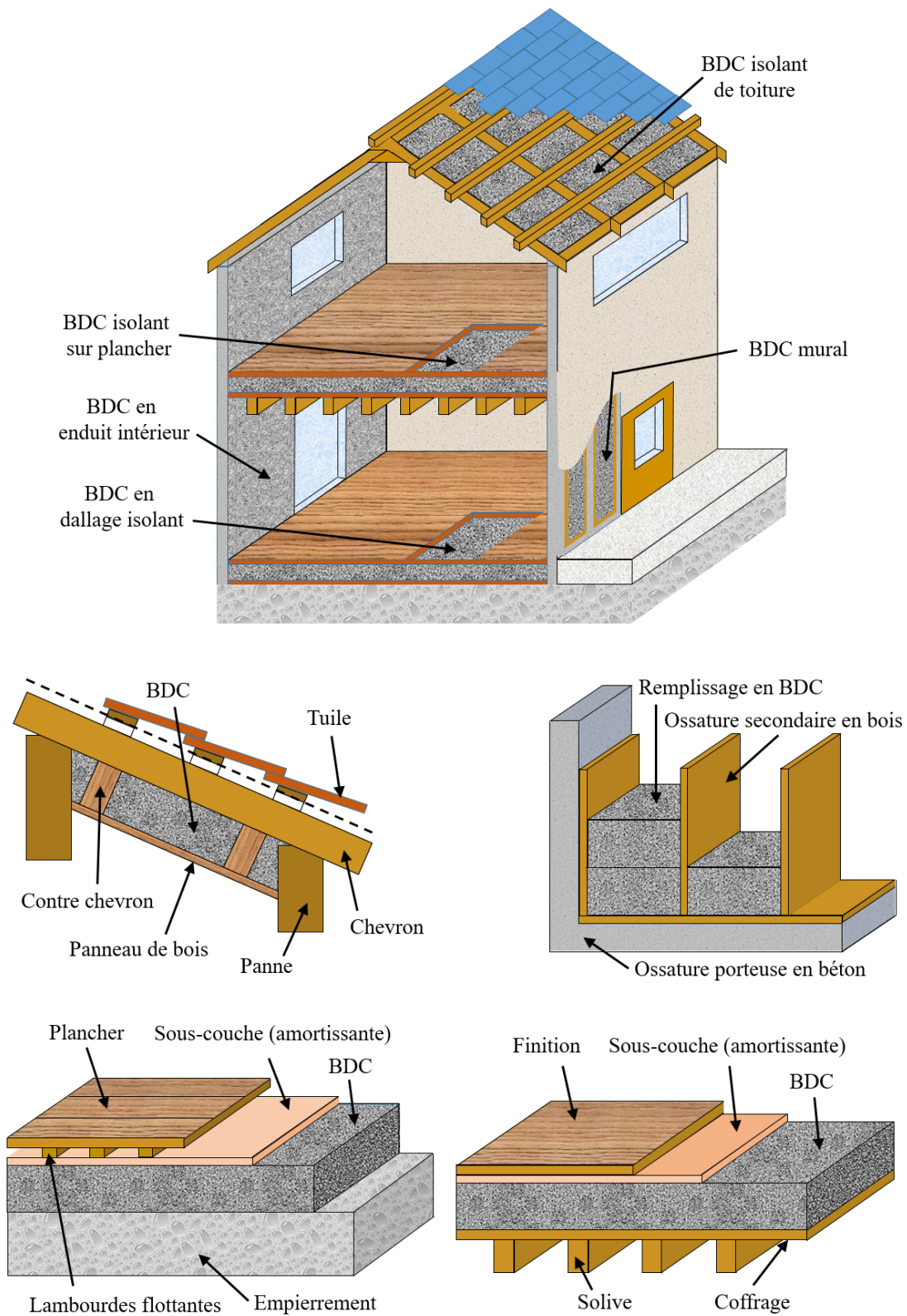


Figure 1.3 – Usages du BDC.

1.3.2 Propriétés physiques du BDC

1.3.2.1 Porosité

Un matériau est dit poreux lorsqu'il comporte en son sein d'un certain nombre de cavités ou d'orifices. On définit quantitativement sa porosité n comme le volume relatif des cavités par lesquelles un liquide peut transiter :

$$n = \frac{V_p}{V_{tot}} \quad (1.1)$$

où V_p est le volume des porosités et V_{tot} le volume total de l'échantillon.

Avec $n > 60 \%$, le BDC est considéré comme un matériau très poreux [22, 23], une caractéristique due à la chènevotte. Les pores peuvent être remplis par de l'air, de l'eau liquide ou encore de la vapeur d'eau. On distingue deux types de porosités [24] :

- La porosité ouverte : elle correspond au réseau de pores au travers duquel le transfert de masse, c'est-à-dire le transfert d'humidité dans le béton, s'effectue. C'est l'interconnexion des pores concernés qui favorise ce transfert. Il existe également dans cette classe de porosité des pores dits aveugles qui sont responsables du stockage d'eau dans le béton.
- La porosité fermée : elle désigne les pores qui ne sont pas accessibles et qui par conséquent ne contribuent pas au transfert de masse dans le milieu. Par contre, elle a une incidence sur les performances thermiques du matériau.

Le fait que le BDC présente une porosité élevée lui permet d'adsorber une grande quantité d'eau, ce qui est un avantage en matière de régulation climatique dans les bâtiments. Par contre, du point de vue de la tenue mécanique, sa porosité élevée lui confère de moins bonnes caractéristiques qu'aux bétons classiques.

1.3.2.2 Masse volumique

La masse volumique d'un béton est importante du point de vue mécanique et déterminante quant à la possibilité de l'utiliser ou non dans les parties porteuses d'une structure. En ce qui concerne le BDC, la masse volumique est fonction de la formulation, laquelle est choisie en fonction de l'usage recherché [16]. Pour un mur de BDC elle peut atteindre 500 kg.m^{-3} , mais varie en fonction de la teneur en eau. En effet, compte tenu de l'écart entre la masse

volumique de l'eau et celle de l'air, la masse volumique d'un matériau poreux augmente avec sa teneur en eau (masse d'eau remplissant plus ou moins la porosité). A titre de comparaison les bétons conventionnels ont une masse volumique de l'ordre de 2000 kg.m^{-3} [25, 26]. **A cause de cette faible masse volumique, le BDC est peu utilisé dans les structures porteuses**, à moins de lui adjoindre d'autres matériaux comme le bois (figure 1.3).

1.3.2.3 Volume élémentaire représentatif (VER)

Considérons un milieu hétérogène tel qu'un matériau poreux. Le volume élémentaire représentatif (VER) désigne le volume minimum au-delà duquel le comportement macroscopique du matériau est similaire en tout point, en d'autres termes c'est l'échelle minimum au delà de laquelle une caractéristique (par exemple la valeur de la porosité) est aussi représentative à une échelle plus large [27, 28]. Il dépend de la taille et à la proportion des hétérogénéités du matériau. Le VER permet l'homogénéisation des propriétés physiques d'un matériau. C'est une grandeur utile lorsque l'on cherche à faire des mesures sur un matériau au moyen d'un capteur car elle permet d'estimer le volume minimum à sonder. La référence [29] propose une procédure afin de déterminer le VER du BDC à partir de l'estimation de la masse volumique d'échantillons de différentes tailles ; sur la base d'une comparaison par rapport à des échantillons ayant des dimensions d'arêtes de l'ordre de 20 cm. D'après [29], **le VER du BDC correspond à un cube d'arête de 5 cm environ**. Une étude similaire menée dans [30] a abouti à un résultat équivalent.

1.3.2.4 Conductivité thermique

La conductivité thermique d'un matériau, notée λ , est la caractéristique servant à quantifier sa capacité à conduire la chaleur. Elle définit le flux de chaleur nécessaire à travers un matériau ayant une épaisseur d'un mètre pour obtenir un gradient de 1°K de part et d'autre de la paroi [24]. Plus λ est faible, plus le matériau est isolant thermiquement. Cette caractéristique dépend des conductivités thermiques de chacun des constituants du matériau, des paramètres hydriques du milieu ou encore de sa masse volumique (tableau 1.4). Ainsi, pour un BDC, la quantité en eau influe sur la conductivité thermique. La mesure de λ en régime permanent s'effectue en imposant un taux de chaleur constant sur une épaisseur donnée de matériau puis en mesurant la différence de température entre ses deux surfaces latérales [31]. Diverses études ont été menées afin d'estimer la conductivité thermique du BDC en tenant compte de l'influence de ses caractéristiques hydriques.

L'étude présentée dans [21] a conclu que la conductivité thermique du BDC augmente avec l'humidité. Pour un BDC très humide, λ atteint $0,2 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. L'étude présentée dans [30], qui s'intéresse à la manière dont les propriétés thermiques d'un mur en BDC sont affectées par l'humidité, a donné des valeurs avoisinant $0,15 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour le même état hydrique que dans [21], contre $0,1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ lorsqu'il est sec. Ceci confirme que l'humidité dégrade les propriétés d'isolation thermique du BDC, puisqu'il le rend plus conducteur thermiquement. A titre de comparaison, un béton conventionnel, selon la formulation utilisée, peut présenter une conductivité thermique de l'ordre de $1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ lorsqu'il est sec [32] et voir sa valeur croître de 40 % lorsqu'il est saturé en eau.

Matériaux	$\lambda [\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}]$	Référence
Air	0,026	[33]
Chenevotte	0,07 — 0,11	[21]
Liant	0,2 — 0,21	[21]
Eau	0 — 0,6	[33]

Tableau 1.4 – Conductivité thermique des constituants du béton de chanvre.

1.3.2.5 Propriétés mécaniques

Parmi les caractéristiques mécaniques d'un matériau figure sa résistance à la compression. Une étude menée dans [34] a porté sur quatre formulations de BDC exposées à plusieurs humidités relatives. Ses résultats ont montré une augmentation de la résistance mécanique en fonction de l'humidité, lorsque celle-ci est faible. En revanche, pour des humidités élevées, la résistance mécanique diminue. Les valeurs de résistance mécanique, en fonction des propriétés hydriques, ne dépassent pas 1 MPa. A titre de comparaison, la résistance à la compression d'un béton conventionnel peut être plus de 100 fois meilleure [34]. La baisse de la résistance à la compression du BDC dans le cas des humidités élevées s'explique par une interaction entre la chènevotte et le liant qui dégrade sa tenue mécanique.

Nous avons vu que le BDC est un matériau intéressant pour l'isolation thermique mais que l'humidité dégrade ses performances. Il en va de même quant à ses propriétés mécaniques (masse volumique, résistance à la compression). C'est pourquoi il est si important de s'intéresser aux caractéristiques hydriques de ce matériau.

1.4 Caractéristiques hydriques du BDC et des matériaux poreux

Etant donné que différentes propriétés du BDC et des matériaux poreux du bâtiment, du génie civil et du géo-environnement, notamment thermiques et mécaniques (conductivité thermique, résistance à la compression mécanique...) dépendent de l'humidité, nous nous penchons dans cette section sur le comportement hydrique des matériaux poreux en général et du BDC en particulier. Au préalable nous définissons certaines grandeurs utiles, à savoir la teneur en eau, le degré de saturation et l'humidité relative.

1.4.1 Définitions [16]

1.4.1.1 Teneur en eau

La teneur en eau massique θ est définie comme le rapport entre la masse d'eau dans le matériau m_θ et la masse de la fraction solide m_s de ce même matériau :

$$\theta = \frac{m_\theta}{m_s} \quad (1.2)$$

La teneur en eau massique s'exprime en g.g^{-1} et est généralement donnée en pourcents. C'est ce que nous ferons systématiquement par la suite. On peut également définir la teneur en eau volumique θ_v , définie comme le rapport entre le volume d'eau dans l'échantillon et le volume du même échantillon :

$$\theta_v = \frac{V_\theta}{V_s} \quad (1.3)$$

La teneur en eau volumique peut être liée à la teneur en eau massique via la masse volumique de l'eau ρ_θ et la masse volumique sèche du matériau ρ_s :

$$\theta_v = \theta \frac{\rho_s}{\rho_\theta} \quad (1.4)$$

1.4.1.2 Saturation en eau

Le degré de saturation S_θ est une grandeur permettant de relier la teneur en eau du matériau à sa porosité. Il est défini comme le rapport volumique entre l'eau et la porosité. S_θ varie entre 0 (matériau sec) et 1 (gorgé d'humidité) :

$$S_\theta = \frac{V_\theta}{V_p} \quad (1.5)$$

$$S_\theta = \frac{\theta_v}{n} \quad (1.6)$$

$$S_\theta = \frac{\theta \rho_s}{n \rho_\theta} \quad (1.7)$$

1.4.1.3 Humidité relative

Autre caractéristique hydrique : l'humidité relative HR est définie comme le rapport entre la pression partielle de la vapeur d'eau P_θ et la pression saturante P_{sat} à une température T donnée :

$$HR(\%) = 100 \frac{P_\theta}{P_{sat}} \quad (1.8)$$

La pression partielle de la vapeur d'eau est la pression exercée par les molécules d'eau dans l'air tandis que la pression saturante correspond à l'état où l'air ne peut plus contenir de molécules d'eau. Si la pression exercée par les molécules d'eau est supérieure à la pression saturante alors de la buée d'eau apparaît, c'est le phénomène de condensation. Lorsque $HR = 0 \%$ on dit que le milieu est sec, lorsque $HR = 100 \%$ il est dit saturé en vapeur d'eau. L'humidité relative dépend de la température. En effet, l'augmentation de la température ambiante conduit à celle de la pression saturante et donc une à diminution de HR .

1.4.2 Cycle d'hystérésis, alias isotherme d'adsorption-désorption

L'une des caractéristiques importantes d'un matériau poreux, en particulier pour le génie civil et le bâtiment, est ce que l'on nomme sa caractéristique hydrique. Il s'agit de la courbe représentant la relation entre l'humidité relative HR du matériau et sa teneur en eau θ , obtenue pour une température donnée [35]. Cette caractéristique est également désignée sous le vocable d'isotherme d'adsorption-désorption. Elle se présente typiquement sous la forme d'une courbe hystérétique ; ceci en raison des mécanismes de transfert hydriques dans le matériau. En effet, au sein d'un matériau poreux et a fortiori du BDC, cohabitent divers types de pores : d'une part les pores dits interconnectés, par lesquels transite l'humidité, et d'autre part les pores dits aveugles où elle stagne après avoir transité par les premiers. Ces mécanismes de transfert dépendent directement de l'humidité relative à laquelle le

matériau est exposé. En effet, **lorsqu'un matériau poreux est au contact d'une humidité extérieure plus importante que celle présente en son sein, il absorbe celle-ci à la manière d'une éponge** (comportement hygroscopique). Ce **phénomène appelé adsorption** correspond à la fixation de molécules d'eau sur la surface des pores (figure 1.4 en traits hachurés). **Le phénomène inverse appelé désorption** correspond au rejet de l'eau du matériau vers l'extérieur lorsque l'humidité relative y diminue [36] (figure 1.4 en traits continus).

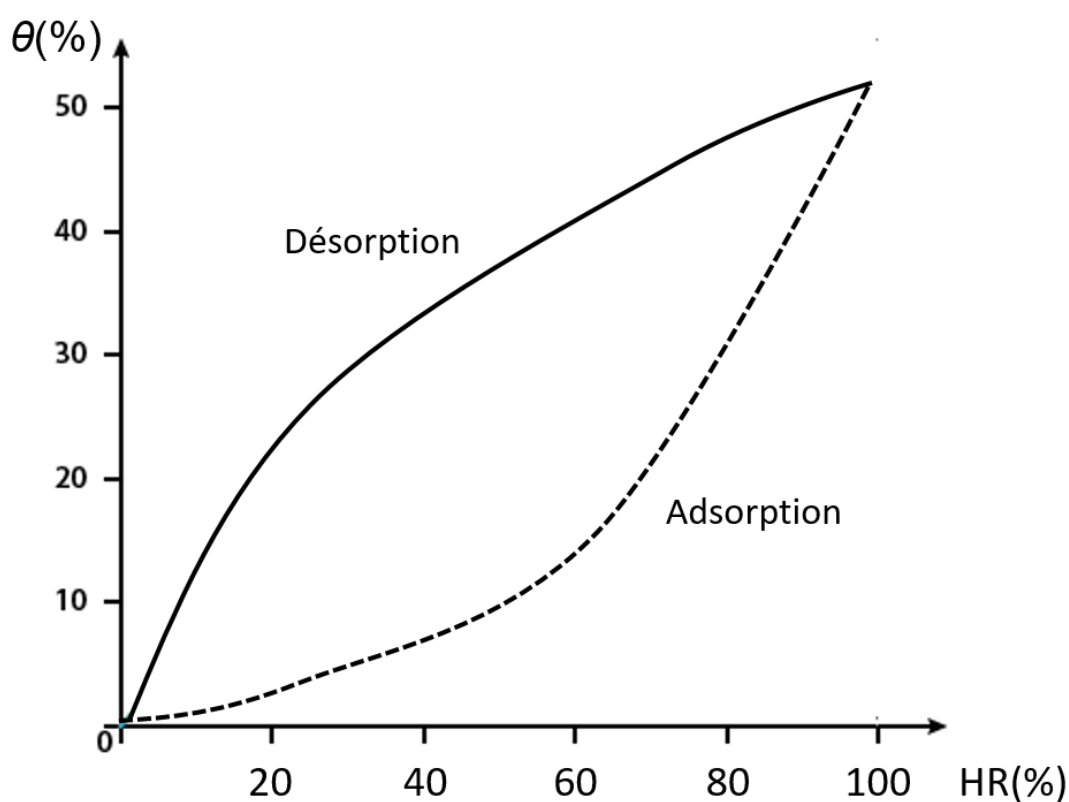


FIGURE 1.4 – Caractéristique hydrique d'un matériau poreux.

Pour les matériaux poreux, on peut distinguer différents types de cycles d'hystérésis. De Boer [37] en a mis quatre en évidence (figure 1.5) [38]. Leurs différences s'expliquent par la forme des pores, par la répartition de leurs tailles ou encore par les conditions expérimentales.

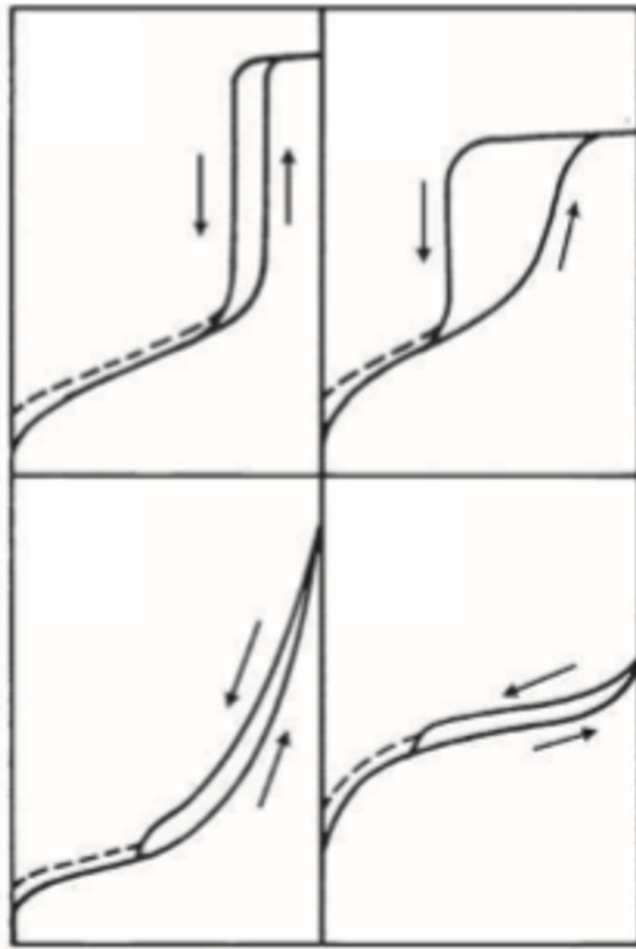


FIGURE 1.5 – Les quatre types de cycles isothermes d'adsorption-désorption répertoriées des matériaux poreux [38].

1.4.3 Fixation des molécules d'eau dans les pores

Le caractère hystérétique de l'isotherme d'adsorption-désorption des matériaux poreux en général et du BDC en particulier est dû à différentes causes ou phénomènes physiques.

Lors de la phase d'adsorption, le transfert d'humidité dans le matériau en fonction de HR tient à différents « mécanismes » hydriques. Il convient de distinguer trois phases (figure 1.6) : la première est appelée *adsorption monocouche*, la seconde *adsorption multicouche* et la troisième *condensation capillaire*. Lorsque l'humidité est faible, les molécules se fixent sur les parois des pores grâce à la force de Van Der Waals, jusqu'à former une première couche de molécules d'eau : c'est l'*adsorption monocouche*. Lorsque l'humidité se fait plus importante, de nouvelles molécules se fixent sur la première couche et l'adsorption

devient polycouche. Au-delà, l'augmentation continue de l'humidité dans le matériau s'accompagne de la fixation de nouvelles molécules d'eau jusqu'à ce que celles situées des deux côtés des parois des pores se rejoignent pour former un pont d'eau : c'est la *condensation capillaire* (figure 1.6). Ce phénomène, qui est responsable d'une augmentation exponentielle de la teneur en eau dans le matériau, est perceptible sur la caractéristique hydrique [36, 38].

Lors de la phase de désorption, les molécules ont plus de difficultés à quitter le matériau qu'elles n'en ont à y entrer lors de l'adsorption, à cause notamment de la forme des pores [36]. En effet, celle-ci est semblable à une bouteille d'encre et en phase d'adsorption les pores se remplissent d'eau en commençant par le col puis le ventre. Mais lors de la désorption, l'humidité présente au niveau des cols s'évacue facilement alors que celle présente au niveau du ventre a tendance à y rester partiellement piégée. L'adsorption (remplissage des pores) se fait donc plus facilement que la désorption (vidage). **C'est pourquoi à une teneur en eau donnée θ correspond une humidité relative HR plus faible lors de la phase de désorption que de la phase d'adsorption.**

Autre élément en cause dans le comportement hystérétique de la caractéristique hydrique d'un matériau poreux : l'angle de contact entre le solide et l'eau [39]. Les surfaces sur lesquelles se déposent les molécules d'eau n'étant pas parfaitement lisses (présence de rugosités), l'angle de contact entre la molécule et la surface lors de l'adsorption diffère de l'angle minimum permettant que la molécule s'en détache lors de la désorption.

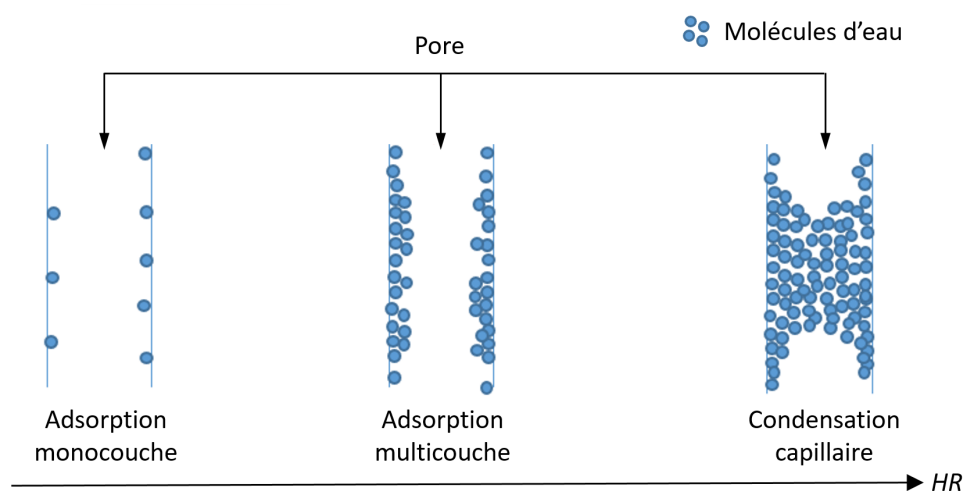


FIGURE 1.6 – Les trois phases de la fixation de l'humidité dans un pore.

1.4.4 Capacité tampon hydrique

Un des avantages de l'utilisation du BDC par rapport à d'autres matériaux est sa capacité à réguler l'humidité à l'intérieur des habitations et à en limiter les variations d'humidité relative. On dit que le matériau a un "effet tampon hydrique" [24]. Cette propriété peut être quantifiée via le MBV (en anglais *Moisture Buffer Value*) dont l'unité est le $\text{g.m}^{-2} \%.HR^{-1}$ (équation (1.9)).

$$MBV = \frac{m}{S\Delta HR} \quad (1.9)$$

où m est la masse du matériau, S la superficie du mur et ΔHR la variation d'humidité relative [40]. Le MBV permet d'estimer la quantité d'eau adsorbée ou désorbée lorsque le matériau est soumis à une variation ΔHR sur une durée donnée. La capacité du béton de chanvre à limiter les variations d'humidité relative dépend de divers facteurs comme les conditions climatiques extérieures ou la surface d'échange. Le projet NORDTEST a permis d'établir un protocole de mesure. Celui-ci consiste à appliquer pour un matériau donné de dimensions données le cycle d'humidité suivant sur une durée de 24 h : $HR = 75 \%$ pendant 8 h puis une $HR = 33 \%$ pendant 16 h [41]. Ce projet propose également une classification de l'effet tampon en fonction de la valeur du MBV. On considère qu'un matériau a un excellent effet tampon lorsque son MBV est supérieur à $2 \text{ g.m}^{-2} \%.HR^{-1}$ pour 8 h de mesure. Diverses études ont été faites pour estimer cette grandeur pour le BDC [40, 42, 43] selon lesquelles on peut considérer qu'il a généralement un excellent effet tampon. En comparaison [41], le béton et la brique ont un MBV de l'ordre de $0,4 \text{ g.m}^{-2} \%.HR^{-1}$, tandis que le MBV d'un béton cellulaire atteint $1 \text{ g.m}^{-2} \%.HR^{-1}$.

Il existe d'autres grandeurs permettant de caractériser le comportement hydrique du BDC telles que la perméabilité à la vapeur ou la diffusivité hydrique [24].

1.5 Problématique scientifique

La problématique scientifique de cette thèse est de **rechercher des méthodes d'instrumentation afin de caractériser les propriétés hydriques des matériaux poreux du bâtiment, du génie civil et géotechniques, à commencer par le BDC**. Et parmi ces méthodes, il s'agit également d'en rechercher de **non destructives**.

A ce propos, rappelons qu'une méthode est non destructive si les mesures réalisées ne détruisent ni n'altèrent le milieu sous test (en anglais *Material Under Test*, MUT). Précisons que l'on distingue le contrôle non destructif (CND), dont le résultat est de nature qualitative, par exemple la détection d'éventuelles pathologies d'un matériau [44], de l'évaluation

non destructive (END), dont le résultat est quantitatif : par exemple, s'agissant de la caractérisation hydrique d'un matériau poreux, une mesure de HR ou θ .

Diverses approches permettent de réaliser des mesures hydriques sur des matériaux poreux du génie civil, du bâtiment et géotechniques. Dans la section qui suit, nous passons en revue les principales d'entre elles, en nous focalisant sur celles qui peuvent être utilisées in situ. Nous en rappelons les principes, les avantages, les inconvénients, en un état de l'art qui nous amène à mettre en évidence l'intérêt de développer des méthodes électromagnétiques RF.

1.6 Méthodes de mesure hydriques applicables in situ à des bétons et autres matériaux poreux

Dans cette section consacrée aux méthodes de caractérisation hydrique applicables aux matériaux poreux du bâtiment, du génie civil et géotechniques, et applicables in situ ou non destructives, nous distinguerons la **méthode capacitive**, la **gammadensimétrie**, les **ultrasons** et diverses **méthodes électromagnétiques**. Les grandeurs hydriques considérées étant la teneur en eau θ , la saturation en eau S_θ et l'humidité relative HR (§ 1.4.1).

Notons s'agissant du BDC que HR revêt une importance particulière du fait de "l'effet tampon hydrique" de ce matériau et de son application à la régulation "d'ambiance" dans les bâtiments (§ 1.4.4).

1.6.1 Préambule : mesure de l'humidité relative des bétons

Les mesures d'humidité relative HR se font au moyen de capteurs capacitifs, souvent associés à des capteurs de température. **Un capteur d'humidité capacitif consiste en un condensateur dont le milieu diélectrique est poreux et dont la permittivité relative varie avec HR** . Typiquement ils sont conçus pour fonctionner dans l'air. Mais un conditionnement (i.e. une protection) permet de les insérer dans des matériaux comme les bétons. Ainsi, la littérature propose ces capteurs pour les bétons conventionnels [45, 46, 47, 48, 49] et pour le BDC [50, 51, 52, 53, 54, 55] (liste de références non exhaustive).

Comme mentionné en 1.4.4, les études sur le BDC mettent en évidence son effet tampon, c'est-à-dire sa capacité à limiter les fluctuations climatiques à l'intérieur des bâtiments [40, 42, 43]. Ces études ont été menées à l'aide de capteurs d'humidité et de température installés de part et d'autre d'un mur de BDC mais aussi à l'intérieur même de celui-ci.

Le modèle de capteur communément utilisé pour la mesure d'humidité relative et de température est le SHT75 de la marque Sensirion [56]. A l'origine sa vocation était la mesure des conditions hygrothermiques d'ambiance (i.e. dans l'air).

En ce qui concerne les bétons conventionnels et les mortiers, les mesures d'humidité relative ont généralement vocation à étudier l'influence de HR sur les propriétés mécaniques du matériau. Citons les études [45, 46, 47, 48, 49], lesquelles ont fait appel à divers capteurs des marques Sensirion ou Vaisala [57]. A chaque fois, il s'agissait de capteurs "durcis" grâce à un revêtement de protection ou cavité permettant de les plonger dans le béton.

Le conditionnement des capteurs en question se présentant sous la forme d'une cavité dans laquelle est mesurée l'humidité.

En bref, la mesure de l'humidité relative dans les bétons se fait grâce à des capteurs capacitifs ayant subi un conditionnement.

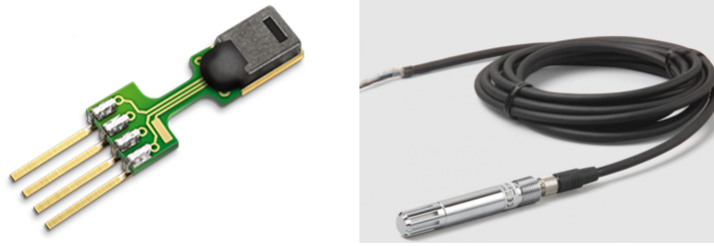


FIGURE 1.7 – Capteurs d'humidité : (a) : SHT 75, (b) : HMP110.

1.6.2 Méthodes non électromagnétiques ou non électriques

Cette section regroupe les méthodes non électromagnétiques utilisées pour estimer la teneur en eau dans le béton. Il s'agit d'une part de la gammadensimétrie, basée sur les photons émis d'une source radioactive et d'autre part de la méthode ultrasonore qui exploite la dépendance de la vitesse de propagation des ultrasons à la teneur en eau du milieu sous test.

1.6.2.1 Gammadensimétrie[58]

La **gammadensimétrie** est basée l'utilisation d'une source radioactive (Césium 137) pour émettre un rayonnement gamma constitué, dans le cas de rayonnement gamma (Césium 137), de photons traversant le matériau sous test [58]. Le matériau sous test, caractérisé notamment par son épaisseur et par sa densité, est soumis à un faisceau de N_0 photons et absorbera $N < N_0$. La connaissance du nombre de photons absorbés, via un détecteur, permet alors l'estimation des paramètres d'intérêt du matériau [58]. [59] propose une étude en laboratoire portant sur l'application de cette méthode à l'estimation de la teneur en eau d'un béton. Elle a été réalisée sur trois échantillons de béton de dimensions $450 \times 350 \times 130 \text{ mm}^3$ préparés selon la même formulation. Chacun de ces échantillons, après un séchage, a été plongé dans des solutions de chlorure de sodium à trois concentrations différentes. Des mesures gammadensimétriques ont été effectuées à

différentes profondeurs des échantillons, et ceci durant 23 jours. Les profils de teneur en eau volumique ainsi obtenus ont été comparés à ceux d'une étude basée sur des mesures de résistivité électrique (§ 1.6.3.1), laquelle a donné des tendances similaires. Le même type d'étude est présenté dans [60], ses résultats sont comparables.

La méthode gammadensimétrique est non destructive et présente une bonne précision de mesure [61], aussi peut-elle être utilisée pour des mesures in-situ. Toutefois, **le dispositif est couteux, difficile à étalonner, et donc difficilement utilisable à grande échelle**. Un autre type de dispositif, appelée humidimètre à neutrons et utilisant une source radioactive, a déjà été utilisé pour estimer les paramètres hydriques de milieux [62].

1.6.2.2 Ultrasons [63]

Les ultrasons désignent les ondes mécaniques dont les fréquences de vibration varient entre 20 kHz et plusieurs MHz [63]. Leur vitesse de propagation dépend de la nature du matériau traversé et notamment de sa masse volumique. Ils peuvent être utilisés sur des bétons en vue de mesures de teneur en eau [64, 65]. Pour ce faire on se sert d'un transducteur qui envoie au milieu une impulsion ultrasonore (figures 1.8 et 1.9), celle-ci le traverse puis est captée par un récepteur qui en mesure l'atténuation et la vitesse v_{uw} (en anglais *Ultrasonic Wave Velocity*, UWV). Or, dans un béton v_{uw} varie en fonction de θ .

L'étude menée dans [64] a ainsi mis en évidence une variation linéaire de v_{uw} allant de 4000 à 4300 m.s⁻¹, pour θ absorbée par un béton s'échelonnant de 0 à 5 %.

Dans [65, 66] différentes formulations de béton ont été caractérisés par des mesures ultrasonores. Les résultats montrent une augmentation de la vitesse de propagation avec le degré de saturation en eau du matériau, et donc avec θ . Cette augmentation s'explique par l'écart entre la vitesse de propagation des ultrasons dans l'air (340 m.s⁻¹) et dans l'eau (autour de 1500 m.s⁻¹), l'incompressibilité de l'eau par rapport à l'air facilitant le déplacement des ultrasons [66, 67].

L'avantage de la méthode ultrasonore est la multitude des topologies possibles (les multi-capteurs étant très répandus), ainsi que la diversité des grandeurs potentiellement mesurables [65]. Cependant, elle peut être difficile à mettre en œuvre car elle nécessite d'avoir une bonne adaptation d'impédance vis à vis du milieu à caractériser afin que l'atténuation du signal soit mesurable [68].

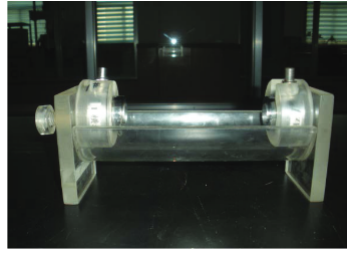


FIGURE 1.8 – Dispositif de mesures ultrasonores en laboratoire [69].



FIGURE 1.9 – Dispositif de mesures ultrasonores pour des applications in-situ [70].

1.6.3 Méthodes électromagnétiques

Cette section traite des approches électromagnétiques utilisables à des fins de caractérisation hydrique des matériaux poreux du génie civil et géotechniques. Nous distinguons la méthodes de **résistivité électrique** (DC ou très basses fréquences : typiquement < 3 kHz) des **méthodes diélectriques** de divers types couvrant différentes bandes radioélectriques (situées entre 3 kHz et 10 GHz). Si elles permettent indirectement de remonter aux caractéristiques hydriques des matériaux considérés c'est parce que l'eau présente un comportement résistif (§1.6.3.1) ou diélectrique (§1.6.3.2, 1.6.3.3, et 1.6.3.4) significativement différent des ceux des autres constituants du milieu.

1.6.3.1 Résistivité électrique [71]

La mesure de la résistivité électrique ρ d'un matériau s'appuie sur la possibilité pour les charges électriques (électrons ou ions) de circuler en son sein. ρ est une propriété intrinsèque au matériau s'exprimant en $\Omega.m$ [71]. **Les mesures (typiquement DC ou ELF : en anglais *Extremly Low Frequencies* < 3 kHz) de résistivité s'effectuent typiquement au moyen de quatre électrodes.** Deux d'entre elles servant à injecter un

courant électrique I dans le MUT, les deux autres servant à une mesure de tension électrique U . **ρ est obtenue à partir de la loi d'Ohm.** Elle est fonction du courant injecté, de la tension mesurée et dépend également d'un facteur géométrique k (équation (1.10)). k dépend de la distance entre les électrodes dans le cas d'une mesure surfacique, mais également de la taille de l'électrode lorsque la mesure est invasive [72, 73, 74, 75]. Un étalonnage permet d'estimer k .

$$\rho = k \frac{U}{I} \quad (1.10)$$

S'agissant du comportement électrique des constituants des matériaux de construction, ils est divers : bon conducteur, en ce qui concerne l'eau salée dont la résistivité est de $1 \Omega.m$; isolant, en ce qui concerne le sable sec dont la résistivité peut atteindre $10 \text{ k}\Omega.m$ [72]...

Dans les bétons, ρ varie avec l'exposition à l'humidité ou avec la quantité d'eau [76]. En effet, pour un béton donné, l'augmentation de la teneur en eau engendre une plus grande circulation des ions, et donc une diminution de ρ [71]. L'écart de résistivité entre la matrice cimentaire et l'eau au contact des sels présents dans le béton (autour de $1 \Omega.m$) est tel qu'une variation de θ induit d'importantes variations de ρ . A titre d'exemple, dans [76] deux types de ciments correspondant à des rapports massiques eau/ciment e/c différents ont été étudiés : une augmentation de ρ quand e/c diminue a été observée. Pour $e/c = 0,7$, $\rho \simeq 20 \Omega.m$, contre $\rho \simeq 120 \Omega.m$ lorsque $e/c = 0,2$. Dans [77] la résistivité de bétons a été corrélée à θ avec des résultats qui confirment les tendances observées dans [76]. **L'estimation de θ par une mesure de résistivité électrique est non destructive** ; sa mise en œuvre est en principe aisée et lorsque les électrodes sont posées en surface elle est aussi **non invasive**. En augmentant le nombre d'électrodes (par rapport à la configuration de base qui en compte quatre), elle permet également de réaliser des cartographies de la résistivité d'un milieu. Néanmoins, le placement des électrodes présente souvent des incertitudes et **l'existence d'une résistance de contact et de phénomènes de polarisation entre les électrodes et la surface du matériau à caractériser est susceptible d'engendrer un biais de mesure** [78, 79, 80].

1.6.3.2 Time Domain Reflectometry (TDR) [81]

Développée dans les années 60, **la méthode impulsionnelle (figure 1.10) [81], communément appelée *Time Domain Reflectometry* (TDR)**, était historiquement utilisée pour détecter des défauts dans les câbles électriques [82]. Elle est aussi utilisée à des fins de caractérisation diélectrique de matériaux poreux, et par suite de caractérisation

hydrique. Dans ce cas, **elle repose sur l'utilisation de sondes consistant en des tiges métalliques introduites dans le milieu à caractériser et sur l'estimation de sa permittivité diélectrique via la mesure du temps de vol d'une impulsion électrique le long des tiges** (i.e. le temps aller-retour de l'onde se propageant dans le diélectrique situé entre les tiges, en l'espèce le matériau poreux) [83]. En effet, le temps de vol dépend de la vitesse de propagation v_g de l'onde, laquelle dépend de la permittivité diélectrique du milieu (équations (1.11) et (1.12)).

$$v_g = \frac{c}{\sqrt{\varepsilon_r'}} = \frac{2L}{\tau} \quad (1.11)$$

$$\varepsilon_r' = \left(\frac{c\tau}{2L} \right)^2 \quad (1.12)$$

où c est la vitesse de la lumière dans le vide, L la longueur des tiges métalliques et ε_r' la partie réelle de la permittivité diélectrique relative du milieu.

Partant de ε_r' ainsi estimée **des approches empiriques permettent de déduire la teneur en eau** du milieu poreux. Pour cela, la littérature propose diverses formules dont la loi de Topp, établie dans les années 1980, est probablement la plus utilisée [84] (équation (1.13)).

$$\theta_v = -5.3.10^{-2} + 2.92.10^{-2}\varepsilon_r' - 5.5.10^{-2}(\varepsilon_r')^2 + 4.3.10^{-6}(\varepsilon_r')^3 \quad (1.13)$$

Citons également la référence [85] qui propose une équation du second ordre liant la permittivité diélectrique d'un béton à la teneur en eau, ou encore la référence [86] qui, pour estimer θ_v , tient compte non seulement de ε_r' mais également de la masse volumique du milieu.

La méthode TDR donne une bonne précision de mesure. Néanmoins, elle présente un inconvénient, majeur dans certains cas, son caractère invasif.

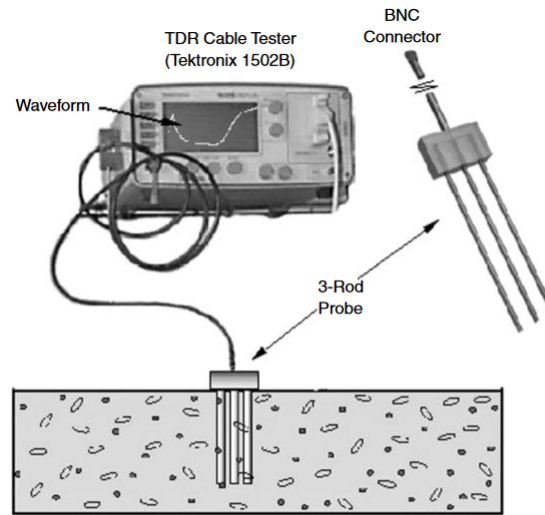


FIGURE 1.10 – Méthode TDR.

1.6.3.3 Ground Penetrating Radar (GPR) [87]

Les radars GPR sont largement utilisés dans le domaine du génie civil. Ils permettent d'imager des structures sur des épaisseurs traversées inférieures au mètre (typiquement 50 cm) avec une résolution centimétrique. Pour imager en profondeur au-delà de 50 cm il est souvent nécessaire d'utiliser des fréquences plus faibles pour diminuer les effets des réflexions parasites et l'atténuation, ceci se faisant au détriment de la résolution. Le GPR peut être utilisé pour estimer la teneur en eau d'un matériau. Il s'applique non seulement aux bétons [88, 89] mais également en géophysique [90, 91]. **Cette technique repose sur l'émission et la réception d'une impulsion microonde (de 200 MHz à 2 GHz pour les fréquences usuelles en génie civil) au moyen d'antennes.** Dans la configuration mono-statique, la même antenne est utilisée en émission et en réception [92, 88], tandis que dans la configuration bi-statique émission et réception se font avec des antennes séparées (figure 1.11). Avec la méthode GPR l'impulsion émise est susceptible de traverser d'autres milieux que le matériaux à caractériser [88, 87]. Il est à noter que l'impulsion est susceptible de suivre différentes trajectoires. Les radar GPR ont une sensibilité limitée principalement par les effets d'interfaces. La méthode GPR repose sur l'estimation de la permittivité diélectrique du milieu sous test à partir de la mesure des coefficients de réflexion R et de transmission T de l'impulsion. Compte tenu du contraste de permittivité diélectrique entre l'eau et les autres constituants d'un milieu poreux, cette méthode est sensible aux caractéristiques hydriques du milieu.

Dans [88], la méthode GPR dans une configuration bi-statique a été appliquée à du béton.

Les mesures ont été faites sur 10 échantillons de dimensions $60 \times 60 \times 12 \text{ cm}^3$ présentant différentes pressions de compactage et teneurs en eau. Elles ont permis d'estimer la permittivité diélectrique relative complexe ε_r^* des échantillons. Leur teneur en eau θ a quant à elle été estimée par gravimétrie. Cette étude a mis en évidence un relation relativement linéaire entre ces deux grandeurs. Une seconde étude [89] portant sur 14 échantillons de béton, de taille $25 \times 25 \times 7 \text{ cm}^3$, a quant à elle établi un lien entre la permittivité la saturation en eau S_θ , mais également entre S_θ et l'amplitude des impulsions reçues. Ses résultats confirment la tendance concernant la relation entre ε_r^* et θ_v obtenue dans [88]. Ils mettent également en évidence une augmentation de l'atténuation de l'onde à mesure qu'augmente la saturation en eau des échantillons de béton.

La méthode GPR a l'intérêt d'être non destructive et de ne pas nécessiter de mettre les antennes au contact direct du matériau. Toutefois, sa sensibilité est limité par les effets d'interfaces qui limitent notamment la profondeur d'investigation. Par ailleurs, l'inversion des signaux pour estimer la permittivité diélectrique du matériau n'est pas triviale.

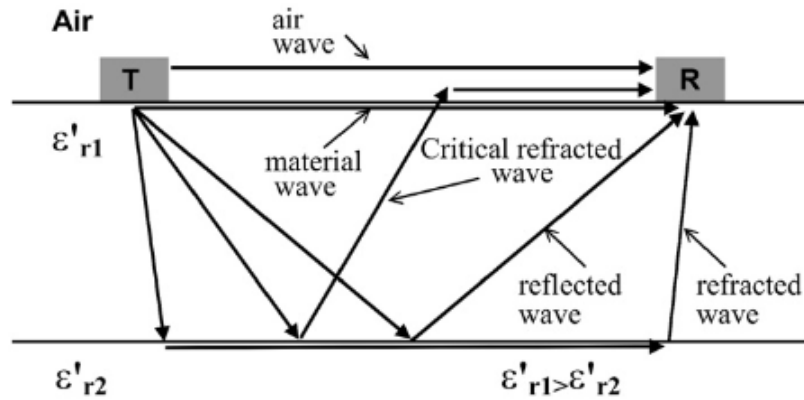


FIGURE 1.11 – Principe de la méthode GPR (configuration bistatique) [88].

1.6.3.4 Sondes et capteurs RF

Nous considérons ici les mesures électromagnétiques RF (radiofréquences, i.e. $100 \text{ MHz} \leq f \leq \text{qq. GHz}$) à base des sondes ou capteurs déployables in situ, par opposition aux méthodes GPR opérant dans les mêmes gammes de fréquences mais qui utilisent des antennes.

Ces mesures s'appliquent aux matériaux diélectriques et en particulier aux milieux poreux du bâtiment, du génie-civil ou géotechniques. Elles sont fonction de la permittivité diélec-

trique relative ε_r^* du MUT, laquelle dépend de ses caractéristiques hydriques, notamment parce que la permittivité de l'eau contraste fortement avec celle des autres constituants. En outre, le spectre diélectrique de ces milieux est généralement dispersif (il dépend de la fréquence f sur une bande RF s'étendant jusqu'à 10 GHz [93, 94, 95]), et ceci à cause de différents phénomènes de relaxation (polarisation ionique, interfaciale et dipolaire [94]) intimement liés à la structure et aux caractéristiques du matériau, notamment hydriques. Pour ces raisons, des mesures hautes fréquences, voire large bande (spectroscopie diélectrique [95]) sont pertinentes et constituent une alternative aux traditionnelles méthodes temporelles (TDR) [81, 82, 83, 84, 85, 86] dont la bande passante est limitée (§ 1.6.3.2).

La réflectométrie RF, que nous considérons ici, consiste à mesurer le coefficient de réflexion (aussi appelé paramètre S_{11}) d'une onde électromagnétique RF à l'interface entre une sonde et le MUT. S_{11} dépend à la fois de la sonde (structure, dimensions) et des caractéristiques du milieu ($\varepsilon_r^*(f)$ et indirectement des propriétés hydriques). Par conséquent, une sonde doit être conçue en fonction du milieu visé. A cet égard le volume élémentaire représentatif (VER) de ce dernier est un paramètre à prendre en compte (les ondes devant pénétrer dans le milieu sur une profondeur en rapport avec son VER). D'un point de vue pratique, les mesures en réflexion (figure 1.12) se prêtent au contrôle non destructif. La sonde est placée à l'extérieur et au contact du milieu et l'analyse des mesures (S_{11}) est utilisée pour en déterminer les grandeurs d'intérêt, par exemple hydriques.

Typiquement les mesures de réflectométrie RF reposent sur des sondes à effet de bout, c'est dire des lignes de transmission coaxiales s'ouvrant sur le milieu à caractériser.

La littérature offre divers exemples de ces mesures appliquées à la caractérisation diélectrique/hydrique de milieux poreux. Citons en particulier [96, 97, 98] qui portent sur des bétons ou matériaux cimentaires. Pour un état de l'art détaillé voir le chapitre 2 (§ 2.3.2).

Les mesures électromagnétiques RF offrent généralement une bonne sensibilité aux propriétés hydriques des milieux poreux du bâtiment, du génie-civil ou géotechniques. Pour les applications in situ, d'autres capteurs que les sondes à effet de bout, en particulier **des capteurs en technologie microruban peuvent être envisagés**. Selon leurs fréquences de fonctionnement, qui déterminent leurs dimensions, ils doivent pouvoir interagir avec un volume comparable au VER de matériaux comme le BDC. Ces solutions non destructives, non invasives (capteurs placés à l'extérieur et au contact du MUT) et correspondant à une technologie faible coût, restent encore largement à investiguer.

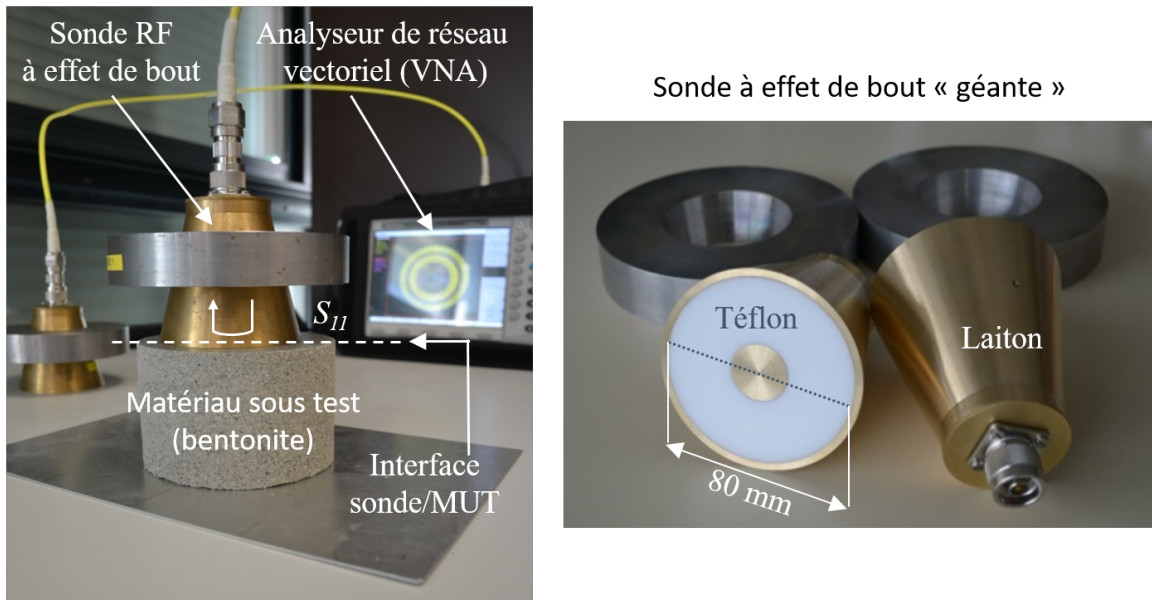


Figure 1.12 – Mesure de réflectométrie RF avec une sonde à effet de bout [99].

1.6.4 Comparaison des méthodes de caractérisation hydrique des bétons et autres matériaux poreux

Le tableau 1.5 résume les avantages et inconvénients respectifs des méthodes non destructives de caractérisation hydrique des bétons, et plus largement des milieux poreux du bâtiment, du génie-civil ou géotechniques présentées ci-dessus.

Un critère essentiel quant au choix d'une méthode de mesure concerne les contraintes de mise en oeuvre et la compatibilité avec le MUT.

Compte-tenu de notre problématique (§ 1.5) **il importe que la méthode retenue puisse se décliner sous une forme non destructive, voire non invasive et permette de sonder le VER du MUT** (en l'espèce le BDC, même si d'autres matériaux cimentaires, bio-sourcés ou non, peuvent être envisagés). Accessoirement la facilité de mise en oeuvre et le coût des dispositifs peuvent être à considérer. Au regard de tous ces critères, les mesures électromagnétiques à base de sondes et de capteurs RF se distinguent des autres approches et c'est pourquoi nous la choisissons.

Méthode	Avantages, spécificités	Inconvénients
Gammadensimétrie	Bonne précision	Coût, mise en oeuvre
Ultrasonore	Linéarité entre v_{uw} et θ	Précision moyenne Mise en œuvre complexe sur les bétons
Résistive	Mise en œuvre aisée, non invasive Mesures DC ou ELF	Précision moyenne
TDR	Bonne précision	Invasive Peut être coûteux
GPR	Très utilisée en génie civil	Sensibilité réduite par les interfaces Inversion non triviale
Sondes RF	Large bande en RF, non invasive Capteurs microrubans possibles	

Tableau 1.5 – Comparaison des méthodes applicables à l'END hydrique des bétons et autres milieux poreux.

1.7 Conclusion

Utiliser des bétons “bio-sourcés” (i.e. composés en partie d'éléments d'origine végétale) tels que le BDC, **représente un bon moyen de réduire la consommation énergétique des bâtiments** et de contribuer à la réduction des émissions domestiques de gaz à effet de serre. En effet, compte tenu de la grande porosité que leur confèrent les fibres végétales **ces bétons constituent d'excellents isolants thermiques et sont capables de réguler les variations climatiques (i.e. thermiques et hydriques) quotidiennes dans les bâtiments. En outre, comparée à celle des bétons classiques, l'analyse du cycle de vie du BDC montre une importante économie des émissions de CO₂ et d'énergie grise** (d'un facteur quatre), ce qui les rend d'autant plus intéressants dans une perspective de développement soutenable. Bien sûr, compte-tenu de leurs piètres propriétés mécaniques, les seconds n'ont pas vocation à remplacer les premiers dans les structures porteuses et sont principalement destinés aux fonctions de remplissage et d'isolation.

La faculté du BDC à réguler les variations climatiques dans un bâtiment tient notamment à ses propriétés hydriques d'adsorption et de désorption, lesquelles sont intrinsèquement liées

à la forte porosité du matériau. Ces performances ont cependant tendance à se dégrader lorsque l'humidité augmente dans les pores. L'augmentation de la quantité d'eau dans les pores entraîne l'apparition de moisissures à l'intérieur du matériau.

Pour ces raisons, il est particulièrement utile de caractériser les propriétés hydriques du BDC et en particulier les variations de la teneur en eau θ en fonction de l'humidité relative HR , laquelle suivent un cycle d'hystérésis (isotherme d'adsorption-désorption). Il y a un enjeu scientifique en matière méthodes de caractérisation qui recouvre deux aspects :

- Premièrement, il s'agit de **disposer d'approches expérimentales adaptées à ces matériaux (hétérogénéité, volume élémentaire représentatif, etc.)** afin d'en mesurer le comportement hydrique.
- Deuxièmement, il s'agit de pouvoir **décliner ces approches sous une forme non destructive** en vue de mesures in situ (dans les bâtiments), notamment à des fins de contrôle santé intégré du matériau.

Un état de l'art des techniques de caractérisation hydrique applicables aux bétons, et plus généralement aux matériaux poreux rencontrés dans le bâtiment, le génie civil et la géotechnique **nous a conduits à distinguer les mesures diélectriques hautes fréquence (RF), voire large bande (spectroscopie)**. Elles ont a priori le mérite d'être sensibles aux propriétés hydriques des milieux poreux (teneur en eau et humidité relative), d'être adaptées au sondage du volume élémentaire représentatif du BDC, ainsi qu'à l'évaluation non destructives et non invasive de ce type de milieu.

Le prochain chapitre s'attache à répondre au premier aspect de la problématique scientifique explicitée plus haut. Nous y développons une méthode de spectroscopie diélectrique adaptée au BDC et la mettons en oeuvre sur des échantillons conditionnés de manière à parcourir le cycle θ vs. HR . Les données expérimentales ainsi obtenues permettront de traiter au chapitre 3 le second aspect de notre problématique, à savoir le développement d'approches non invasives de caractérisation hydrique du BDC.

Chapitre 2

Caractérisation du spectre diélectrique RF du BDC

2.1 Introduction

Au chapitre précédent nous avons exposé les motivations de nos travaux : le besoin de méthodes de caractérisation hydrique non invasives adaptées aux matériaux poreux que sont les bétons bio-sourcés utilisés dans les bâtiments. Au vu des caractéristiques de ces matériaux et des avantages et inconvénients respectifs des différentes méthodes de mesures envisageables, nous avons choisi de développer des méthodes diélectriques RF. En effet, elles présentent a priori une bonne sensibilité aux propriétés hydriques des matériaux poreux, elles peuvent être dimensionnées pour sonder des volumes compatibles avec le volume élémentaire représentatif (VER) des bétons bio-sourcés, enfin, elles peuvent se décliner sous des formes non invasives.

Développer des méthodes RF non invasives pour des mesures hydriques sur des bétons bio-sourcés nécessite au préalable de caractériser le spectre diélectrique de ces matériaux en fonction de leurs caractéristiques hydriques. Tel est l'objet du présent chapitre.

Avant toute chose nous y rappelons les notions fondamentales concernant les phénomènes de polarisation qui jalonnent le spectre diélectrique d'un matériau.

Dans une seconde partie, nous présentons les approches expérimentales de spectroscopie diélectrique en distinguant la réflectométrie des mesures en transmission et réflexion. Les grandeurs mesurées consistent en des coefficients de transmission et/ou de réflexion des ondes aux interfaces des dispositifs de mesure et du matériau sous test (MUT). Quant au spectre diélectrique du MUT, il peut être estimé à partir de ces coefficients moyennant

une étape d'inversion qui suppose de disposer d'un modèle. Nous explicitons dans chaque cas les contraintes d'application. Celles-ci et la possibilité ou non d'inverser les mesures déterminent notre choix de caractériser le spectre diélectrique du BDC à partir de mesures en transmission et réflexion en guides d'ondes rectangulaires.

Dans une troisième partie nous détaillons le protocole expérimental que nous avons suivi, lequel s'appuie sur des mesures en guides d'ondes rectangulaires et une étape de calibration.

Dans une quatrième partie nous explicitons l'étape d'inversion des mesures utilisée pour estimer le spectre diélectrique du matériau.

La cinquième partie traite des résultats expérimentaux obtenus sur des échantillons de BDC conditionnés afin de parcourir l'intégralité d'un cycle de sorption-désorption. Elle comporte la description de la fabrication et du conditionnement hydrique des échantillons et l'analyse des mesures diélectriques.

2.2 Permittivité et spectre diélectriques

Les systèmes que nous développons sont intrinsèquement des systèmes de mesure diélectrique ou de spectroscopie diélectrique. Nous rappelons ici les principales notions et définitions s'attachant aux phénomènes diélectriques, ne serait-ce que parce qu'il y est régulièrement fait référence dans le manuscrit, mais également pour mettre en évidence le fait qu'ils se manifestent à différentes échelles fréquentielles, d'où la richesse potentielle des informations que recèle le spectre diélectrique.

2.2.1 Phénomènes de polarisation

Lorsqu'un champ électrique $\vec{E}$ est appliqué sur un matériau diélectrique différents mouvements de charges se produisent. Il y a ceux qui concernent les charges libres (électrons de conduction ou trous qui subissent des mouvements de translation), peu nombreuses dans le cas d'un diélectrique, et ceux qui concernent les charges liées. Ces dernières subissent des mouvements de rotation (cas des dipôles) ou bien de translation (électrons de valence et ions) correspondant à des phénomènes de polarisation : il s'agit de déplacements élastiques (sans rupture de liaisons) des charges positives ou négatives. Ceux-ci se produisent à différentes échelles [100, 101, 102] :

- Polarisation électronique : ceci désigne le déplacement du nuage électronique des atomes par rapport aux noyaux sous l'effet d'un champ électrique. C'est un phénomène, très rapide (environ 1 fs) qui ne s'accompagne pas de pertes dans le matériau. Cette polarisation peut être visible à des fréquences allant au delà du THz.
- Polarisation atomique ou ionique : elle correspond au déplacement d'atomes dans le matériau selon l'orientation du champ électrique. Ce phénomène est moins rapide que la polarisation électronique, autour de 1 ps. La gamme de fréquences correspondant se situe au THz.
- Polarisation d'orientation : cette polarisation est observée à l'échelle moléculaire et est conditionnée par la présence d'un moment dipolaire permanent des molécules (dû notamment de l'asymétrie des charges électriques). Elle est visible jusqu'à la dizaine de GHz.
- Polarisation interfaciale : appelée également Maxwell-Wagner, cette polarisation intervient dans les matériaux hétérogènes et est due à une accumulation de charges aux interfaces entre les différentes phases. Ce phénomène représente la plus lente des polarisations ($\simeq$ ms) et se manifeste jusqu'à environ 10^5 Hz.

2.2.2 Courants dans un diélectrique [103, 104]

Le courant parcourant un diélectrique correspond à des déplacements de charges dans le matériau. Il est la somme d'une densité de courant de conduction $\vec{J}_C$ et d'une densité de courant de déplacement $\vec{J}_D$:

$$\vec{J} = \vec{J}_C + \vec{J}_D \quad (2.1)$$

$\vec{J}_C$ est dû au déplacement des charges libres dans le matériau lorsqu'un champ $\vec{E}$ est appliqué. Elle s'exprime comme le produit de la conductivité électrique σ du matériau et du champ $\vec{E}$:

$$\vec{J}_C = \sigma \vec{E} \quad (2.2)$$

$\vec{J}_D$ est induite par le déplacement des charges dans le diélectrique. Elle est égale à la variation temporelle de l'induction électrique $\vec{D}$ dans le matériau :

$$\vec{J}_D = \frac{d\vec{D}}{dt} \quad (2.3)$$

L'équation de Maxwell-Gauss lie le déplacement électrique à la densité volumique des charges libres ρ_l :

$$\text{div} \vec{D} = \rho_l \quad (2.4)$$

Le déplacement électrique est également liée au champ électrique appliqué et à la polarisation du diélectrique $\vec{P}$:

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \vec{E} + \vec{P} \quad (2.5)$$

où ε_0 est la permittivité absolue du vide ($\varepsilon_0 = 8.85 \cdot 10^{-12} \text{F.m}^{-1}$). La polarisation induite est liée à $\vec{E}$ via la susceptibilité électrique χ^* du matériau :

$$\vec{P} = \varepsilon_0 \chi^* \vec{E} \quad (2.6)$$

L'induction électrique peut donc s'exprimer comme :

$$\vec{D} = (1 + \chi^*) \varepsilon_0 \vec{E} \quad (2.7)$$

La permittivité diélectrique relative ε_r^* du matériau est alors définie comme :

$$\varepsilon_r^* = 1 + \chi^* \quad (2.8)$$

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \varepsilon_r^* \vec{E} \quad (2.9)$$

Lorsque le matériau diélectrique est sans pertes la permittivité diélectrique relative ε_r^* est une grandeur réelle. Le plus souvent les matériaux présentent des pertes diélectriques, même si elles peuvent être très faibles. Dans ce cas la susceptibilité électrique et la permittivité diélectrique sont des grandeurs complexes :

$$\chi^* = \chi' - j\chi'' \quad (2.10)$$

$$\varepsilon_r^* = \varepsilon_r' - j\varepsilon_r'' \quad (2.11)$$

2.2.2.1 Pertes diélectriques [103, 104]

La densité de courant dans les diélectriques est la somme des densités de conduction et de déplacement :

$$\vec{J} = \sigma \vec{E} + \frac{d\vec{D}}{dt} \quad (2.12)$$

En régime linéaire et harmonique l'équation (2.12) devient :

$$\vec{J}(\omega) = \sigma \vec{E}(\omega) + j\omega \vec{D}(\omega) \quad (2.13)$$

$$\vec{J}(\omega) = (\sigma + j\omega\varepsilon_0(\chi'(\omega) - j\chi''(\omega))) \vec{E}(\omega) \quad (2.14)$$

$$\vec{J}(\omega) = (\sigma + \omega\varepsilon_0\chi''(\omega)) \vec{E}(\omega) + j\omega\varepsilon_0(1 + \chi'(\omega)) \vec{E}(\omega) \quad (2.15)$$

La partie imaginaire de la susceptibilité électrique quantifie les pertes diélectriques dans le matériau. A partir des équations (2.8), (2.10) et (2.11) on obtient :

$$\varepsilon_r'(\omega) = 1 + \chi'(\omega) \quad (2.16)$$

$$\varepsilon_r''(\omega) = \chi''(\omega) \quad (2.17)$$

L'introduction de la permittivité diélectrique complexe dans l'équation (2.15) donne alors :

$$\vec{J}(\omega) = (\sigma + \omega\varepsilon_0\varepsilon_r''(\omega)) \vec{E}(\omega) + j\omega\varepsilon_0\varepsilon_r'(\omega) \vec{E}(\omega) \quad (2.18)$$

D'après l'équation (2.18), les pertes dans le matériau peuvent s'exprimer à partir du déphasage entre la densité de courant et le champ électrique appliqué via le facteur de pertes :

$$\tan \delta = \frac{\frac{\sigma}{\omega\varepsilon_0} + \varepsilon_r''(\omega)}{\varepsilon_r'(\omega)} \quad (2.19)$$

Les pertes par conduction apparaissent en basses fréquences. En hautes fréquences elles sont négligeables et le facteur de pertes se simplifie [104] :

$$\tan \delta = \frac{\varepsilon_r''(\omega)}{\varepsilon_r'(\omega)} \quad (2.20)$$

2.2.3 Spectre diélectrique

Le spectre diélectrique (figure 2.1) désigne l'évolution des parties réelle et imaginaire de ε_r^* en fonction de la fréquence du champ électrique appliqué au matériau.

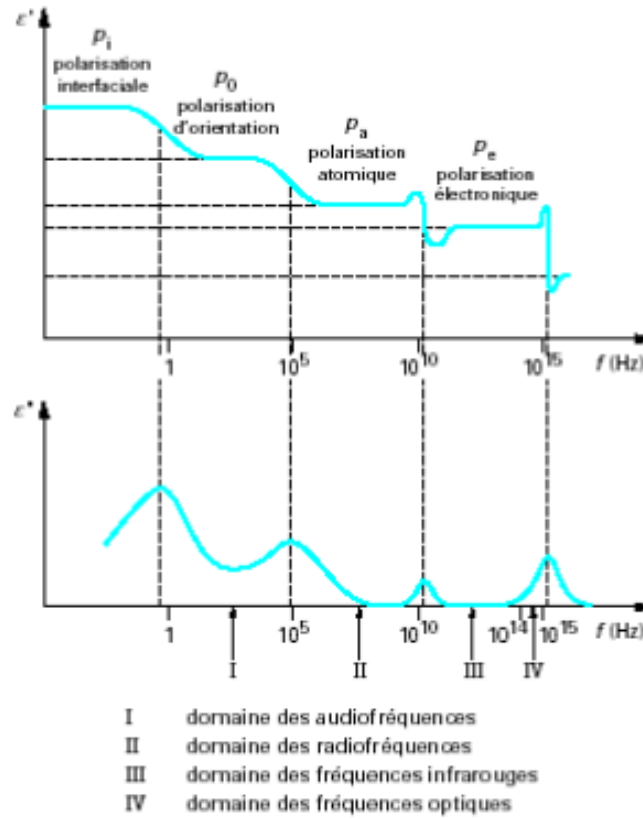


FIGURE 2.1 – Spectre d'un matériau diélectrique (extrait de [102]).

Il comporte a priori des paliers qui résultent de la superposition des contributions des différents phénomènes de polarisation. Dans ce qui suit nous présentons les approches expérimentales permettant de caractériser le spectre d'un diélectrique aux fréquences RF.

2.3 Méthodes de spectroscopie diélectrique RF

N'ayant pas d'a priori sur les fréquences RF les plus pertinentes pour développer des capteurs hydriques pour le BDC, nous considérons ici les méthodes de spectroscopie diélectrique large bande et excluons les approches mono-fréquence. Le choix de la bande caractérisée n'est pas sans incidence. Dans la perspective du développement de capteurs

RF (chapitre 3) il est souhaitable de couvrir une bande ISM [105] (autorisée pour les applications commerciales), d'autre part il faut que la longueur d'onde choisie (dont dépend la taille des capteurs) permette de sonder le VER du milieu.

Dans cette section nous présentons deux types de mesures de permittivité : les mesures par réflectométrie à l'aide d'une sonde coaxiale ouverte et les mesures en transmission et réflexion réalisées soit en espace libre, soit au moyen d'une cellule fermée (coaxiale ou en guides d'ondes rectangulaires). Nous présentons également les avantages et inconvénients de ces méthodes. Notons que nous ne considérons que des matériaux amagnétiques (de perméabilité magnétique relative unitaire : $\mu_r^* = 1 - j0$) ce qui est le cas des bétons et du BDC.

2.3.1 Paramètres S

Les méthodes RF permettant l'estimation de la permittivité diélectrique reposent sur des mesures de paramètres S, c'est à dire de coefficients de transmission et de réflexion des ondes dans des plans de référence (correspondant aux faces des échantillons sous test). Ces paramètres sont des nombres complexes traduisant à la fois une atténuation (voire une amplification) et un déphasage.

Les paramètres S, qui constituent l'outil de base servant à étudier les circuits électriques dans le domaine des hyperfréquences, sont définis comme des rapports entre ondes incidentes, réfléchies et transmises [106]. Ondes incidentes et réfléchies sont respectivement notées a_i et b_i , l'indice i désignant un plan de référence. Les définitions ci-après considèrent le cas d'un quadripôle (dispositif à deux plans de référence). Ces coefficients peuvent être exprimés en fonction de l'impédance Z_L du plan de référence et d'une impédance de référence Z_C correspondant généralement à l'impédance caractéristique de la ligne de transmission, ainsi par exemple on a :

$$S_{11} = \frac{b_1}{a_1} = \frac{Z_L - Z_C}{Z_L + Z_C} \quad (2.21)$$

Un quadripôle (figure 2.2) est caractérisé par quatre paramètres S que l'on peut présenter sous la forme d'une matrice (2.22) :

$$[S] = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{pmatrix} \quad (2.22)$$

Deux équations relient les paramètres S aux ondes incidentes et réfléchies :

$$b_1 = S_{11}a_1 + S_{12}a_2 \quad (2.23)$$

$$b_2 = S_{21}a_1 + S_{22}a_2 \quad (2.24)$$

avec

- $a_{1,2}$: amplitude normalisée et phase de l'onde incidente au niveau des ports $\{1,2\}$;
- $b_{1,2}$: amplitude normalisée et phase de l'onde réfléchie au niveau des ports $\{1,2\}$;
- S_{11} : coefficient de réflexion au port 1 lorsque le port 2 est adapté (adaptation d'impédance...) ;
- S_{12} : coefficient de transmission du port 2 vers le port 1 lorsque le port 1 est adapté ;
- S_{21} : coefficient de transmission du port 1 vers le port 2 lorsque le port 2 est adapté ;
- S_{22} : coefficient de réflexion au port 2 lorsque le port 1 est adapté.

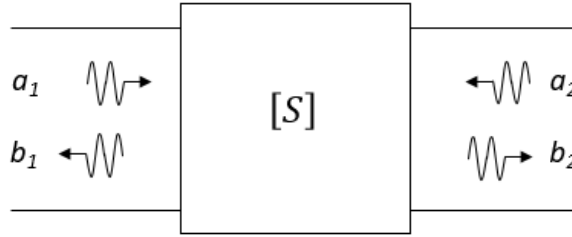


FIGURE 2.2 – Représentation des ondes entrantes et sortantes d'un quadripôle.

Les paramètres S dépendent de la fréquence des ondes électromagnétiques et se mesurent au moyen d'un appareil appelé analyseur de réseau vectoriel (en anglais *Vector Network Analyzer* : VNA).

2.3.2 Méthode de réflectométrie

Le principe de la réflectométrie consiste à mesurer le coefficient S_{11} d'une onde dans un plan de référence donné. Ce coefficient dépend du dispositif de mesure et des propriétés du milieu où l'onde est injectée. La réflectométrie peut donc servir à caractériser certaines propriétés du milieu influençant le coefficient de réflexion, comme la permittivité diélectrique ou la perméabilité magnétique d'un MUT. Nous nous limitons ici à présenter le principe des méthodes de réflectométrie visant à mesurer la permittivité diélectrique.

Pour faire ce type de mesure on peut employer une sonde à effet de bout. C'est l'approche que nous présentons ici. Dans le cas des méthodes de mesure réflectométriques, le matériau est considéré comme homogène et semi-infini du point de vue du dispositif de mesure.

2.3.2.1 Dispositif expérimental : sonde à effet de bout

Une sonde à effet de bout consiste en une ligne de transmission coaxiale s'ouvrant sur le matériau à caractériser [107, 108, 109] (figure 2.4). Au niveau de l'ouverture les lignes de champ varient en fonction de la permittivité relative du MUT mais également en fonction du rayon d'ouverture de la sonde [110]. Au moyen d'un analyseur de réseau vectoriel (VNA) connecté à la sonde on peut mesurer, sur une plage de fréquence donnée, le coefficient S_{11} de l'onde dans le plan de calibration de l'appareil (qui peut être déplacé au niveau de l'interface sonde/MUT).

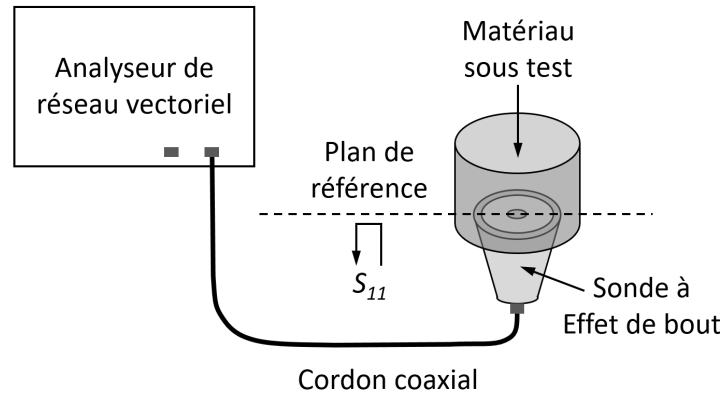


FIGURE 2.3 – Mesure de réflectométrie au moyen d'une sonde à effet de bout.

2.3.2.2 Modélisation des interactions sonde/MUT

Il existe un modèle général [110, 96] permettant de relier l'admittance Y réduite équivalente au coefficient S_{11} (équation (2.25)) à la permittivité diélectrique ε_r^* du MUT. Selon les dimensions de la sonde (rayon d'ouverture) et en fonction de la longueur d'onde ce modèle peut se prêter à des simplifications. Ainsi, lorsque le rayon d'ouverture est faible (de l'ordre du mm pour des fréquences de l'ordre du GHz) les interactions entre la sonde et le MUT se modélisent comme la mise en parallèle de deux condensateurs (figure 2.4; (équation (2.26)) [111]) : C_f qui permet de tenir compte du champ évanescent entre les deux éléments métalliques de la sonde et $\varepsilon_r^* C_0$ qui rend compte du MUT.

$$Y(f) = \frac{1 - S_{11}}{1 + S_{11}} \quad (2.25)$$

$$Y(f) = j2\pi f(C_f + \varepsilon_r^* C_0) \quad (2.26)$$

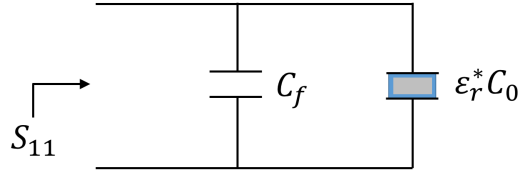


FIGURE 2.4 – Schéma du modèle capacitif d'une sonde à effet de bout.

Compte tenu des équations (2.25) et (2.26) il est possible d'exprimer S_{11} en fonction de ε_r^* . Pour cela on définit trois paramètres (c_1, c_2, c_3) qui dépendent des caractéristiques géométriques de la sonde (équation (2.27)) :

$$S_{11} = \frac{\varepsilon_r^* c_3 + c_2}{c_1 + \varepsilon_r^*} \quad (2.27)$$

Ces trois paramètres peuvent être définis en fonction des capacités C_0 et C_f .

En pratique, avant d'estimer la permittivité d'un MUT inconnu il est nécessaire d'effectuer un étalonnage de la sonde afin d'estimer les paramètres (c_1, c_2, c_3) de l'équation (2.27). Cet étalonnage consiste en des mesures du coefficient S_{11} de la sonde mise au contact de matériaux ou milieux dont la permittivité diélectrique est connue [112]. Il peut s'agir de liquides tels que l'eau ou le méthanol, de l'air ou encore d'un court-circuit.

L'équation (2.27) n'est valable que si le rayon d'ouverture de la sonde est suffisamment petit (à une longueur d'onde donnée). Si ce n'est pas le cas, d'autres variantes [114] du modèle général [110, 96] permettent de modéliser la permittivité diélectrique du MUT :

- Méthode de Taylor : cette méthode consiste à transformer l'équation générale liant $Y(f)$ à ε_r^* en une équation polynomiale dont les paramètres d'intérêt dépendent des

dimensions de l'ouverture de la sonde [110, 96]. Le degré du développement dépend de la précision souhaitée. Cette méthode peut être coûteuse en temps de calcul à cause du nombre d'itérations nécessaires à la convergence.

- Approche quasi-statique : cette approche permet d'effectuer une simplification de la méthode de Taylor en limitant l'équation polynomiale à l'ordre 3 [96].

2.3.2.3 Exemples de mesures de spectroscopie diélectrique par réflectométrie

La littérature offre des exemples d'utilisation de la réflectométrie RF mise en oeuvre au moyen de sondes à effet de bout pour la caractérisation diélectrique de matériaux cimentaires [96, 97] ou géotechniques [98].

- Dans [96] les spectres diélectriques de 6 échantillons de béton avec des tailles d'agréats allant jusqu'à 2 cm de diamètre ont été caractérisés sur la bande [100 MHz – 900 MHz]. La sonde avait un diamètre d'ouverture de 3 cm, le modèle diélectrique était basé sur la méthode de Taylor. Les spectres mesurés ont été comparés à ceux issus de mesures en transmission et réflexion au moyen d'une cellule coaxiale. L'écart entre les résultats des deux méthodes était inférieur à 7 % sur la bande de fréquence considérée.
- Les travaux développés dans [97] ont porté sur la caractérisation sur la bande [100 MHz – 1 GHz] de trois pâtes de ciment, de deux mortiers et d'un béton à différents degrés de saturation en eau. La taille maximum d'hétérogénéité était de l'ordre du cm. La sonde avait un diamètre d'ouverture de 3 cm. Elle a été étalonnée avec deux matériaux de référence (air et PTFE). Les résultats montrent, pour chacun des matériaux caractérisés, une augmentation de ε_r^* , tant sur la partie réelle que sur le facteur de pertes $\tan \delta$, avec l'augmentation du degré de saturation. La dispersion en fréquence de chacun des matériaux augmente avec le degré de saturation. Des travaux similaires ont été présentés dans [115] avec l'estimation sur la bande [100 MHz - 2 GHz] du spectre diélectrique de sables à différentes saturations en eau.
- Les travaux décrits dans [98] ont porté sur la caractérisation d'un sol sur la bande [50 MHz – 5 GHz]. La sonde utilisée a été fabriquée à partir d'un connecteur SMA (de diamètre d'ouverture 5 mm). Le modèle diélectrique utilisé était le modèle capacitif. Après étalonnage de la sonde, le coefficient de réflexion a été mesuré au cours du temps

et donc au cours de la variation de la teneur en eau du sol. Comme dans [97], les résultats obtenus montrent une augmentation de la permittivité diélectrique avec la saturation en eau (et donc avec la teneur en eau), ce qui s'explique par le fait que la permittivité de l'eau est très supérieure à celle des autres constituants.

2.3.2.4 Conclusion sur la spectroscopie diélectrique par réflectométrie

Les méthodes de réflectométrie pour la détermination du spectre diélectrique des matériaux poreux reposent le plus souvent sur l'utilisation d'une sonde à effet de bout consistant en une ligne de transmission coaxiale s'ouvrant sur le matériau sous test. Des modèles permettent de relier la permittivité diélectrique du milieu sondé au coefficient de réflexion S_{11} au niveau de l'ouverture de la sonde. Partant d'une mesure de S_{11} , on estime généralement le spectre diélectrique du milieu à partir du modèle inverse. Si les mesures sont relativement faciles à mettre à œuvre, le calcul du modèle inverse peut, lui, s'avérer non trivial pour les sondes à grand rayon d'ouverture. Or, en ce qui concerne le BDC, les hétérogénéités du milieu atteignent le centimètre, et par suite le volume élémentaire représentatif (VER) quelques cm^3 . Pour cette raison, aux fréquences envisagées ($\simeq 2,4 \text{ GHz}$) la spectroscopie par sonde à effet de bout n'apparaît pas pertinente. C'est pourquoi nous nous tournons vers des mesures en transmission et réflexion.

Pour autant, les méthodes de réflectométrie ne sont pas à écarter systématiquement, nous y aurons recours au chapitre 4 pour réaliser le suivi de l'hydratation d'un mortier, dont le VER est bien inférieur à celui du BDC.

2.3.3 Méthodes en transmission/reflection

Il est possible de déterminer le spectre diélectrique d'un matériau à partir de la mesure des coefficients de réflexion et de transmission des ondes au travers d'un échantillon. De telles mesures peuvent être réalisées en espace libre [116] ou au moyen de cellules en guides d'ondes (dispositifs fermés) contenant l'échantillon [93, 117] [118, 119]. Là encore, l'estimation du spectre diélectrique s'appuie sur un modèle et sur son inversion.

2.3.3.1 Dispositif expérimental en espace libre

La caractérisation diélectrique en espace libre utilise deux antennes entre lesquelles est placé l'échantillon à caractériser. Un VNA connecté qui lui est connecté assure des mesures en transmission et réflexion. La propagation des ondes se fait en espace libre et le matériau

à caractériser n'est pas en contact avec les antennes (figure 2.5) [120]. Il est placé dans un porte échantillon positionné entre celles-ci. La première étape de mesure est un calibrage consistant à estimer les gains des antennes ainsi que l'atténuation des ondes dans l'air [121]. Un calcul s'appuyant sur les résultats du calibrage permet de déplacer le plan de référence des mesures au niveau de l'échantillon à caractériser. L'inconvénient majeur de cette méthode est qu'elle nécessite un échantillon de taille importante (surface vis-à-vis des antennes) afin d'éviter les phénomènes de diffraction. Dans notre cas, fabriquer des échantillons de BDC de taille suffisante, d'épaisseur fine et présentant un bon état de surface ne serait pas aisé, sans compter la difficulté de leur conditionnement hydrique compte-tenu de la taille des enceintes nécessaires. En outre, les mesures en espace libre nécessitent une chambre anéchoïque pour éliminer les réflexions multiples susceptibles de perturber les mesures et/ou alors des antennes hyper directives. En bref, s'agissant du BDC, la mise en oeuvre d'une telle approche comporte de grandes difficultés et semble peu adaptée.

2.3.3.2 Modélisation des mesures en espace libre

La permittivité diélectrique complexe ε_r^* du MUT peut être obtenue à partir de la mesure de l'atténuation ΔA des ondes dans le matériau et de la différence de phase $\Delta\phi$ en radians du paramètre de transmission S_{21} qu'il introduit sur son épaisseur d , par rapport à une mesure à vide (de déphasage ϕ_0 sur la même distance) [122]. La partie réelle de la permittivité du MUT est fonction du déphasage qu'il introduit et peut être approximée par l'équation (2.28) :

$$\varepsilon_r' = \left(1 + \frac{\Delta\phi\lambda_0}{2\pi d}\right)^2 \quad (2.28)$$

avec :

$$\Delta\phi = \phi - \phi_0 \quad (2.29)$$

où λ_0 est la longueur d'onde dans le vide.

La partie imaginaire ε_r'' de la permittivité du MUT dépend quant à elle à la fois de l'atténuation ΔA et du déphasage $\Delta\phi$. L'équation (2.30) est une approximation de ε_r'' :

$$\varepsilon_r'' = \frac{\Delta A\lambda_0\sqrt{\varepsilon_r'}}{8,686\pi d} \quad (2.30)$$

avec :

$$\Delta A = -10 \log \left(\frac{|S_{21}|^2}{1 - |S_{11}|^2} \right) \quad (2.31)$$

Plus généralement, la permittivité diélectrique du MUT peut être obtenue grâce à une méthode d'inversion de type Nicholson-Ross-Weir (NRW) (§2.4.2.1).

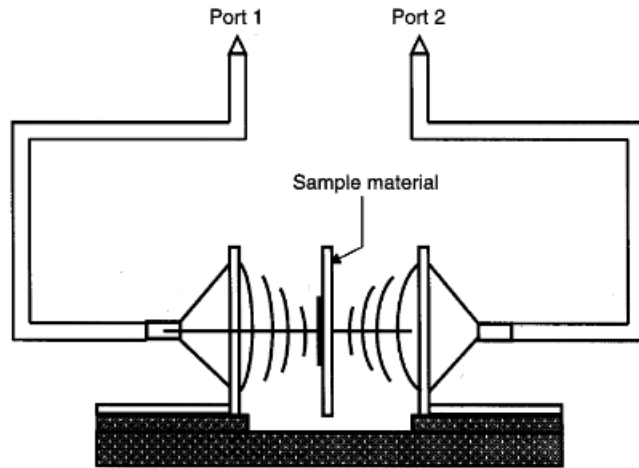


FIGURE 2.5 – Schéma de principe d'une mesure en espace libre (extrait de [120]).

2.3.3.3 Exemples de mesures de spectroscopie diélectrique en espace libre

La littérature, offre peu d'exemples d'utilisation de dispositifs de mesure en espace libre en vue de la caractérisation diélectrique de bétons ou de matériaux géotechniques.

Toutefois, des travaux portant sur des produits agricoles méritent d'être mentionnés [122, 123, 124] (voir ci-après) car certaines propriétés les rapprochent du BDC, notamment un caractère poreux qui les rend perméables à l'humidité.

Mentionnons également une étude concernant des céramiques et des matériaux composites qui a le mérite de comparer spectroscopie diélectrique en espace libre et en cellule [121].

- Dans [122], la caractérisation diélectrique sur la bande [10 GHz - 18 GHz] du blé conditionné à différentes teneurs en eau θ et densités de compactage des grains a été faite au moyen de deux antennes cornet. Les spectres diélectriques obtenus montrent une augmentation de la permittivité diélectrique avec θ , passant, sur la bande considérée, d'une moyenne de $\langle \epsilon'_r \rangle = 2,5$ pour $\theta = 11\%$ à $\langle \epsilon'_r \rangle = 2,9$ lorsque θ atteint 17% pour une densité donnée. L'étude sur la sensibilité de la permittivité diélectrique aux

variations hydriques montre qu'une variation de 9 % de θ engendre une variation de 22 % de $\langle \varepsilon_r' \rangle$ et de presque 190 % du facteur de pertes $\langle \tan \delta \rangle$. L'augmentation de la densité provoque également une augmentation de la permittivité diélectrique du MUT. Ces résultats s'expliquent, comme pour ceux obtenus avec une sonde à effet de bout, par le contraste de permittivité entre l'eau et les autres éléments, mais également, dans le cas de la densité, par le contraste de permittivité diélectrique entre l'air et les autres éléments. Dans [122] les incertitudes de mesures sont de l'ordre de 2 % pour ε_r' et de 6 % pour $\tan \delta$ mais la méthode d'estimation de ces incertitudes n'est pas précisée.

- Une seconde étude portant sur le blé, le soja et le maïs a été menée à 10 GHz, toujours avec des antennes cornet [124]. Elle est divisée en plusieurs parties : premièrement la caractérisation des variations de déphasage et d'atténuation introduits par les produits en fonction de θ ; deuxièmement la caractérisation des variations des paramètres diélectriques en fonction de θ . En normalisant par les densités respectives des grains, les mesures montrent une évolution linéaire du déphasage et de l'atténuation en fonction de θ , de même qu'une évolution linéaire de la permittivité diélectrique, normalisée par les densités, en fonction de θ .
- L'étude [121] concerne la caractérisation diélectrique de céramiques et de matériaux composites : PTFE, PVC et quartz de dimensions 17 cm x 17 cm x 2 à 2,5 cm. Les mesures ont été faites sur la bande 14,5 GHz - 17,5 GHz]. Un calibrage TRL a été pratiqué pour éliminer les réflexions multiples. L'inversion, afin d'estimer ε_r^* , avait la particularité de reposer uniquement sur le coefficient de réflexion. Les permittivités diélectriques issues de ces mesures en espace libre ont été comparées à des résultats issus de mesures en cellules rectangulaires. L'écart relatif sur ε_r' ne dépassait pas 5 % mais pouvait atteindre 70 % pour $\tan \delta$. L'importance de l'écart sur $\tan \delta$ s'explique par la faiblesse des pertes dans les matériaux considérés. Celle-ci est en effet susceptible d'engendrer une erreur relative importante si la variation de $\tan \delta$ est très faible.

Le tableau 2.1 synthétise les informations concernant les mesures présentées dans [121, 122, 124]. Pour ne pas alourdir le tableau, les dimensions de la face des échantillons caractérisés n'y figurent pas, mais soulignons que celles-ci doivent être importantes afin d'éviter les problèmes de diffraction causés par les bords.

Réf.	Matériaux	d (cm)	Bande Δf (GHz)	$\Delta\varepsilon'_r$ (%)	$\Delta\tan\delta$ (%)
[121]	PTFE, PVC, Quartz	0,29 à 0,64	14,5 - 17,5	5	70
[122]	Blé	10,4	10 - 18	2	6
[124]	Blé, soja, maïs	6,3 à 12,8	10	/	/

Tableau 2.1 – Synthèse des études de spectroscopie diélectrique en espace libre des références [121, 122, 124].

2.3.3.4 Conclusion sur la spectroscopie diélectrique en espace libre

La spectroscopie diélectrique en espace libre repose sur une mesure de coefficients de transmission et de réflexion à l'aide de deux antennes, le plus souvent large bande, et d'un porte-échantillon contenant le matériau à caractériser. L'estimation de ε_r^* procède de l'inversion des coefficients mesurés via une procédure relativement simple à mettre en œuvre. La principale contrainte des mesures en espace libre est de nécessiter un MUT de taille importante afin de limiter l'effet des diffractions et d'obtenir une bonne précision de mesure. Dans le cas de matériaux ne nécessitant pas de conditionnement particulier, comme les composites, cette contrainte est accessible. Par ailleurs, le choix de la fréquence de caractérisation conditionne aussi le dimensionnement du MUT : plus elle est faible plus les échantillons doivent être grands.

Qu'en conclure en ce qui concerne notre étude ? **Pour des matériaux tels que le BDC dont le conditionnement hydrique peut être problématique si l'échantillon est trop grand, la spectroscopie en espace libre ne convient pas.**

2.3.3.5 Mesures en cellule

Les mesures de spectroscopie diélectrique en cellule sont réalisées au moyen d'un dispositif de propagation guidée de géométrie le plus souvent coaxiale ou rectangulaire. L'échantillon à caractériser est placé au centre de la cellule, laquelle est connectée à un VNA qui, moyennant un calibrage, mesure les paramètres S dans les plans de référence du MUT. Comme pour les mesures en espace libre, un algorithme d'inversion doit être mis en œuvre afin de calculer la permittivité diélectrique du MUT en fonction des paramètres S. Ce point particulier sera développé en § 2.4.2.

Dans la section ci-après nous présentons les dispositifs expérimentaux, qu'ils soient co-

axiaux ou rectangulaires, en indiquant les spécificités et les contraintes propres à chacun. Nous donnons ensuite des exemples de mises en œuvre sur les matériaux géotechniques et du génie civil. Enfin, nous tirons les conclusions qui s'imposent en ce qui concerne la caractérisation diélectrique du BDC.

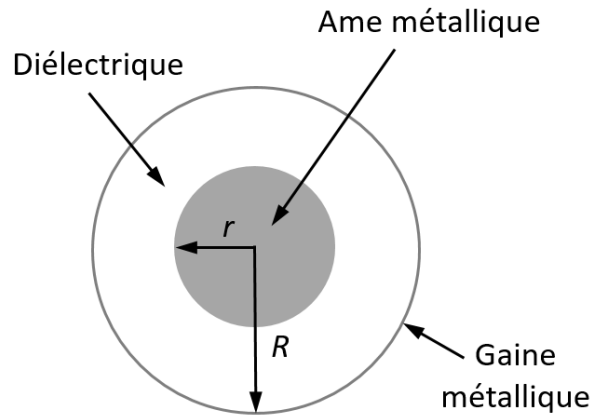


FIGURE 2.6 – Vue en coupe d'une ligne coaxiale.

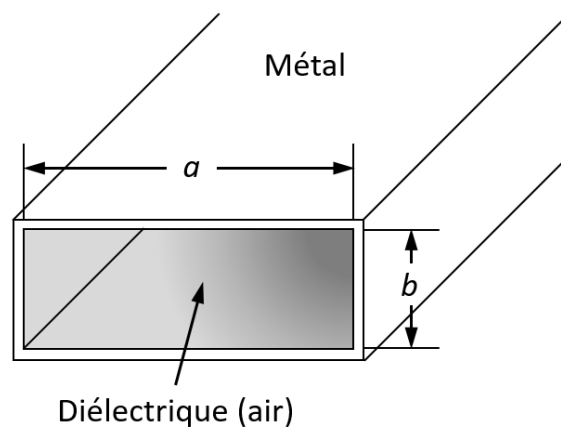


FIGURE 2.7 – Vue en coupe d'un guide d'ondes rectangulaire.

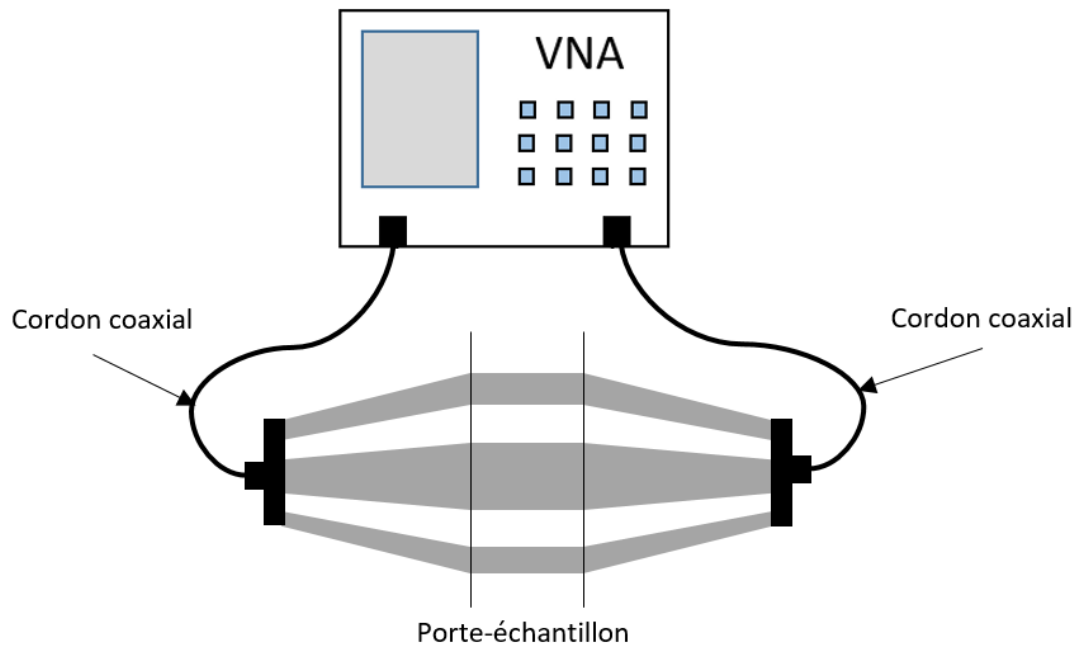


FIGURE 2.8 – Banc de spectroscopie diélectrique à cellule coaxiale.

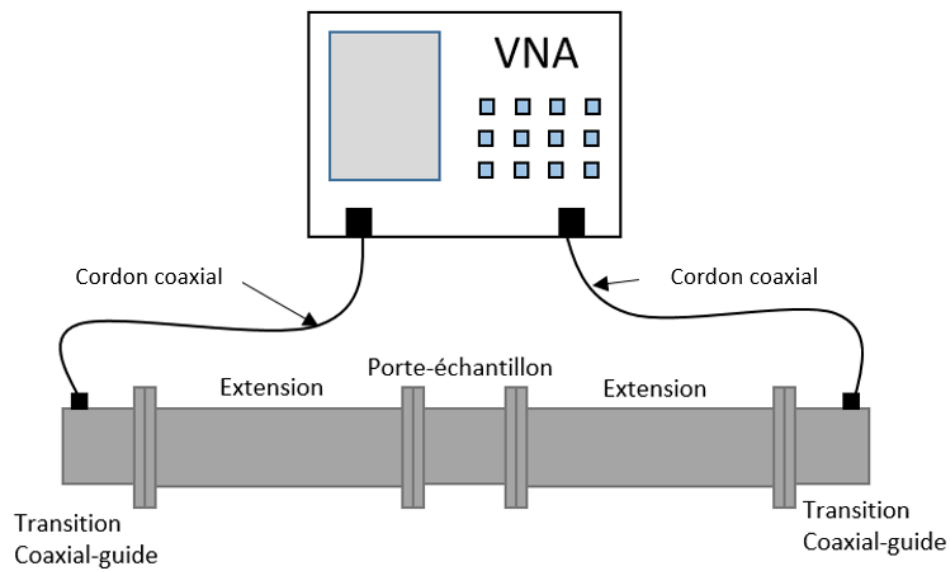


FIGURE 2.9 – Banc de spectroscopie diélectrique à cellule rectangulaire.

2.3.3.6 Dispositifs expérimentaux : cellules coaxiales et rectangulaires

Une cellule de mesure RF comporte a priori trois portions de guides d'ondes dont celle du milieu contient le MUT. Considérons pour commencer la géométrie coaxiale.

Un guide coaxial est constituée d'une âme et d'une gaine métalliques (cylindres de diamètres respectifs r et R) séparées par un diélectrique (air, téflon...). Le rapport r/R et la permittivité du diélectrique déterminent l'impédance caractéristique de cette ligne de transmission [125].

L'étude de la propagation des ondes (à partir des équations de Maxwell) démontre qu'un mode transverse électrique magnétique (TEM) s'y propage. La propagation est monomode depuis les basses fréquences jusqu'à une coupure haute $f_{c,h}$ (équation (2.32)) qui dépend du diélectrique utilisé et des rayons r et R (figure 2.6) :

$$f_{c,h} = \frac{c_0}{\sqrt{\mu_{r,d}\varepsilon_{r,d}}} \frac{1}{\pi(r+R)} \quad (2.32)$$

où $\mu_{r,d}$ et $\varepsilon_{r,d}$ sont respectivement la perméabilité magnétique et la permittivité diélectrique du diélectrique de la cellule.

Dans une cellule, la présence du MUT qui fait office de diélectrique dans la portion centrale provoque une désadaptation d'impédance par rapports aux guides adjacents. Ceci modifie les paramètres S_{11} , S_{22} , S_{21} et S_{12} relatifs aux plans de référence du MUT. Ce sont ces derniers que l'on mesure, moyennant un calibrage, au moyen d'un VNA connecté à la cellule (figure 2.9).

Qu'en est-il des contraintes d'utilisation d'une cellule coaxiale ? D'après l'équation (2.32), la mesure pourra être d'autant plus large bande que r et R seront réduits. Cependant, avec des guides de dimensions réduites se pose la question de la représentativité des mesures lorsque l'échantillon à caractériser présente des hétérogénéités. En outre, fabriquer des échantillons cylindriques creux possédant un état de surface satisfaisant peut s'avérer compliqué. C'est le cas en général pour les bétons et plus particulièrement pour le BDC. Le second type de cellule est constitué de guides d'onde, en général rectangulaires (figure 2.7) de section ($a \times b$, avec $a > b$).

La propagation y est monomode dans une bande de fréquence limitée $[f_{c,1} - f_{c,2}]$ fonction des dimensions a et b (tableau 2.2). Le mode fondamental, alias mode Transverse Electromagnétique TE_{10} , apparaît au delà d'une fréquence dite de coupure basse $f_{c,1}$, et le premier mode d'ordre supérieur apparaît au delà de $f_{c,2}$. On n'utilise les guides rectangulaires que sur la plage monomode. La fréquence $f_{c,1}$ (équation (2.33)) est donnée par :

$$f_{c,1} = \frac{c_0}{2a} \quad (2.33)$$

Quant à $f_{c,2}$, elle est donnée par :

$$f_{c,2} = \frac{c_0}{a} \quad (2.34)$$

A l'instar d'une cellule coaxiale, la présence du MUT dans la section centrale d'une cellule rectangulaire modifie les paramètres S_{11} , S_{22} , S_{21} et S_{12} relatifs aux plans de référence de l'échantillon. Là encore, ce sont ces derniers que l'on mesure, moyennant un calibrage, au moyen d'un VNA (figure 2.9).

Qu'en est-il des contraintes d'utilisation d'une cellule rectangulaire ? Les échantillons à caractériser doivent, bien sûr, être aux dimensions du guide d'onde. S'il est plus facile de fabriquer des parallélépipèdes que des cylindres creux une attention particulière doit être portée à leur état de surface, ceci principalement afin d'éviter la présence d'un gap d'air (intervalle) entre l'échantillon et les plans de référence, toujours nuisible à l'estimation de la permittivité du MUT (cf inversion des paramètres S : § 2.4.2). Notons que cette méthode présente de faibles erreurs quand le matériau présente des pertes importantes [126]. Le principal inconvénient des mesures en cellule rectangulaire comparées à celles en cellule coaxiale tient à la bande de fréquence limitée (tableau 2.2).

Réf.	$a \times b$ (mm ²)	$[f_{min} - f_{max}]$ (GHz)	f_c (GHz)
WR430	109,22 x 54,61	1,72 – 2,61	1,372
WR284	72,14 x 34,04	2,60 – 3,95	2,078
WR187	47,55 x 22,15	3,95 – 5,85	3,153
WR137	34,85 x 15,80	5,85 – 8,20	4,301
WR90	22,86 x 10,16	8,20 – 12,40	6,557

Tableau 2.2 – Caractéristiques de quelques guides rectangulaires à vide ([127]).

2.3.3.7 Exemples de mesures de spectroscopie diélectrique en cellule

Des cellules coaxiales ou rectangulaires ont été utilisées pour estimer le spectre diélectrique de divers matériaux géotechniques et du génie civil (argiles, sols, bétons, composites). Nous

en présentons ci-après les principaux exemples : mesures en cellules coaxiales d'abord, mesures en guides rectangulaires ensuite.

- L'étude [112] a porté sur la caractérisation diélectrique sur la bande [1 MHz – 3 GHz], au moyen d'une cellule coaxiale (figure 2.10), d'une argile (kaoline) à des teneurs en eau θ allant de 17 % à 32 %. Le porte échantillon était de rayon extérieur 4 cm et de longueur 5 cm. Les résultats présentent, pour θ donnée, une dispersion importante de ε'_r : aux basses fréquences ε'_r est très importante (> 100 , à 1 MHz) puis diminue avant de se stabiliser à une valeur de permittivité dépendant de θ au-delà de 100 MHz. Cette dispersion s'explique par les phénomènes de polarisation diélectrique présentés en § 2.2. La même cellule coaxiale a servi à mesurer sur la bande [1 MHz – 5 GHz] le spectre diélectrique d'un béton armé qui a été comparé à celui d'un béton simple [128]. Les écarts se sont avérés très faibles sur toute la bande considérée. Notons que la méthode utilisée dans [112] et [128] pour inverser les paramètres S et estimer ε'_r est itérative (différente de la méthode NRW que nous choisirons). Toutefois, on peut regretter qu'aucune estimation des incertitudes sur ε'_r ne soit fournie.
- [129] propose la caractérisation diélectrique d'un sol sur la bande [50 MHz – 3 GHz]. Les échantillons, au nombre de 7, ont une longueur de 5 cm pour un rayon d'environ 2 cm. 7 d'entre eux furent conditionnés à quatre teneurs en eau différentes θ (entre 0 % et 14 %). La permittivité obtenue varie peu avec la fréquence. Quant à l'influence de θ : ε'_r varie entre 3, lorsque $\theta = 0$ % et 16, lorsque $\theta = 14$ %. ε''_r varie quant à elle entre 0,05 et 1. La même équipe a menée une étude similaire sur 10 échantillons de sols sur la bande [20 MHz – 3 GHz], avec des conclusions identiques [130].
- A la différence des études [112, 128, 129, 130] qui utilisent une cellule coaxiale à air (diélectrique du guide en dehors du porte échantillon), l'étude [131] utilise une cellule à téflon (PTFE) pour caractériser cette fois un mélange de sable et d'argile sur la bande [600 MHz – 1 GHz]. 4 échantillons ont été préparés et conditionnés à des teneurs en eau pouvant atteindre 30 %. L'étude fournit, pour chaque mélange, à 600 MHz et 1 GHz, les variations de ε'_r et ε''_r en fonction de θ_v ; les paramètres S mesurés ayant été inversés au moyen d'un algorithme NRW. A ces variations ont été superposées des modèles diélectriques basés sur des lois de mélange liant les paramètres hydriques et diélectriques. Ce dispositif a donné lieu à un brevet [132].
- [133] porte sur l'estimation du spectre diélectrique de la kaolinite à 4 teneurs en eau

comprises entre 0 % et 15 %. Il s'agit d'une étude visant à comparer les estimations obtenues avec deux types de cellules coaxiales. La première cellule (figure J2.10) a été utilisée sur la bande [1 GHz – 3 GHz] tandis que la seconde (figure 2.11) couvrait la bande [20 MHz – 3 GHz]. Pour chacun des dispositifs, les résultats montrent une augmentation de la permittivité diélectrique avec la teneur en eau. ϵ'_r varie entre 3 lorsque la kaolinite est sèche et 20 pour une teneur en eau à 15%. Les incertitudes de mesure n'ont pas été présentées.

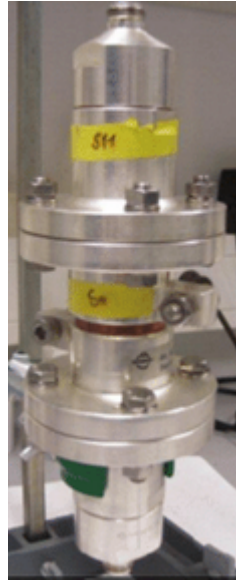


FIGURE 2.10 – Cellule coaxiale à air utilisée dans [112]

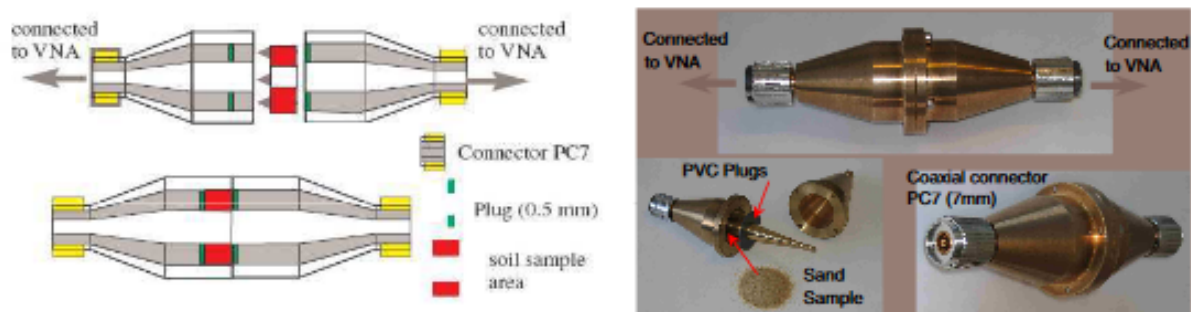


FIGURE 2.11 – Cellule coaxiale utilisée dans [131]

S'agissant des mesures diélectriques en cellules rectangulaires, la littérature offre peu d'exemples visant les matériaux poreux géotechniques et du génie civil conditionnés à

des états hydriques. Nous en avons relevé trois :

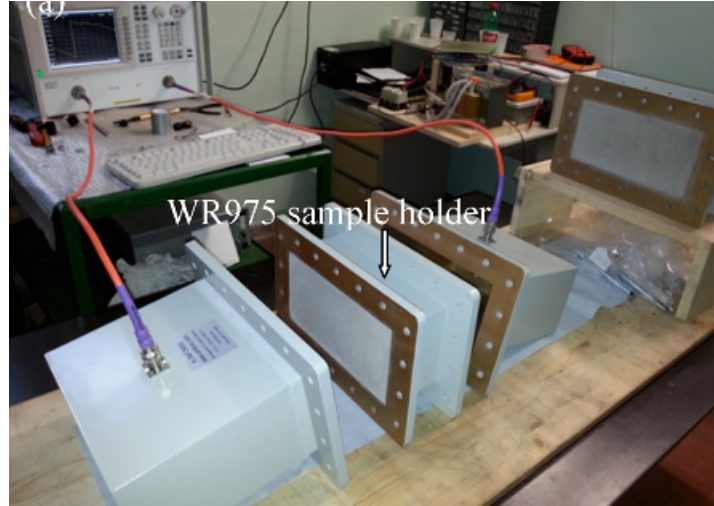


FIGURE 2.12 – Dispositif utilisée dans [134].

- Dans [134], les spectres diélectriques de matériaux pour le génie civil ont été mesurés sur la bande [750 MHz – 1,12 GHz]. Il s’agit d’un échantillon de béton standard et de deux échantillons incrustés de nanotubes de carbone (CNT) à différentes concentrations. La cellule de mesure est composée d’un porte échantillon et de transitions d’ouverture 24,8 cm x 12,4 cm. La longueur du porte-échantillon étant d’environ 10 cm. L’inversion des paramètres S, réalisée via la méthode NRW, montre que ϵ'_r est constante pour chaque échantillon ; ϵ'_r s’échelonne de 11 pour le béton simple, à 33 pour le béton présentant la concentration en CNT la plus importante. La même tendance (croissance en fonction de la concentration de CNT) est observée sur ϵ''_r . Cette étude visait à évaluer la pénétration des ondes des téléphones mobiles dans les bétons.
- Des graviers entrant dans la formulation d’un béton ont été caractérisés dans [135]. Leur spectre diélectrique a été mesuré sur la bande [1,72 GHz – 2,61 GHz] grâce à des transitions WR430 entre lesquelles étaient placées deux extensions et le porte-échantillon. Les paramètres S mesurés après une étape de calibrage TRL ont été inversés grâce à un algorithme NIST. Les matériaux granulaires ont été caractérisés après calibrage sur des matériaux de référence, i.e. de permittivité diélectrique connue sur la bande considérée. ϵ'_r des matériaux granulaires varie entre 3,3 et 3,45 sur la bande considérée, avec une incertitude de mesure estimée à 5%.
- Citons pour finir des caractérisations diélectriques en cellules rectangulaires concernant

des matériaux aussi variés que des feuilles végétales [136] ou des matériaux utilisés en hyperfréquence [137].

Le tableau 2.3 synthétise les exemples de caractérisation diélectriques en cellules présentés ci-dessus.

Réf.	Banc	Bande (GHz)	θ (%)	θ_v (%)	$\Delta\epsilon_r^*$ (%)
[112]	Coaxial	0,001 – 3	17 – 32	/	/
[128]	Coaxial	0,001 – 5	/	/	< 5
[129]	Coaxial	0,05 – 3	0 – 14	/	/
[130]	Coaxial	0,02 – 3	/	12 – 40	/
[131]	Coaxial	0,6 – 1	/	0 – 30	/
[133]	Coaxial	0,001/0,02 – 3	0 – 15	/	/
[134]	Guide	0,75 – 1,12	/	/	/
[135]	Guide	1,72 – 2,61	/	/	< 5

Tableau 2.3 – Etudes de caractérisation diélectrique en cellule.

2.3.3.8 Conclusions sur les mesures de spectroscopie diélectrique en cellule

L'état de l'art présenté ci-dessus montre que les mesures de spectroscopie diélectrique en cellule coaxiale peuvent convenir à la caractérisation de matériaux géotechniques ou du génie civil : sols, argiles, bétons. Elles ont l'avantage d'être large bande et sensibles aux variations des paramètres hydriques. Cependant, face au cas qui nous concerne, celui du BDC, elles présentent une grande difficulté : la fabrication d'échantillons cylindres creux présentant un bon état de surface. Difficulté liée à la taille des hétérogénéités du matériau (pailles de chanvre de plusieurs mm).

Quant à la spectroscopie diélectrique en cellule rectangulaire, très utilisée d'une manière générale, elle l'est semble-t-il moins que celle en guides cylindriques en ce qui concerne la caractérisation des matériaux géotechniques ou du génie civil conditionnés à des états hydriques, les performances obtenues sont généralement satisfaisantes, notamment en termes d'incertitudes de mesure. Enfin, en ce qui concerne les contraintes sur les échantillons, elles sont compatibles avec le BDC.

2.3.3.9 Synthèse sur les méthodes de spectroscopie diélectrique RF

L'estimation du spectre diélectrique des matériaux poreux peut permettre d'accéder à leur teneur en eau. Il est obtenu après inversion de paramètres S (coefficients de réflexion et de transmission des ondes électromagnétiques dans le matériau). Deux grands types de mesures ont été présentés :

- Les méthodes de caractérisation par réflectométrie : elles doivent leur nom au fait d'être basées sur une mesure de coefficient de réflexion. Les sondes à effet de bout sont les dispositifs privilégiés pour cette approche, car faciles à mettre en oeuvre et associées à un modèle inverse trivial (passage de S_{11} à ε_r^*), à condition que le rayon d'ouverture de la sonde soit faible, ce qui n'est pas le cas lorsque celui devient important (à une longueur d'onde donné). Or, le BDC présentant des hétérogénéités importantes (quelques cm), respecter son VER nécessiterait des sondes à effet de bout de large ouverture et poserait des problèmes de modélisation.
- Les méthodes de caractérisation en réflexion/transmission : Elles peuvent être mises en oeuvre soit en espace libre soit dans des cellules à guides d'ondes. Elles sont associées à des algorithmes d'inversion généralement efficaces (NRW, NIST...). Il faut noter que les mesures en espace libre nécessitent un environnement contraignant : une chambre anéchoïque. Pour choisir entre les différentes options (espace libre ou bien telle ou telle cellule) les contraintes de fabrication des échantillons sont à prendre en compte. Ainsi, les mesures en espace libre requièrent-elles des échantillons fins de surface principale importante, ce qui n'est pas idéal dans le cas du BDC, en particulier du point de vue du conditionnement hydrique. Les cellules coaxiales nécessitent quant à elles des échantillons cylindriques creux avec un bon état de surface, contrainte difficile à satisfaire avec le BDC. Leur principal avantage est de pouvoir être large bande, mais ceci implique de relativement faibles diamètres de cellules non compatibles avec le VER du BDC. Quant aux cellules rectangulaires, la préparation des échantillons est plus aisée et le VER du BDC peut être respecté. Ce type de dispositif fonctionne toutefois sur une bande de fréquence relativement limitée.

En conclusion, en ce qui concerne la spectroscopie diélectrique du BDC, pour des questions de mise en oeuvre le choix des cellules rectangulaires s'impose.

2.4 Banc de mesure et inversion : principes et analyse des incertitudes

Pour des questions de facilité de fabrication et de conditionnement hydrique des échantillons, nous avons choisi d'utiliser une cellule en guides d'onde rectangulaires pour caractériser le spectre diélectrique du BDC.

Connaître la permittivité diélectrique d'un BDC à différents états hydriques nous servira pour concevoir des capteurs hydriques pour ce matériau (chapitre 3). Ceux-ci devront fonctionner dans une bande industrielle scientifique et médicale (ISM) autorisée (ces bandes normalisées ont des largeurs allant du kHz au GHz et peuvent être centrées sur des fréquences allant du MHz à quelques GHz [105]). Nous avons fixé notre choix sur la bande ISM à 2,45 GHz ([2,4 GHz – 2,5 GHz]). Ce choix tient notamment à la compatibilité des dimensions des dispositifs RF opérant à ces fréquences avec le VER du BDC.

La procédure suivie pour caractériser le spectre diélectrique du BDC peut se décomposer selon les étapes suivantes :

1. Paramétrage du VNA (fréquences, nombre de points,...).
2. Branchement des transitions et des guides d'ondes au VNA.
3. Calibrage du banc.
4. Positionnement des échantillons puis mesure des paramètres S.
5. Inversion des paramètres S.

Nous allons maintenant décrire le banc de mesure utilisé et la méthode d'inversion des paramètres S conduisant à l'estimation du spectre diélectrique, puis mener une analyse expérimentale des incertitudes de mesure et d'inversion, avant d'appliquer la méthode au BDC.

2.4.1 Mesures en guides d'onde rectangulaires

2.4.1.1 Dimensionnement

Nos mesures des paramètres S sur des échantillons de BDC seront réalisées au moyen d'une cellule rectangulaire connectée à un analyseur de réseaux vectoriel (VNA, en anglais : *Vector Network analyzer*). Le VNA utilisé est de la marque Rohde & Schwartz (R&S) et de référence ZVB8 ou ZVB20 [138]. Ses deux ports sont reliés à la cellule via des cordons coaxiaux SMA. La cellule elle-même comporte deux transitions coaxial/rectangulaire dont

la référence dépend de la bande de fréquence dans laquelle est réalisée la caractérisation (figure 2.13). En l'occurrence il s'agit de transitions WR430. Celles-ci sont suivies d'extensions en guide d'ondes rectangulaires reliées au porte échantillon du MUT. Elles servent à éliminer les ondes évanescentes et à se placer dans une configuration de champ lointain. La mesure des paramètres S se fait au niveau des ports du VNA. Un calibrage permet de déplacer les plans de mesure au niveau de l'échantillon (de-embedding) à caractériser et également de corriger les erreurs systématiques du VNA et l'influence du banc de mesure.

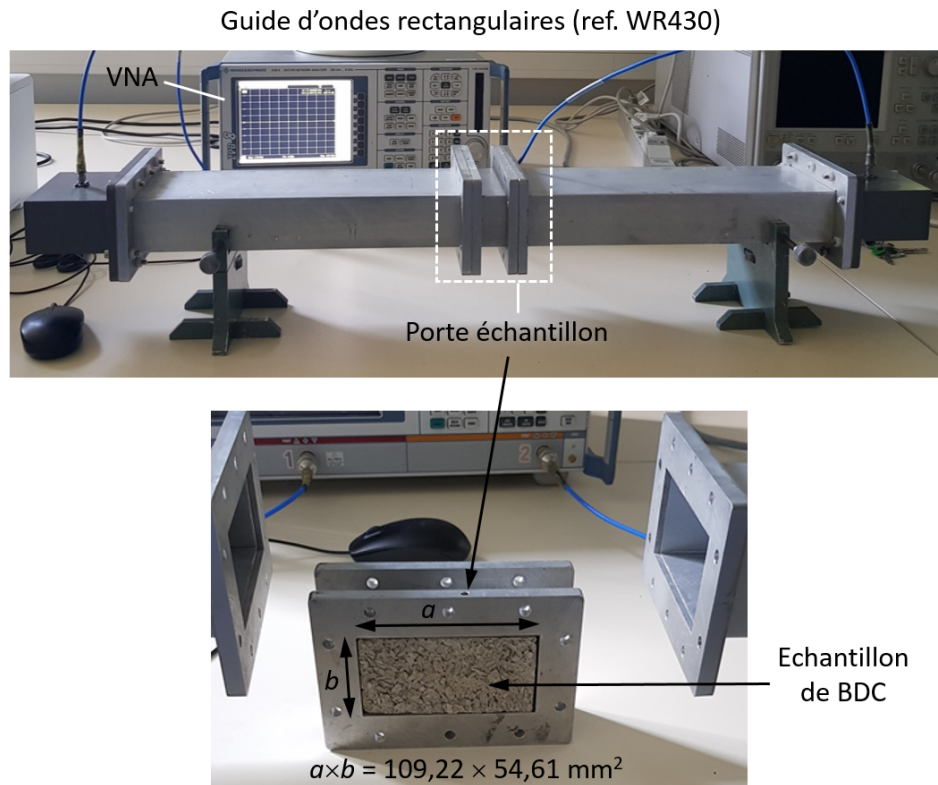


FIGURE 2.13 – Banc de mesure en guides d'ondes rectangulaire sur la bande [1,72 GHz 2,61 GHz] (réf. WR430).

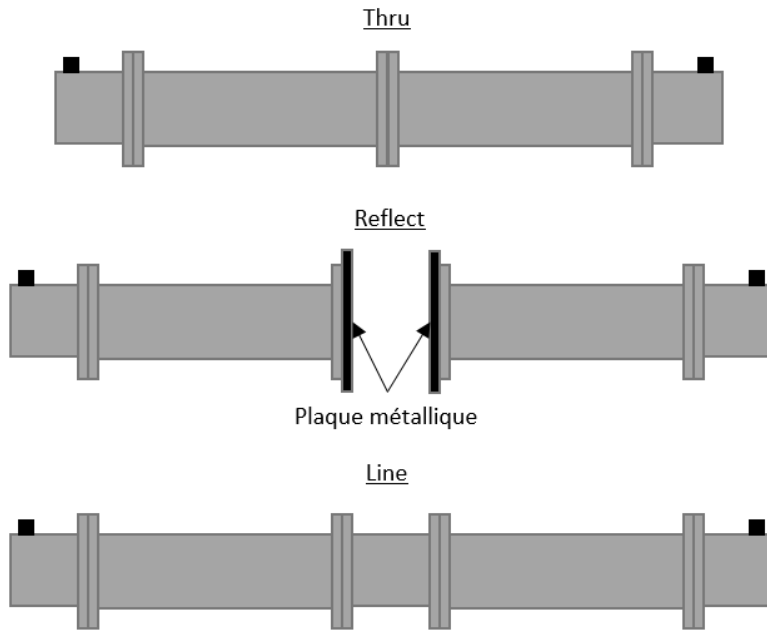


FIGURE 2.14 – Illustration du calibrage TRL.

2.4.1.2 Calibrage

Le calibrage est l'opération consistant à estimer les erreurs de mesure systématiques et à déplacer les références de phase et d'amplitude. Nos mesures nécessitent l'utilisation des deux ports du VNA, aussi nous focalisons nous sur les calibrages de type "full 2-ports" dont nous distinguons deux variantes :

- Calibrage direct : désigne les techniques nécessitant une connaissance parfaite des standards (circuits...) de calibrage. On peut citer par exemple les calibrages Short-Open-Line-Thru (SOLT) et Thru-Open-Short-Match (TOSM) [139].
- Autocalibrage : ces techniques ne demandent pas une parfaite connaissance des éléments (circuits...) de calibrage, ce qui facilite leur utilisation. Parmi elles citons les standards Line-Reflect-Match (LRM) et Thru-Reflect-Line (TRL). C'est ce dernier que nous utiliserons [85, 139].

Le calibrage TRL repose sur des charges à placer entre les deux parties du banc de mesure. La charge « Thru » consiste à connecter directement les deux ports, c'est-à-dire à placer les deux guides tête-bêche, techniquement cela signifie que le Thru a une longueur nulle. La charge « Reflect » correspond à une charge réfléchive qui n'a pas besoin d'être caractérisée.

La solution la plus simple consiste à court-circuiter les deux parties au moyen d'une plaque métallique (notons qu'il est aussi possible d'utiliser un circuit ouvert, mais un circuit ouvert de bonne qualité est plus difficile à réaliser qu'un court-circuit). La charge « Line » est une ligne de longueur connue reliant les deux extrémités (figure 2.14). Une fois le calibrage est réalisé, le plan de référence est situé à l'entrée du porte échantillon. Les paramètres S obtenus en tenant compte du calibrage correspondent donc à ceux de l'échantillon. Néanmoins, les incertitudes de mesure sont un élément à prendre en compte.

2.4.1.3 Incertitudes sur la mesure des paramètres S

La mesure des paramètres S présente un certain nombre de sources d'incertitudes. Dans [140] est donnée une liste complètes des sources d'incertitudes dans le cas de mesure de paramètres S. Pour notre part, nous nous limiterons aux sources d'incertitudes suivantes :

- Incertitudes dûes au bruit du VNA : elles sont liées au bruit de ses circuits électroniques.
- Incertitudes dûes à la dérive temporelle du VNA : elles sont liées aux variations de température au cours du temps qui modifient les caractéristiques des circuits électroniques.
- Les incertitudes liées à l'opérateur : ils proviennent essentiellement des aléas de serrage du porte échantillon ou des connecteurs RF, ou encore du rayon de courbure des cables.

On peut également ajouter les incertitudes liées aux dimensions de l'échantillon ainsi qu'à son positionnement (Annexe A1). Les incertitudes dues au bruit du VNA sont données dans la documentation technique du constructeur mais celles liées à la dérive temporelle du VNA et celles dues à l'opérateur restent à quantifier. Nous allons donc le faire expérimentalement, séparément, sur la bande $[1,72 \text{ GHz} - 2,61 \text{ GHz}]$ avec la cellule rectangulaire correspondante.

Le contexte de mesure est le même dans les deux cas : réglage du VNA : 201 points de mesure sur la bande fixée ; résolution : 10 kHz. Calibrage TRL du banc de mesure pour déplacer les plans de référence au niveau du porte-échantillon. On procède ensuite à la mesure des incertitudes sur les paramètres S.

a) Incertitudes de mesure dûes au bruit du VNA

Le tableau 2.4 reproduit un tableau représentant les incertitudes de mesure du VNA ZVB8. Pour nos fréquences de travail, elles peuvent atteindre 3 dB/20° en réflexion, no-

tamment pour des charges peut réfléchives, et 1 dB/6° en transmission dans le cas de fortes atténuations. En § 2.4.2.3 nous étudierons les effets de ces incertitudes sur le spectre diélectrique estimé de matériaux.

Accuracy of transmission measurements		
R&S®ZVB4 and R&S®ZVB8		
300 kHz to 1 MHz	+15 dB to -45 dB	< 1 dB or < 6°
1 MHz to 50 MHz	+15 dB to -30 dB	< 0.2 dB or < 2°
	-30 dB to -45 dB	< 1 dB or < 6°
Above 50 MHz	+15 dB to +5 dB	< 0.2 dB or < 2°
	+5 dB to -55 dB	< 0.1 dB or < 1°
	-55 dB to -70 dB	< 0.2 dB or < 2°
	-70 dB to -85 dB	< 1 dB or < 6°
Accuracy of reflection measurements		
R&S®ZVB4 and R&S®ZVB8		
Above 300 kHz	+10 dB to +3 dB	< 0.6 dB or < 4°
	+3 dB to -15 dB	< 0.4 dB or < 3°
	-15 dB to -25 dB	< 1 dB or < 6°
	-25 dB to -35 dB	< 3 dB or < 20°

Tableau 2.4 – Incertitudes sur les paramètres S d’après le constructeur R&S [148].

b) Incertitudes de mesure dues à la dérive temporelle du VNA

Afin de quantifier les effets de la dérive du VNA, il convient de suivre l’évolution temporelle des paramètres S du MUT de référence. Nous allons utiliser l’air et le polyméthacrylate de méthyle (PMMA), appelé plus communément sous son appellation commercial de Plexiglas, le premier convenant à l’étude des paramètres de réflexion S_{ii} et le second aux paramètres de transmission S_{ij} . La permittivité diélectrique de l’air a l’avantage de ne pas varier au cours du temps. L’air est également avantageux pour des questions d’adaptation d’impédance par rapport aux transitions et extensions de guides d’ondes, elles mêmes remplies d’air. Ceci améliore la précision de mesure des S_{ii} .

Un MUT présentant une atténuation significative, contrairement à l’air, offrira quant à lui une meilleure précision sur la mesure de la dérive des S_{ij} . C’est pourquoi nous choisissons le PMMA, alias plexiglass (ses propriétés diélectriques sont connues avec précision et réputées peu sensibles à la température).

Expérimentalement nous procédons de la manière suivante : dans le contexte de mesure explicité plus haut (bande [1,72 GHz — 2,61 GHz], 201 points de mesure ; résolution 10 kHz ; calibrage TRL) nous effectuons le suivi des paramètres S du MUT (air ou PMMA) : 30 minutes après la mise sous tension du VNA nous réalisons une mesure toutes les minutes

durant 40 minutes, laps de temps équivalent à celui qui sera nécessaire par la suite pour réaliser les mesure sur les échantillons de BDC.

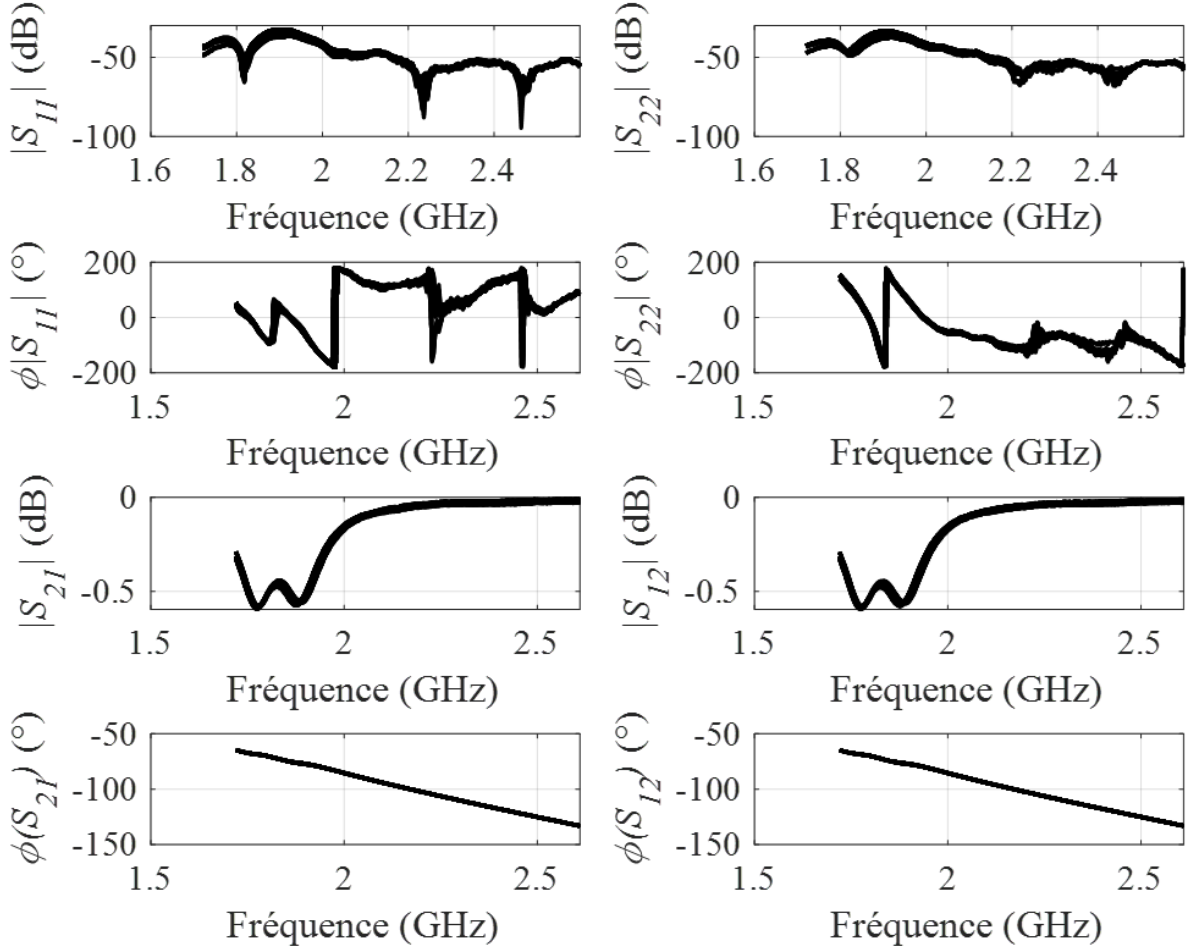


FIGURE 2.15 – Effet de la dérive du VNA au cours du temps sur le spectre des paramètres S d'un « échantillon » d'air.

Les figures 2.15 et 2.16 superposent les spectres des paramètres S mesurés au cours du temps. On peut tout d'abord constater la réciprocité du dispositif de mesure, les paramètres S_{12} et S_{21} étant égaux. Les paramètres de réflexion sont en revanche différents mais la différence est moindre avec le PMMA qu'avec l'air, ce qui s'explique par la différence de permittivité et donc par la différence d'adaptation d'impédance. En effet dans le cas de l'air, il y a une adaptation d'impédance entre la ligne et le porte-échantillon et donc le coefficient de réflexion est au niveau du plancher de bruit, ce qui entraîne une incertitude plus importante et donc un écart plus importante entre les deux coefficients de réflexion. En ce qui concerne la dérive temporelle du VNA, (que l'on peut apprécier qualitativement

via l'épaisseur du trait noir sur les figures 2.15 et 2.16) elle s'avère plus importante pour les paramètres S_{ii} que S_{ij} . Ceci s'explique de la même raison que pour les différences observées sur la dérive de l'appareil.

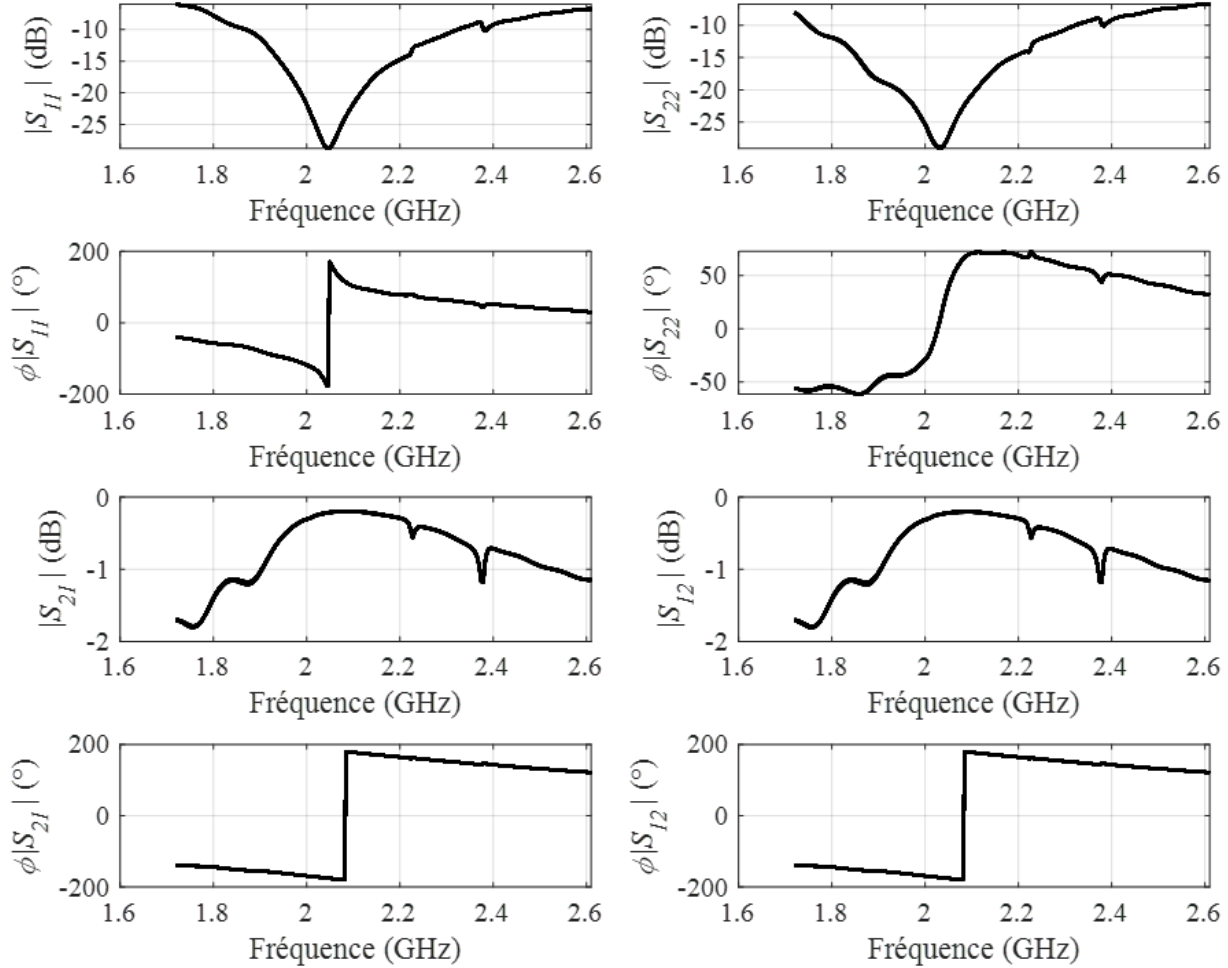


FIGURE 2.16 – Effet de la dérive du VNA au cours du temps sur le spectre des paramètres S d'un échantillon de PMMA d'épaisseur de 5 cm.

Pour quantifier la dérive de l'appareil au cours du temps, on considère la mesure initiale comme la référence par rapport à laquelle estimer les écarts maximaux des paramètres S. Nous avons quantifié les incertitudes pour quelques fréquences (cf. annexe 1 : figures A.3 et A.4), dont certaines sont situées vers la bande ISM à 2,45 GHz, on constate de notables différences entre l'air et le PMMA. Le PMMA donne une indication des dérives que l'on peut escompter avec le BDC, lequel entrainera lui aussi une désadaptation entre la ligne et le matériau à caractériser. Quantitativement, lorsque le porte-échantillon est vide la dérive des S_{ii} aux fréquences considérées peut atteindre 10 dB en module et 50° en phase, mais

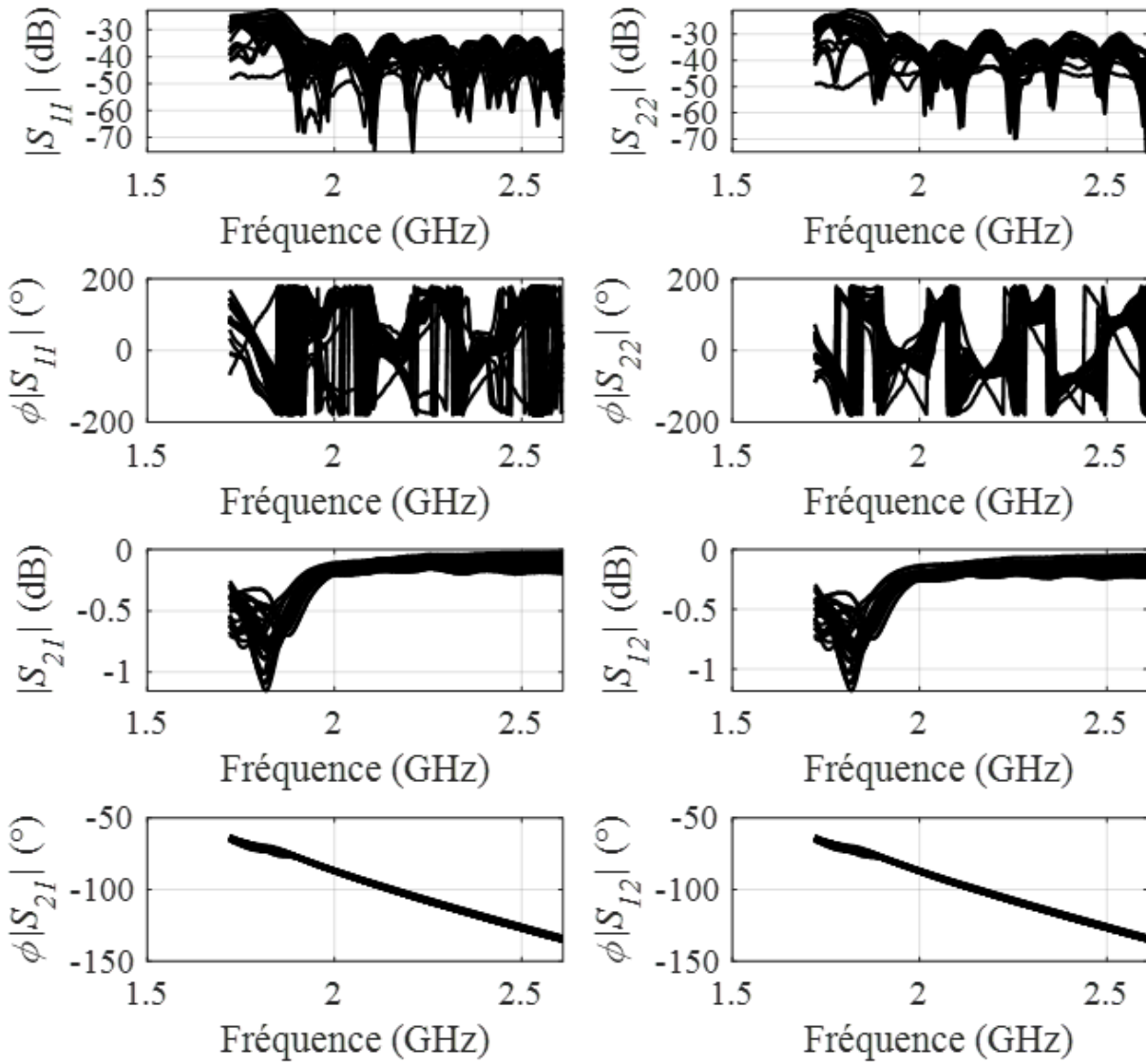
typiquement ces valeurs sont respectivement de 2 dB et 10°. En revanche, pour les S_{ij} les dérives relevées sont nettement moins importantes puisqu'elles sont d'environ 0,03 dB en module et 0,1° en phase. En présence d'un matériau comme le PMMA, les dérives sur les paramètres S diminuent encore : 0,1 dB ou 0,5° en réflexion et 0,01 dB ou 0,03° en transmission.

En résumé, l'étude montre que la dérive du VNA au cours du temps engendre de faibles incertitudes sur les S_{ij} , contrairement aux S_{ii} , tant à vide qu'avec le PMMA.

c) Incertitudes de mesure dues à l'opérateur

Nous considérons ici les incertitudes de mesure dues à l'opérateur et liées aux aléas de serrage du porte échantillon. Afin de les quantifier nous procédons de la manière suivante : toujours dans le contexte de mesure explicité plus haut (bande [1,72 GHz — 2,61 GHz], 201 points de mesure ; résolution 10 kHz ; calibrage TRL), nous procédons N fois ($N = 50$) au serrage (i.e. démontage/montage) du porte échantillon suivi d'une mesure des paramètres S du MUT (air ou PMMA). Les figures 2.17 et 2.18 superposent les spectres des paramètres S ainsi mesurés, respectivement à vide et avec le PMMA. On constate dans les deux cas que $S_{11} \neq S_{22}$, aussi bien en module qu'en phase. En revanche, la similitude entre S_{21} et S_{12} témoigne de la réciprocité du dispositif de mesure. Comparées aux incertitudes liées à la dérive du VNA, celles causées par l'opérateur sont plus importantes, comme en témoigne l'épaisseur des traits noirs. Quantitativement, lorsque le porte-échantillon est vide on observe qu'à certaines fréquences la variabilité des S_{ii} peut dépasser 20 dB en module et 300° en phase, tandis que pour S_{ij} elle est de l'ordre de 0,2 dB ou 5°. Lorsqu'un échantillon de PMMA est inséré dans le porte-échantillon, la variabilité des mesures diminue drastiquement : à titre d'exemple, pour les fréquences correspondant à la bande ISM à 2,45 GHz la variabilité de S_{ij} ne dépasse pas 0,1 dB ou 1°.

Nous avons quantifié les variations des paramètres S sur les 50 essais pour quelques fréquences (cf. annexe 1 : figures A.5 et A.6). **A l'instar des incertitudes liées à la dérive du VNA, la dispersion des mesures est plus importante avec l'air qu'avec le PMMA**, ceci pour les mêmes raisons. Les moyennes et écarts-types des paramètres S aux fréquences considérées sont donnés dans les tableaux 2.5 et 2.6.



b

FIGURE 2.17 – Superposition des $N = 50$ mesures de paramètres S faites sur l'air. Chaque courbe correspondant à une manipulation du porte échantillon par l'opérateur.

	2 GHz	2,4 GHz	2,45 GHz	2,5 GHz	2,6 GHz
$S_{11}(\text{dB}/^\circ)$	3,2/91	3,3/23	3,7/75	4,6/39	5,1/51
$S_{21}(\text{dB}/^\circ)$	< 0,1/< 1	< 0,1/< 1	< 0,2/< 1	< 0,2/< 1	< 0,2/< 1
$S_{12}(\text{dB}/^\circ)$	< 0,1/< 1	< 0,2/< 1	< 0,2/< 1	< 0,2/< 1	< 0,2/< 1
$S_{22}(\text{dB}/^\circ)$	2,4/28	3,2/11	2,8/42	4,6/21	5,7/126

Tableau 2.5 – Ecarts-types des mesures de répétabilité sur l'air.

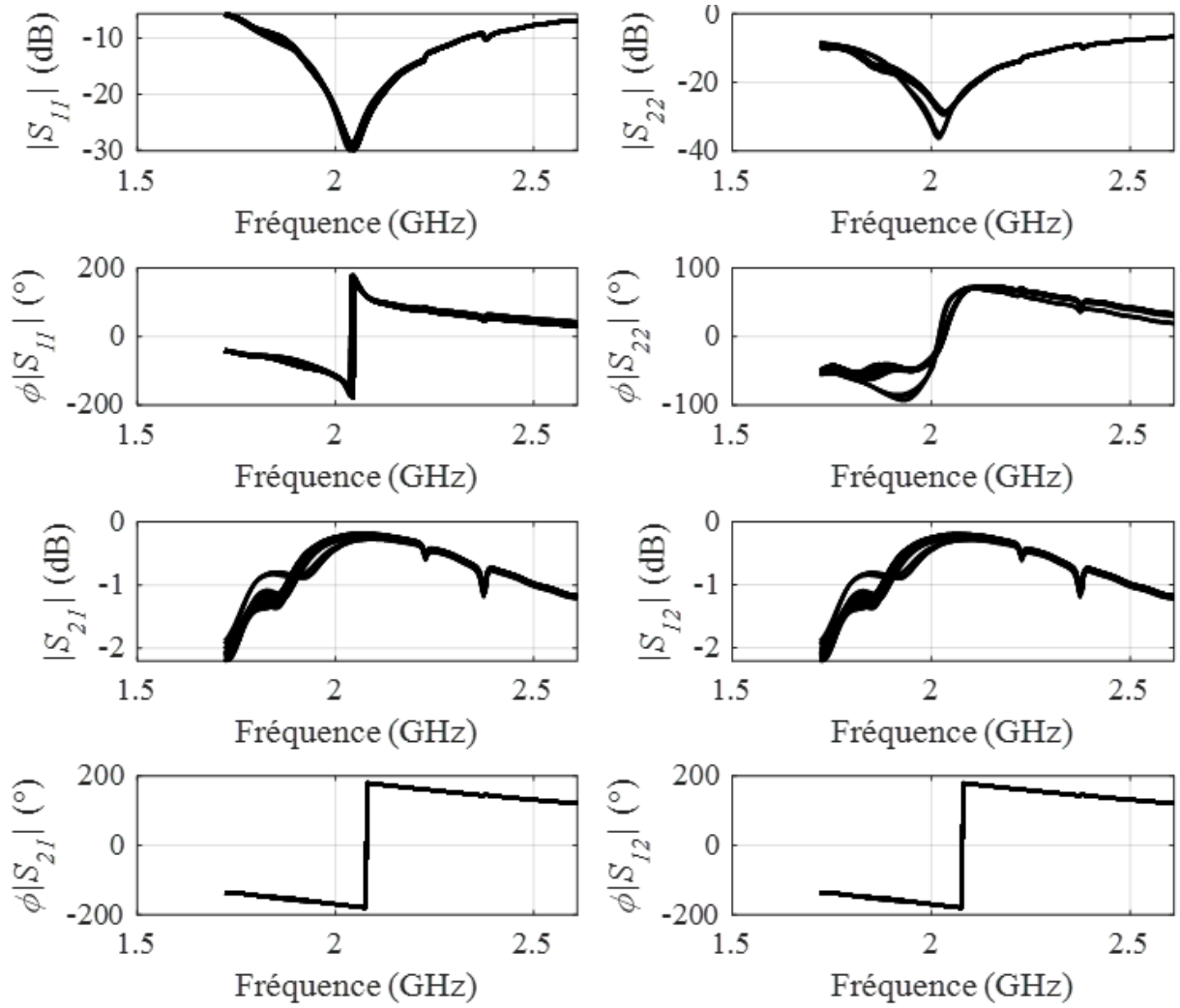


FIGURE 2.18 – Superposition des $N = 50$ mesures de paramètres S faites sur du PMMA. Chaque courbe correspondant à une manipulation du porte échantillon par l'opérateur.

	2 GHz	2,4 GHz	2,45 GHz	2,5 GHz	2,6 GHz
$S_{11}(\text{dB}/^\circ)$	2,4/9.2	0,2/13,2	0,1/13,7	0,1/13,8	0,1/15
$S_{21}(\text{dB}/^\circ)$	0,2/< 1	< 0,1/< 1	< 0,1/< 1	< 0,1/< 1	< 0,1/< 1
$S_{12}(\text{dB}/^\circ)$	< 0,1/< 1	< 0,1/< 1	< 0,1/< 1	< 0,1/< 1	< 0,1/< 1
$S_{22}(\text{dB}/^\circ)$	8,3/< 1	0,2/< 1	< 0,1/< 1	< 0,1/< 1	< 0,1/< 1

Tableau 2.6 – Ecarts-types des mesures de répétabilité sur le PMMA.

Conclusion sur les incertitudes sur la mesure des paramètres S

Nous avons étudié expérimentalement deux sources d'incertitudes : la dérive du VNA et l'opérateur. Les résultats montrent que le dispositif de mesure est réciproque : égalité entre les paramètres S_{21} et S_{12} . Dans la bande ISM considérée, ceux-ci présentent des incertitudes (quantifiées en termes d'écart-type) sur le module et sur la phase respectivement inférieures à 0,2dB et 3°. Quant aux paramètres S_{11} et S_{22} , leurs incertitudes sont plus grandes, respectivement de 8dB et au delà de 100°. Incertitudes supérieures qui s'expliquent par des amplitudes de S_{11} et S_{22} bien inférieures aux S_{21} et S_{12} .

On peut légitimement supposer que les incertitudes de mesure observées avec l'échantillon de PMMA sont plus représentatives de celles que l'on est susceptible de rencontrer avec le BDC. En effet, contrairement à l'air, la présence du PMMA dans la cellule provoque une désadaptation d'impédance entre la « ligne » et le MUT, comme le ferait un échantillon de BDC. Autre point commun entre BDC et PMMA : il s'agit de matériaux à pertes, i.e. pouvant provoquer une atténuation des ondes et donc une diminution des S_{ij} , contrairement à l'air dont l'atténuation est quasi nulle entre les deux références de mesure.

2.4.2 Inversion des paramètres S

2.4.2.1 Algorithme d'inversion des mesures en cellule coaxiale et guide d'onde

Considérons maintenant la modélisation des mesures en cellule (coaxiale ou rectangulaire) et leur inversion en vue de l'estimation du spectre diélectrique d'un MUT.

Rappelons que le banc expérimental est constitué de la cellule contenant l'échantillon à caractériser reliée, via des câbles, à un VNA, que celui-ci mesure les quatres paramètres S au niveau de ses entrées/sorties (ports 1 et 2 de la figure 2.19) et que moyennant un calibrage (§ 2.4.1.2) on obtient les paramètres S au niveau de l'échantillon ("plane 1" et "plane 2" de la figure 2.19). Le principe illustré figure 2.19 en géométrie coaxiale vaut quelle que soit la géométrie de la cellule.

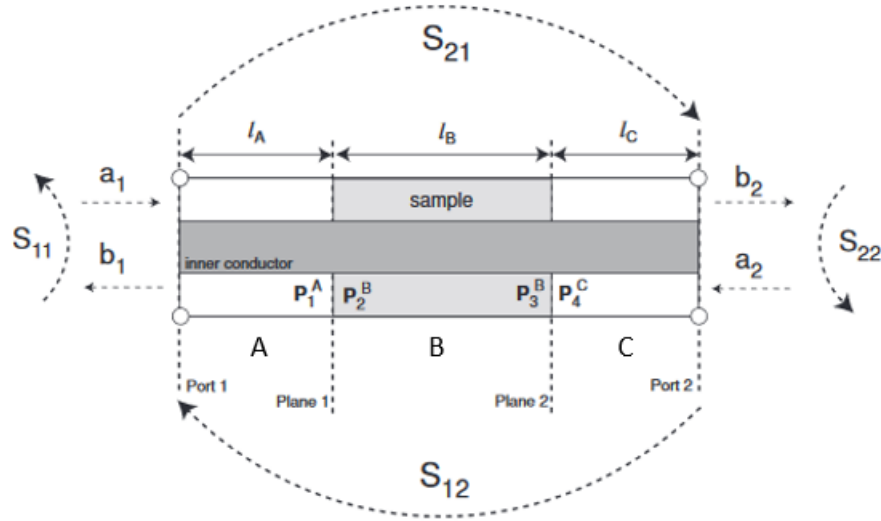


FIGURE 2.19 – Schéma de principe de la mesure en cellule coaxiale [125].

A une interface air / matériau l'onde incidente se trouve partiellement réfléchiée. Le coefficient de réflexion Γ correspondant peut s'exprimer en fonction de l'impédance de la ligne de transmission Z_C et de celle du matériau, Z_L :

$$\Gamma = \frac{Z_L - Z_C}{Z_L + Z_C} \quad (2.35)$$

L'impédance Z_L du MUT peut quant à elle s'exprimer fonction de Z_C et de la permittivité ε_r^* de ce dernier :

$$Z_L = \frac{Z_C}{\sqrt{\varepsilon_r^*}} \quad (2.36)$$

On déduit alors l'expression de Γ en fonction de ε_r^* :

$$\Gamma = \frac{1 - \sqrt{\varepsilon_r^*}}{1 + \sqrt{\varepsilon_r^*}} \quad (2.37)$$

On associe par ailleurs à l'échantillon un coefficient de transmission T entre ses interfaces air/matériau :

$$T = e^{-\gamma L} \quad (2.38)$$

Le coefficient γ représente la constante de propagation dans le matériau et L la longueur de l'échantillon. Il s'exprime, à partir des équations de Maxwell dans les guides d'ondes, comme :

$$\gamma^2 = K_c^2 - K^2 \quad (2.39)$$

où K et K_c représente respectivement le nombre d'onde et le nombre d'onde de coupure. Les équations (2.40) et (2.41) donnent les expressions de ces nombres :

$$K = \frac{2\pi\sqrt{\varepsilon_r^*}}{\lambda_0} \quad (2.40)$$

$$K_c = \frac{2\pi}{\lambda_c} \quad (2.41)$$

où λ_0 et λ_c expriment respectivement les longueurs d'onde dans le vide et à la fréquence de coupure basse d'un monde de propagation (m,n). Cette dernière dépend des dimensions a et b de l'ouverture du guide (figure ??). Elle s'exprime comme :

$$\lambda_c^{(m,n)} = \frac{2\pi}{\sqrt{\left(\frac{m\pi}{a}\right)^2 + \left(\frac{n\pi}{b}\right)^2}} \quad (2.42)$$

La longueur d'onde de coupure dépend du type de dispositif. Dans le cas d'une cellule coaxiale, on a une propagation TEM et donc pas de fréquence de coupure basse ($\lambda_c \rightarrow \infty$). En revanche la longueur d'onde de coupure devient un nombre fini dans le cas d'une propagation TE, que l'on retrouve dans le cas d'un guide d'onde rectangulaire. Pour une

cellule de mesure sans pertes, les ondes EM se propagent lorsque γ est un imaginaire pur positif. Pour une cellule coaxiale (propagation TEM) sans pertes, la constante de propagation est une imaginaire pure et s'exprime comme :

$$\gamma = j \frac{2\pi \sqrt{\varepsilon_r^*}}{\lambda_0} \quad (2.43)$$

La constante de propagation dans une cellule coaxiale est toujours un imaginaire positif, quel que soit la longueur d'onde. Par conséquent, les ondes se propagent aussi bien aux basses fréquences qu'aux hautes fréquences.

Dans le cas d'un guide non TEM tel qu'un guide rectangulaire (lequel présente une fréquence de coupure basse) les ondes ne se propagent pas à des fréquences inférieures à la fréquence de coupure basse. Dans le cas de la propagation du mode fondamental, c'est-à-dire le mode TE_{10} , la constante de propagation s'exprime comme :

$$\gamma = j \frac{2\pi \sqrt{\varepsilon_r^* - \left(\frac{\lambda_0}{2a}\right)^2}}{\lambda_0} \quad (2.44)$$

En l'absence de pertes ε_r^* est purement réelle et il s'ensuit $|T| = 1$. En revanche, lorsque le matériau présente des pertes $Im(\varepsilon_r^*) > 0$, $|T| < 1$ et l'onde est atténuée dans le matériau. A partir des coefficients Γ et T on exprime les coefficients de réflexion et de transmission S_{ii} et S_{ij} mesurés par le VNA, lesquels résultent de réflexions multiples aux interfaces :

$$S_{ii} = \frac{(1 - T^2)\Gamma}{1 - T^2\Gamma^2} \quad (2.45)$$

$$S_{ij} = \frac{(1 - \Gamma^2)T}{1 - T^2\Gamma^2} \quad (2.46)$$

Notons que la démarche présentée ci-dessus vaut si le MUT est isotrope (ce qui correspond idéalement à un matériau dont ε_r^* est la même en tous points) de sorte que $S_{11} = S_{22}$ et $S_{21} = S_{12}$. A ce propos signalons que l'étude des incertitudes expérimentales a permis de vérifier qu'en présence de matériaux homogènes comme l'air et le PMMA notre banc de mesure n'affectait pas l'égalité des S_{ij} . Toutefois, en ce qui concerne les S_{ii} des différences ont été constatées lorsque le MUT est l'air (avec le PMMA elles se réduisent). En réalité, ces apparentes imperfections du banc sont à relativiser. La cause est à chercher dans la faiblesse des signaux mesurés, laquelle dépend du MUT. Avec l'air, les S_{ii} aux extrémités de l'échantillon sont théoriquement nuls, si bien qu'une légère imperfection géométrique de la cellule peut conduire à des écarts importants entre S_{11} et S_{22} . Ces coefficients n'en restent

pas moins d'amplitude négligeable. Nous étudierons plus loin l'impact des incertitudes expérimentales sur le spectre diélectrique du MUT estimé par inversion de ce modèle direct faisant l'hypothèse $S_{11} = S_{22}$ et $S_{21} = S_{12}$. Mais auparavant il nous faut présenter la méthode d'inversion.

D'après les équations (2.45) et (2.46) les paramètres S mesurés dépendent de la permittivité diélectrique du MUT. Par conséquent, à une fréquence donnée (n'oublions pas cette variable, omise dans les équations pour alléger les notations, dont dépend bien sûr ε_r^*), il est possible d'estimer cette dernière en inversant les paramètres S. Parmi les méthodes envisageables on trouve des approches analytiques ou semi analytiques comme la méthode Propagative Matrix [141, 142] ou la méthode Nicholson-Ross-Weir (NRW) [?, 143, 144]; on trouve également des méthodes comme NIST [145, 146]. Dans ce qui suit nous ne considérons que la méthode NRW qui permet d'estimer le spectre diélectrique à partir des coefficients Γ et T . La démarche est présentée à partir des équations suivantes :

$$\Gamma = X \pm \sqrt{X^2 - 1} \quad (2.47)$$

$$T = \frac{S_{ii} + S_{ij} - \Gamma}{1 - (S_{ii} + S_{ij})\Gamma} \quad (2.48)$$

avec

$$X = \frac{S_{ii}^2 - S_{ij}^2 + 1}{2S_{ii}} \quad (2.49)$$

Les équations (2.43) et (2.44) ont montré le lien entre la constante de propagation et la permittivité diélectrique du MUT. On peut déduire la permittivité du MUT en injectant les équations (2.43) et (2.43) dans l'équation (2.38).

Dans le cas d'une cellule coaxiale, on obtient la permittivité ε_r^* à partir de :

$$\varepsilon_r^* = \left(\frac{\lambda_0}{2\pi L} \ln \left(\frac{1}{T} \right) \right)^2 \quad (2.50)$$

Pour un guide d'onde rectangulaire, ε_r^* s'obtient à partir de :

$$\varepsilon_r^* = \left(\frac{\lambda_0}{\lambda_c} \right)^2 - \left(\frac{\lambda_0}{2\pi L} \ln \left(\frac{1}{T} \right) \right)^2 \quad (2.51)$$

Cependant, la méthode diverge pour les matériaux à faibles pertes à des fréquences correspondant à des multiples entiers de la demi-longueur d'onde dans l'échantillon, ceci à cause de l'ambiguïté de la phase. L'équation (2.51) devient :

$$\varepsilon_r^* = \left(\frac{\lambda_0}{\lambda_c} \right)^2 - \left(\frac{\lambda_0}{2\pi L} \left(\ln \left(\frac{1}{|T|} \right) + \arg(T) + 2\pi n \right) \right)^2 \quad (2.52)$$

avec n un entier relatif. Cette ambiguïté intervient lorsque la longueur de l'échantillon L est égale à [147] :

$$L = n \frac{\lambda_0}{2\sqrt{\varepsilon_r'}} \quad (2.53)$$

Elle est donc limitée à une épaisseur d'échantillon optimale de $\lambda_0/(4\sqrt{\varepsilon_r'})$ à utiliser de préférence pour les échantillons de faible épaisseur et/ou de faible permittivité. Lorsque l'égalité (2.53) est respectée, un mode de résonance caractérisé par une rotation de phase de S_{ij} entraîne une indétermination de la permittivité diélectrique du matériau. Cette indétermination est levée par la connaissance exacte de la phase de S_{ij} . La littérature propose diverses solutions à ce problème [148], en utilisant notamment la mesure du retard de groupe sur la phase du coefficient de transmission.

Pour notre part, nous avons utilisé une méthode empirique que nous avons validée dans un premier temps avec les paramètres S issus du modèle direct. Elle consiste, à fixer $n = 0$, c'est à dire à considérer la phase comme comprise entre $-\pi$ et π , puis à estimer ε_r^* à la plus basse fréquence de la bande, puis à évaluer respectivement la valeur et le signe des parties réelle et imaginaire de ε_r^* . Si $\varepsilon_r' < 1$ ou $\varepsilon_r'' < 0$, alors on incrémente n jusqu'à satisfaire les conditions sur la permittivité. Une fois la valeur de n optimisée, on passe à l'optimisation de ε_r^* pour la fréquence suivante. De nouvelles conditions sur la permittivité sont imposées (équations (2.54) et (2.55)) :

$$\varepsilon_r''(f_{i-1}) \cdot \varepsilon_r''(f_i) > 0 \quad (2.54)$$

$$\frac{\varepsilon_r'(f_i)}{\varepsilon_r'(f_{i-1})} \geq 0,9 \quad (2.55)$$

Tant qu'elles sont respectées, la valeur de n est conservée, sinon elle est incrémentée.

La figure 2.20 (d'après [126]) synthétise la procédure utilisée pour estimer ε_r^* depuis le calibrage du VNA jusqu'à l'inversion des paramètres S du MUT.

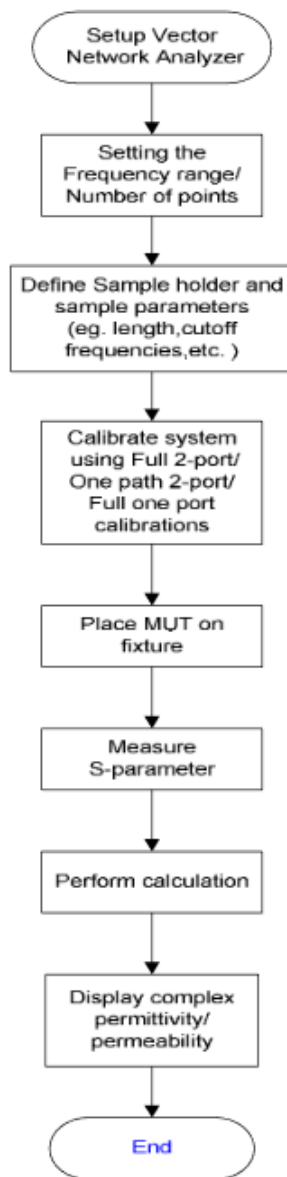


FIGURE 2.20 – Procédure utilisée pour estimer ϵ_r^* [126].

2.4.2.2 Simulation de la méthode NRW

Nous appliquons ici la méthode d'inversion NRW à des données simulées afin de vérifier que l'algorithme proposé (incluant l'approche servant à lever l'ambiguïté sur la phase) permet bien de retrouver la permittivité d'un MUT.

Matériau	ε'_r	$\tan\delta$
Echantillon 1	1	10^{-3}
Echantillon 2	2	5.10^{-3}
Echantillon 3	4	5.10^{-2}
Echantillon 4	6	10^{-1}
Echantillon 5	8	1

Tableau 2.7 – Permittivités diélectriques virtuelles utilisées pour la simulation de paramètres S à partir du modèle direct.

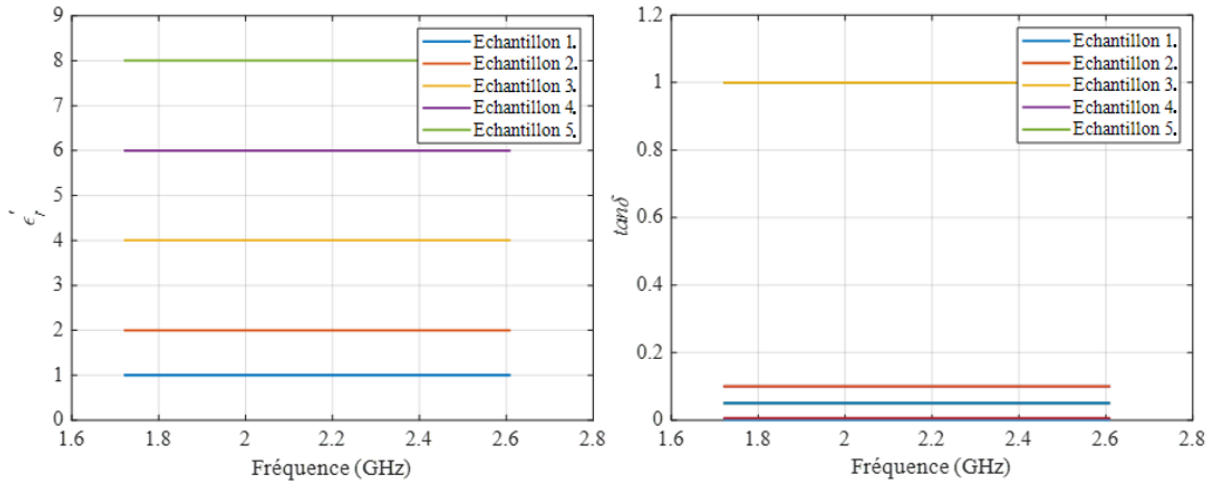


FIGURE 2.21 – Permittivités diélectriques obtenues par inversion NRW sur la bande [1,72 GHz – 2,61 GHz] à partir de données simulées.

Les équations (2.45) et (2.46) constituent un modèle direct exprimant les paramètres S à l'interface du MUT en fonction de sa permittivité. Considérons cinq matériaux diélectriques de permittivité complexe constante sur la bande considérée (tableau 2.7).

Nous avons calculé les paramètres S correspondants à partir du modèle direct. Les simulations, données en annexe (figure A.7), sont en accord avec celles ayant été observées expérimentalement dans la partie consacrée aux incertitudes de mesures. En effet, la désadaptation et l'atténuation augmentent à mesure qu'augmente la permittivité diélectrique de l'échantillon sous test.

La figure 2.21 représente les permittivités diélectriques complexes obtenues par inversion NRW des paramètres S simulés. On retrouve bien les permittivités utilisées en entrée du modèles direct (tableau 2.7), ce qui valide l'algorithme.

2.4.2.3 Incertitudes d'inversion consécutives à celles du VNA

Nous allons ici chercher à estimer la robustesse de la méthode d'inversion aux bruits de mesure (causés entre autres par le VNA et l'opérateur). En d'autres termes il s'agit de quantifier les écarts entre la permittivité estimée $\hat{\varepsilon}_r^*$ et la permittivité "vraie" ε_r^* . Ceci peut être fait en ajoutant du bruit aux données simulées.

Pour estimer l'impact des incertitudes de mesure liées au VNA nous associons la méthode NRW à un algorithme de type Monte-Carlo [149]. Cela consiste à appliquer en entrée de l'algorithme des variables aléatoires et à effectuer un grand nombre de tirages sur celles-ci afin d'étudier leur impact sur les sorties de l'algorithme.

Les variables d'entrée de l'algorithme NRW sont la fréquence de coupure f_c du guide d'onde, la longueur L du porte échantillon, la fréquence f des ondes et les paramètres S . f_c , L et f sont déterministes (il n'y a pas lieu de considérer d'incertitudes particulières) tandis que les paramètres S sont aléatoires en raison du bruit de mesure en module et en phase du VNA (figure 2.4). Ce bruit, décrit dans [150], correspond à des lois de probabilités se rapprochant de gaussiennes [151]. Celles-ci sont définies par leur moyenne m et leur écart-type σ , σ étant calculé à partir des spécifications du VNA [138]. Notons que le constructeur ne fournit pas les incertitudes dans le cas où $S_{ii} < -35$ dB, ce qui est le cas des échantillons 1 et 2 (cf. tableau 2.7). Nous ne traitons donc pas les données correspondant à des S_{ii} aussi faibles.

En appliquant aux paramètres S simulés un bruit gaussien conforme aux spécifications du VNA nous avons généré, pour chacun des échantillons virtuels, un lot d'un million de couples de paramètres (S_{ii}, S_{ij}) que nous avons ensuite inversés (méthode NRW) pour estimer la variabilité de ε_r^* .

Les tableaux 2.8, 2.9 et 2.10 donnent, pour différentes fréquences, les incertitudes sur ε'_r et $\tan\delta$, relativement à leurs moyennes sur les N tirages. **Les résultats obtenus permettent d'affirmer que cette méthode d'inversion est robuste au bruit de mesure introduit par le VNA**, plus particulièrement en ce qui concerne la partie réelle. En effet, si l'on considère la bande ISM à 2,45 GHz, l'écart-type de ε'_r varie entre 0,1 % et 0,5 %. L'écart-type de ε'_r augmente avec la valeur moyenne de ε'_r . En revanche, $\tan\delta$ présente une incertitude plus importante (de 6 % à 10 %) mais celle-ci diminue à mesure que les pertes augmentent.

	2 GHz	2,4 GHz	2,45 GHz	2,5 GHz	2,6 GHz
$\sigma_{\varepsilon'_r}/\langle\varepsilon'_r\rangle$ (%)	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1
$\sigma_{\tan\delta}/\langle\tan\delta\rangle$ (%)	9,7	7,2	6,8	6,8	5,9

Tableau 2.8 – Ecarts-types sur la permittivité diélectrique estimée de l'échantillon n°3 (cf. tableau 2.7) à différentes fréquences.

	2 GHz	2.4 GHz	2.45 GHz	2.5 GHz	2.6 GHz
$\sigma_{\varepsilon'_r}/\langle\varepsilon'_r\rangle$ (%)	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1
$\sigma_{\tan\delta}/\langle\tan\delta\rangle$ (%)	6.1	2.5	2.2	2.2	2.1

Tableau 2.9 – Ecarts types sur la permittivité diélectrique estimée de l'échantillon 4 (cf. tableau 2.7) à différentes fréquences.

	2 GHz	2,4 GHz	2,45 GHz	2,5 GHz	2,6 GHz
$\sigma_{\varepsilon'_r}/\langle\varepsilon'_r\rangle$ (%)	0,8	0,5	0,6	0,5	0,5
$\sigma_{\tan\delta}/\langle\tan\delta\rangle$ (%)	1,2	0,7	0,9	0,8	0,8

Tableau 2.10 – Ecarts types sur la permittivité diélectrique estimée de l'échantillon n°5 (cf. tableau 2.7) à différentes fréquences.

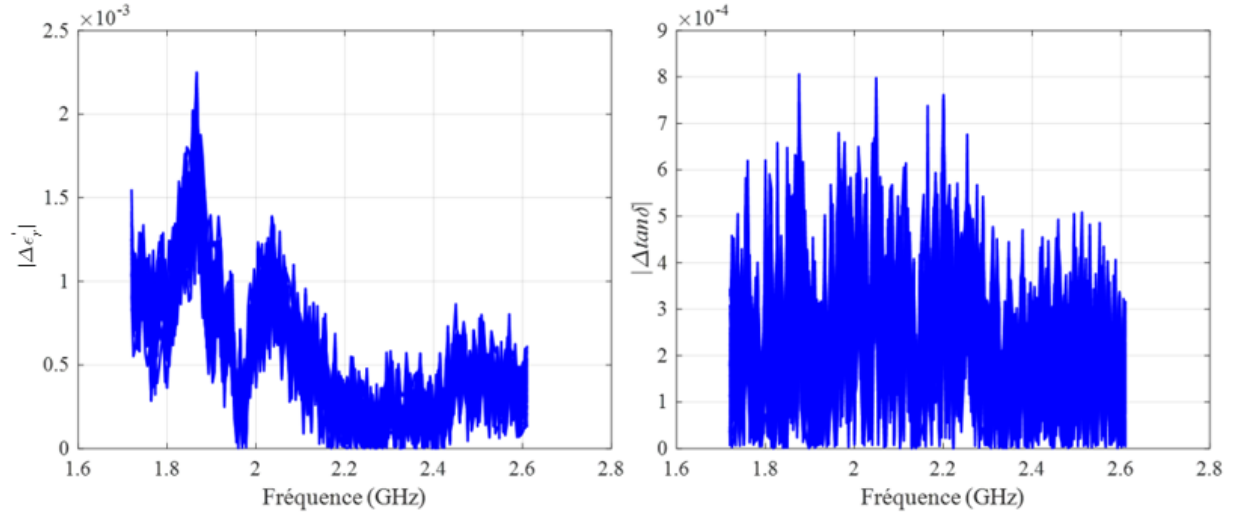


FIGURE 2.22 – Ecarts entre permittivités diélectriques estimées à partir des données (S_{11}, S_{21}) ou (S_{22}, S_{12}) pour l'air utilisé comme MUT. Superposition des mesures de l'étude la dérive du VNA.

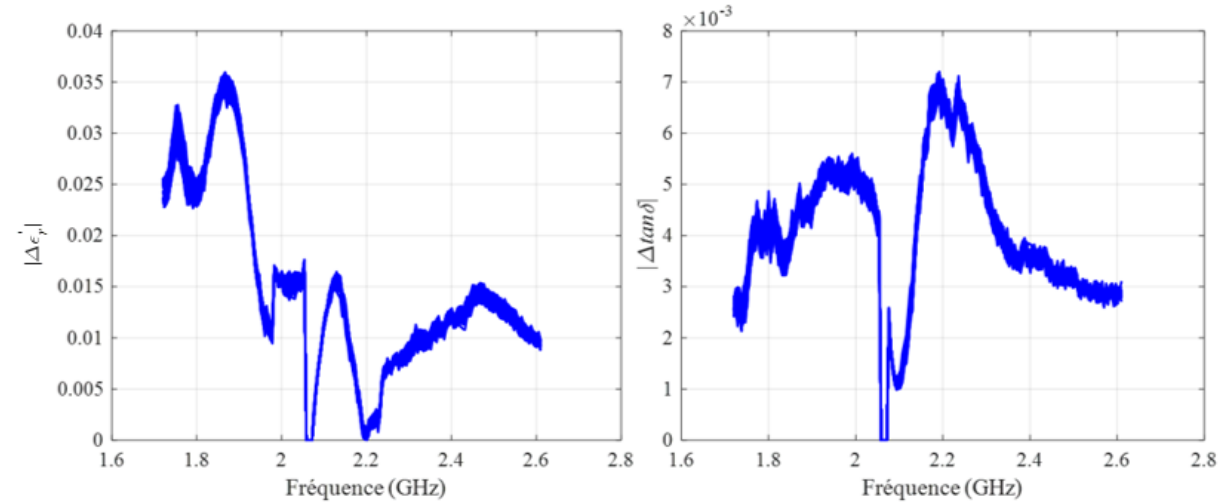


FIGURE 2.23 – Ecarts entre permittivités diélectriques estimées à partir des données (S_{11}, S_{21}) ou (S_{22}, S_{12}) pour l'échantillon de PMMA. Superposition des mesures de l'étude de la dérive du VNA.

2.4.2.4 Incertitudes d'inversion consécutives à la dérive du VNA

Avant d'estimer l'impact de la dérive du VNA sur la permittivité diélectrique estimée, il est important de vérifier à partir des mesures présentées en § 2.4.1.3 la réciprocité du dispositif de mesure. Pour cela, inversons, en utilisant l'algorithme NRW, deux couples de

paramètres S (S_{11} , S_{21}) et (S_{22} , S_{12}) obtenus au long de la mesure de dérive. Notons $\varepsilon_{r,1}^*$ et $\varepsilon_{r,2}^*$ les résultats d'inversion. Pour évaluer la symétrie du dispositif, calculons les écarts de permittivité suivants (équations (2.56) et (2.57)).

$$\Delta\varepsilon_r' = |\varepsilon_{r,2}' - \varepsilon_{r,1}'| \quad (2.56)$$

$$\Delta\tan\delta = \left| \frac{\varepsilon_{r,2}''}{\varepsilon_{r,2}'} - \frac{\varepsilon_{r,1}''}{\varepsilon_{r,1}'} \right| \quad (2.57)$$

Les figures 2.22 et 2.23 représentent, pour chaque mesure, les écarts de permittivité obtenus pour l'air et le PMMA sur la bande [1,72 GHz – 2,61 GHz]. Ils sont extrêmement faibles puisqu'ils ne dépassent pas 0,003 pour l'air et 0,04 pour le PMMA. Le dispositif peut donc être considéré comme réciproque.

Quantifions maintenant l'effet de la dérive des mesures (VNA) sur la permittivité moyenne estimée :

$$< \varepsilon_r^* > = \frac{\varepsilon_{r,1}^* + \varepsilon_{r,2}^*}{2} \quad (2.58)$$

Les figures 2.24 et 2.25 représentent la superposition des spectres diélectriques obtenus au cours du temps pour l'air et le PMMA ; l'épaisseur des traits est représentative de la dispersion des résultats. Celle-ci est très faible dans les deux cas. Les tableaux 2.11 et 2.12 quantifient pour quelques fréquences les variations maximales observées sur la permittivité moyenne en prenant comme référence la mesure initiale. Elles sont de 0,2 % pour ε_r' et de 0,3 % pour $\tan\delta$ dans le cas de l'air. Pour le PMMA elles sont respectivement de 0,6 % et 0,1 %.

Ces résultats permettent de considérer que **la dérive du VNA au cours du temps a un impact extrêmement faible sur la permittivité diélectrique estimée par inversion NRW.**

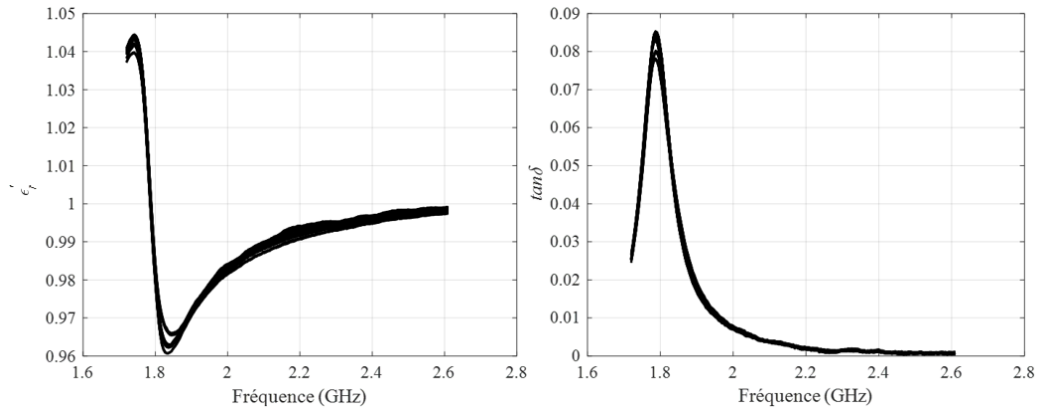


FIGURE 2.24 – Effet de la dérive du VNA sur le spectre diélectrique estimé de l'air.

	2 GHz	2,4 GHz	2,45 GHz	2,5 GHz	2,6 GHz
$\Delta\epsilon'_r$ (%)	0,3	0,2	0,2	0,2	0,2
$\Delta\tan\delta$ (%)	0.3	0,2	0,2	0,2	0,2

Tableau 2.11 – Variations maximales de la permittivité diélectrique estimée de l'air engendrées par la dérive du VNA.

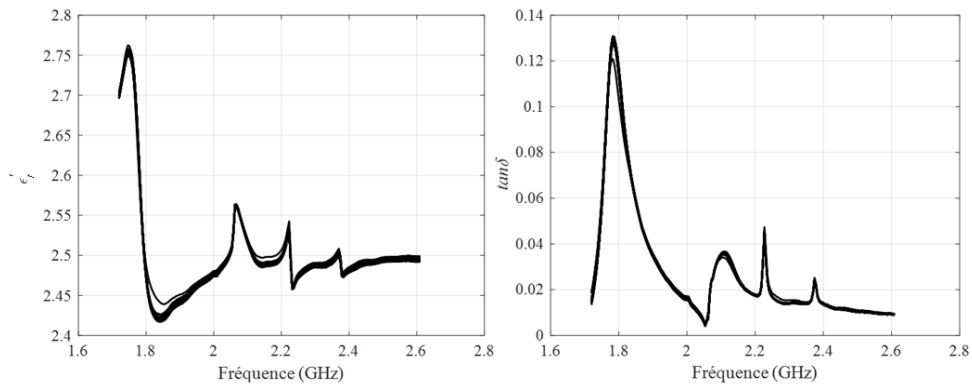


FIGURE 2.25 – Effet de la dérive du VNA sur le spectre diélectrique estimé du PMMA.

	2 GHz	2,4 GHz	2,45 GHz	2,5 GHz	2,6 GHz
$\Delta\epsilon'_r$ (%)	0.6	0.6	0.6	0.5	0.6
$\Delta\tan\delta$ (%)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1

Tableau 2.12 – Variations maximales de la permittivité diélectrique estimée de PMMA engendrées par la dérive du VNA.

2.4.2.5 Incertitudes d'inversion consécutives aux incertitudes de mesure liées à l'opérateur

Nous avons vu que l'opérateur était source d'incertitudes de mesure (§ 2.4.1.3). Il convient de quantifier leur impact sur l'inversion, i.e. sur le spectre diélectrique estimé.

Considérons les $N = 50$ couples (S_{11}, S_{21}) et (S_{22}, S_{12}) obtenus expérimentalement lors de l'étude de répétabilité (§ 2.4.1.3). Considérons les N spectres diélectriques $\epsilon_{r,1}^*$ et $\epsilon_{r,2}^*$ respectivement obtenus par inversion NRW de ces couples de données.

Comme en § 2.27, nous nous sommes intéressés à la réciprocité du dispositif de mesure que nous avons quantifiée via les écarts $|\Delta\epsilon'_r|$ et $|\Delta\tan\delta|$ (équations (2.56) et (2.57)). Les écarts obtenus qui sont tout aussi faibles confirment la réciprocité du dispositif de mesure (cf. annexe A.5).

Nous avons également quantifié l'effet des incertitudes de mesures dues à l'opérateur sur la permittivité moyenne estimée (équation (2.58)). Les figures 2.26 et 2.27 superposent les spectres diélectriques obtenus pour l'air et le PMMA par inversion des 50 mesures de paramètres S .

Les tableaux 2.13 et 2.14 fournissent pour quelques fréquences les écarts-types des spectres estimés. Les ordres de grandeurs sont les mêmes pour l'air et le PMMA. L'incertitude sur ϵ'_r est très faible ($\leq 1\%$). En revanche, celle sur $\tan\delta$ est assez importante $\geq 11\%$ et peut atteindre 33,5 %.

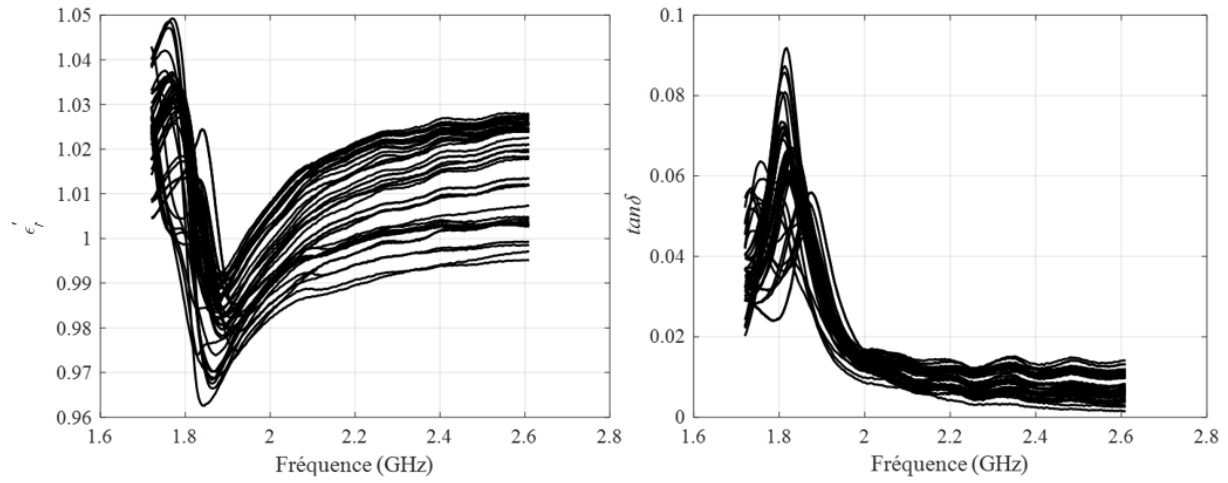


FIGURE 2.26 – Effet des incertitudes de mesure dues à l’opérateur sur le spectre diélectrique estimé de l’air. Superposition des données de l’étude de répétabilité.

	2 GHz	2,4 GHz	2,45 GHz	2,5 GHz	2,6 GHz
$\sigma_{\epsilon'_r}/\langle\epsilon'_r\rangle$ (%)	0,8	1	1	1	1
$\sigma_{\tan\delta}/\langle\tan\delta\rangle$ (%)	11,7	30,8	32,2	33	33,5

Tableau 2.13 – Ecart-type de la permittivité diélectrique estimée de l’air correspondant aux incertitudes de mesure liées à l’opérateur.

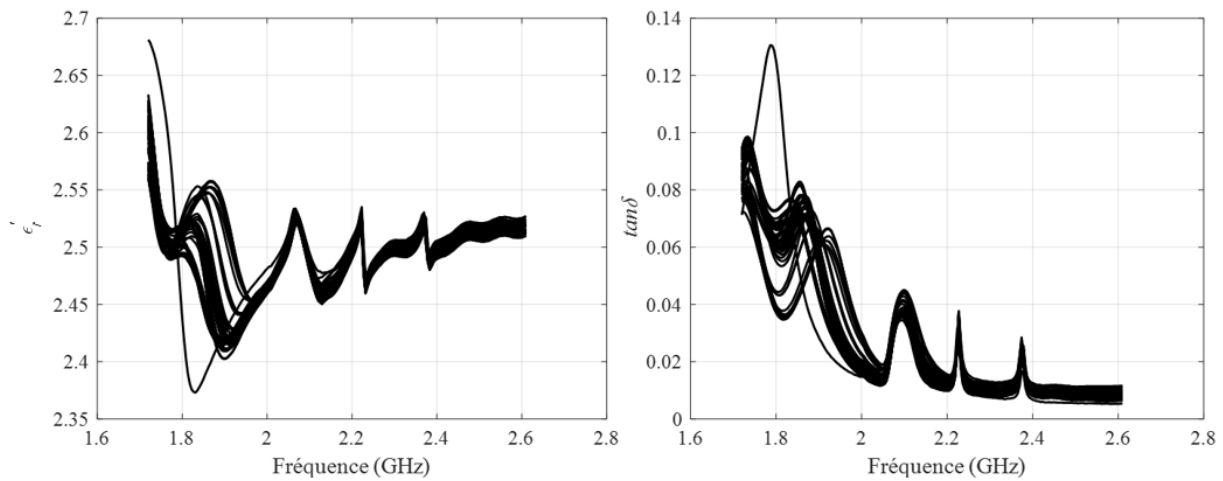


FIGURE 2.27 – Effet des incertitudes de mesure dues à l’opérateur sur spectre diélectrique estimé du PMMA. Superposition des données de l’étude de répétabilité.

	2 GHz	2,4 GHz	2,45 GHz	2,5 GHz	2,6 GHz
$\sigma_{\varepsilon'_r}/<\varepsilon'_r> (\%)$	0,3	0,2	0,2	0,2	0,3
$\sigma_{\tan\delta}/<\tan\delta>(\%)$	24,8	21,1	25,1	23,6	23,2

Tableau 2.14 – Ecart-type de la permittivité diélectrique estimée du PMMA correspondant aux incertitudes de mesure liées à l’opérateur.

2.4.2.6 Conclusion

L’étude des incertitudes sur la permittivité diélectrique estimée consécutives à celles sur les paramètres S mesurés démontre la robustesse de la méthode d’inversion NRW.

En guise de synthèse, le tableau 2.15 quantifie, à quelques fréquences, les écarts-types maximums des spectres estimés (air et PMMA confondus). En tenant compte de la somme des incertitudes de mesure. On constate que l’écart type relatif sur ε'_r est d’environ 1,6 % et qu’il atteint 40 % pour $\tan \delta$. Ces données seront utiles lors de la caractérisation diélectrique d’échantillons de BDC afin d’évaluer les incertitudes sur le spectre diélectrique estimé. **Néanmoins, il convient de préciser que cette étude n’est pas exhaustive et mérite d’être approfondie en prenant en compte les sources d’incertitudes. Par conséquent les incertitudes estimées sont sous-évaluées.**

	2 GHz	2,4 GHz	2,45 GHz	2,5 GHz	2,6 GHz
$\sigma_{\varepsilon'_r}/<\varepsilon'_r> (\%)$	1,6	1,6	1,5	1,6	1,6
$\sigma_{\tan\delta}/<\tan\delta>(\%)$	34,5	38	39	39,8	39,4

Tableau 2.15 – Ecart-types maximums (données air et PMMA confondues) de la permittivité diélectrique estimée en tenant compte de la somme des incertitudes de mesure.

2.5 Caractérisation diélectrique du BDC sur un cycle de sorption

Dans la présente section nous présentons la « caractérisation diélectrique/hydrique » du BDC en appliquant les méthodes de mesure (en cellules rectangulaires) et d'inversion (algorithme NRW) décrites en § 2.4 et 2.4.2. Par « caractérisation diélectrique/hydrique » nous entendons la mesure du spectre diélectrique du BDC conditionné à différentes humidités relatives HR de manière à parcourir le cycle de sorption (HR, θ) .

		Lot de BDC n°1	Lot de BDC n°2
Capteurs RF : série n°1	Conception	Cycle n°1	
	Caractérisation		Cycle n°2
Capteurs RF : série n°2	Conception		Cycle n°2
	Caractérisation		Cycle n°3

Tableau 2.16 – Utilisation des données diélectriques/hydriques.

Au cours de nos travaux, **nous avons fabriqué deux lots d'échantillons de BDC sur lesquels nous avons réalisé trois « cycles de mesures »** (tableau 2.16). Voici la signification de ces différents lots et cycles.

Lots d'échantillons : un lot désigne un ensemble d'échantillons fabriqués avec les mêmes constituants (chènevote et liant issus des mêmes lots de leurs fournisseurs respectifs), en appliquant le même dosage (chènevote-liant-eau) et dans les mêmes conditions de température. Les dosages des deux lots étaient identiques, les constituants en théorie similaires mais approvisionnés à un an d'intervalle et ne provenant donc pas des mêmes lots des fabricants. Le premier lot comportait deux échantillons et le second cinq.

Cycles de mesures : un cycle désigne la « caractérisation diélectriques/hydriques sur la bande [1,72 GHz – 2,61 GHz] d'un lot d'échantillons.

Le cycle n°1, effectué sur le lot n°1, a servi à mettre au point et à tester la démarche de fabrication et de conditionnement hydrique des échantillons, ainsi que leur caractérisation diélectrique/hydrique. Son but était également d'estimer les plages de variation de ε_r^* du BDC en fonction de HR et θ . Ces données devant servir à mettre au point la démarche de conception de capteurs RF non invasifs de mesure hydrique : en concevant une première série de capteurs (cf. chapitre 3).

Le cycle n°2, effectué sur le lot n°2, a servi à enrichir la base de données diélectriques/hydriques du BDC et à tester la première série de capteurs RF conçus en fonction des ε_r^* du lot n°1 (mesurées lors du cycle n°1). Les ε_r^* du cycle n°2 ont servi à concevoir une seconde série de capteurs RF.

Le cycle n°3, effectué également sur le lot n°2, en plus d'enrichir la base de données diélectriques/hydriques du BDC, a servi à tester la seconde série de capteurs conçue en fonction des ε_r^* du même lot (n°2). Ce cycle n'a pas pu être complété (§ 2.5.2.2).

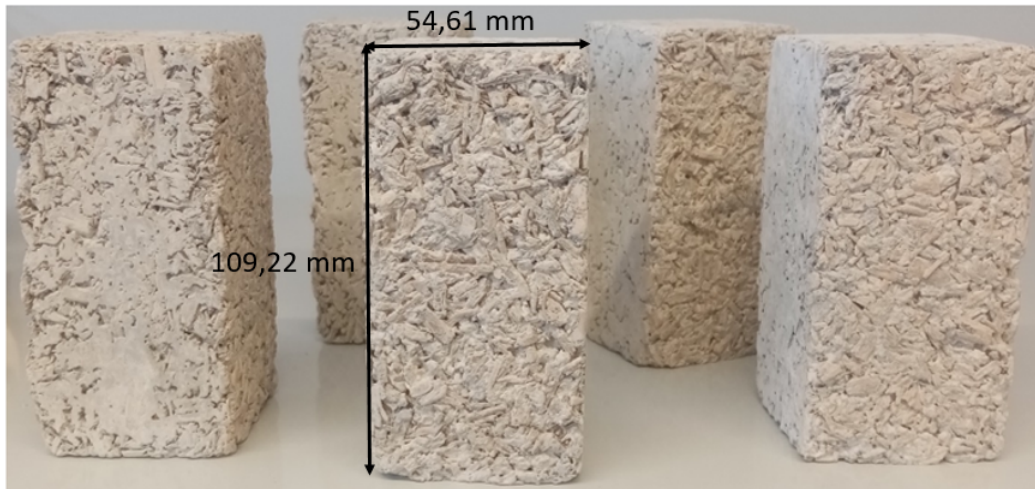


FIGURE 2.28 – Échantillons de BDC (lot n°2) aux dimensions des guides d'ondes WR430.

2.5.1 Fabrication des échantillons de BDC

Les échantillons de BDC ont été fabriqués avec l'aide (moyens, expertise) du département de Génie Civil de l'ENS Paris-Saclay. Leur formulation (tableau 2.17 [152]), correspond à un rapport massique de 1,4 entre l'eau et la chaux et de 2,5 entre la chaux et la chènevotte, ce qui correspond théoriquement [152] à une masse volumique sèche de $\simeq 500 \text{ kg.m}^{-3}$ adaptée à une utilisation murale [153, 154]. La chènevotte utilisée est référencée **ISOCANNA de Saint Astier** et associée à une chaux **BATICHANVRE de Saint-Astier**. Le tableau 2.18 répertorie les masses volumiques sèches préconisées pour différentes utilisations du BDC. On observe que la formulation pour un enduit présente la masse volumique la plus importante, laquelle peut atteindre 800 kg.m^{-3} . Ceci s'explique par un dosage en chaux supérieur.

Nous avons fabriqué deux lots d'échantillons à un an d'intervalle. **Le lot n°1 a servi à mettre au point la démarche de fabrication, de conditionnement et de caracté-**

risation du BDC. Il était constitué de 2 échantillons issus de 2 gâchées différentes. **Le lot n°2, fabriqué un an après le premier, dans la perspective d'évaluer la répétabilité des mesures diélectriques/hydriques, en comportait 5** issus d'une seule gâchée. De forme parallélépipédique et de dimensions $109\text{ mm} \times 54\text{ mm} \times 50\text{ mm}$ (figure 2.28) — adaptée aux guides rectangulaires opérant dans la bande $[1,72\text{ GHz} - 2,61\text{ GHz}]$ — les échantillons ont été obtenus en coulant le mélange dans des moules en plastique fabriqués par impression 3D. Une phase de prise de 28 jours a été respectée, le temps pour la réaction chimique entre l'eau et le liant de s'achever.

Chènevotte (g)	100
chaux (g)	350
Eau (mL)	250
Rapport eau/chaux	1,4
Rapport chaux/chènevotte	2,5

Tableau 2.17 – Formulation du béton de chanvre utilisé.

Utilisation	Masse volumique ρ (kg.m-3)
Enduit	800
Mur	500
Sol	350-500
Plafond	250

Tableau 2.18 – Masse volumique du béton de chanvre pour ses différentes utilisations.

2.5.2 Conditionnement des échantillons de BDC et mesure des cycles de sorption

La « caractérisation diélectrique/hydrique » d'échantillons de BDC sur un cycle de sorption passe par un conditionnement des échantillons. On procède en les plaçant dans une enceinte étanche (dessiccateur) où il sont soumis à une humidité relative HR fixée (au moyen d'une solution saline appropriée), jusqu'à stabilisation de leur teneur en eau θ . Une fois atteint un point $\{HR, \theta\}$ stable, on insère l'échantillon dans la cellule et on mesure ses paramètres

S (cf. figure 2.9). Ces opérations (conditionnement, mesure des S_{ij}) sont répétées de façon à parcourir le cycle HR vs. θ (figure 2.30). Chaque dessiccateur est conditionné à une humidité relative donnée et les échantillons sont déplacés d'un dessiccateur à l'autre pour parcourir le cycle.

Afin de contrôler le conditionnement des échantillons, les dessiccateurs sont équipés de capteurs humidité et de température. Voici leurs caractéristiques ainsi que celles des solutions salines :

- Capteur d'humidité : il s'agit d'un capteur capacitif de la marque Vaisala [156] Le diélectrique du condensateur comporte un polymère sensible aux variations d'humidité et absorbant ou rejetant la vapeur d'eau en fonction des variations de HR dans l'environnement. La variation de la quantité d'eau dans le polymère provoque une variation de capacité [157]. Ce capteur mesure HR avec une précision de 3 % sur la plage $HR \in [0 \% - 90 \%]$ et de 5 % sur la plage $HR \in [90 \% - 100 \%]$ [158].
- Capteur de température : il s'agit d'un capteur résistif : Resistance Temperature Detector (RTD). La mesure de la résistance électrique permet de déduire la température [159]. Celle-ci est donnée avec une précision de $\pm 0.5^\circ \text{C}$ [158].
- Solutions salines : placée à l'intérieur du dessiccateur, une solution saline garantit, pour une température donnée, une certaine humidité relative. Le tableau 2.19 indique, pour les solutions salines que nous avons utilisées au cours de notre étude, les humidités relatives pour des températures variant entre 10° et 30°C . La marge d'erreur sur HR peut atteindre 2 % dans certains cas [155].

	10°C	15°C	20°C	25°C	30°C
Chlorure de magnésium (MgCl_2)	33	33	33	33	32
Carbonate de potassium ($\text{K}_2\text{CO}_3, 2\text{H}_2\text{O}$)	43	43	43	43	43
Chlorure de sodium (NaCl)	76	76	75	75	75
Chlorure de potassium (KCl)	87	86	85	84	83
Nitrate de potassium (KNO_3)	96	95	95	94	92
Sulfate de potassium (K_2SO_4)	98	98	98	98	97

Tableau 2.19 – Humidité relative de l'air en fonction de la température pour quelques solutions salines (en %) [155].

Les échantillons placés dans le dessiccateur échangent de l'humidité avec leur environnement (volume du dessiccateur) jusqu'à atteindre l'équilibre hydrique (figure 2.29). On considère celui-ci atteint lorsque Δm , la variation relative de la masse de l'échantillon en 24 h, devient inférieure à 0,1 % (équation (2.59)). L'état sec $\{HR = 0\% \}$ s'obtient quant à lui en plaçant les échantillons dans un four à 60°C jusqu'à stabilisation de leur masse. On retrouve le choix de cette température notamment dans [160].

$$\Delta m(\%) = 100 \left| \frac{m_{j-1} - m_j}{m_{j-1}} \right| \quad (2.59)$$

où m_j et m_{j-1} désignent la masse de l'échantillon respectivement aux jours j et $j-1$. Une pesée quotidienne des échantillons permet de suivre l'évolution de Δm et de savoir quand la stabilité est atteinte.

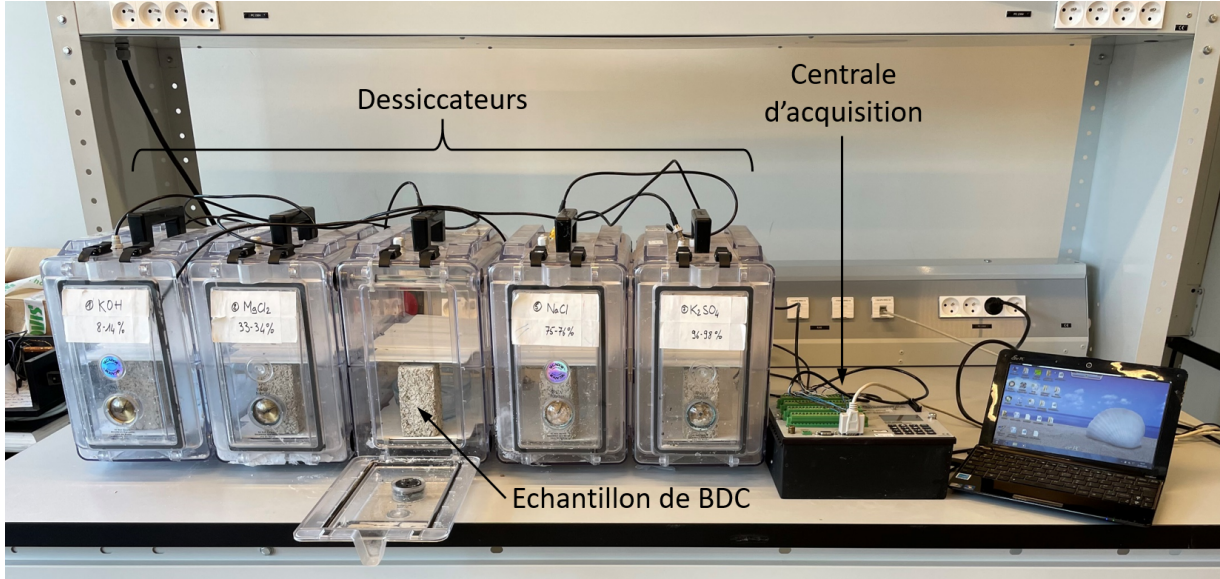


FIGURE 2.29 – Moyens de conditionnement hydrique $\{HR, \theta\}$ du BDC pour la mesure d'un cycle de sorption.

La mesure de HR se fait au moyen du capteur capacitif placé dans le dessiccateur. Celle de θ se fait par la méthode gravimétrique, i.e par la pesée de l'échantillon :

$$\theta(\%) \triangleq \frac{m_\theta}{m_s} = 100 \frac{m - m_s}{m_s} \quad (2.60)$$

où θ est la teneur en eau massique, m la masse totale, m_θ la masse d'eau dans l'échantillon et m_s celle de la fraction solide, alias masse sèche. Ainsi on détermine θ à partir des mesures de m et de m_s . La masse sèche, que l'on considère comme la masse de référence

de l'échantillon est obtenue en plaçant l'échantillon dans un four à 95°C pendant 48 h. En effet, bien que les normes de l'ASTM recommandent une température comprise entre 100°C et 110°C, on a choisi une température légèrement inférieure afin de ne casser la structure du matériau et provoquer sa destruction (phénomène de shrinkage) [161].

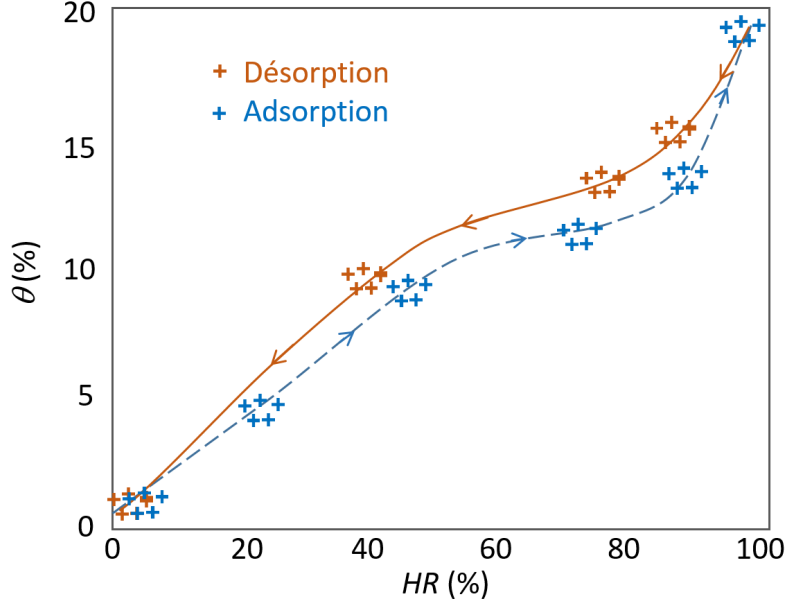


Figure 2.30 – Mesure d'un cycle de sorption $\{HR, \theta\}$ du BDC : les nuages de points représentent les mesures sur les différents échantillons.

2.5.2.1 Cycle de sorption du lot de BDC n°1

Lors du cycle de mesures n°1, réalisé sur le lot d'échantillons n°1, nous ne disposions pas des outils nécessaires à l'automatisation des mesures de T et HR , c'est à dire de capteurs de température et d'humidité pour chaque dessiccateur ni d'une centrale d'acquisition. Néanmoins, un hygromètre couplé à un thermocouple a permis de réaliser « manuellement » un suivi régulier de l'évolution de HR et T dans le dessiccateur.

La figure 2.31 représente les cycles de sorption des deux échantillons du lot n°1. On observe dans chacun des cas un comportement hystérétique, θ culminant à environ 18 % pour $HR = 98\%$. Les variations observées, aussi bien qualitativement que quantitativement, correspondent relativement bien à celles obtenues dans [152].

En ce qui concerne la variabilité des mesures, les écarts $\Delta\theta = \theta_2 - \theta_1$ entre les deux échantillons, pour HR fixée, n'excèdent pas 1 %. Toutefois, deux échantillons est un nombre

insuffisant pour apprécier la variabilité des caractéristiques, raison pour laquelle, entre autres, un second lot de 5 échantillons a été fabriqué.

Il faut noter que la réalisation de ce premier cycle de mesures a nécessité 8 mois, soit environ 1 mois par point du cycle (temps de conditionnement).

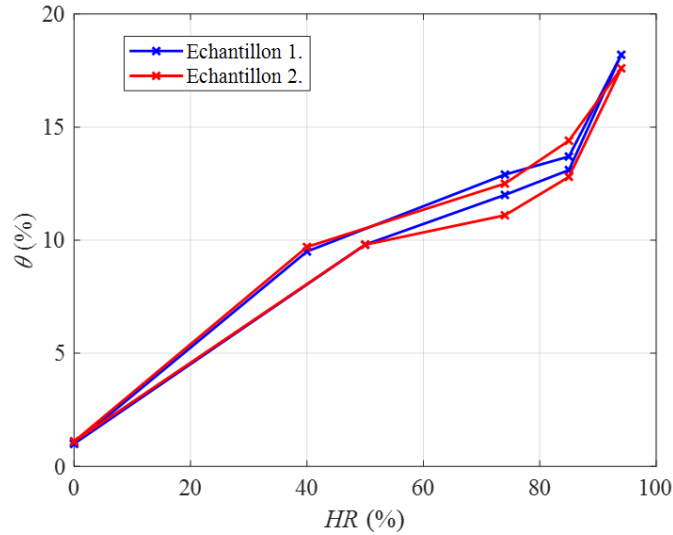


FIGURE 2.31 – Cycles d’hystérésis des échantillons de BDC du lot n°1.

2.5.2.2 Cycles de sorption du lot de BDC n°2

Tirant les enseignements de la caractérisation du lot n°1 (cycle de mesures n°1) nous avons fabriqué un second lot d’échantillons sur lequel nous avons effectué un cycles de mesure complet (cycle n°2), puis un cycle incomplet (« cycle » n°3), faute de temps. Pour le conditionnement du lot n°2, nous avons équipé les dessiccateurs de capteurs d’humidité et de température et procédé à une mesure automatisée de HR et T , grâce à une centrale d’acquisition. θ étant mesurée parallèlement par gravimétrie.

La température ambiante de la pièce où se trouvaient les dessiccateurs était simplement contrôlée par le système d’air conditionné, avec les aléas que cela comporte. Dans ces conditions, les cycles de sorption mesurés ne peuvent être considérés comme isothermes la température pouvant varier d’un point du cycle à un autre.

La figure 2.32 présente les cycles de sorption des 5 échantillons du lot n°2 obtenus au cours du cycle de mesures n°2. La figure 2.33 illustre les mêmes résultats, en présentant la valeur moyenne et les écarts-types des 5 échantillons et en y superposant les deux points du « cycle » de mesure n°3. Comme pour le cycle n°1, on retrouve le comportement hystérétique attendu attendu, θ culminant cette fois à 20 % pour $HR = 94$ %. Quant aux

deux points de mesure cycle n°3, ils sont proches de ceux du cycle n°2. En ce qui concerne la variabilité des mesures, les écarts $\Delta\theta$ entre les différents échantillons, pour HR fixée, sont compris entre $\theta_{min} = 1,3\%$ et $\theta_{max} = 2,6\%$.

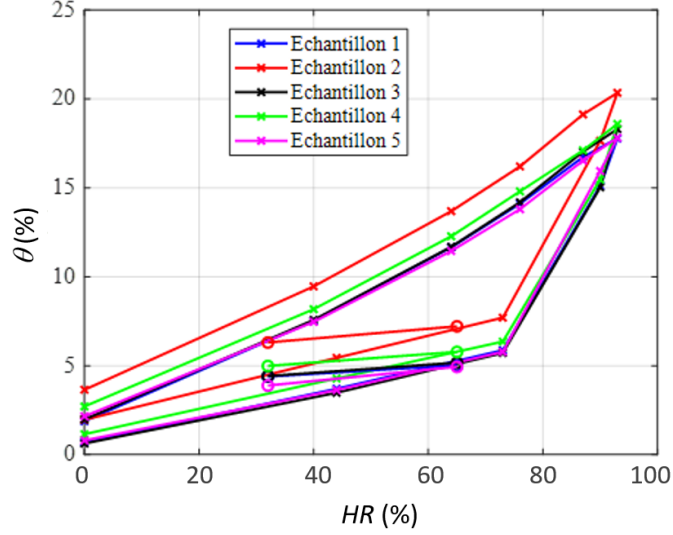


Figure 2.32 – Cycles de sorption des échantillons du lot n°2 correspondant au cycle de mesures n°2 et n°3 : caractéristiques individuelles des 5 échantillons.

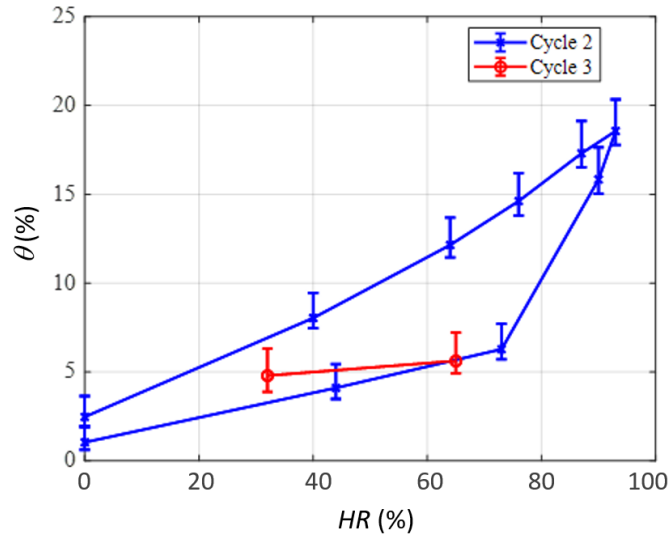


Figure 2.33 – Cycles de sorption des échantillons du lot n°2 correspondant au cycle de mesures n°2 et n°3 : caractéristique moyennée sur les 5 échantillons.

Enfin, soulignons à nouveau qu'un cycle de mesure est un travail de longue haleine. Le cycle n°2 a duré 18 mois, en comptant les 6 mois d'interruption du confinement de 2020,

pour cause de pandémie de Covid 19 (le site où nous effectuions les mesures étant fermé). Abstraction faite du confinement, le cycle de mesures n°2 a pris 12 mois pour 9 points de mesure $\{HR, \theta\}$.

2.5.3 Paramètres S des échantillons de BDC

Rappelons le protocole expérimental utilisé pour la caractérisation diélectrique d'échantillons de BDC :

1. Paramétrage du VNA (fréquences, nombre de points...).
2. Branchement des transitions et des guides d'onde au VNA.
3. Calibrage du banc (méthode TRL).
4. Caractérisation de matériaux de référence (PTFE, air...).
5. Mise en place des échantillons, puis mesure des paramètres S.
6. Inversion des paramètres S.

Les paramètres S_{ii} et S_{ij} de chacun des échantillons d'un lot de BDC ont ainsi été mesurés au moyen du banc illustré figure 2.13, puis inversés afin d'obtenir leur spectre diélectrique sur la bande $[1,72 \text{ GHz} - 2,61 \text{ GHz}]$.

2.5.3.1 Mesures de référence

Les mesures de référence concernent les paramètres S de MUT dont on connaît a priori la permittivité diélectrique sur la gamme de fréquence choisie. Elles sont utiles afin de valider la démarche de caractérisation. Nous avons choisi trois matériaux de référence : l'air ($\epsilon'_r = 1$), le polytétrafluoroéthylène (PTFE), plus connu sous l'appellation commerciale de Téflon ($\epsilon'_r \in [1,9 - 2,1]$, $\tan\delta \in [10^{-4} - 10^{-3}]$) et le PMMA ($\epsilon'_r \in [2,2 - 2,5]$, $\tan\delta \in [0,005 - 0,03]$) [162, 163, 164].

La figure 2.34 représente les paramètres S mesurés pour ces matériaux. En ce qui concerne l'air, $|S_{ii}| < -60 \text{ dB}$. Ceci témoigne d'une adaptation d'impédance entre le porte échantillon et les transitions et extensions de la cellule de mesure, elles mêmes remplies d'air (figure 2.9). Conformément aux faibles pertes diélectriques de l'air, l'atténuation sur les $|S_{ij}|$ est très faible : $< 0,2 \text{ dB}$ sur la majeure partie de la bande. En ce qui concerne le PTFE et le PMMA, l'adaptation est moins bonne et les atténuation supérieures, tout en ne dépassant pas $1,5 \text{ dB}$ sur l'essentiel de la plage de mesure. **Ces résultats sont conformes aux caractéristiques de ces matériaux.** La validation de la méthode d'inversion sera quant à elle traitée en § 2.5.4.1.

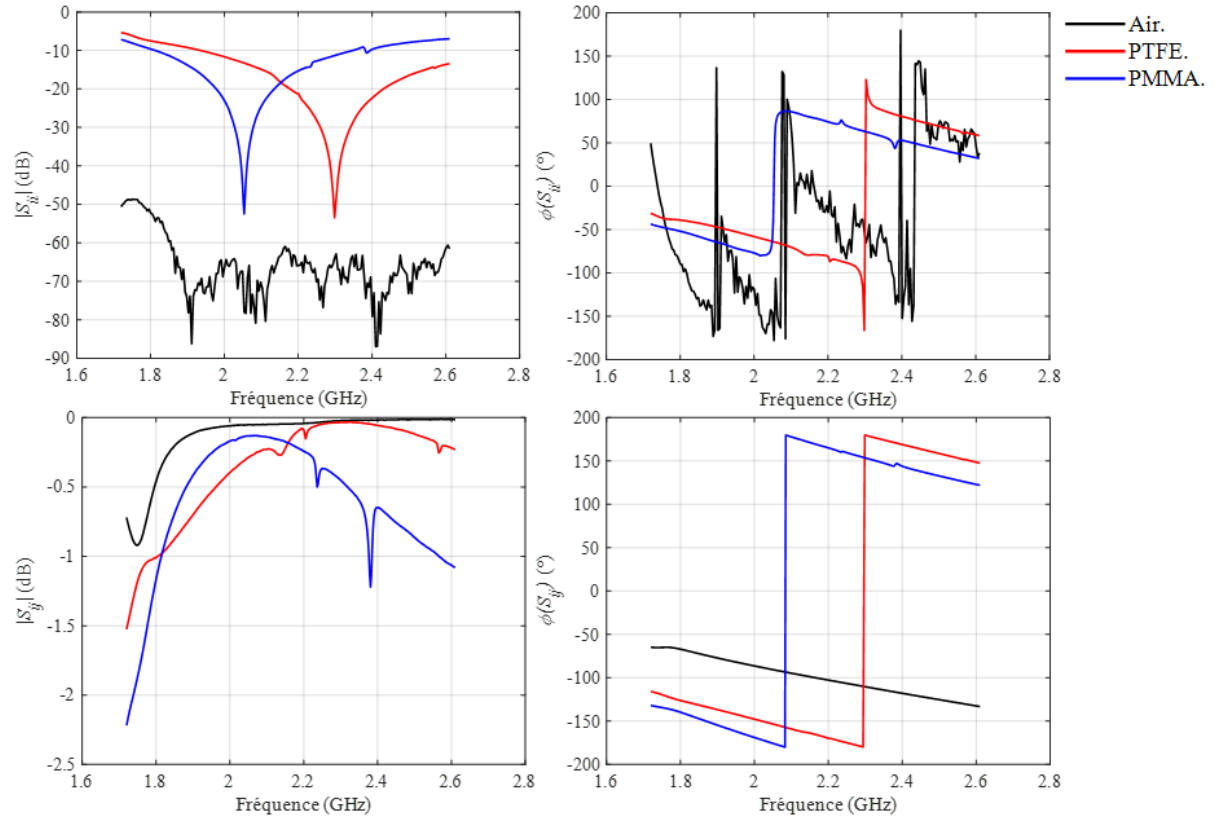


FIGURE 2.34 – Mesures des paramètres S des matériaux de référence (air, PTFE, PMMA) sur la bande [1,72 GHz – 2,61 GHz].

2.5.3.2 Paramètres S du lot de BDC n°1 : cycle de mesures n°1

Les figures 2.35 représentent les paramètres S du premier cycle de mesures, lequel portait sur le lot échantillons n°1. Il s'agit des S_{ii} et S_{ij} moyennés sur les deux échantillons de BDC aux différentes humidités relatives auxquelles ils ont été exposés au cours du cycle.

En ce qui concerne $|S_{ii}|$, on observe qu'il n'excède jamais -5dB et tend à diminuer avec la teneur en eau. Ceci s'explique par la désadaptation d'impédance entre le porte échantillon rempli de BDC et les portions de guide d'onde à air situées de part et d'autre, et par le fait que plus la quantité d'eau dans les pores du BDC augmente au détriment de l'air, plus la désadaptation est grande par rapport aux guides à air.

Quant au coefficient $|S_{ij}|$, qui reflète la transmission des ondes au travers de l'échantillon, il dépend non seulement de la partie réelle de sa permittivité et de son facteur de pertes $\tan \delta$. Les pertes étant plus grandes dans l'eau que dans l'air, on observe logiquement que $|S_{ij}|$ diminue (augmentation des pertes) à mesure que la teneur en eau du BDC augmente,

passant d'une atténuation moyenne (sur la bande) d'environ 1 dB dans le matériau sec à 8 dB lorsque $\theta = 17,6\%$.

Quant à la phase des paramètres S, et notamment $\phi(S_{ij})$, elle dépend de ε'_r et de la longueur L de l'échantillon. L détermine notamment la rotation de phase tandis que ε'_r influe sur la pente de variation de phase.

Notons que les écarts entre les paramètres S des deux échantillons est faible (cf. annexe figures A.10 et A.11).

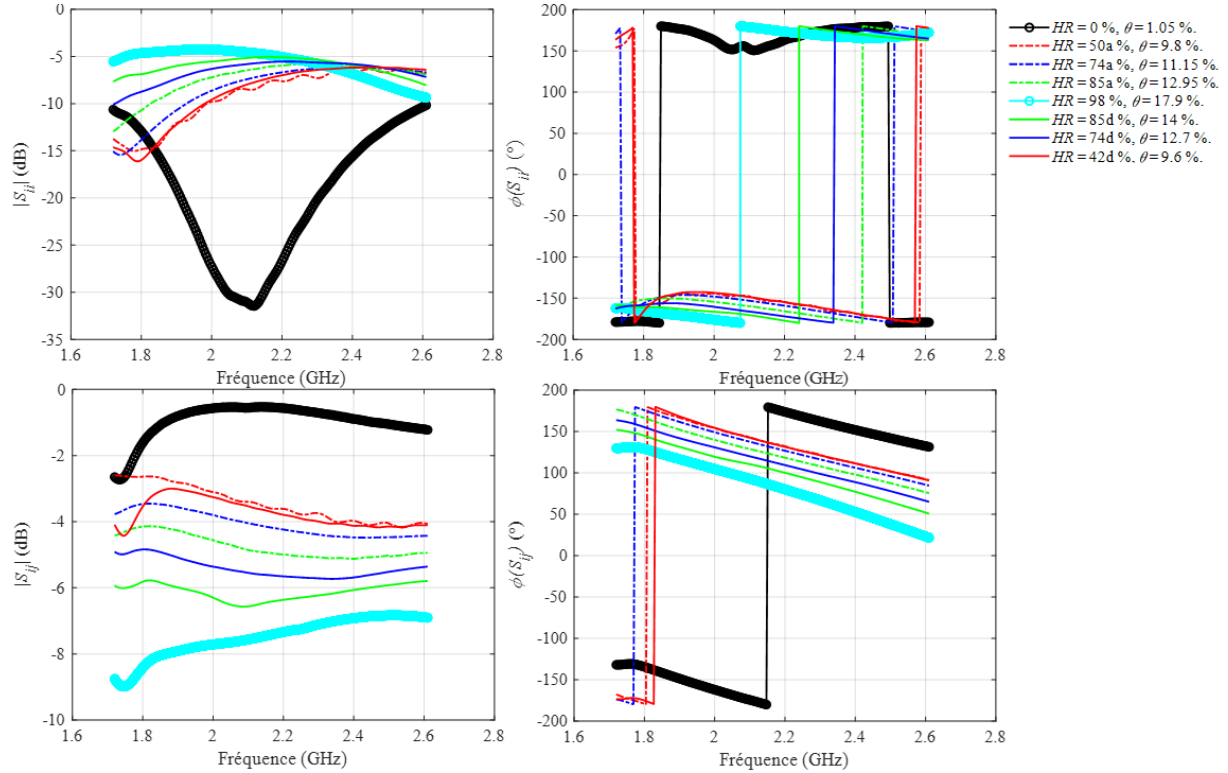


FIGURE 2.35 – Moyenne des paramètres S des 2 échantillons du lot n°1, aux points (HR, θ) du cycle de mesures n°1, sur la bande [1,72 GHz – 2,61 GHz]. Traits hachurés : adsorption ; traits continus : désorption. La lettre « a » désigne l'adsorption et « d » la désorption.

2.5.3.3 Paramètres S du lot de BDC n°2

a) Cycle de mesures n°2

Pour le second cycle de mesures, qui portait sur le lot de BDC n°2, l'humidité relative des échantillons s'échelonnait entre 0% et 94%, contre 98% pour le premier cycle. Qualitativement les tendances d'évolution des paramètres S du cycle n°2 en fonction de

$\{HR, \theta\}$ sont similaires à celles du cycle n°1, en particulier pour S_{ij} (figure 2.36). Par contre, quantitativement, on observe des différences, aussi bien concernant $|S_{ii}|$ que $|S_{ij}|$, ce qui tend à indiquer des différences de permittivités entre les échantillons du lot n°1 et ceux du lot n°2. Cette hypothèse sera confirmée en § 2.5.4.

En ce qui concerne la dispersion entre les paramètres S des 5 échantillons du lot n°2, celle-ci peut être considérée comme relativement faible. Pour en juger, nous invitons le lecteur à consulter l'annexe A.7. Pour une appréciation quantitative de la dispersion entre les échantillons nous renvoyons le lecteur aux sections § 2.5.4.2 et 2.5.4.3 où elle sera illustrée au travers des écart-types des ε_r^* obtenues après inversion des paramètres S.

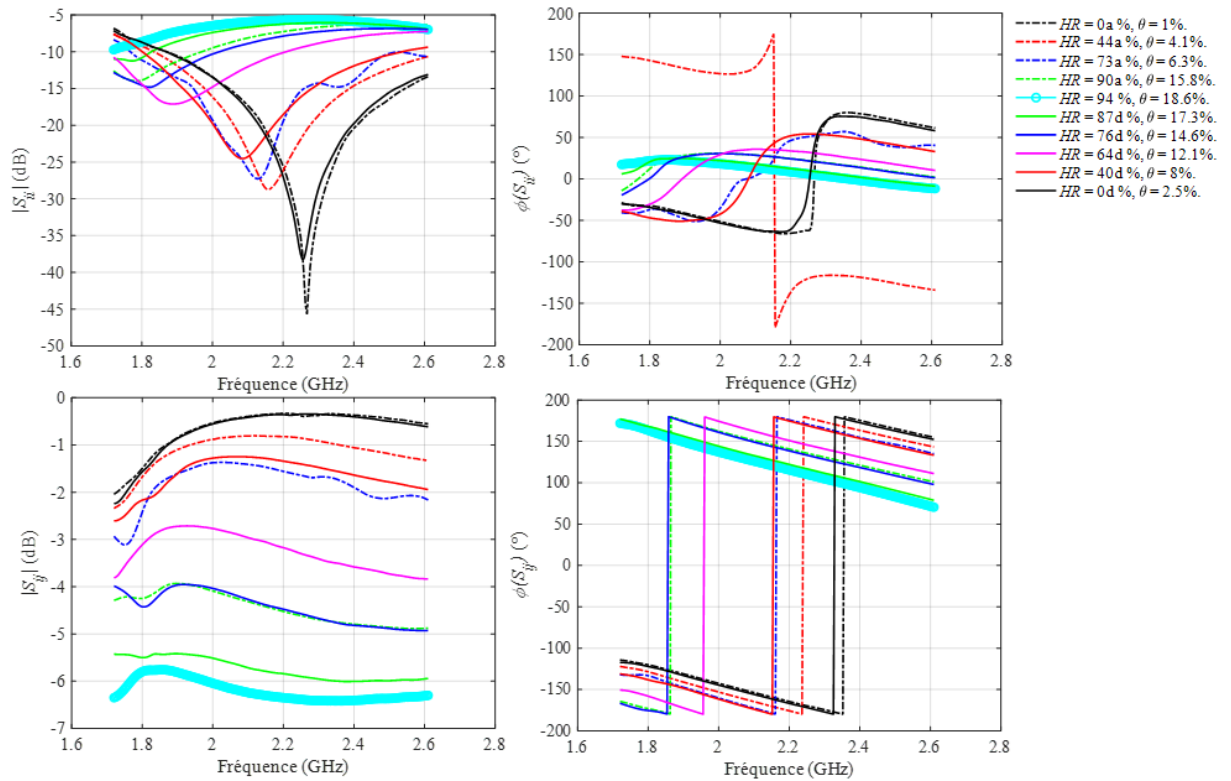


FIGURE 2.36 – Paramètres S du lot de BDC n°2 (moyennés sur les 5 échantillons) aux points $\{HR, \theta\}$ du cycle de mesures n°2, sur la bande $[1,72 \text{ GHz} - 2,61 \text{ GHz}]$. Traits hachurés : adsorption ; traits continus : désorption. La lettre « a » désigne l'adsorption et « d » la désorption.

b) Cycle de mesures n°3

Pour le troisième cycle de mesures, qui portait aussi sur le lot échantillons n°2, seuls deux points de mesure $\{HR, \theta\}$ ont pu être réalisés pour cause de fermeture des installa-

tions pendant 6 mois (mesures de confinement liées à la pandémie de Covid 19). Les points $\{HR, \theta\}$ en question, mesurés en phase de sorption, valant $\{32\%, 4, 8\% \}$ et $\{65\%, 5, 6\% \}$.

Les paramètres S mesurés sur ce cycle sont fournis en annexe A.8. **Ces mesures sont en accord avec celles du cycle n°2.**

2.5.3.4 Synthèse sur les paramètres S du BDC

Nous avons parcouru le cycle de sorption d'échantillons de BDC et mesuré leurs paramètres S sur la bande $[1,72 \text{ GHz} - 2,61 \text{ GHz}]$ en vue de déterminer leurs spectres diélectriques par inversion (méthode NRW : § 2.4.2) d'un modèle direct analytique reliant $\varepsilon_r^*(f)$ à $S_{ii}(f)$ et $S_{ij}(f)$. Etape que nous présentons en § 2.5.4.

Concernant les caractéristiques générales des paramètres S mesurés, soulignons trois principaux résultats :

- **Plus l'humidité des échantillons augmente**, plus on constate (via S_{ii}) une désadaptation entre le MUT et le guide à air placé en amont ; et **plus**, d'autre part, on constate (via S_{ij}) que **l'atténuation** dans l'échantillon **augmente**. Des résultats cohérents avec les caractéristiques diélectrique de l'eau.
- **L'évolution des S_{ii} et S_{ij} au cours du cycle de sorption**, i.e. le décalage progressif des courbes, **est cohérente avec celle des caractéristiques hydriques $\{HR, \theta\}$** .
- **La dispersion des paramètres S des échantillons d'un même lot est relativement faible** (annexes A.6, A.7, A.8). Ce point sera évalué quantitativement à partir de leur spectre diélectrique.

Rappelons pour finir que nous avons aussi utilisé notre banc expérimental pour mesurer les paramètres S de diélectriques de référence (de permittivité connue), ceci dans le but de valider par la suite la méthode d'inversion.

2.5.4 Spectre diélectrique du BDC

Dans cette section nous présentons et analysons les spectres diélectriques obtenus par inversion des paramètres S mesurés en cellule rectangulaire sur des échantillons de BDC, en parcourant leur cycle de sorption. Au préalable, à des fins de validation, nous appliquons la méthode d'inversion, à des matériaux de référence.

2.5.4.1 Diélectriques de référence

La figure 2.37 fournit les spectres diélectriques obtenus par inversion des paramètres S mesurés sur la bande $[1,72 \text{ GHz} - 2,61 \text{ GHz}]$ sur les matériaux choisis comme références, à savoir l'air, le PTFE et le PMMA (§ 2.5.3.1).

En ce qui concerne ε'_r , les spectres issus de l'inversion des mesures sont conformes aux caractéristiques typiques : en effet, pour l'air la moyenne sur la bande vaut $\langle \varepsilon'_r \rangle = 1$, avec un écart maximum de $|\Delta \varepsilon'_r| = 4\%$; pour le PTFE $\langle \varepsilon'_r \rangle = 2,47$, avec $|\Delta \varepsilon'_r| = 5\%$ et pour le PMMA $\langle \varepsilon'_r \rangle = 2,08$, avec $|\Delta \varepsilon'_r| = 1\%$.

En ce qui concerne la partie imaginaire de ε_r^* , au delà de 2 GHz les valeurs obtenues sont conformes aux caractéristiques typiques, puisque $\tan \delta < 0,01$, excepté à certaines fréquences présentant des pics. En deçà de 2 GHz la valeur des pertes diverge.

Ces résultats d'inversion conformes aux spectres diélectriques typiques de l'air, du PTFE et du PMMA constituent une validation de l'algorithme d'inversion.

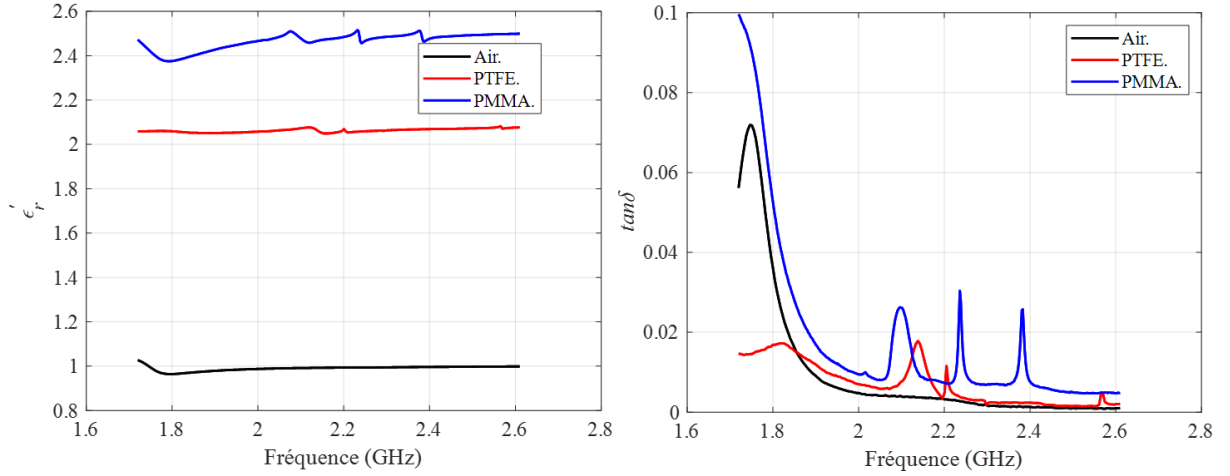


FIGURE 2.37 – Spectre diélectrique sur la bande $[1,72 \text{ GHz} - 2,61 \text{ GHz}]$ de diélectriques de référence (air, PTFE et PMMA).

2.5.4.2 Spectres diélectriques du lot de BDC n°1 : cycle de mesures n°1

La figure 2.38 représente les spectres diélectriques issus de l'inversion des paramètres S du premier cycle de mesures, lequel portait sur le lot d'échantillons de BDC n°1. Il s'agit des moyennes des spectres des 2 échantillons aux différents points $\{HR, \theta\}$ du cycle de sorption.

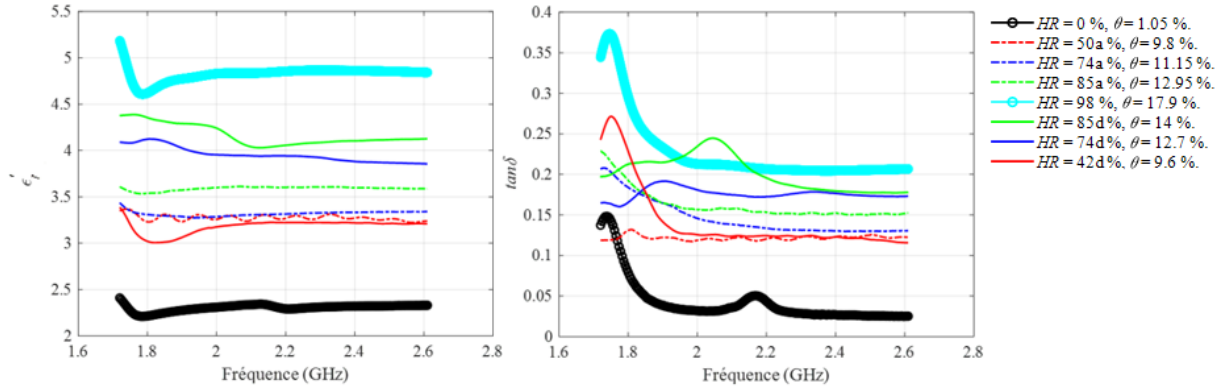


FIGURE 2.38 – Spectre diélectrique du lot de BDC n°1 (moyenné sur les 2 échantillons), aux points $\{HR, \theta\}$ du cycle de mesures n°1, sur la bande $[1,72 \text{ GHz} - 2,61 \text{ GHz}]$. Traits hachurés : adsorption ; traits continus : désorption. La lettre « a » représente l’adsorption et « d » la désorption.

On constate que **la permittivité diélectrique du BDC augmente avec l’humidité des échantillons**. Un résultat cohérent avec le fait que les paramètres ε'_r et $\tan \delta$ de l’eau sont très supérieurs à ceux des autres constituants du BDC. Par ailleurs, on observe que le spectre diélectrique, à $\{HR, \theta\}$ donnés, est relativement constant au delà de 2 GHz.

Quantitativement, on note que la moyenne de ε'_r sur la bande passe de $\langle \varepsilon'_r \rangle \simeq 2,4$ pour $HR = 0 \%$, à $\langle \varepsilon'_r \rangle \simeq 5$ pour $HR = 98 \%$.

Quant à $\tan \delta$, sa moyenne sur la bande au delà de 2 GHz s’échelonne de $\langle \tan \delta \rangle \simeq 0,025$ pour $HR = 0 \%$, à $\langle \tan \delta \rangle \simeq 0,2$ pour $HR = 98 \%$.

Considérons maintenant les variations de permittivité du BDC en fonction $\{HR, \theta\}$ obtenues à une fréquence donnée : 2,45 GHz, choisie car située au centre de la bande ISM pour laquelle nous nous proposons de concevoir des capteurs hydriques.

On observe (figures 2.39 et 2.40) que ces variations suivent un cycle d’hystérésis conforme au cycle de sorption mesuré par la méthode gravimétrique (figure 2.31).

Les figures 2.39 et 2.40 indiquent par ailleurs, sous forme d’écart-types les incertitudes sur la permittivité estimée dues aux incertitudes de mesure (caractérisées en § 2.4.2.6). Ces dernières sont liées au VNA et à l’opérateur. Le calcul est fait en additionnant les différentes incertitudes en cause dont on prend les pires cas. Les incertitudes sur l’estimation de ε'_r sont faibles, caractérisées par un écart-type maximum sur le cycle de 2 %. Celles sur l’estimation de $\tan \delta$ sont plus conséquentes, avec un écart-type pouvant atteindre 40 %.

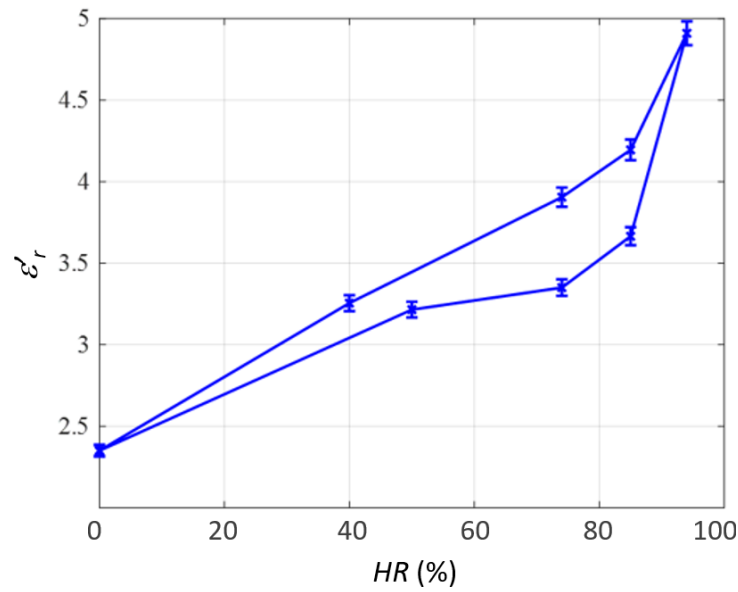


Figure 2.39 – Partie réelle de la permittivité diélectrique à 2,45 GHz du lot de BDC n°1 (moyennée sur les 2 échantillons) aux points $\{HR, \theta\}$ du cycles de mesures n°1. Les barres d'erreur représentent les écarts-types maximums causés par les incertitudes de mesure.

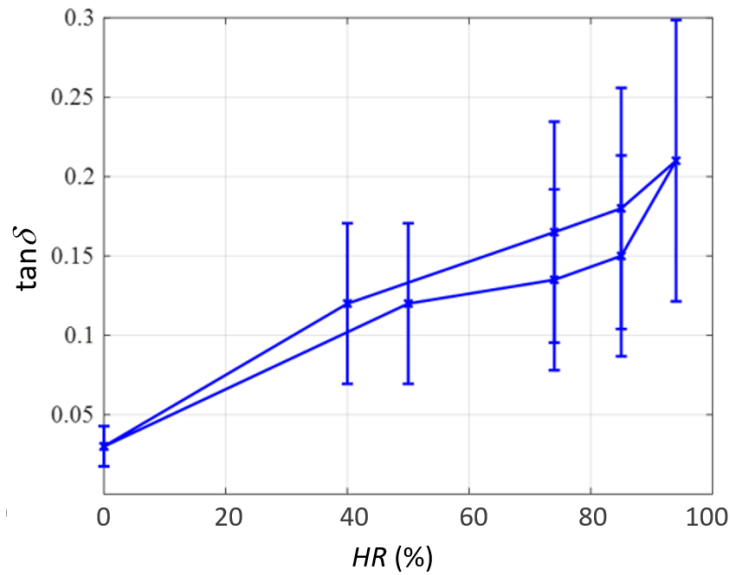


Figure 2.40 – Partie imaginaire de la permittivité diélectrique à 2,45 GHz du lot de BDC n°1 (moyennée sur les 2 échantillons) aux points $\{HR, \theta\}$ du cycles de mesures n°1. Les barres d'erreur représentent les écarts-types maximums causés par les incertitudes de mesure.

Pour ce qui est de la caractéristique liant la permittivité diélectrique à la teneur en eau, on

remarque sur les valeurs moyennes, une relation entre les grandeurs diélectriques et gravimétrique, ce qui sera intéressant à exploiter lors de la phase de conception des capteurs.

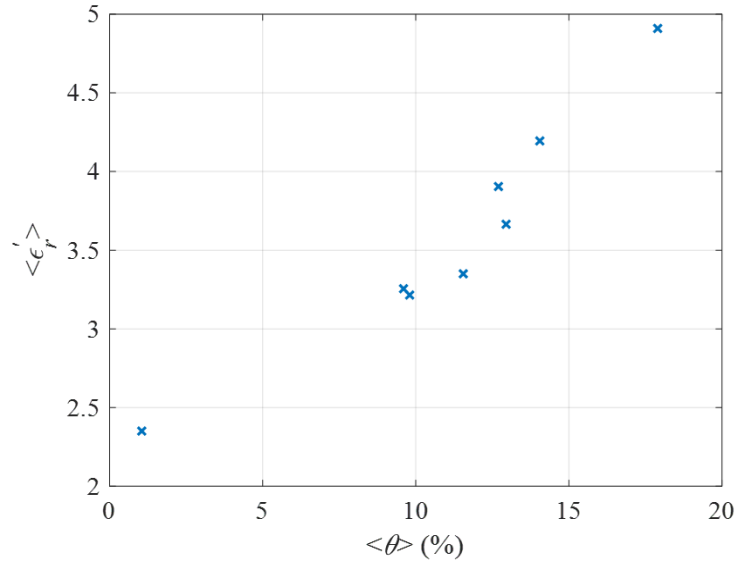


Figure 2.41 – Moyenne de la partie réelle de la permittivité diélectrique à 2,45 GHz, du lot de BDC n°1 (moyennée sur les 2 échantillons) en fonction de θ des cycles de mesures n°1

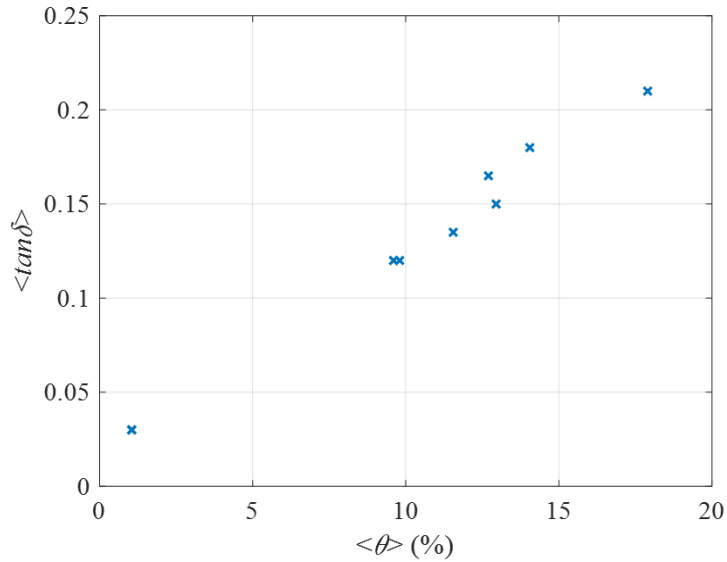


Figure 2.42 – Facteur de pertes moyen à 2,45 GHz, du lot de BDC n°1 (moyennée sur les 2 échantillons) en fonction de θ du cycle de mesures n°1

Les caractéristiques diélectriques individuelles des 2 échantillons du lot n°1 sont fournies en annexe (§ A.9). Elles permettent de constater que la dispersion entre les échantillons est faible.

2.5.4.3 Spectres diélectriques du lot de BDC n°2

a) Cycle de mesures n°2

La figure 2.43 représente les spectres diélectriques du lot d'échantillons de BDC n°2 issus de l'inversion des paramètres S des cycles de mesures n°2. Il s'agit des moyennes des spectres des 5 échantillons aux différents points $\{HR, \theta\}$ du cycle.

Qualitativement, les caractéristiques diélectriques du lot n°2 sont similaires à celles du lot n°1 : la permittivité augmente avec l'humidité des échantillons ; à $\{HR, \theta\}$ donnés le spectre est relativement constant au delà de 2 GHz.

Quantitativement, les caractéristiques diélectriques du lot n°2 diffèrent sensiblement de celles du lot n°1, du moins s'agissant de ϵ'_r . Ainsi, pour le lot n°2 la moyenne de ϵ'_r sur la bande passe de $\langle \epsilon'_r \rangle \simeq 1,9$ pour $HR = 0\%$ à $\langle \epsilon'_r \rangle \simeq 3,8$ pour $HR = 94\%$, contre $\langle \epsilon'_r \rangle \simeq 2,4$ pour $HR = 0\%$ et $\langle \epsilon'_r \rangle \simeq 5$ pour $HR = 98\%$ pour le lot n°1.

Par contre, s'agissant de $\tan \delta$, les caractéristiques du lot n°2 sont quantitativement assez proches de celle du lot n°1 : la moyenne sur la bande au delà de 2 GHz s'échelonnant de $\langle \tan \delta \rangle \simeq 0,025$ pour $HR = 0\%$, à $\langle \tan \delta \rangle \simeq 2,05$ pour $HR = 94\%$.

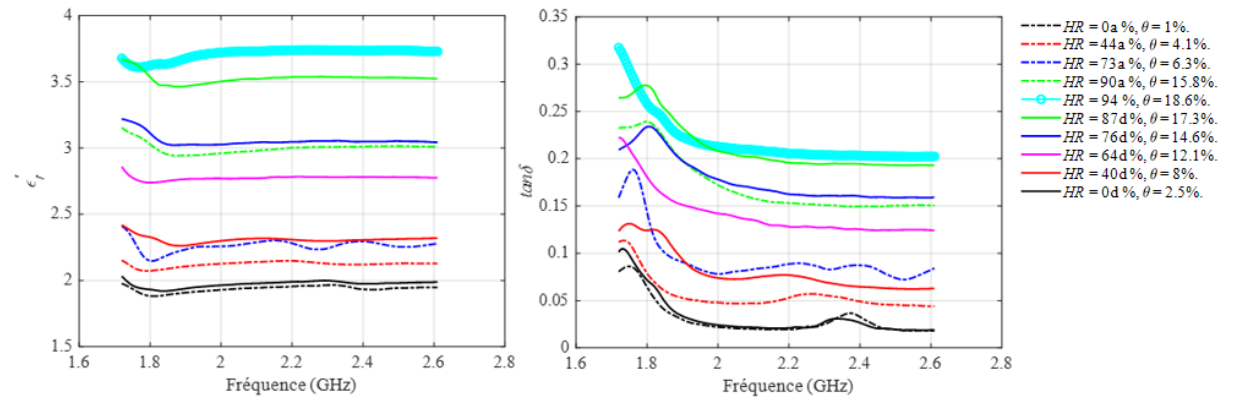


FIGURE 2.43 – Spectre diélectrique du lot de BDC n°2 (moyenné sur les 5 échantillons) aux points $\{HR, \theta\}$ du cycle de mesures n°2 sur la bande $[1,72 \text{ GHz} - 2,61 \text{ GHz}]$. Traits hachurés : adsorption ; traits continus : désorption. La lettre « a » désigne l'adsorption et « d » la désorption.

Deux causes peuvent expliquer les différences quantitatives entre ε'_r des lots n°1 et 2 :

- La chaux utilisée pour le lot n°2 provient du même fabricant que celle du lot n°1 et correspond en principe aux mêmes spécifications mais il ne s'agit pas du même lot de chaux...
- La fabrication : les échantillons du lot n°1 ont été découpés dans des blocs de BDC plus grands tandis que ceux du lot n°2 ont été coulés directement dans un moule aux dimensions du porte échantillon.

Les variations de permittivité du BDC en fonction de $\{HR, \theta\}$ obtenues à la fréquence 2,45 GHz suivent un cycle d'hystérésis conforme au cycle de sorption mesuré par la méthode gravimétrique (figures 2.44, 2.45 et 2.33).

Les caractéristiques diélectriques individuelles des 5 échantillons du lot n°2 sont fournies en annexe (§ A.10). Elles permettent de constater que la dispersion entre les échantillons est faible.

b) Cycle de mesures n°3

Les spectres diélectriques du lot de BDC n°2 issus de l'inversion des paramètres S du cycle n°3 sont fournis en annexe (§ A.11, figure A.30). Ce cycle est incomplet, étant limité à deux points $\{HR, \theta\}$ en phase d'adsorption.

Les résultats obtenus concordent avec le cycle de mesures n°2 réalisé sur le même lot, comme en témoigne la superposition des données des deux cycles à 2,45 GHz (figures 2.44 et 2.45). Ils appellent les mêmes commentaires qu'en § 2.5.4.3.

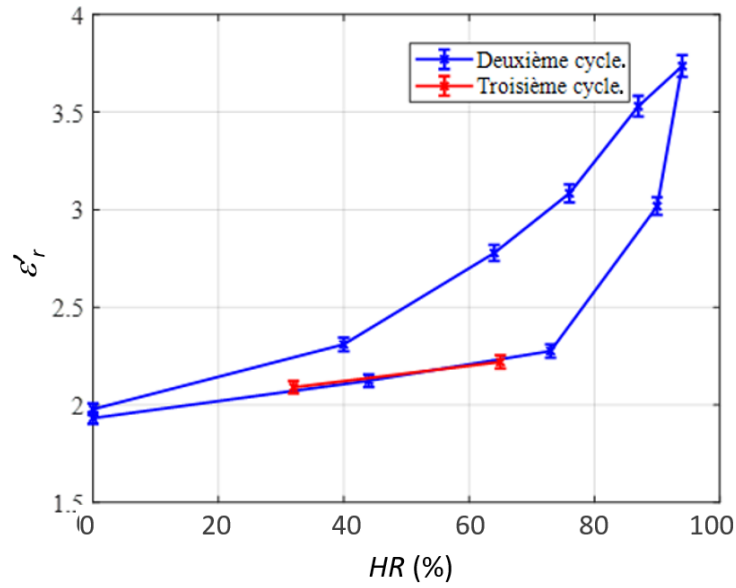


Figure 2.44 – Partie réelle de la permittivité diélectrique à 2,45 GHz, du lot de BDC n°2 (moyennée sur les 5 échantillons) aux points $\{HR, \theta\}$ des cycles de mesures n°2 et n°3 Les barres d'erreur représentent les écarts-types maximums causés par les incertitudes de mesure.

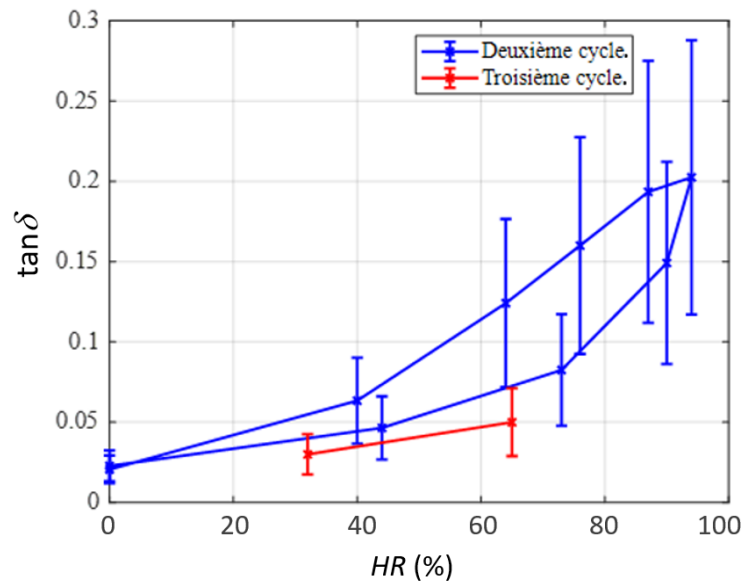


Figure 2.45 – Facteur de pertes à 2,45 GHz, du lot de BDC n°2 (moyennée sur les 5 échantillons) aux points $\{HR, \theta\}$ des cycles de mesures n°2 et n°3 Les barres d'erreur représentent les écarts-types maximums causés par les incertitudes de mesure.

Les figures 2.46 et 2.47 représente les variations de permittivités à 2,45 GHz en fonction de la teneur en eau moyenne obtenue sur les 5 échantillons sur les cycles 2 et 3. On observe, tout comme pour le lot 1, une variation linéaire entre la partie réelle de la permittivité et la teneur en eau, ce qui sera exploité pour la conception de capteurs hydriques.

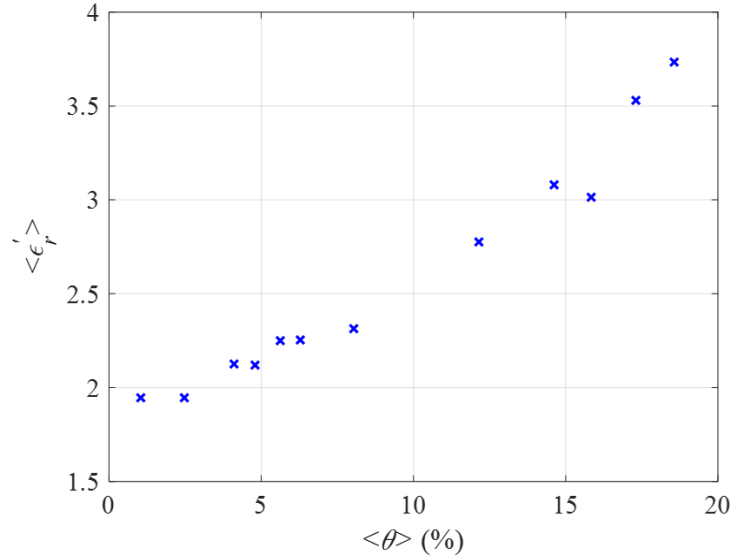


Figure 2.46 – Moyenne de la partie réelle de la permittivité diélectrique à 2,45 GHz, du lot de BDC n°2 (moyennée sur les 5 échantillons) en fonction de θ des cycles de mesures n°2 et n°3

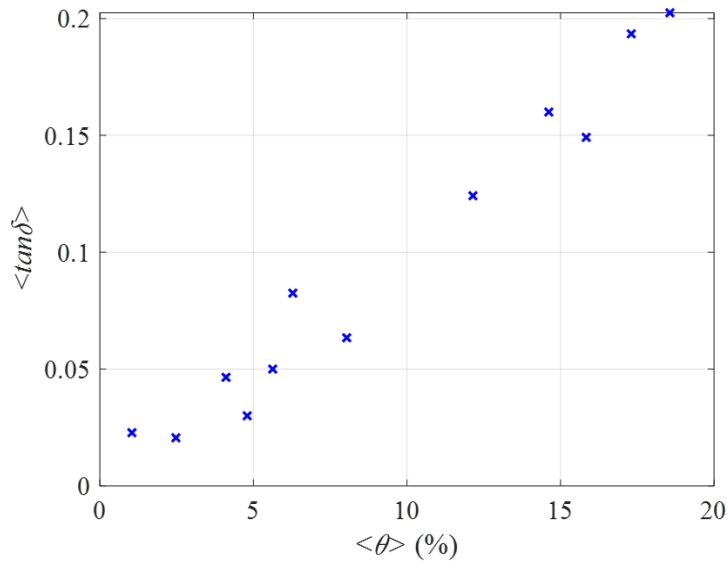


Figure 2.47 – Facteur de pertes moyen à 2,45 GHz, du lot de BDC n°2 (moyennée sur les 5 échantillons) en fonction de θ des cycles de mesures n°2 et n°3

Pour les caractéristiques individuelles des 5 échantillons voir en annexe (§ A.11).

2.6 Conclusion

Nous avons réalisé la caractérisation diélectrique d'échantillons de BDC sur un cycle de sorption sur la bande $[1,72 \text{ GHz} - 2,61 \text{ GHz}]$ à partir de mesures en transmission et réflexion faites avec une cellule en guides d'ondes rectangulaires. Cette approche expérimentale a été choisie de préférence à d'autres notamment pour des questions de compatibilité avec les contraintes de fabrication et de conditionnement hydrique des échantillons. Il est en effet nécessaire que la taille de ces derniers soit suffisante pour prendre en compte les hétérogénéités du BDC, tout en n'étant pas trop grande afin de limiter le temps nécessaire à leur conditionnement hydrique.

Pour caractériser le spectre diélectrique du BDC sur un cycle de sorption nous avons établi une procédure dont nous rappelons les étapes :

- Fabrication des échantillons de BDC : la formulation que nous avons utilisée correspond à une utilisation murale. Les échantillons aux dimensions de la cellule de mesure RF ont été fabriqués par découpe (lot n°1) ou à l'aide de moules réalisés par impression 3D (lot n°2).
- Conditionnement hydrique : effectué en plaçant les échantillons dans des enceintes contenant des solutions salines appropriées. Leurs caractéristiques étant suivies grâce à des capteur d'humidité et de température et par gravimétrie.
- Mesure de paramètres S : effectuée sur la bande $[1,72 \text{ GHz} - 2,61 \text{ GHz}]$, un choix motivé par la perspective de concevoir des capteurs hydriques dans la bande ISM à 2,4 GHz.
- Inversion des mesures : cette étape a consisté à déterminer le spectre diélectrique des échantillons de BDC par inversion (au moyen de la méthode NRW) d'un modèle direct analytique reliant $\varepsilon_r^*(f)$ aux paramètres S.

Deux lots d'échantillons de BDC comportant respectivement 2 et 5 échantillons ont été caractérisés en mettant en œuvre l'approche ci-dessus. Un cycle de mesures complet a été mené à bien sur chacun des lots et un second « cycle » a été entamé sur le lot n°2, limité à deux états hydriques $\{HR, \theta\}$, faute de temps.

De ces mesures nous retiendrons les résultats les suivants :

- Qualitativement les caractéristiques diélectriques des lots n°1 et n°2 sont similaires : on

observe d'une part que la permittivité (aussi bien ε'_r que $\tan\delta$) augmente avec l'humidité des échantillons et d'autre part qu'à $\{HR, \theta\}$ donnés le spectre est relativement constant au delà de 2 GHz. Par ailleurs, les variations de permittivité du BDC en fonction de $\{HR, \theta\}$ observées à une fréquence donnée suivent un cycle d'hystérésis conforme au cycle de sorption.

- Quantitativement, en ce qui concerne ε'_r les caractéristiques du lot n°2 diffèrent quelque peu de celles du lot n°1. Ainsi, pour le lot n°1 la moyenne de ε'_r sur le spectre passe de $\langle \varepsilon'_r \rangle \simeq 2,4$ pour $HR = 0\%$ à $\langle \varepsilon'_r \rangle \simeq 5$ pour $HR = 98\%$; contre $\langle \varepsilon'_r \rangle \simeq 1,9$ pour $HR = 0\%$ et $\langle \varepsilon'_r \rangle \simeq 3,8$ pour $HR = 94\%$ pour le lot n°2. Quant aux pertes, les caractéristiques ($\tan\delta$) des deux lots sont relativement proches. Les différences sur ε'_r peuvent s'expliquer par des différences au niveau de la chaux utilisée et du procédé de fabrication des échantillons (découpe ou moulage).
- Nous avons porté une attention particulière à l'estimation des incertitudes de mesure (liées à l'appareil de mesure et à l'opérateur) et à leur impact sur le spectre diélectrique estimé. In fine, les incertitudes sur l'estimation de ε'_r sont faibles, caractérisées par un écart-type maximum sur le cycle $< 3\%$ (exemple du cycle n°2). Celles sur l'estimation de $\tan\delta$ sont plus conséquentes, avec un écart-type atteignant 40% dans certains cas
- Les mesures sur le lot n°2 ont permis une évaluation de la dispersion entre les échantillons. Si l'on considère ε'_r à 2,45 GHz, l'écart type de permittivité, à $\{HR, \theta\}$ donnés, est compris dans la gamme $[2,4\% - 6,1\%]$.

Soulignons un résultat important pour la suite de cette étude : **les variations de ε'_r sur un cycle de sorption s'échelonnent entre $[2,4 - 5]$ pour le lot n°1 et $[1,9 - 3,8]$ pour le lot n°2, elles sont significatives et permettent d'envisager la conception de capteurs hydriques basés sur de s mesures RF dans la bande ISM à 2,45 GHz.** Ce qui fera l'objet du chapitre suivant.

Pour finir, quelques enseignements et perspectives :

Un point essentiel à souligner à propos de l'étude présentée dans ce chapitre est la durée d'un cycle de mesures (couvrant l'hystérésis de sorption) : de 8 à 12 mois dans notre cas, étant donné qu'il a fallu plusieurs semaines pour conditionner un échantillon à un état $\{HR, \theta\}$ donné. Notons que cette durée dépend du volume des échantillons. En fonction des fréquence visées elle peut donc être plus ou moins longue, la taille d'une cellule de mesure étant inversement proportionnelle à la fréquence minimum. Dans l'optique de futures études, la durée des mesures est donc un paramètre à prendre en compte. A ce propos,

mentionnons quelques perspectives :

- Formulation des échantillons : d'autres formulations de BDC pourraient être envisagées ainsi que d'autres matériaux comme le béton de polystyrène.
- Conditionnement : Placer si possible les dessiccateurs dans une pièce à température constante ou dans une enceinte climatique permettrait d'envisager des mesures isothermes.
- Mesures RF : D'autres bandes de fréquences pourraient être envisagées moyennant une réflexion sur la manière de réaliser les échantillons (conception de moules adaptés) afin de respecter les géométries des cellules de mesure.
- Inversion : D'autres algorithmes pourraient être envisagés et comparés à la méthode NRW.

Chapitre 3

Conception et caractérisation de capteurs hydriques pour l'évaluation non destructive du BDC

3.1 Introduction

Au chapitre 2 nous avons présenté la caractérisation diélectrique sur la bande [1,72 GHz – 2,61 GHz] d'échantillons de BDC sur un cycle de sorption. Deux lots de BDC comportant respectivement 2 et 5 échantillons ont été caractérisés. Les variations de ϵ'_r sur un tel cycle sont significatives, elle s'échelonnent entre [2,4 – 5] pour le lot n°1 et [1,9 – 3,8] pour le lot n°2, ce qui permet d'envisager la **conception de capteurs hydriques basés sur des mesures RF dans la bande ISM à 2,4 GHz**. C'est l'objet du présent chapitre. Nous y proposons des capteurs pour deux applications : la mesure non invasive de la teneur en eau d'un mur de BDC et la caractérisation de l'effet tampon hydrique d'un tel mur.

Après des rappels sur les capteurs, leurs caractéristiques et incertitudes de mesure, nous traitons ces deux applications.

Nous considérons l'utilisation d'antennes patches comme capteurs hydriques non invasifs pour le BDC et concevons de tels dispositifs en jouant sur la géométries de l'élément rayonnant (rectangulaire ou circulaire) et le substrat diélectrique (FR4 et Polyguide). Puis, nous caractérisons les différents capteurs fabriqués à l'aide de mesures sur du BDC.

Pour le suivi hydrique de l'effet tampon d'un mur de BDC nous proposons un

capteur à résonateurs en anneaux. Nous concevons un dispositif à double résonateur que nous caractérisons à l'aide de mesures sur des diélectriques de référence.

3.2 Rappels sur les capteurs

Nous rappelons ici les principales notions et définitions concernant les capteurs auxquelles nous nous référons par la suite.

3.2.1 caractéristiques d'un capteur [165]

Un capteur est un dispositif permettant l'estimation d'une grandeur X appelée mesurande. Il repose sur la mise en œuvre d'un principe physique, chimique, biologique... permettant d'obtenir un signal de sortie Y sensible aux variations de X .

Caractéristique entrée-sortie : Le fonctionnement d'un capteur est en partie décrit par sa *caractéristique entrée-sortie*, laquelle représente les variations de Y en fonction de X (figure 3.1).

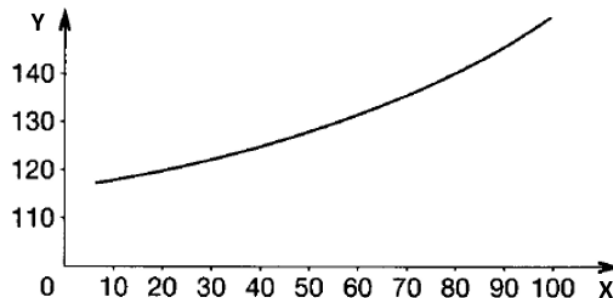


Figure 3.1 – Caractéristique entrée-sortie d'un capteur (les échelles sont arbitraires).

A partir de la grandeur de sortie Y on réalise une mesure $\hat{X}$ consistant en une estimation du mesurande X . D'une manière générale cette estimation tient compte de la *caractéristique entrée-sortie* mais également des incertitudes de mesurage. Ainsi, la mesure $\hat{X}$ procède-t-elle souvent d'opérations de traitement du signal tenant compte des propriétés statistiques du signal de sortie du capteur. Notons aussi qu'un capteur s'intègre souvent dans une chaîne d'instrumentation visant à conditionner (mettre en forme) les signaux de sortie, de façon à leur conférer des propriétés facilitant leur exploitation (par exemple une linéarité de la caractéristique (X, Y)).

Dynamique de mesure : La dynamique de mesure est la différence $|X_{max} - X_{min}|$ entre les valeurs extrêmes mesurables par un capteur avec une marge d'erreur donnée.

Résolution : La résolution désigne la plus petite variation δX de mesurande que le capteur est capable de détecter. Elle est liée au bruit généré par le capteur.

Sensibilité : La sensibilité représente la variation de la grandeur de sortie Y en fonction du mesurande X en un point donné de la *caractéristique entrée-sortie*. C'est donc la pente de la tangente à cette courbe.

$$S_X^Y = \left| \frac{dY}{dX} \right|_{\text{point d'étude}} \quad (3.1)$$

Linéarité : Un capteur peut présenter une *caractéristique entrée-sortie* dont les variations sont linéaires pour une certaine plage de valeurs du mesurande. Dans cette plage, la sensibilité du capteur est évidemment indépendante de la valeur du mesurande. Souvent, la linéarité de la *caractéristique entrée-sortie* est approximative et il peut être utile de linéariser cette caractéristique au moyen de la droite s'en approchant le mieux au regard d'un certain critère, par exemple des moindres carrés. On définit relativement à cette droite l'écart de linéarité, exprimé en %, comme l'écart maximum entre la caractéristique réelle et la droite approchée (figure 3.2).

Dans les études qui suivront, nous utiliserons le carré du coefficient de corrélation linéaire R^2 , alias **coefficient de détermination linéaire** de Pearson, afin de juger de la validité d'une régression linéaire :

$$R^2 = 1 - \frac{\sum (Y_i - \hat{Y}_i)^2}{\sum (Y_i - \bar{Y})^2} \quad (3.2)$$

où les Y_i sont les mesures, $\bar{Y}$ leur moyenne et les $\hat{Y}_i$ les estimées par régression linéaire. Il va de soi que plus R^2 est proche de 1, plus la régression linéaire est proche de la caractéristique entrée-sortie.

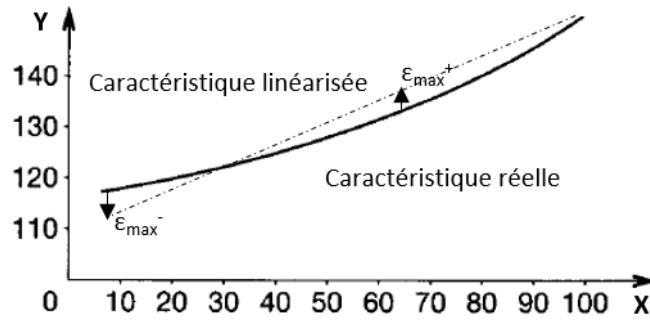


Figure 3.2 – Linéarité d'un capteur (les échelles sont arbitraires).

3.2.2 Incertitudes de mesure [165]

Les mesures réalisées au moyen d'un capteur comportent des incertitudes ou erreurs que l'on classe généralement en deux catégories : les **erreurs systématiques** et les **erreurs accidentelles**.

$$X[n] = X_0 + b_0 + b[n] \quad (3.3)$$

où $X[n]$ désigne la réalisation d'une mesure (tirage n° n), X_0 représente la valeur vraie du mesurande, b_0 le biais des mesures (erreur systématique) et $b[n]$ le bruit (erreur accidentelle) de la $n^{ième}$ mesure.

Ces erreurs peuvent être causées par le capteur lui-même, son environnement, ou par l'opérateur. Pour qualifier et quantifier les incertitudes de mesure on se réfère aux notions de justesse, de fidélité et de précision. **Quantitativement les erreurs peuvent être appréciées au moyen d'une étude statistique sur les résultats des mesures.**

Justesse : La justesse d'un capteur désigne sa capacité donner des mesures proches en moyenne de la valeur vraie.

Fidélité : La fidélité d'un capteur reflète sa capacité à donner des mesures proches de la valeur moyenne. Statistiquement **la fidélité peut être estimée par l'écart type σ des mesures**, lequel reflète leur dispersion par rapport à la moyenne (équation (3.4)).

$$\sigma = \sqrt{E[(X - \bar{Y})^2]} \quad (3.4)$$

où $E[.]$ désigne l'espérance d'une grandeur aléatoire.

Précision : La précision d'un capteur reflète sa capacité à donner des mesures à l'intérieur d'un intervalle autour de la valeur vraie du mesurande. Ainsi, un capteur précis est à la fois juste et fidèle. Notons qu'**il existe des moyens de s'affranchir plus ou moins des incertitudes de mesures**. Un **étalonnage**; c'est à dire une mesure sur un mesurande de valeur connue a priori (étalon) permettra de déterminer le biais de mesure en vue de s'en affranchir. Un « **moyennage** » permettra quant à lui de s'affranchir, du moins partiellement, du bruit et d'améliorer la fidélité de l'estimation.

3.3 Pourquoi la technologie à éléments imprimés

Nous allons chercher à développer des capteurs RF opérant dans la bande ISM à 2,4 GHz afin de mesurer les propriétés hydriques du BDC. Il s'agit d'exploiter les variations de permittivité diélectrique de ce matériau en fonction de ses caractéristiques hydriques. Quelques types de dispositifs ou topologies de circuits peuvent être envisagés. Nous en avons identifié trois dont nous allons examiner la pertinence au regard des contraintes suivantes : la capacité du capteur à sonder le VER du BDC (correspondant à des tailles maximum d'hétérogénéités $\simeq 2 - 3$ cm), le caractère non invasif de la mesure.

- Sonde à effet de bout [97] : ce type de dispositif, déjà décrit au chapitre précédent, consiste en une ligne coaxiale s'ouvrant sur le milieu à caractériser. La modélisation des interactions sonde/MUT dépend des dimensions de l'ouverture de la sonde. Lorsque celle-ci est petite des modèles relativement simples à mettre en oeuvre permettent d'estimer la permittivité diélectrique ε_r^* du MUT, mais cette estimation se complexifie lorsque le rayon d'ouverture est grand (à longueur d'onde donnée...). Avec un MUT présentant des hétérogénéités importantes, comme le BDC, il convient d'utiliser une sonde à effet de bout à large ouverture, ce qui complique la modélisation et par suite l'estimation de ε_r^* .
- Antenne microruban [166] : les antennes patches sont constituées d'un motif métallique imprimé sur un substrat diélectrique dont la face inférieure comporte un plan de masse. Leur alimentation par le signal RF peut prendre différentes formes : ligne microruban reliée au patch, connecteur coaxial traversant le plan de masse... Elles sont utilisées pour rayonner l'onde dans le milieu environnant à des fréquences qui dépendent des dimensions du circuit. Sachant que leurs caractéristiques électriques dépendent de la permittivité diélectrique du milieu environnant ces circuits peuvent être utilisées comme

capteurs à des fins de mesures de permittivité diélectrique, voire, dans le cas qui nous intéresse, pour des mesures hydriques. Dans ce cas le MUT doit être placé au contact du patch et la mesure se fait via le coefficient de réflexion en entrée de celui-ci. Cette solution est a priori intéressante pour notre application car les dimensions du patch (à 2,4 GHz) doivent lui permettre d’interagir avec le VER du BDC. De plus, la configuration de mesure facilite sa mise en œuvre. Nous retenons donc cette solution pour des mesures hydriques non invasives sur le BDC.

- Résonateur microruban [166] : ce dispositif est constitué d’un anneau et d’une ou deux lignes microrubans (en anglais *microstrip*) lui apportant l’excitation électromagnétique (§ 3.7.1, figure 3.40). A une fréquence f_{res} dite de résonance, qui dépend des dimensions de l’anneau et de la permittivité diélectrique effective, la partie imaginaire de l’impédance d’entrée du circuit s’annule. Sa réponse en transmission est celle d’un filtre sélectif dont la fréquence centrale f_{res} et le facteur de qualité Q dépendent de la permittivité du milieu environnant. De ce fait, un résonateur peut être utilisé comme capteur pour sa sensibilité à ε_r^* d’un MUT mis à son contact. C’est une solution que nous retiendrons en vue de mesures locales d’humidité dans un mur de BDC (§ 3.7), sachant qu’a priori un résonateur en anneau peut interagir avec le VER du BDC et être mis en œuvre de façon relativement simple.

Nous retenons deux topologies de dispositifs RF capables d’opérer dans la bande ISM à 2,4 GHz en vue de concevoir des capteurs hydriques pour le BDC : les antennes patchs et les résonateurs en anneaux à éléments imprimés. Un choix motivé par la capacité de ces capteur à interagir avec le VER du BDC, par la facilité de mise en œuvre des mesures et, s’agissant des antennes patchs, par le caractère non invasif de la mesure.

3.4 De l'antenne patch au capteur hydrique

3.4.1 Principe d'une antenne patch

Une antenne imprimée est constituée d'une couche de diélectrique (substrat) dont une face comporte un motif métallique rayonnant, le patch, et l'autre une couche métallique faisant office de plan de masse. Le motif est reliée à une source RF [166]. Ce type de dispositif fut imaginée au début des années 1950 par G. Deschamps [167] avant qu'un brevet ne soit déposé par H. Gutton et G. Boissinot quelques années plus tard [168]. Les premiers prototypes datent des années 1970 [169, 170, 171, 172] grâce à l'amélioration des techniques de fabrication. Depuis lors celles-ci n'ont cessé de se perfectionner et les structures de se complexifier. Aujourd'hui, on trouve ce type de circuits dans des appareils grands publics comme les téléphones portables ou les satellites [173, 174].

Lorsqu'une source RF est associée aux deux surfaces métalliques séparées par une couche diélectrique celle-ci peut être modélisée comme une cavité stockant un champ électrique. Ce dispositif présente un maximum de rayonnement à une fréquence dite de résonance f_{res} .

Une autre approche de modélisation, valable lorsque l'élément rayonnant est rectangulaire, consiste à considérer le système comme une ligne de transmission coupée aux extrémités et engendrant une fuite de champ électrique et donc un rayonnement électromagnétique [175]. L'antenne imprimée peut alors être modélisée comme l'association de deux fentes rayonnantes. Deux des quatre bords du patch sont "non rayonnants", ils correspondent à des lignes de champ en opposition de phase. Lorsque la largeur du patch correspond à $\lambda_{eff}/2$, les champs provenant des deux fentes s'additionnent en phase pour produire le rayonnement. Ainsi, le maximum du rayonnement dépend des dimensions de l'élément rayonnant, de la nature de l'alimentation et de la permittivité diélectrique vue par le patch. Celle-ci, appelée permittivité diélectrique effective et notée $\varepsilon_{r,eff}^*$ dépend de la permittivité diélectrique du substrat et de celle des milieux situés à proximité. En effet, les lignes de champs ne sont pas totalement confinées dans le substrat.

Une antenne patch est un circuit dont le comportement électromagnétique peut être décrit au moyen de grandeurs électriques. Rappelons quelques définitions ou relations utiles les concernant [176].

Le **coefficient de réflexion** $\Gamma(f)$ à la fréquence f du signal d'entrée de l'antenne dépend de l'impédance d'entrée $Z_{in}^*(f)$ de l'antenne et de l'impédance caractéristique Z_c de la ligne de transmission, il est défini comme suit :

$$\Gamma(f) \triangleq \frac{Z_{in}^*(f) - Z_c}{Z_{in}^*(f) + Z_c} \quad (3.5)$$

A partir de $\Gamma(f)$ on définit **le rapport d'onde stationnaire ROS** qui traduit l'adaptation d'impédance entre la ligne d'alimentation et l'antenne :

$$ROS \triangleq \frac{1 + |\Gamma(f)|}{1 - |\Gamma(f)|} \quad (3.6)$$

Si cette adaptation est parfaite, le ROS vaut 1, sinon il est supérieur à 1.

La fréquence de résonance f_{res} de l'antenne correspond au minimum du coefficient de réflexion qui se produit lorsque la partie imaginaire de $Z_{in}^*(f)$ s'annule.

D'autres caractéristiques, comme le facteur de qualité, défini comme le ratio entre f_{res} et la bande passante à 3 dB Δf peut également servir à décrire le comportement d'une antenne.

$$Q = \frac{f_{res}}{\Delta f} \quad (3.7)$$

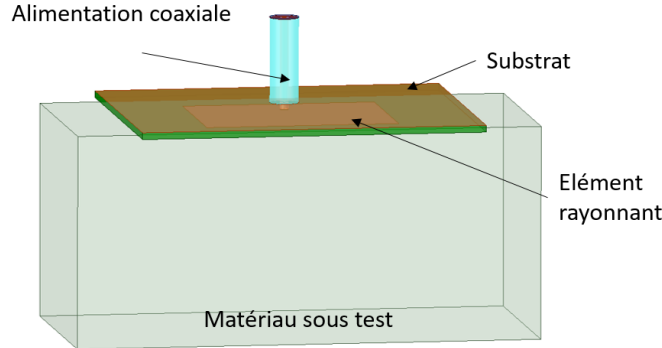


Figure 3.3 – Schéma d'un capteur patch au contact d'un échantillon de BDC. La sonde d'alimentation du capteur est ici un connecteur coaxial traversant.

3.4.2 Patch utilisé comme capteur hydrique pour le BDC

Nous nous proposons d'utiliser une antenne imprimée comme sonde de réflectométrie afin de mesurer les caractéristiques hydriques du BDC. Le principe de ce capteur est le suivant : l'antenne patch alimentée par un émetteur-récepteur RF (dans le cadre de mesures en laboratoire il s'agit d'un analyseur de réseau vectoriel) doit être placée au contact du BDC et y rayonner (figure 3.3). Les variations hydriques du MUT

provoquant celles de sa permittivité diélectrique il s'ensuit des variations de la permittivité diélectrique effective du patch et par conséquent de ses caractéristiques électriques ($Z_{in}^*(f)$, $f_{res} \dots$) (figure 3.4).

Comme le montre la figure 3.4, la **fréquence de résonance f_{res} d'un capteur patch au contact d'un échantillon de BDC diminue quand l'humidité de l'échantillon augmente** (§ 3.4.4 et § 3.4.5).

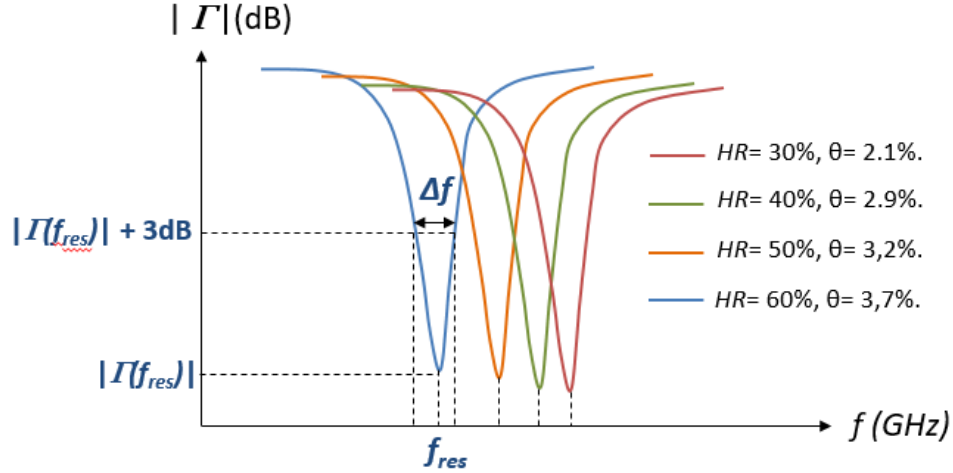


Figure 3.4 – Illustration du principe d'une antenne patch utilisée comme capteur hydrique : variations du coefficient de réflexion $\Gamma(f)$ en entrée du capteur pour différents états hydriques du MUT (caractéristiques fictives).

Compte-tenu de ce procédé de mesure, il est utile définir la sensibilité de f_{res} vis-à-vis des grandeurs d'intérêt que sont la permittivité diélectrique du MUT ε_r^* , sa teneur en eau θ et son humidité relative HR , respectivement notées $S_{\varepsilon_r^*}^{f_{res}}$ et $S_{\theta}^{f_{res}}$:

$$S_{\varepsilon_r^*}^{f_{res}} \simeq \left| \frac{df_{res}}{d\varepsilon_r^*} \right| \quad (3.8)$$

$$S_{\theta}^{f_{res}} \simeq \left| \frac{df_{res}}{d\theta} \right| \quad (3.9)$$

3.4.3 Éléments à prendre en compte dans le dimensionnement d'un capteur antenne imprimé

Un certain nombre d'éléments sont à prendre en compte dans la conception du capteur patch : la géométrie de l'élément rayonnant, la nature du substrat et notamment sa constante diélectrique, ainsi que le type de circuit d'alimentation RF.

3.4.3.1 Géométrie de l'élément rayonnant

L'élément rayonnant est la surface métallique rayonnant dans le MUT. La figure 3.5 représente quelques motifs élémentaires et en définit les paramètres géométriques.

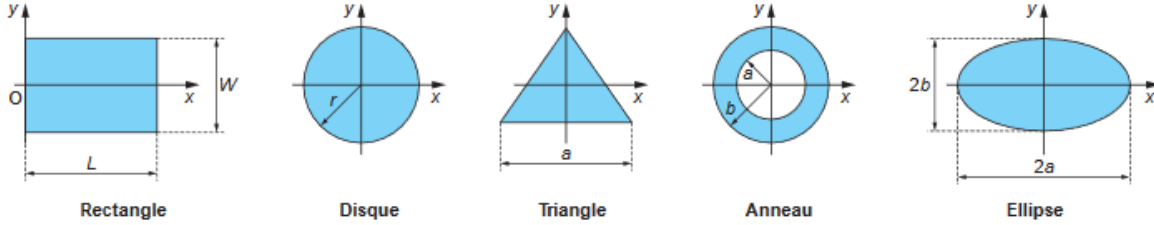


Figure 3.5 – Quelques formes d'élément rayonnant d'antenne patch [166].

Le choix du motif est principalement dicté par la surface d'interrogation du capteur et par sa facilité de mise en œuvre. Par exemple, le motif circulaire permet, pour un encombrement donné, d'avoir la surface d'interrogation la plus grande possible avec une mise en œuvre simple : compte tenu de la polarisation des ondes il n'est pas nécessaire d'orienter le capteur vis-à-vis du MUT.

Matériau	$\varepsilon_{r,sub}$	$\tan\delta$
RTduroid 5870 [177]	2,33	0,0005 - 0,0012
Polyguide [178]	2,32	0,00025
Tachyron [179]	3,04	0,0021
FR4 Epoxy	3,9 - 4,9	0,02 - 0,05
TMM10 [180]	8,97 - 9,43	0,0022

Tableau 3.1 – Caractéristiques de quelques substrats diélectriques.

3.4.3.2 Substrat diélectrique

Le substrat est caractérisé par sa permittivité diélectrique complexe $\varepsilon_{r,sub}^*$ et par son épaisseur h . h ainsi que la partie réelle $\varepsilon'_{r,sub}$ de la permittivité influent sur le confinement des lignes de champ dans le substrat. Les pertes diélectriques $\tan\delta_{sub}$ influent quant à elles sur la dissipation de l'énergie par le substrat. Le tableau 3.1 fournit les caractéristiques diélectriques de quelques substrats.

Notons qu'utiliser un substrat de permittivité élevée, ou augmenter l'épaisseur du substrat, permet de diminuer la taille d'une antenne et donc de diminuer la surface de contact avec le MUT, donc la zone sondée. Le choix du substrat est donc un facteur important pour le dimensionnement du capteur.

Notons que pour le FR4, par exemple, $\varepsilon_{r,sub}^*$ dépend de la fréquence mais également du lot et du fabricant.

3.4.3.3 Topologies d'alimentation

Nous nous intéressons ici au type de circuit permettant de relier l'émetteur-récepteur à l'élément rayonnant. Nous en considérons quatre (figure 3.6) :

Ligne coaxiale : elle se présente sous la forme d'un "via", l'âme centrale de la ligne étant reliée à l'élément rayonnant, sa position détermine l'impédance de l'antenne. L'avantage de cette technique est sa facilité de mise en œuvre (figure 3.6.a).

Ligne microruban : un ruban métallique imprimé sur le même plan que l'élément rayonnant et formant une ligne de transmission avec le plan de masse vient relier l'élément rayonnant. Il est nécessaire de dimensionner la largeur et la position du ruban par rapport à l'élément rayonnant afin de réaliser une bonne adaptation d'impédance (figure 3.6.b). L'inconvénient de cette technique est que le ruban peut également rayonner. De plus, il peut diminuer la bande fréquentielle de fonctionnement de l'antenne car le principe d'adaptation repose sur une adaptation quart d'onde.

Alimentation mixte microruban/coaxiale : ce type d'alimentation combine les deux configurations précédentes. L'élément rayonnant et la ligne microruban sont situés de part et d'autre d'un plan de masse et séparés de celui-ci par une couche de substrat. Le circuit obtenu est alors constitué de trois couches : deux couches de substrat diélectrique et un plan de masse entre les deux (figure 3.6.c). La difficulté de cette topologie est de nécessiter d'enterrer une ligne dans le substrat diélectrique (stripline).

Couplage électromagnétique : La ligne microruban qui alimente l'élément rayonnant n'est pas en contact avec celui-ci mais suffisamment proche pour assurer un bon couplage (figure 3.6.d). L'avantage est que cela laisse un degré de liberté quant au positionnement de la ligne, l'inconvénient est le rayonnement parasite de la ligne qui s'ajoute à celui de l'antenne.

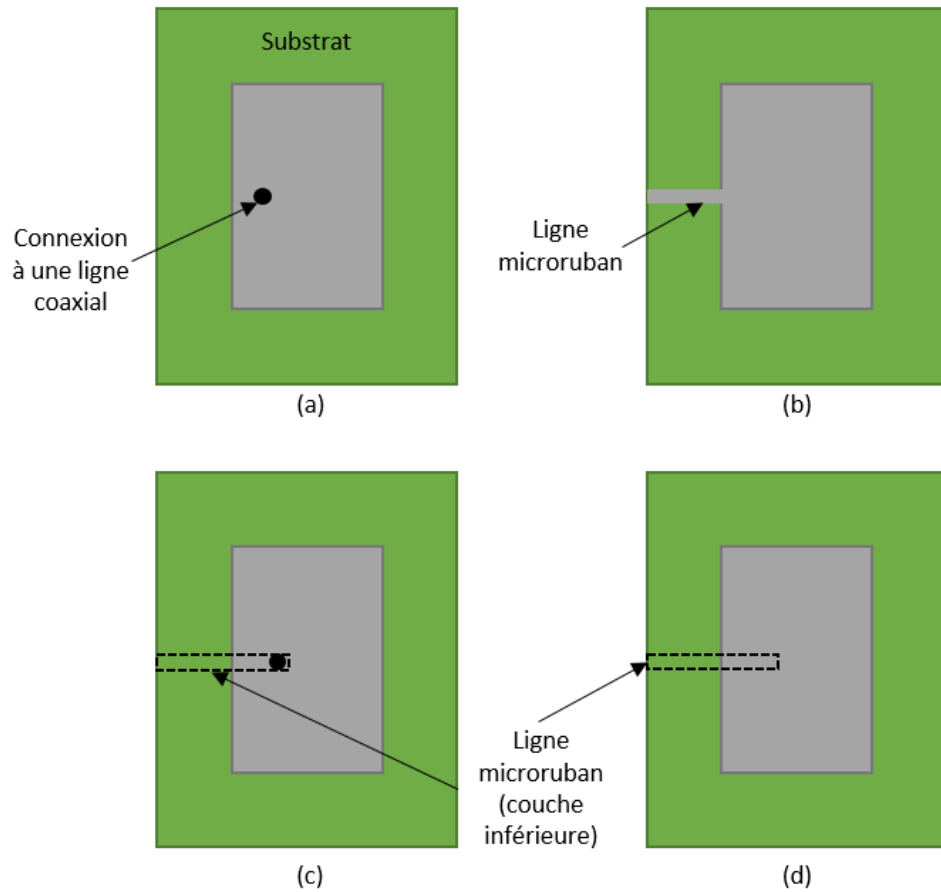


Figure 3.6 – Topologies d'alimentation d'une antenne patch (vue de dessus) : (a) ligne coaxiale, (b) ligne microruban, (c) coaxiale/microruban (stripline), (d) couplage électromagnétique.

3.4.3.4 Synthèse

En résumé, le motif de l'élément rayonnant, ses dimensions ainsi que les propriétés du substrat diélectrique influent sur la fréquence de résonance du patch. Quant au choix de la topologie du circuit d'alimentation, il dépend de la configuration dans laquelle on souhaite réaliser les mesures (en contact ou non avec le MUT, invasive ou non...). Par ailleurs, le positionnement de l'alimentation par rapport au patch influe sur l'adaptation d'impédance.

Avant de proposer une démarche de dimensionnement de capteurs patches pour la caractérisation hydrique du BDC nous apportons certains compléments : des éléments de modélisation analytique et un état de l'art des mesures diélectriques et hydriques au moyen d'antennes patches.

3.4.4 Antenne ou capteur patch rectangulaire [176]

3.4.4.1 Modèle de ligne de transmission : calcul des dimensions d'un patch rectangulaire

Comme indiqué plus haut (§ 3.4.2), la fréquence de résonance f_{res} d'une antenne patch dépend des dimensions de l'élément rayonnant, du substrat diélectrique (permittivité et épaisseur) ainsi que des propriétés diélectriques du matériau dans lequel l'onde est rayonnée (figure 3.7). Pour un patch rectangulaire, le modèle dit de ligne de transmission permet d'obtenir une relation analytique entre f_{res} et ces différents paramètres [176]. L'antenne y est modélisée par deux fentes séparées d'une distance L . Pour avoir interférences constructives entre leurs rayonnements il faut satisfaire l'égalité (3.10) :

$$L = \frac{\lambda_{eff}}{2} \quad (3.10)$$

où λ_{eff} est la longueur d'onde effective, laquelle dépend des propriétés diélectriques et géométriques du substrat :

$$\lambda_{eff} = \frac{\lambda_0}{\sqrt{\varepsilon'_{r,eff}}} \quad (3.11)$$

où $\varepsilon_{r,eff}^*$ représente la permittivité diélectrique effective, laquelle est fonction non seulement la permittivité diélectrique du substrat mais aussi de l'environnement immédiat ainsi que des géométries du substrat et de l'élément rayonnant. $\varepsilon_{r,eff}^*$ peut se calculer comme suit [181] :

$$\varepsilon'_{r,eff} = \frac{\varepsilon'_{r,sub} + \varepsilon'_r}{2} + \frac{\varepsilon'_{r,sub} - \varepsilon'_r}{2} \sqrt{\frac{1}{1 + 12 \frac{h}{W}}} \quad (3.12)$$

où $\varepsilon'_{r,sub}$ et ε'_r sont respectivement les parties réelles des permittivités diélectriques relatives du substrat et du MUT ; où h est l'épaisseur du substrat et W la largeur de l'élément rayonnant. La fréquence de résonance du mode fondamental se calcule comme suit :

$$f_{res} = \frac{c_0}{2(L + 2\Delta L)\sqrt{\varepsilon'_{r,eff}}} \quad (3.13)$$

où c_0 est la vitesse de propagation des ondes E.M. dans le vide ($c_0 = 3.10^8 \text{ m.s}^{-1}$). La longueur ΔL est liée à l'impossibilité, à la fréquence de résonance, de canaliser parfaitement le champ électrique entre l'élément rayonnant et le plan de masse et permet de quantifier

le débordement du champ électrique [182]. Cette longueur peut se calculer avec la formule suivante :

$$\Delta L = 0,412h \left(\frac{\varepsilon'_{r,eff} + 0,3}{\varepsilon'_{r,eff} - 0,258} \right) \left(\frac{\frac{W}{h} + 0,264}{\frac{W}{h} + 0,8} \right) \quad (3.14)$$

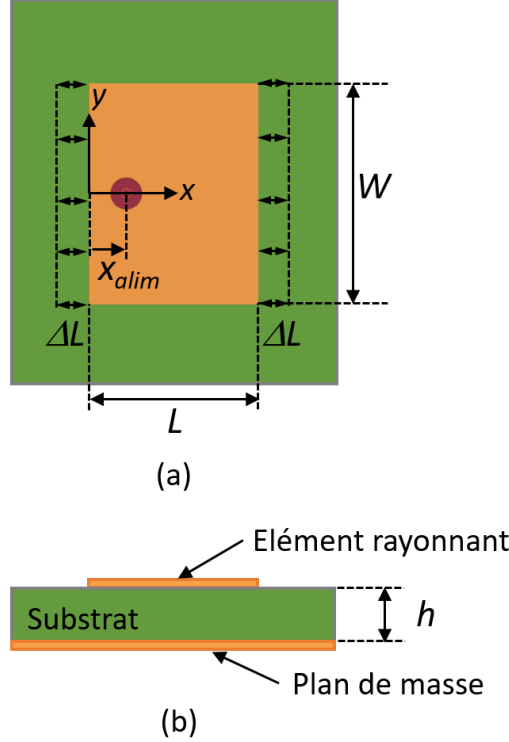


Figure 3.7 – Dimensions de l'antenne patch rectangulaire. (a) Vue de dessus, (b) vue en coupe.

Les équations (3.12) et (3.13) constituent un modèle empirique permettant d'obtenir une expression analytique relativement triviale reliant la fréquence de résonance d'une antenne patch à la permittivité diélectrique du MUT. En outre, partant de ces équations, moyennant certaines hypothèses sur les valeurs respectives de $\varepsilon'_{r,sub}$ et ε'_r et sur les dimensions de l'antenne, on peut approximer (par exemple à l'aide d'un développement limité) la caractéristique f_{res} vs. ε'_r par une relation linéaire de pente négative inversement proportionnelle à $\varepsilon'_{r,sub}$. Dans l'annexe A.12 est donnée le développement permettant de mettre en évidence la relation de linéarité entre la fréquence de résonance et la teneur, en se basant sur le fait, qui a été démontré dans le précédent chapitre, que la partie réelle de la permittivité diélectrique du béton de chanvre varie linéairement avec la teneur en eau.

3.4.4.2 Etat de l'art des mesures diélectriques et hydriques au moyen d'une antenne patch rectangulaire

L'idée d'utiliser une antenne patch rectangulaire en contact avec un matériau afin d'estimer la permittivité diélectrique et dans certains cas de remonter à ses paramètres hydriques a déjà été proposée et appliquée dans [183, 184, 185, 186, 187, 188].

- [183] propose un capteur patch de motif rectangulaire fonctionnant autour de 5 GHz, dimensionné pour estimer la permittivité diélectrique de liquides comme le cyclohexane à partir du décalage de la fréquence de résonance par rapport à un échantillon sous test en PTFE (Téflon). L'élément rayonnant, de dimension centimétrique, est alimenté par une ligne coaxiale. Les matériaux, dont la permittivité diélectrique a préalablement été estimée par des mesures en guide d'onde, sont mis en contact avec le capteur patch. La sensibilité de la fréquence de résonance f_{res} vis à vis de la permittivité des matériaux testés était de l'ordre de 640 MHz par unité de permittivité.
- [184] propose un capteur patch rectangulaire avec une alimentation microruban fonctionnant autour de 1,9 GHz afin de caractériser la teneur en eau volumique de sables de granulométries différentes. Les résultats montrent un décalage de f_{res} en fonction de θ_v avec une sensibilité d'environ 5 MHz par pourcent de θ_v .
- Dans l'étude [188], un capteur patch rectangulaire imprimé sur un substrat F4B ($\epsilon'_{r,sub} = 2,65$), alimenté par une ligne microruban et résonant autour de 5,8 GHz a été mis en contact avec un matériau présentant différentes teneurs en eau (0 %, 25 %, 50 % et 75 %). Cette étude a mis en évidence des variations de f_{res} et du coefficient de réflexion en fonction de la permittivité du MUT et de sa teneur en eau. f_{res} passe de 5,8 GHz à 5,7 GHz lorsque la teneur en eau passe de 0 % à 75 %. Quant à l'influence de la permittivité diélectrique : f_{res} diminue, passant de 5,7 GHz à 5,12 GHz lorsque ϵ'_r passe de 26 à 40. Les sensibilités obtenues sont donc $S_{\theta}^{f_{res}} = 1,33 \text{ MHz}/\%$ de θ et $S_{\epsilon'_r}^{f_{res}} = 41 \text{ MHz}$ par unité de permittivité.

Le motif rectangulaire est celui pour lequel la littérature offre le plus d'exemples de capteurs patch.

3.4.5 Antenne ou capteur patch circulaire

3.4.5.1 Modèle de cavité : calcul du rayon d'un patch circulaire

La modélisation d'un patch circulaire (figure 3.8) de rayon r et d'épaisseur h consiste classiquement à le considérer comme une cavité cylindrique. Sa fréquence de résonance satisfait la relation 3.15 :

$$f_{res,mn} = \frac{c_0 J'_{mn}}{2\pi r_{eff} \sqrt{\epsilon'_{r,sub}}} \quad (3.15)$$

où J'_{mn} est le $m^{ième}$ zéro de la dérivée de la fonction de Bessel J d'ordre n . [190, 166] en fournit les valeurs. Le mode dominant est le mode TM_{11} , correspondant à m et $n = 1$. Le rayon effectif r_{eff} est supérieur au rayon physique r , ce qui s'explique par le fait que les lignes de champ ne sont pas parfaitement confinées entre les deux plaques mais débordent légèrement. L'équation (3.16) définit le rayon effectif qui dépend notamment des paramètres du substrat :

$$r_{eff} = r \sqrt{1 + \frac{2h}{\pi r \epsilon'_{r,sub}} \left[\ln \left(\frac{\pi r}{2h} \right) + 1,7726 \right]} \quad (3.16)$$

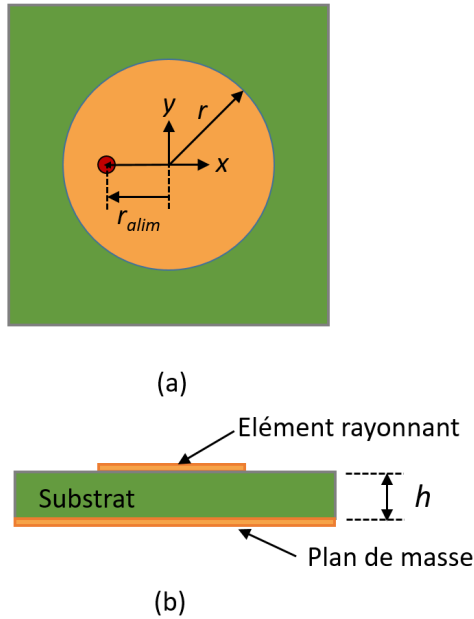


Figure 3.8 – Dimensions de l'antenne patch circulaire. (a) Vue de dessus, (b) vue en coupe.

3.4.5.2 Etat de l'art des mesures diélectriques et hydriques au moyen d'un patch circulaire

La littérature propose assez peu de travaux portant sur des capteurs patchs circulaires utilisés pour des mesures sensibles aux variations de permittivité diélectrique d'un MUT.

- La référence [191] propose un patch circulaire avec une alimentation coaxiale résonnant à 1,95 GHz, conçu afin d'estimer la teneur en eau θ d'échantillons de boue. Les sensibilités obtenues sont de $S_{\theta}^{f_{res}} = 315 \text{ kHz}$ par pourcent de θ et de $S_{\epsilon_r}^{f_{res}} = 12 \text{ MHz}$ par unité de permittivité.
- La référence [192] propose un capteur patch circulaire dont l'élément rayonnant présente des fentes et fonctionne dans la bande [1,5 GHz - 4,5 GHz] où il présente deux modes de résonance. Une étude en simulation a été faite pour des permittivités diélectriques de MUT variant entre 1 et 10. La sensibilité obtenue en simulation diminue avec la permittivité. La sensibilité moyenne est de 70 MHz par unité de permittivité. En revanche, pour la gamme de permittivité correspondant à nos échantillons de BDC, la sensibilité est supérieure à 100 MHz par unité de permittivité. L'étude valide ce capteur sur trois matériaux de références (FR4, verre, Rogers RO4003C) et l'utilise pour estimer θ dans le sable et l'argile rouge. La sensibilité de la fréquence de résonance à θ dans le sable est de l'ordre de 35 MHz par pourcent, contre 21 MHz par pourcent pour l'argile rouge.

Citons enfin la référence [193] portant sur le suivi des niveaux de sel et de sucre dans des solutions en se servant de la fréquence de résonance d'un patch circulaire.

3.4.6 Synthèse sur les antennes ou capteurs hydriques patchs

Les antennes patchs rectangulaires et circulaires sont des dispositifs résonnant à une fréquence f_{res} qui dépend de leurs dimensions géométriques et des permittivités diélectriques mises en jeu. f_{res} dépend en particulier de la permittivité diélectrique du matériau dans lequel l'antenne rayonne. Dans un matériau poreux celle-ci varie sensiblement avec la teneur en eau θ . Par conséquent, mesurer f_{res} représente un moyen pertinent de mesurer θ , comme l'a montré l'état de l'art.

Nous avons choisi de concevoir des capteurs hydriques patchs opérant à 2,45 GHz afin de mesurer θ du BDC. Ce type de capteurs présente l'intérêt d'être non invasif. Quant au

choix de fréquence, il est justifié d'une part par des variations significatives de ε_r^* du BDC en fonction de θ , ce qui donne une bonne sensibilité des capteurs, et d'autre part par des dimensions des patches permettant de sonder le VER du BDC.

Nous allons considérer des éléments rayonnants rectangulaires et circulaires. Tous deux permettent a priori de sonder des volumes de MUT équivalents mais ils diffèrent par la polarisation des ondes rayonnées. Seuls deux des quatre bords d'un patch rectangulaire rayonnent, tandis qu'un patch circulaire rayonne sur tout son périmètre. Si pour un même MUT les réponses des deux types de patches diffèrent sensiblement cela signifie que le matériau est anisotrope (existence d'un tenseur de permittivité). L'utilisation de capteurs patches rectangulaires et circulaires devrait nous instruire sur le caractère isotrope ou non du BDC.

3.5 Conception de capteurs hydriques patches pour le BDC

3.5.1 Cahier des charges des capteurs patches

Nous souhaitons concevoir des antennes patches (rectangulaires ou circulaires) devant être utilisées comme sondes de réflectométrie afin de mesurer les caractéristiques hydriques du BDC via f_{res} , leur fréquence de résonance. Voici les contraintes de conception que nous nous fixons.

- **Capteurs non invasifs** : les capteurs sont destinés à être placés au contact d’une paroi de BDC tout en restant non-invasifs (capteurs placés à l’extérieur). Ceci dans l’optique d’une utilisation dans des bâtiments (figure 3.3).
- **Fonctionnement dans une bande ISM** : la caractérisation du BDC effectué dans la bande ISM à 2,45 GHz (chapitre 2) a montré que sa permittivité variait de façon substantielle en fonction de l’humidité relative : $\varepsilon_r' @ 2,45 \text{ GHz} \in [2,4 \nearrow 5]$ pour $HR \in [0 \nearrow 98 \text{ \%}]$ pour le premier lot d’échantillons et $\varepsilon_r' @ 2,45 \text{ GHz} \in [1,9 \nearrow 3,9]$ pour $HR \in [0 \nearrow 94 \text{ \%}]$ pour le second. En conséquence, nous fixons sur f_{res} la contrainte suivante : **$f_{res} \in [2,3 \text{ GHz} - 2,6 \text{ GHz}]$** . Sachant que la taille d’une antenne patch est de l’ordre de la demi longueur d’onde guidée, **ce choix de fréquences permet, outre une bonne sensibilité à HR , d’obtenir des capteurs d’un encombrement ne dépassant pas quelques cm de côté, pour les substrats classiques, ce qui représente une taille raisonnable dans la perspective d’une installation dans des bâtiments. De plus, ces dimensions sont compatibles avec le VER du BDC.**
- **ROS à la résonance** : concernant le ROS (équation (3.6)) du capteur à f_{res} , nous fixons la contrainte suivante : $|ROS(f_{res})| \leq 2$, soit un coefficient de réflexion en entrée du capteur $|\Gamma(f_{res})| \leq -10 \text{ dB}$. Ceci équivaut à imposer qu’au moins 90 % de la puissance fournie au patch soit rayonnée dans le MUT.
- **Choix de la topologie de l’alimentation** : pour des questions de facilité de réalisation et de sa mise en œuvre nous choisissons une topologie d’**alimentation coaxiale** (§ 3.4.3.3).
- **Choix du substrat** : les patches seront imprimés sur un substrat diélectrique de permittivité et d’épaisseur fixées dont le choix influera sur les caractéristiques du capteur. **Nous allons concevoir des capteurs à substrats FR4 et Polyguide.**

Bien que les fabricants fournissent les caractéristiques diélectriques typiques de leurs substrats à certaines fréquences nous avons pris la précaution de caractériser nos échantillons expérimentalement (en appliquant la méthode décrite dans [194]) aux fréquences d'intérêt pour notre usage (tableau 3.2).

Notons que **le choix du substrat peut être motivé par le prix, les pertes ou la taille du capteur**. Dans notre cas, pour réduire le coût on choisira le FR4. Afin de minimiser les pertes et donc le rayonnement le Polyguide est en principe un meilleur choix. **Quant à la taille de l'élément rayonnant, elle est proportionnelle à $1/\sqrt{\epsilon'_{r,eff}}$, elle diminue donc si $\epsilon'_{r,sub}$ augmente**. Néanmoins, il ne faut pas perdre de vue que la surface rayonnante du capteur doit lui permettre d'interagir avec le VER du MUT.

Substrat	FR4	Polyguide
$\epsilon'_{r,sub}@ 2,45 \text{ GHz}$	4,35	2,35
$\tan\delta_{sub}$	0,02	0,0002
h	1,6 mm	1,6 mm

Table 3.2 – Caractéristiques des substrats des lots utilisées pour réaliser nos prototypes.

3.5.2 Conception de capteurs patchs rectangulaires

Nous allons concevoir des capteurs patchs rectangulaires en nous servant de simulations électromagnétiques par éléments-finis (EF) — à l'aide du logiciel HFSS — de façon à satisfaire le cahier des charges ci-dessus (§ 3.5.1). L'optimisation des capteurs passe par l'itération des simulations EF en faisant varier les paramètres du problème : dimensions du patch, caractéristiques diélectriques du MUT, le substrat étant, lui, fixé. Au préalable il nous faut estimer les valeurs des paramètres à explorer. Pour ce faire nous allons procéder à une étude paramétrique.

3.5.2.1 Etude paramétrique d'un capteur patch rectangulaire

L'étude paramétrique proposée consiste à calculer au moyen de simulations EF les grandeurs électriques caractéristiques d'une antenne patch (Γ , ROS) pour différentes valeurs de L , W et x_{alim} (figure 3.7), le substrat choisi étant du FR4, d'épaisseur fixée $h = 1,6 \text{ mm}$

(tableau 3.2). Les valeurs nominales ou fixes des différents paramètres de ces simulations sont précisées dans le tableau 3.3.

Les variations de W , pour L et x_{alim} fixées, engendrent un décalage de f_{res} relativement faible ($\Delta f_{res} \simeq 25$ MHz pour $\Delta W \simeq 10$ mm) mais une variation importante de $|Γ|$ (figure 3.9).

En revanche, f_{res} est bien plus sensible (environ 40 fois) aux variations de L : $\Delta f_{res} \simeq 190$ MHz pour $\Delta L \simeq 2$ mm (figure 3.9).

Pour finir, nous avons étudié l'influence de la position x_{alim} de l'alimentation sur l'axe x (figure 3.7). On constate que placer l'alimentation au centre du patch donne un comportement en court-circuit tandis qu'à environ $\lambda_{eff}/8$ du centre l'adaptation est maximale (figure 3.11). Ce résultat est conforme à la relation entre l'emplacement de la sonde d'alimentation et l'impédance d'entrée de l'antenne donnée par [195].

W	L	x_{alim}	h	$\varepsilon'_{r,sub}$	$\tan \delta_{sub}$
2,5 cm	2,8 cm	0,8 cm	1,6 mm	4,35	0,02

Tableau 3.3 – Paramètres des simulations EF ayant servi à l'étude paramétrique d'un capteur patch rectangulaire : valeurs fixes ou nominales des paramètres.

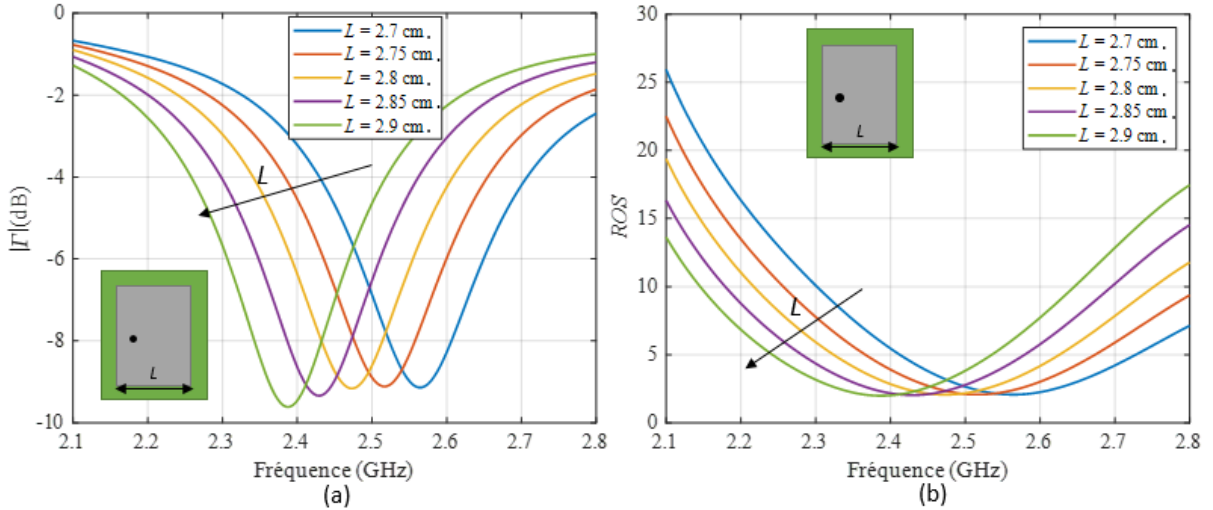


Figure 3.9 – Etude paramétrique (simulations EF) sur la longueur L d'un capteur patch rectangulaire : (a) coefficient de réflexion, (b) ROS. Autres dimensions du capteur : cf. tableau 3.3.

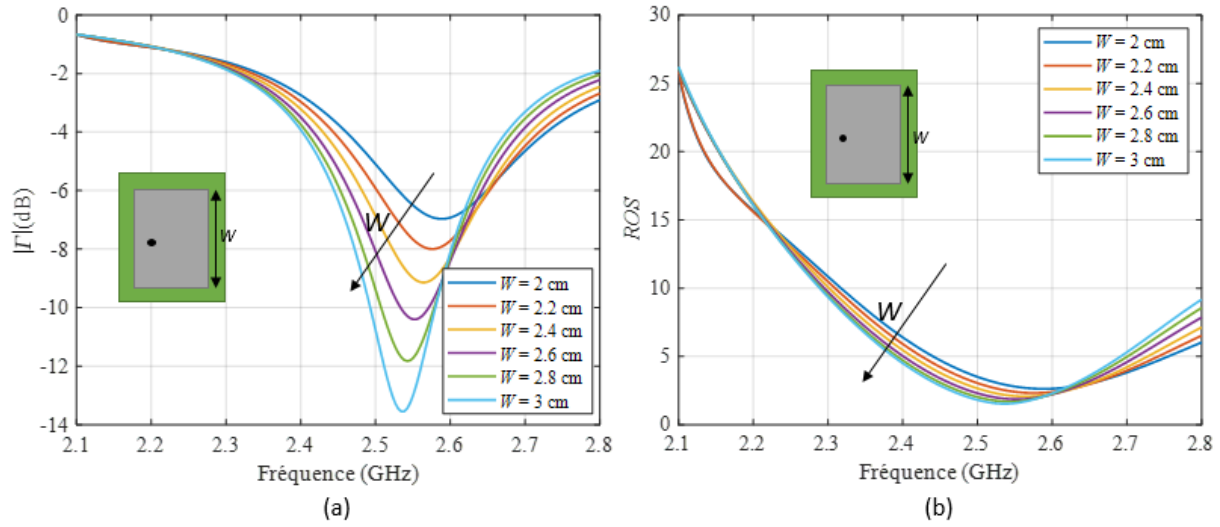


Figure 3.10 – Etude paramétrique (simulations EF) sur la largeur W d'un capteur patch rectangulaire : (a) coefficient de réflexion, (b) ROS. Autres dimensions du capteur : cf. tableau 3.3.

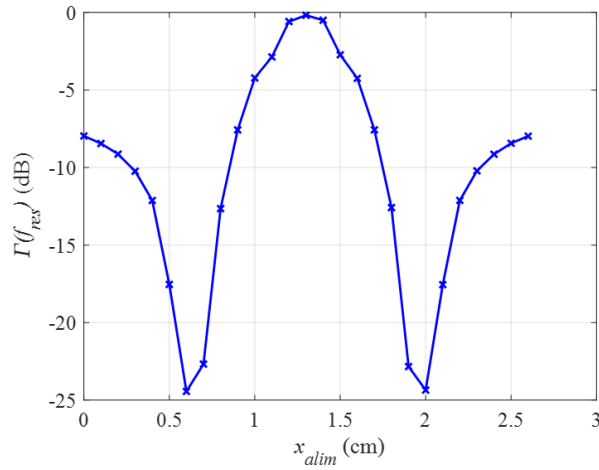


Figure 3.11 – Etude paramétrique (simulations EF) sur l'emplacement x_{alim} de l'alimentation d'un capteur patch rectangulaire. Autres dimensions du capteur : cf. tableau 3.3.

L'étude paramétrique qui précède nous fournit des renseignements utiles pour l'optimisation des capteurs patches rectangulaires qui suit, à savoir les dimensions typiques L , W et x_{alim} à utiliser pour initier les simulations et les gammes de valeurs à explorer. De plus, nous savons vu comment les caractéristiques électriques $|\Gamma(f)|$ et f_{res} du capteur tendent à évoluer en fonction de L , W et x_{alim} .

3.5.2.2 Optimisation d'un capteur patch rectangulaire à substrat FR4

Nous avons optimisé, en fonction du cahier des charges fixé en § 3.5.1, un **capteur patch rectangulaire à substrat FR4, adapté au lot de BDC n°1**. Pour cela nous avons effectué des simulations Elements Finis (EF) (logiciel HFSS). Le tableau 3.4 fournit les paramètres des simulations : paramètres fixes, dimensions initiales et gammes de valeurs de L , W , x_{alim} explorées... Notons que l'optimisation du capteur a été faite à une permittivité diélectrique du MUT fixée. La valeur utilisée correspond à l'état hydrique $\{HR \simeq 85\% ; \theta \simeq 13\%\}$ (phase d'adsorption) des deux échantillons du lot n°1 caractérisé au chapitre 2. Cette optimisation a permis d'obtenir un capteur (dont les dimensions sont données dans le tableau 3.4) satisfaisant le cahier des charges, pour chacun des deux échantillons du lot n°1.

Les figures 3.12.a et 3.12.b représentent les simulations EF du coefficient de réflexion $|\Gamma(f)|$ du capteur optimisé, pour différents états hydriques $\{HR ; \theta\}$ de l'échantillon considéré (n°1 ou 2). Pour une simulation $|\Gamma(f)|$ donnée, le paramètre ε_r^* utilisé est celui caractérisé au chapitre 2 pour l'échantillon et l'état hydrique considérés.

Ces simulations permettent de vérifier que **le cahier des charges est bien respecté**. Ainsi de la contrainte $|\Gamma(f_{res})| \leq -10 \text{ dB}$, qui **est satisfaite** quel que soit l'état hydrique du MUT sur la bande $[2,3 \text{ GHz} - 2,6 \text{ GHz}]$.

Ces simulations permettent par ailleurs d'analyser le comportement du capteur tant qualitativement que quantitativement.

Qualitativement la tendance est celle attendue, f_{res} décroissant à mesure que l'humidité augmente (i.e. quand ε_r' augmente, conformément à l'equations 3.13). Quantitativement f_{res} passe de 2,55 GHz pour $\theta \simeq 1\%$ à 2,40 GHz lorsque $\theta \simeq 18,2\%$.

Les caractéristiques “entrée-sortie” du capteur f_{res} vs. ε_r' et f_{res} vs. θ sont linéaires (figure 3.13), leur coefficient de linéarité valant respectivement $R^2 = 0.98$ et $R^2 = 0.94$. Enfin, **la sensibilité du capteur est de $S_{\varepsilon_r'}^{f_{res}} \simeq 57 \text{ MHz/unité de } \varepsilon_r'$ et de $S_{\theta}^{f_{res}} \simeq 9 \text{ MHz}/\%$ de θ** .

Paramètres	Val. initiale/fixée*	Gamme de valeurs	Pas	Val. optimale/fixée*
W	2,5 cm	[2,2 cm – 2,8 cm]	1 mm	2,4 cm
L	2,5 cm	[2,2 cm – 2,8 cm]	1 mm	2,7 cm
x_{alim}	1,2 cm	[0 cm – 1,4 cm]	1 mm	0,3 cm
y_{alim}	0*	—	—	0 cm*
$\varepsilon'_{r,sub}$	4,35*	—	—	4,35*
$\tan\delta_{sub}$	0,02*	—	—	0,02*
h	1,6 mm*	—	—	1,6 mm*
ε'_r	—	Lot BDC n°1 @{ $HR \simeq 85\%$; $\theta \simeq 13\%$ } phase d'adsorption	—	—
$\tan\delta$	—	Idem	—	—

Tableau 3.4 – Paramètres des simulations EF pour l'optimisation du capteur patch rectangulaire sur substrat FR4.

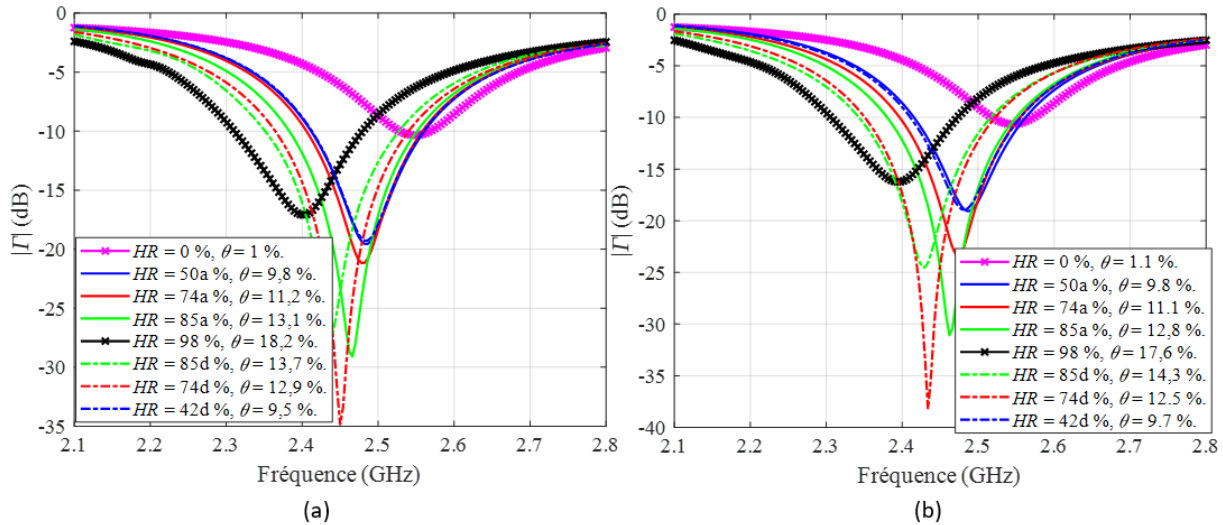


Figure 3.12 – Réponses du capteur patch rectangulaire à substrat FR4 en fonction de la fréquence aux différents états hydriques des échantillons de BDC caractérisés lors de la 1ère campagne. (a) Echantillon 1, (b) échantillon 2 (adsorption : traits pleins, désorption : traits hachurés).

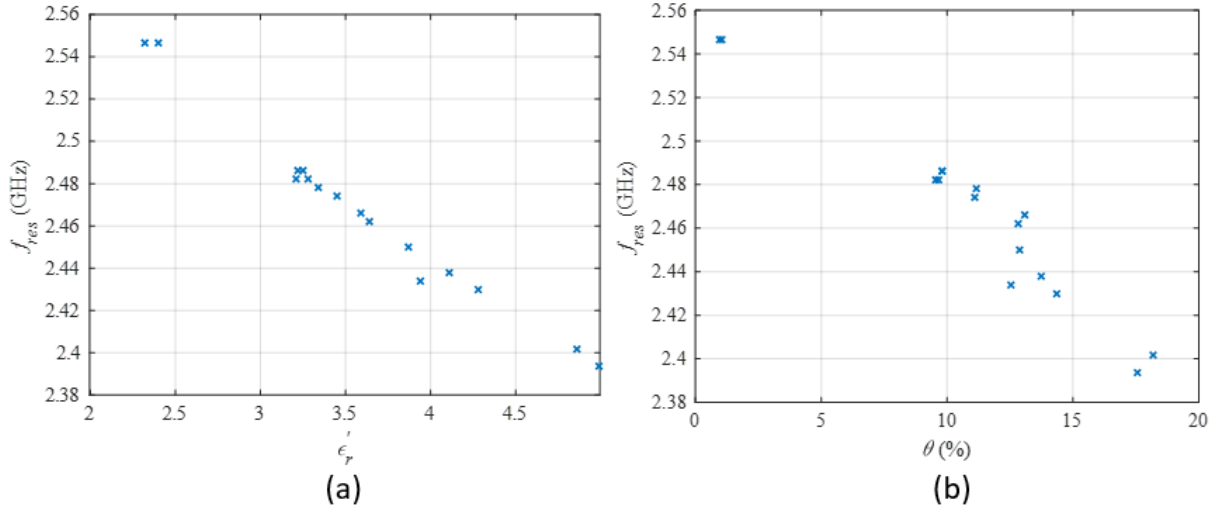


Figure 3.13 – Simulations EF de f_{res} vs. ϵ'_r (a) et f_{res} vs. θ (b) des capteurs patches rectangulaires à substrat FR4 optimisés. Les points ϵ'_r et θ de simulation correspondent aux caractéristiques des échantillons de BDC du lot n°1 mesurées au chapitre 2.

3.5.2.3 Optimisation d'un capteur patch rectangulaire à substrat Polyguide

Envisageons maintenant un capteur patch rectangulaire sur substrat Polyguide. D'usage moins répandu que le FR4, ce diélectrique possède une **permittivité environ deux fois inférieure au FR4** ($\epsilon'_{r,Poly} = 2,35$ contre $\epsilon'_{r,FR4} = 4,35$, à 2,45 GHz). En théorie (d'après les équations (3.12) et (3.13)), **ceci devrait permettre d'accroître la sensibilité** $S_{\epsilon'_r}^{f_{res}}$ du capteur d'un facteur $\sqrt{\frac{\epsilon_{r,FR4}}{\epsilon_{r,Poly}}} = 1,36$ et par suite $S_{\theta}^{f_{res}}$. C'est pourquoi nous étudions cette alternative. Toutefois, en contrepartie on accroit la longueur d'onde guidée λ_{eff} et par suite la taille du capteur (équations (3.10), (3.11) et (3.14)) et donc son encombrement. Le capteur précédent (patch rectangulaire sur substrat FR4) a été optimisé pour le lot de BDC n°1. Cette fois, **nous utilisons les caractéristiques du lot n°2**. L'optimisation, effectuée à l'aide de simulations EF (paramètres fournis dans le tableau 3.5), vise toujours à satisfaire le cahier des charges fixé en § 3.5.1. Le capteur est optimisé en fonction de valeurs de ϵ_r^* correspondant à l'état sec $\{HR \simeq 0\%, \theta \simeq 1\%\}$ (mesures en phase d'adsorption) des 5 échantillons du lot n°2 caractérisés au chapitre 2.

Du fait de la plus grande taille des capteurs et du nombre supérieur d'échantillons BDC (5 au lieu de 2), l'approche d'optimisation précédente (§ 3.5.2.2) impliquerait un nombre prohibitif de simulations EF. Nous avons donc choisi d'utiliser l'outil d'optimisation automatisé du logiciel HFSS.

Par ailleurs, l'optimisation est décomposée en deux étapes :

1. Optimisation des dimensions L et W de l'élément rayonnant et de la position x_{alim} du point d'alimentation.
2. Optimisation des dimensions L_{pm} et W_{pm} du plan de masse, L et W et x_{alim} étant fixées (résultats de l'étape 1) (figure 3.14).

La raison de l'étape n°2 est que l'étape n°1 n'a pas permis de respecter le cahier des charges de manière satisfaisante : pour les permittivités d'échantillon ε'_r les plus élevées $| \Gamma(f_{res}) | > -10$ dB, atteignant jusqu'à -7 dB (figure 3.15).

Le choix d'avoir recours aux modification du plan de masse part de l'hypothèse selon laquelle la modification des dimensions du plan de masse induit une modification de l'impédance et donc du coefficient de réflexion à l'entrée du patch. Grâce à l'optimisation des dimensions du plan de masse **le cahier des charges est respecté** : la contrainte $| \Gamma(f_{res}) | \leq -10$ dB est satisfaite quel que soit l'état hydrique du MUT, c'est-à-dire pour les valeurs de ε'_r correspondantes (figure 3.15), de même que la contrainte sur la fréquence de résonance

La figure 3.16 représente les simulations EF caractéristiques "entrée-sortie" f_{res} vs. ε'_r et f_{res} vs. θ des capteurs.

Qualitativement la tendance est celle attendue, f_{res} décroissant à mesure que l'humidité augmente (i.e. quand ε'_r augmente, conformément à l'équation 2.14). Quantitativement f_{res} passe de 2,51 GHz pour $\theta \simeq 1\%$ à 2,32 GHz lorsque $\theta \simeq 18,6\%$.

Les caractéristiques f_{res} vs. ε'_r et f_{res} vs. θ des deux capteurs sont linéaires, avec des coefficient de linéarité $R^2 \geq 0.97$. Le capteur à plan de masse étendu présente une sensibilité $S_{\varepsilon'_r}^{f_{res}} \simeq 98$ MHz/unité de ε'_r contre $S_{\varepsilon'_r}^{f_{res}} \simeq 88$ MHz/unité de ε'_r pour le capteur à plan de masse réduit. La sensibilité y perd ce que l'adaptation y gagne... Enfin, $S_{\theta}^{f_{res}} \simeq 10$ MHz/% de θ contre $S_{\theta}^{f_{res}} \simeq 9$ MHz/% de θ respectivement pour les capteurs à plan de masse étendu ou réduit.

Si l'on compare le capteur à substrat FR4 à ceux à substrat Polyguide (tableau 3.2) on constate un quasi doublement de $S_{\varepsilon'_r}^{f_{res}}$, conformément aux attentes. Par contre augmente $S_{\theta}^{f_{res}}$ dans de moindres proportions. Ceci s'expliquant par le fait que les capteur ont été optimisés respectivement par rapport aux lots de BDC n°1 et n°2 dont les caractéristiques ε'_r vs. θ diffèrent.

Paramètres	Valeur fixée*	Gamme de valeurs	Valeur optimale/fixée*
W	—	[3,4 cm – 5 cm]	4,7 cm
L	—	[3,4 cm – 5 cm]	3,6 cm
x_{alim}	—	[0 cm – 2,5 cm]	0.4 cm
y_{alim}	0*	—	0 cm*
$\varepsilon'_{r,sub}$	2,35*	—	2,35*
$\tan\delta_{sub}$	0,0002*	—	0,0002*
h	1,6 mm*	—	1,6 mm*
L_{PM}	—	[5 cm – 8 cm]	7 cm
W_{PM}	—	[4 cm – 7 cm]	5 cm
ε'_r	—	Lot BDC n°2 @{ $HR = 0\%$, $\theta \simeq 1\%$ } phase d'adsorption	—
$\tan\delta$	—	Idem	—

Tableau 3.5 – Paramètres des simulations EF pour l'optimisation du capteur patch rectangulaire sur substrat Polyguide.

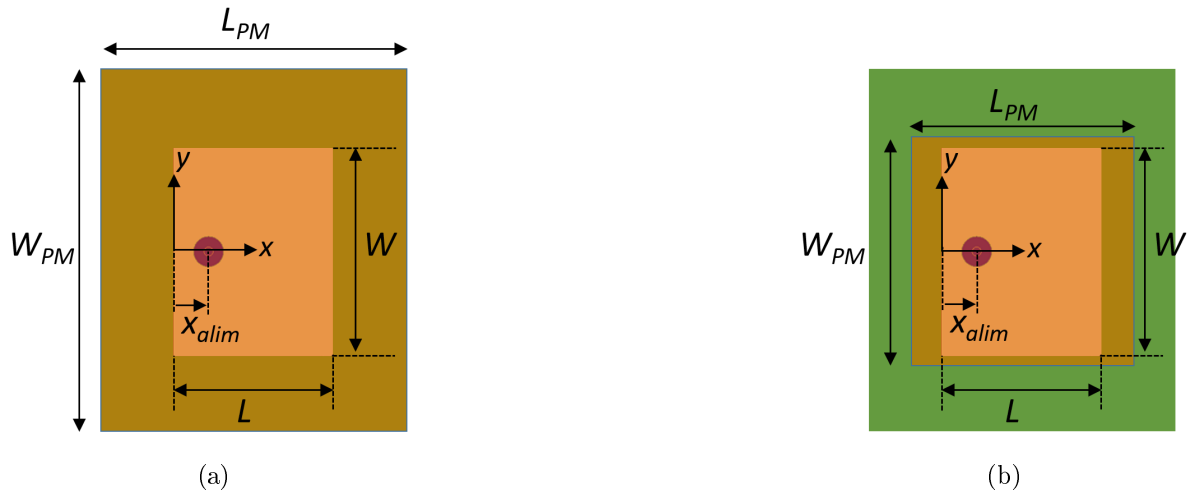


Figure 3.14 – Capteurs patches rectangulaires sur substrat Polyguide : (a) plan de masse étendu, (b) plan de masse réduit.

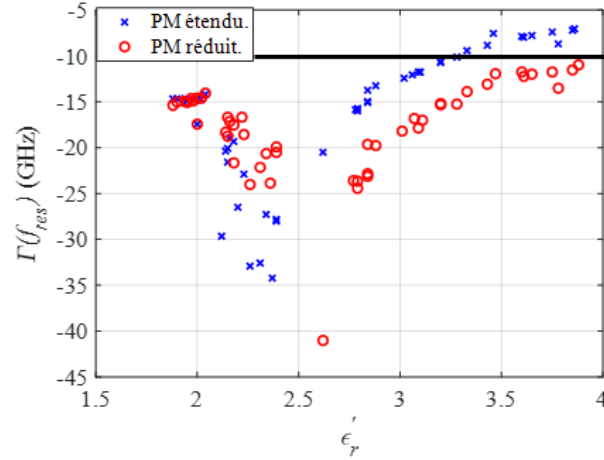


Figure 3.15 – Simulations EF de $|\Gamma(\varepsilon_r')|$ des capteur patchs rectangulaires à substrat Polyguide optimisés. Les points ε_r' de simulation correspondent aux caractéristiques des échantillons de BDC du lot n°2 mesurées au chapitre 2.

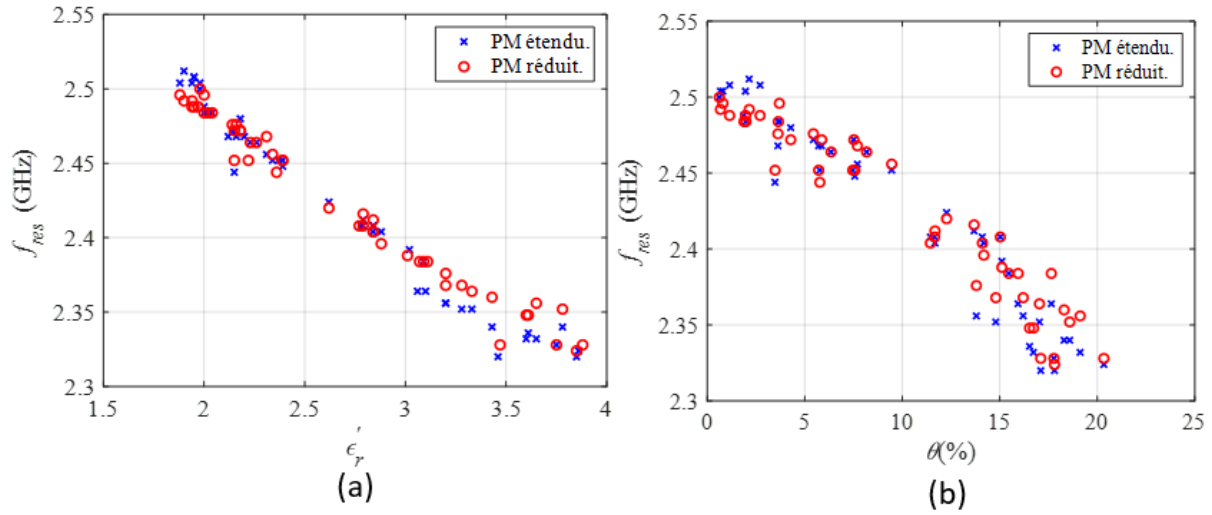


Figure 3.16 – Simulations EF de f_{res} vs. ε_r' (a) et f_{res} vs. θ (b) des capteur patchs rectangulaires à substrat Polyguide optimisés. Les points ε_r' et θ de simulation correspondent aux caractéristiques des échantillons de BDC du lot n°2 mesurées au chapitre 2.

3.5.3 Conception de capteurs patchs circulaires

Pour concevoir des capteurs patchs circulaires sur substrats FR4 et polyguide nous suivons la même démarche que pour les patchs rectangulaires. Le capteur à substrat FR4 sera conçu en fonction des caractéristiques du lot de BDC n°1, ceux sur à substrat Polyguide

en fonction du lot n°2. Préalablement à l'optimisation des capteurs à l'aide de simulations EF nous effectuons une étude paramétrique (capteur à substrat FR4).

3.5.3.1 Etude paramétrique d'une antenne patch circulaire

L'étude paramétrique d'un capteur patch circulaire à substrat FR4 a la même vocation que celle effectuée en § 3.5.2.1. Elle est réalisée au moyen de simulations EF.

Les figures 3.17 et 3.18 présentent les grandeurs électriques $|Γ(f)|$ et $ROS(f)$ de l'antenne patch pour différentes valeurs du rayon r de l'élément rayonnant. La figure 3.18 représente $|Γ(f_{res})|$ pour différentes positions r_{alim} de l'alimentation. Les tendances observées sur $|Γ(f_{res})|$ en fonction de r_{alim} sont conformes à la relation donnée par [196].

On constate que f_{res} diminue à mesure que r augmente car $λ_{eff}$ augmente (équation (3.11)).

r	r_{alim}	h	$ε'_{r,sub}$	$\tan \delta_{sub}$
32 mm	12 mm	1,6 mm	4,35	0,02

Tableau 3.6 – Paramètres des simulations EF de l'étude paramétrique d'un capteur patch circulaire : valeurs fixes ou nominales des paramètres.

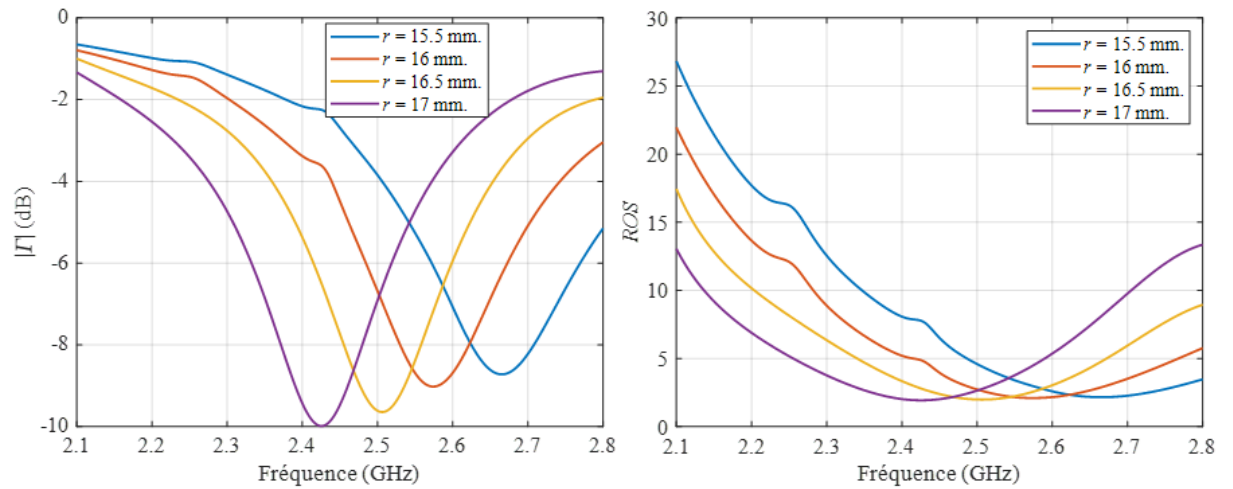


Figure 3.17 – Etude paramétrique (simulations EF) sur le rayon r d'un capteur patch circulaire. Autres dimensions et du capteur : tableau 3.6.

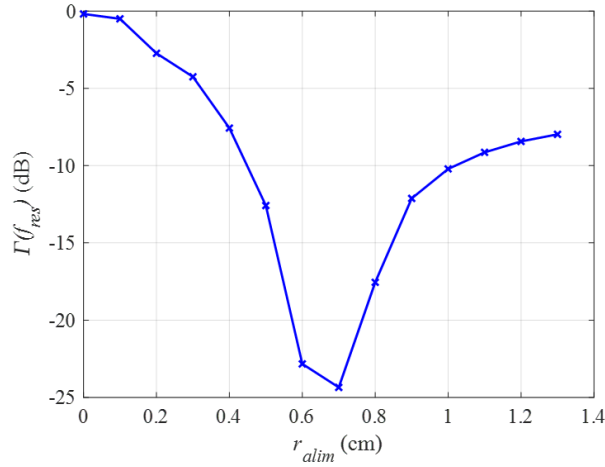


Figure 3.18 – Etude paramétrique (simulations EF) sur l’emplacement r_{alim} de l’alimentation d’un capteur patch circulaire. Autres dimensions et du capteur : tableau 3.6.

3.5.3.2 Optimisation d’un capteur patch circulaire à substrat FR4

Nous avons optimisé, en fonction du cahier des charges fixé en § 3.5.1, un **capteur patch circulaire sur substrat FR4, adapté au lot de BDC n°1**. Pour cela nous avons effectué des simulations EF (logiciel HFSS). Le tableau 3.7 fournit les paramètres des simulations : paramètres fixes, dimensions initiales et gammes de valeurs de r , r_{alim} explorées... Notons que l’optimisation du capteur a été faite à ε_r^* fixée. La valeur utilisée correspond à l’état hydrique $\{HR \simeq 85\% ; \theta \simeq 13\%\}$, en phase d’adsorption, des deux échantillons du lot n°1 caractérisé au chapitre 2. Cette optimisation a permis d’obtenir un capteur (dont les dimensions sont données dans le tableau 3.7) satisfaisant globalement le cahier des charges pour chacun des deux échantillons du lot n°1.

Les figures 3.19.a et 3.19.b représentent les simulations EF du coefficient de réflexion $|\Gamma(f)|$ du capteur optimisé, pour différents états hydriques $\{HR ; \theta\}$ de l’échantillon considéré (n°1 ou 2). Pour une simulation $|\Gamma(f)|$ donnée, le paramètre ε_r^* utilisé est celui caractérisé au chapitre 2 pour l’échantillon considéré à un état hydrique donné. Le décrochage observée à $HR = 0\%$ par rapport aux autres points de mesure est lié à l’écart de permittivité entre l’état sec et les autres états hydriques du matériau.

Ces simulations permettent de vérifier que **le cahier des charges est pratiquement respecté**. Ainsi de la contrainte $|\Gamma(f_{res})| \leq -10$ dB, qui est satisfaite pour les différents état hydrique du MUT, excepté, à 1 dB près, dans le cas où les échantillons sont secs. La contrainte $f_{res} \in [2,3 \text{ GHz} - 2,6 \text{ GHz}]$ est, elle, parfaitement respectée.

Qualitativement la tendance est de nouveau celle attendue, f_{res} décroissant à mesure

que l'humidité augmente (i.e. quand ε'_r augmente). Quantitativement f_{res} passe de $\simeq 2,52$ GHz pour les échantillons secs à $\simeq 2,40$ GHz dans le cas où l'humidité est élevée.

Paramètres	Val. initiale/fixée*	Gamme de valeurs	Pas	Val. optimale/fixée*
r	1,55 cm	[1,35 cm – 1,75 cm]	0,5 mm	1,625 cm
r_{alim}	0,6 cm	[0 cm – 1,75 cm]	0,5 mm	1,25 cm
$\varepsilon'_{r,sub}$	4,35*	—	—	4,35*
$\tan\delta_{sub}$	0,02*	—	—	0,02*
h	1,6 mm*	—	—	1,6 mm*
ε'_r	—	Lot BDC n°1 @{ $HR \simeq 85\%$; $\theta \simeq 13\%$ } phase d'adsorption	—	—
$\tan\delta$	—	Idem	—	—

Tableau 3.7 – Paramètres des simulations EF pour l'optimisation du capteur patch circulaire sur substrat FR4.

Les caractéristiques “entrée-sortie” du capteur f_{res} vs. ε'_r et f_{res} vs. θ sont **linéaires** (figure 3.20). Leur coefficient de linéarité valant respectivement $R^2 = 0,90$ et $R^2 = 0,95$. Enfin, la **sensibilité** du capteur est $S_{\varepsilon'_r}^{f_{res}} = 54$ MHz/unité de ε'_r et $S_{\theta}^{f_{res}} \simeq 9$ MHz/% de θ .

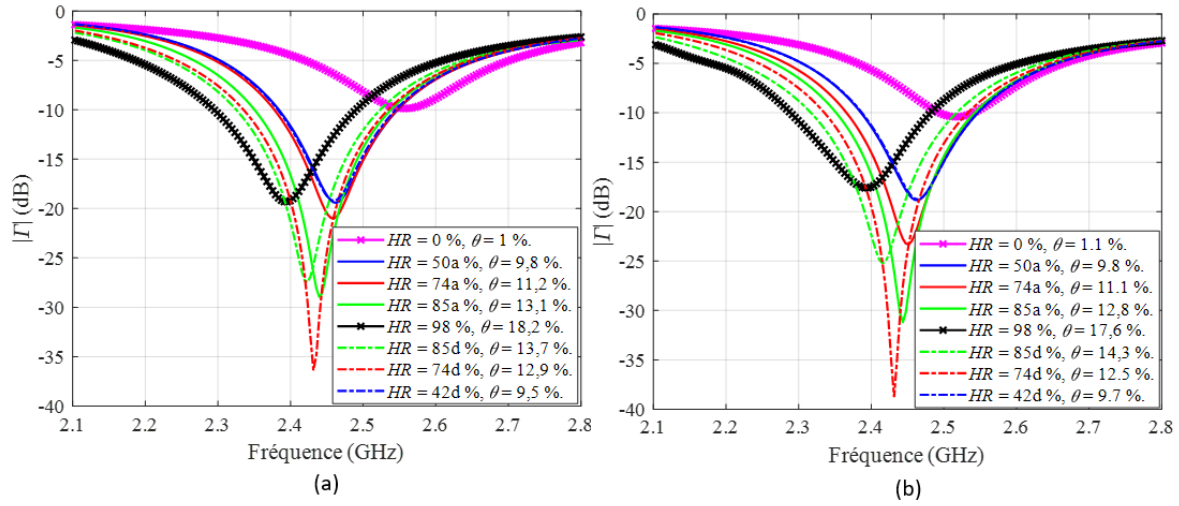


Figure 3.19 – Simulations EF de la réponse $|\Gamma(f)|$ du capteur patch circulaire sur substrat FR4, pour les ε_r^* des échantillons de BDC du lot n°1 correspondant aux états hydriques caractérisés au chapitre 2 : (a) échantillon n°1, (b) échantillon n°2.

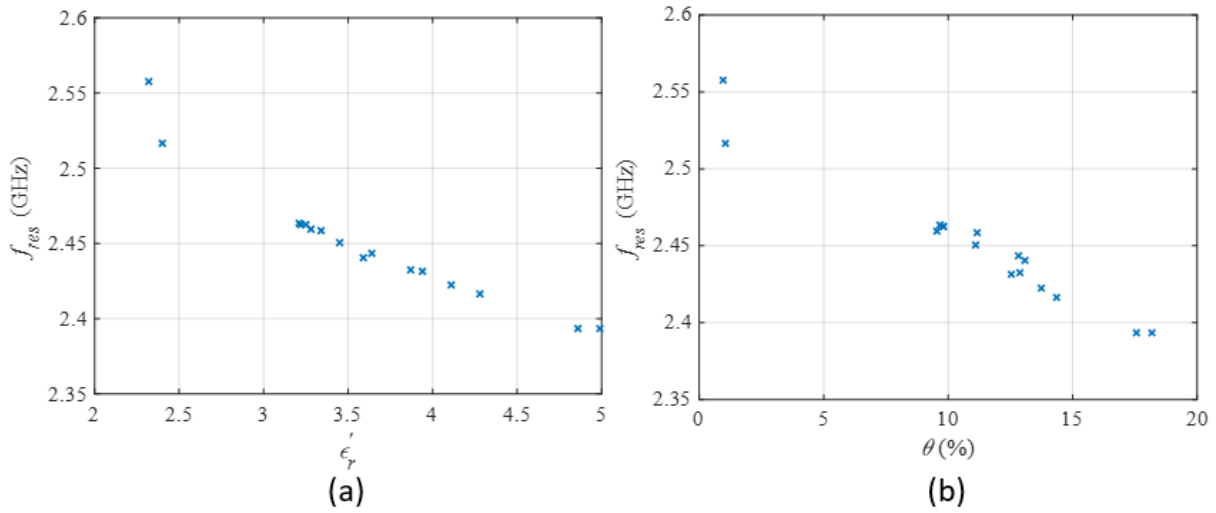


Figure 3.20 – Simulations EF de f_{res} vs. ε'_r (a) et f_{res} vs. θ (b) des capteur patches circulaires à substrat FR4 optimisés. Les points ε'_r et θ de simulation correspondent aux caractéristiques des échantillons de BDC du lot n°1 mesurées au chapitre 2.

3.5.3.3 Optimisation d'un capteur patch circulaire à substrat Polyguide

Nous considérons ici la conception d'un capteur patch circulaire à substrat Polyguide **en fonction des caractéristiques du lot de BDC n°2**. L'optimisation, effectuée à l'aide de simulations EF (paramètres fournis dans le tableau 3.8) vise toujours à satisfaire le cahier des charges fixé en § 3.5.1. Le capteur est optimisé en fonction de valeurs de ε_r^*

correspondant à l'état sec $\{HR \simeq 0\%, \theta \simeq 1\%\}$ (mesures en phase d'adsorption) des 5 échantillons du lot n°2 caractérisés au chapitre 2.

Pour les raisons expliquées en § 3.5.2.3, à hauteur h égale, le substrat Polyguide conduit à des capteurs plus grands que le FR4. Aussi, comme en § 3.5.2.3, pour éviter un nombre prohibitif de simulations EF nous avons choisi d'utiliser l'outil d'optimisation automatisé du logiciel HFSS. Nous avons également procédé en deux étapes :

1. Optimisation du rayon r de l'élément rayonnant et de la position r_{lim} du point d'alimentation. En prenant par ailleurs un plan de masse bien plus étendu que l'élément rayonnant.
2. Optimisation des dimensions L_{pm} et W_{pm} du plan de masse qui ont été définies dans le cas du patch rectangulaire, r et r_{lim} étant fixées (résultats de l'étape 1).

Paramètres	Valeur fixée*	Gamme de valeurs	Valeur optimale/fixée*
r	—	[1,7 cm – 2,5 cm]	2,2 cm
r_{alim}	—	[0 cm – 2,5 cm]	1,0 cm
L_{PM}	—	[5 cm – 8 cm]	5 cm
W_{PM}	—	[4 cm – 7 cm]	5 cm
$\varepsilon'_{r,sub}$	2,35*		2,35*
$\tan\delta_{sub}$	0,0002*	—	0,0002*
h	1,6 mm*	—	1,6 mm*
ε'_r	—	Lot BDC n°2 @ $\{HR = 0\%, \theta \simeq 1\%\}$ Phase d'adsorption	—
$\tan\delta$	—	Idem	—

Tableau 3.8 – Paramètres des simulations EF pour l'optimisation du capteur patch circulaire sur substrat Polyguide.

Comme en § 3.5.2.3, l'étape 2 avait pour but d'optimiser l'adaptation d'impédance du capteur à f_{res} .

Le cahier des charges est pratiquement respecté (figure 3.21). Ainsi de la contrainte $|\Gamma(f_{res})| \leq -10$ dB, qui est satisfaite pour les différents état hydrique du MUT. La

contrainte $f_{res} \in [2,3 \text{ GHz} - 2,6 \text{ GHz}]$ est, elle, parfaitement respectée. Notons que la deuxième étape d'optimisation n'améliore guère $|\Gamma(f_{res})|$.

Les caractéristiques f_{res} vs. ε'_r et f_{res} vs. θ des deux capteurs sont linéaires, avec des coefficient de linéarité $R^2 \geq 0,91$. Le capteur à plan de masse étendu présente une sensibilité $S_{\varepsilon'_r}^{f_{res}} \simeq 87 \text{ MHz/unité de } \varepsilon'_r$ contre $S_{\varepsilon'_r}^{f_{res}} \simeq 91 \text{ MHz/unité de } \varepsilon'_r$ pour le capteur à plan de masse réduit. Enfin, $S_{\theta}^{f_{res}} \simeq 9 \text{ MHz}/\%$ de θ pour les deux capteurs.

Si l'on compare le capteur à substrat FR4 à ceux à substrat Polyguide (tableau 3.15) on constate un quasi doublement de $S_{\varepsilon'_r}^{f_{res}}$, conformément aux attentes. Par contre les $S_{\theta}^{f_{res}}$ augmente dans des proportions moindres. Ceci s'expliquant par le fait que les capteur ont été optimisés respectivement par rapport aux lots de BDC n°1 et n°2 dont les caractéristiques ε'_r vs. θ diffèrent.

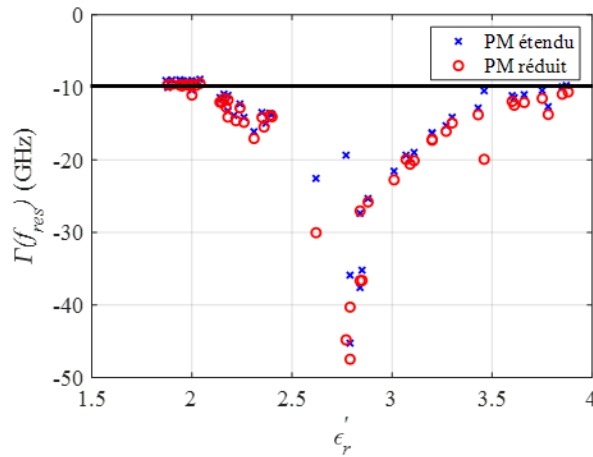


Figure 3.21 – Simulations EF de $|\Gamma(\varepsilon'_r)|$ des capteur patches circulaires sur substrat Polyguide optimisés. Les points ε'_r de simulation correspondent aux caractéristiques des échantillons de BDC du lot n°2 mesurées au chapitre 2.

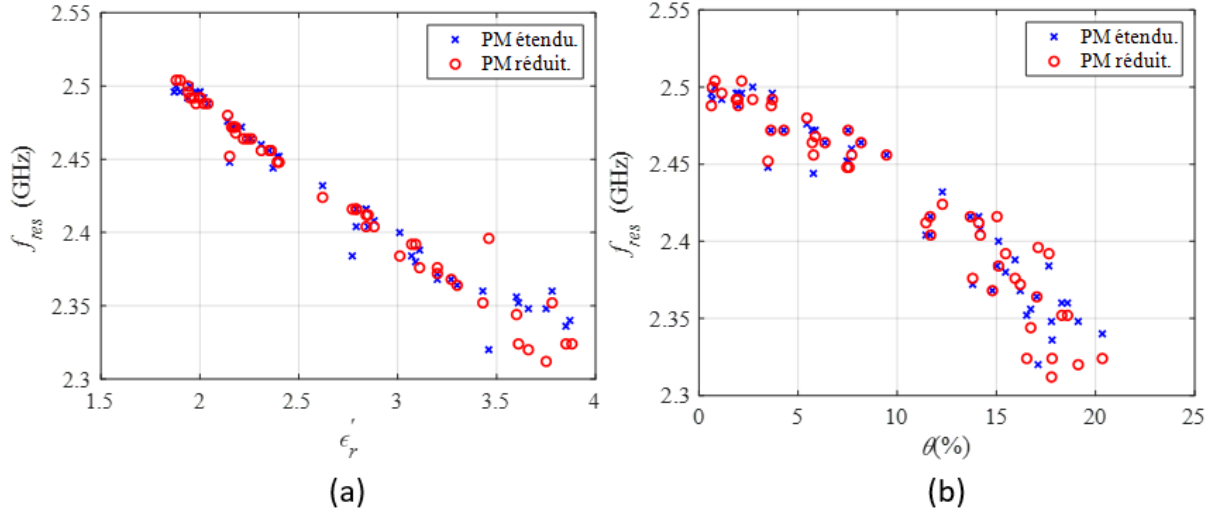


Figure 3.22 – Simulations EF de f_{res} vs. ϵ'_r (a) et f_{res} vs. θ (b) des capteur patches circulaires sur substrat Polyguide optimisés. Les points ϵ'_r et θ de simulation correspondent aux caractéristiques des échantillons de BDC du lot n°2 mesurées au chapitre 2.

3.6 Caractérisation de capteurs hydriques patches pour le BDC

Nous avons fabriqué les capteurs hydriques de type patch conçus et optimisés en § 3.5. Les patches à substrat FR4 ont été fabriqués par gravure chimique tandis que ceux à substrat Polyguide l'ont été par gravure mécanique (figure 3.23). La seconde technique est moins précise que la première ; nous y avons eu recours en raison de l'indisponibilité de la graveuse chimique pour cause de déménagement des locaux. Nous avons caractérisé les capteurs fabriqués sur des échantillons de BDC à différents état hydriques. C'est cette caractérisation que nous présentons ci-après.

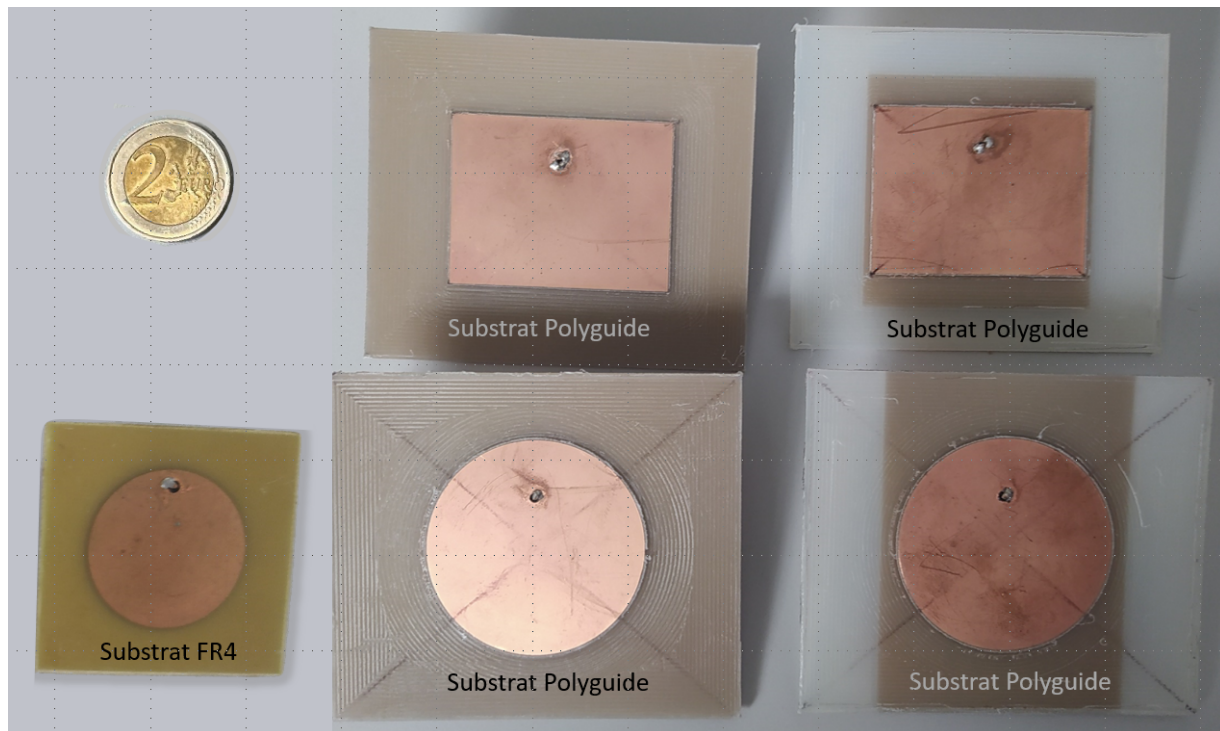
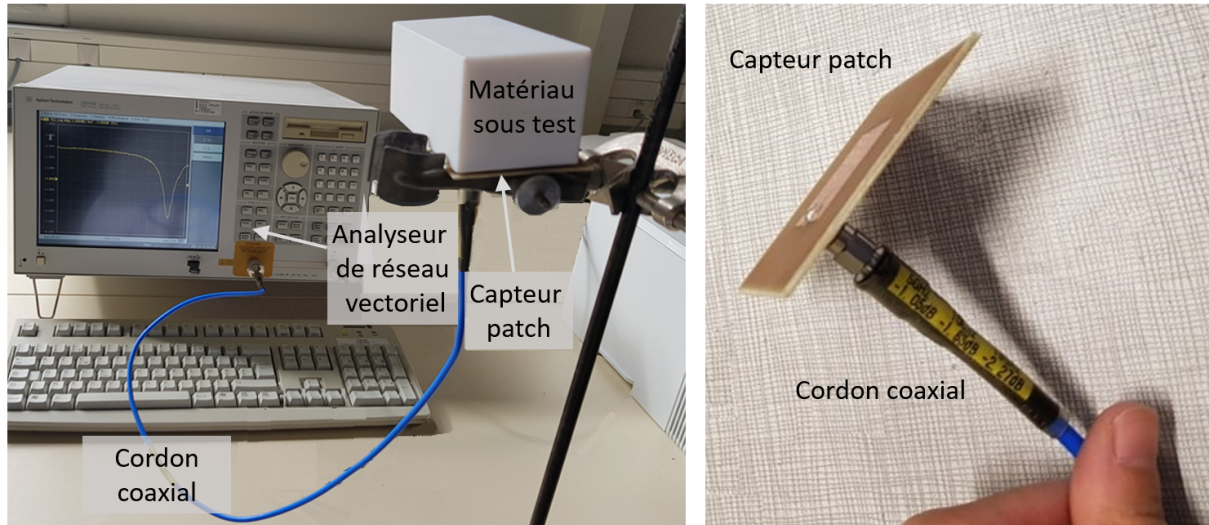


Figure 3.23 – Quelques capteurs conçus et utilisés

3.6.1 Caractérisation des incertitudes des mesures de réflectométrie

Pour caractériser les capteurs patches nous avons utilisé un banc réflectométrie tel que celui représenté figure 3.24. Un VNA (Agilent E5062A) y alimente via un cordon coaxial le capteur placé au contact d'un échantillon de BDC conditionné à un état hydrique donné.

Avant de présenter les résultats de caractérisation, nous allons estimer les incertitudes de mesure (comme pour les mesures de spectroscopie diélectrique faites au chapitre 2) : celles liées au VNA et celles dues à l'opérateur.



3.6.1.1 Incertitudes de mesure dues au VNA

Le fabricant fournit les incertitudes de mesure du VNA (Agilent E5062A) après son calibrage [197] : précision typique sur les paramètres S pour différents réglages de l'appareil. Etant donné que nous visons des mesures de réflectométrie nous ne considérons que les données concernant les coefficients de réflexion (cf. annexe, figure A.2). Pour la gamme de fréquence de l'ordre du GHz les incertitudes sur le module et la phase n'excèdent pas 5 % et 2°, ceci pour une large gamme de valeurs de module ; toutefois, l'incertitude sur la phase peut dépasser 10° lorsque le MUT est faiblement réfléchitif.

3.6.1.2 Incertitudes de mesure dues à l'opérateur

Pour estimer les incertitudes de mesure dues à l'opérateur lors de la mise en œuvre des capteurs patchs (figure 3.24), nous procédons comme suit : (i) 30 minutes après avoir allumé le VNA, on effectue un calibrage de type OSM du port utilisé ; (ii) on place le MUT au contact du capteur ; (iii) on mesure le coefficient de réflexion. On répète ces opérations 50 fois pour chacun des quatre capteurs. Les MUT utilisés sont un échantillon

de PTFE, de PMMA et un échantillon de BDC du lot n°1. Ce dernier étant utilisé afin de savoir si l'état de surface du MUT impacte les mesures.

Les figures 3.25 à 3.30 représentent la superposition des 50 mesures $|\Gamma(f)|$ faites avec les quatre capteurs sur les différents MUT ; « l'épaisseur des traits » donne un aperçu qualitatif de la dispersion des résultats. On observe en particulier, de manière logique, que les incertitudes de mesure dues à l'opérateur augmentent lorsque $|\Gamma(f)|$ diminue. En d'autres termes, elles sont d'autant plus grandes que le rapport signal sur bruit est faible. Pour chaque association capteurs/MUT, nous avons calculé la valeur moyenne $\overline{f_{res}}$ et l'écart-type $\sigma_{f_{res}}$ des 50 mesures. **Quel que soit le cas, l'incertitude sur la fréquence de résonance $\sigma_{f_{res}}$ est inférieure à 5 MHz. Cette incertitude sur f_{res} devrait engendrer une incertitude sur la teneur en eau θ mesurée par les capteurs de l'ordre $\pm 1\%$ de teneur en eau .**

En ce qui concerne $|\Gamma(f)|$, l'écart-type $\sigma_{|\Gamma|} \simeq 0,7$ dB à la fréquence de résonance, toutes associations capteur/MUT confondues. Si l'on compare les écarts-types de mesure obtenus avec les échantillons de PMMA et de PTFE à ceux obtenus avec l'échantillon de BDC on ne constate pas d'écart significatif. **La nature du matériau, notamment son état de surface, ne semble pas affecter les incertitudes de mesure dues à l'opérateur.**

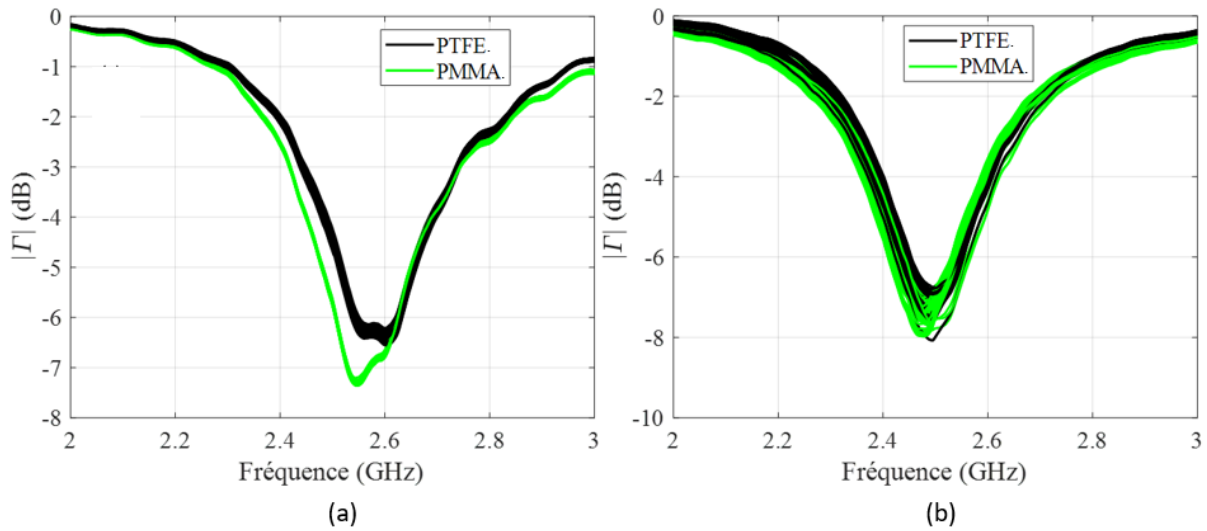


Figure 3.25 – Mesures $|\Gamma(f)|$ réalisées avec les capteurs patches à substrat FR4 : superposition de 50 ($\times 2$) mesures répétées sur un échantillon de PMMA ou du PTFE : (a) avec le patch rectangulaire, (b) avec le patch circulaire.

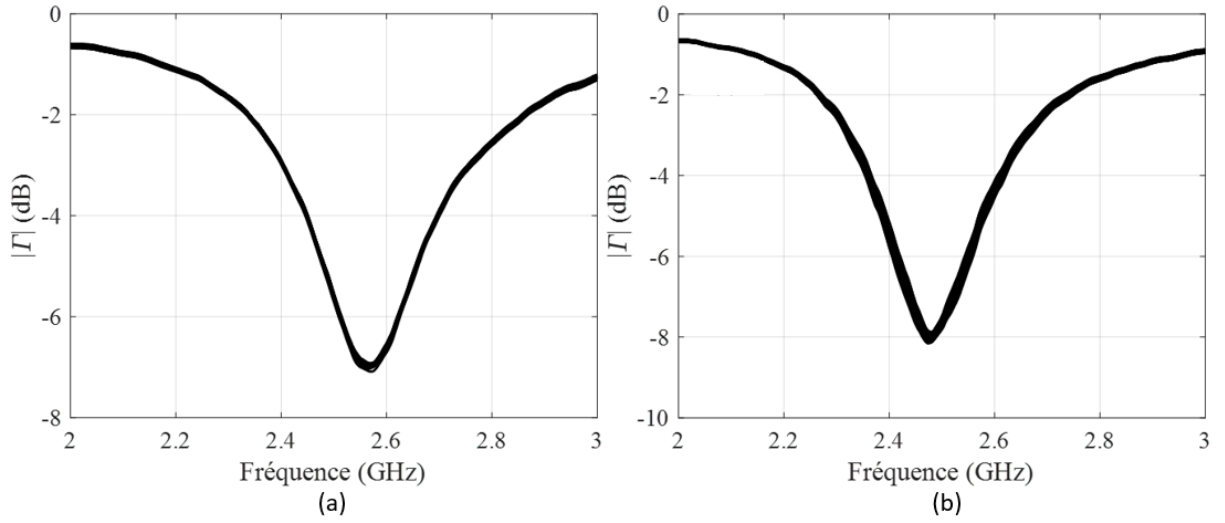


Figure 3.26 – Mesures $|\Gamma(f)|$ réalisées avec les capteurs patchs à substrat FR4 : superposition de 50 mesures répétées sur un échantillons de BDC : (a) avec le patch rectangulaire, (b) avec le patch circulaire.

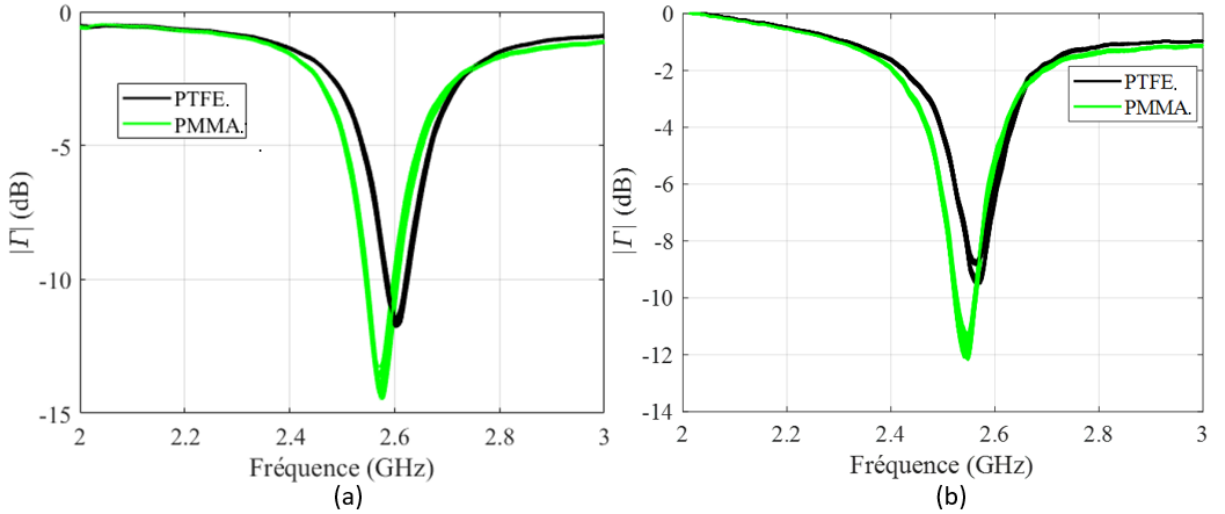


Figure 3.27 – Mesures $|\Gamma(f)|$ réalisées avec les capteurs patchs à substrat Polyguide à plan de masse étendu : superposition de $50(\times 2)$ mesures répétées sur un échantillons de PMMA ou du PTFE : (a) avec le patch rectangulaire, (b) avec le patch circulaire.

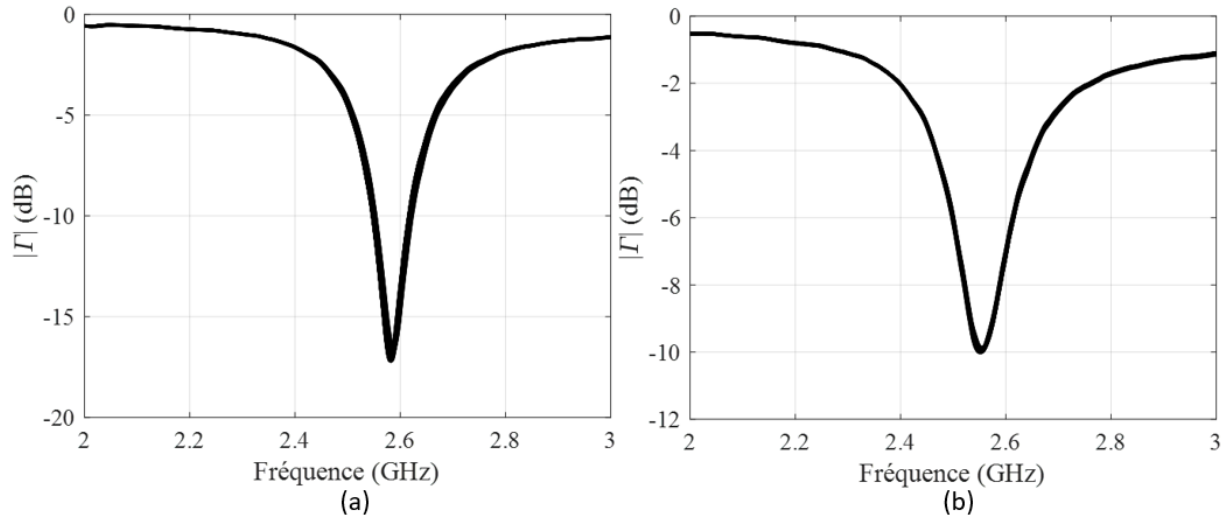


Figure 3.28 – Mesures $|\Gamma(f)|$ réalisées avec les capteurs patchs à substrat Polyguide à plan de masse étendu : superposition de 50 mesures répétées sur un échantillons de BDC : (a) avec le patch rectangulaire, (b) avec le patch circulaire.

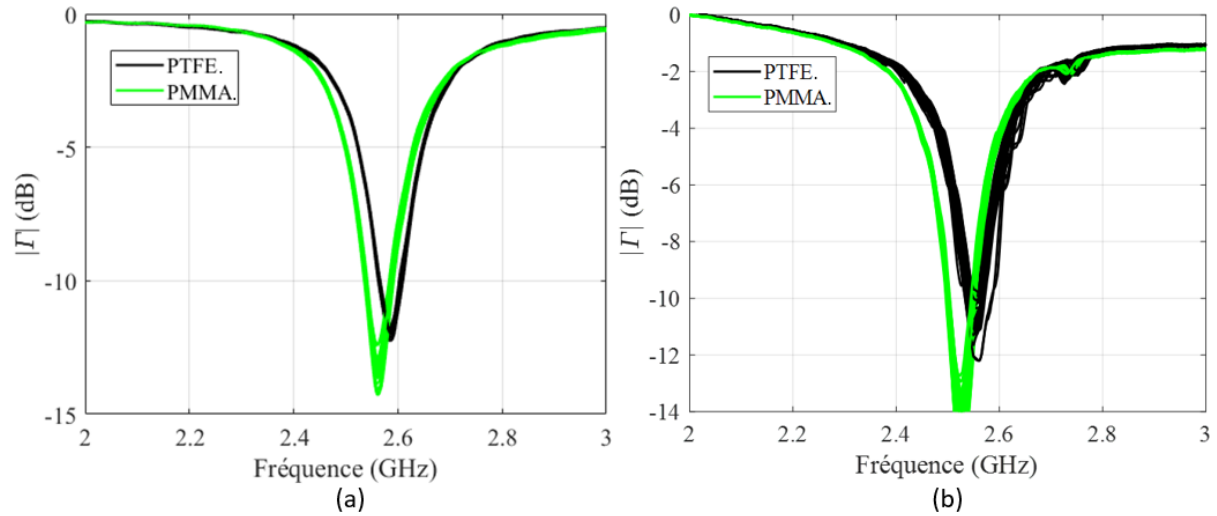


Figure 3.29 – Mesures $|\Gamma(f)|$ réalisées avec les capteurs patchs à substrat Polyguide à plan de masse réduit : superposition de 50 ($\times 2$) mesures répétées sur un échantillons de PMMA ou du PTFE : (a) avec le patch rectangulaire, (b) avec le patch circulaire.

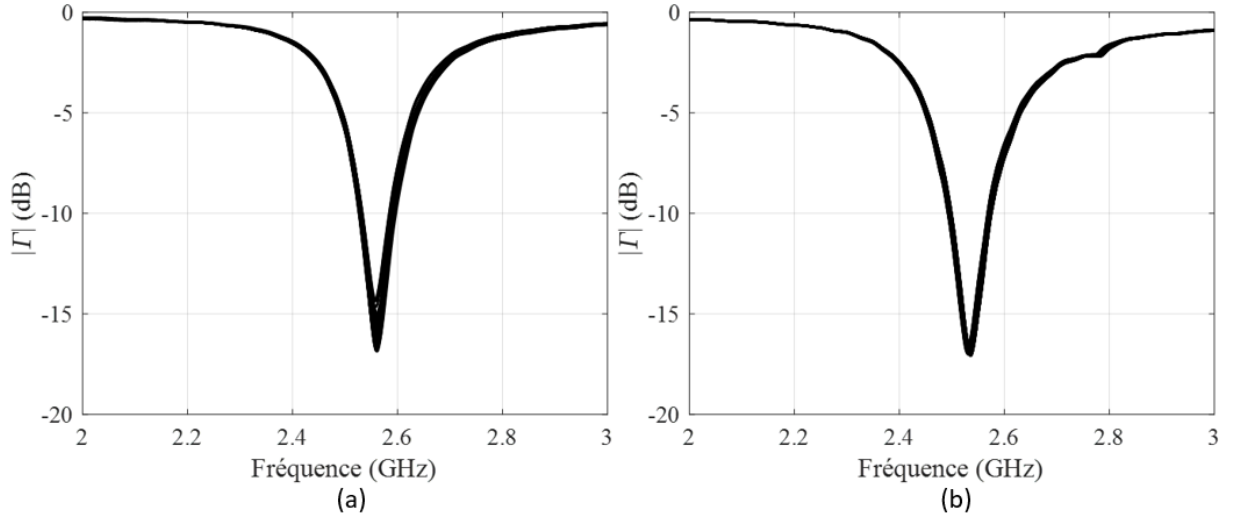


Figure 3.30 – Mesures $|\Gamma(f)|$ réalisées avec les capteurs patchs à substrat Polyguide à plan de masse réduit : superposition de 50 mesures répétées sur un échantillons de BDC : (a) avec le patch rectangulaire, (b) avec le patch circulaire.

3.6.1.3 Synthèse sur les incertitudes des mesures de réflectométrie

La caractérisation des incertitudes de mesure dues au VNA et à l'opérateur des quatre capteurs patchs montre que **les incertitudes sur f_{res} sont faibles : tous capteurs et MUT confondus, $\sigma_{f_{res}} < 5$ MHz.**

Mentionnons deux pistes en vue d'une étude plus exhaustive des incertitudes de mesure : la première serait d'utiliser des MUT présentant des différences de permittivité plus importantes que le PTFE, le PMMA et le BDC. La seconde consisterait à étudier l'influence de paramètres tels que le nombre de points de mesure ou encore la résolution du VNA.

3.6.2 Parcours du cycle hydrique du BDC par les capteurs patchs

Rappelons que les capteurs à substrat FR4 ont été conçus en fonction des caractéristiques du lot de BDC n°1 et que ceux à substrat polyguide ont été conçus en fonction du lot n°2. En ce qui concerne la caractérisation des capteurs que nous allons maintenant présenter, celle-ci a été faite sur les échantillons du lot n° 2, lors du cycle de mesures n°2 (cf. chapitre 2) pour les capteurs à substrat FR4, et lors du cycle n°3 pour ceux à substrat polyguide. Le tableau 3.9 récapitule ces informations. Si nous n'avons pas inclus les échantillons du lot n°1 à la phase de caractérisation des capteurs c'est afin de ne pas allonger (compte tenu

de nos moyens de laboratoire) la durée de conditionnement hydrique des échantillons et par suite celle des cycles de mesure. Les 5 échantillons du lot n°2 constituant un nombre suffisant en vue d'une étude de variabilité.

La figure 3.31 fournit les points de mesure $\{\theta, \varepsilon'_r\}$ des cycles hydriques n°2 et n°3, c'est dire ceux correspondant à la caractérisation des capteurs patchs. Rappelons qu'un cycle compte $n_{pts} = n_h \times n_{ech}$ points, n_h désignant le nombre d'états hydriques et n_{ech} le nombre d'échantillons du lot de BDC.

	Capteurs à substrat FR4	Capteurs à substrat polyguide
Conception	Lot n°1 (cycle de mesures n°1)	Lot n°2 (cycle de mesures n°2)
Caractérisation	Lot n°2 (cycle de mesures n°2)	Lot n°2 (cycle de mesures n°3)

Tableau 3.9 – Récapitulatif des phases conception et de caractérisation des capteurs hydriques.

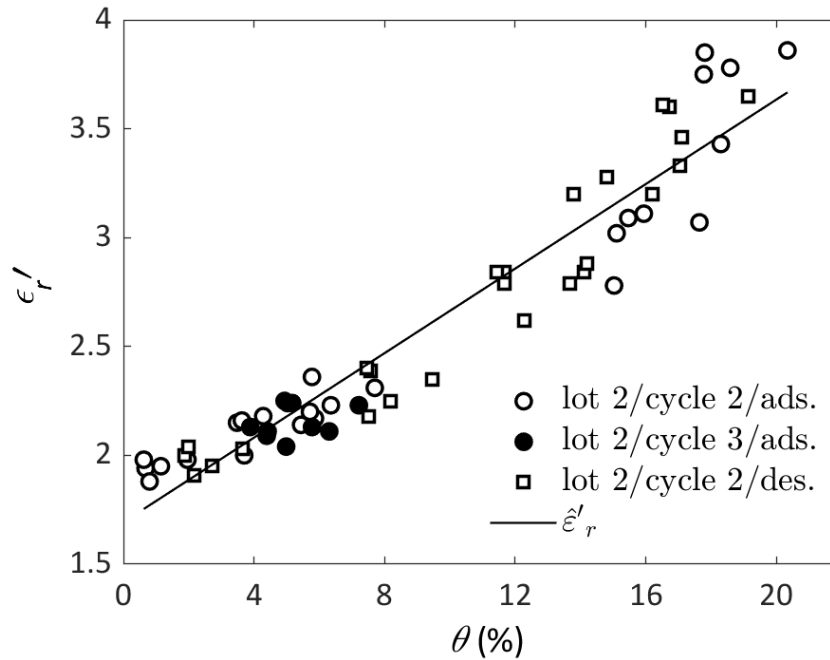


Figure 3.31 – Points $\{\theta; \varepsilon'_r\}$ (ε'_r moyen sur la bande ISM à 2,4 GHz) de mesure des cycles n°2 ($n_h = 10$; $n_{ech} = 5$; $n_{pts} = 50$) et n°3 ($n_h = 2$; $n_{ech} = 5$; $n_{pts} = 10$) réalisés sur le lot d'échantillons de BDC n°2. Nota : Les abbréviations *ads.* et *des.* désignent respectivement l'adsorption et la désorption.

3.6.3 Caractérisation des capteurs patchs à substrat FR4

Les capteurs patchs à substrat FR4 ont été caractérisés au moyen de mesures sur les 5 échantillons du lot de BDC n°2 (cf. banc expérimental figure 3.24) au long du cycle n°2, c'est à dire pour les différents états $\{HR, \theta\}$ de ce cycle hydrique (cf. chapitre 2).

Précisons pour commencer que **la contrainte du cahier des charges sur la fréquence de résonance $f_{res} \in [2,3 \text{ GHz} - 2,6 \text{ GHz}]$ est satisfaite expérimentalement par les deux capteurs.** En revanche, la contrainte $|\Gamma(f_{res})| < -10 \text{ dB}$ n'est pas totalement respectée, notamment pour les basses permittivités de MUT. Ainsi, pour les mesures sur le lot n°2 lors du cycle n°2 nous obtenons $-15 \text{ dB} < |\Gamma(f_{res})| < -7 \text{ dB}$, alors qu'en simulation la contrainte était respectée.

Dans cette section nous choisissons de concentrer notre analyse sur les caractéristiques entrée-sortie f_{res} *vs.* θ des capteurs. Nous ne présentons pas f_{res} *vs.* ε'_r , sachant que le passage de θ à ε'_r se fait simplement (cf. figure 3.31). Toutefois, nous ferons appel ultérieurement aux caractéristiques f_{res} *vs.* ε'_r , lorsqu'il s'agira d'analyser les différences entre capteurs patchs hydriques à substrats FR4 et polyguide (§ 3.6.5).

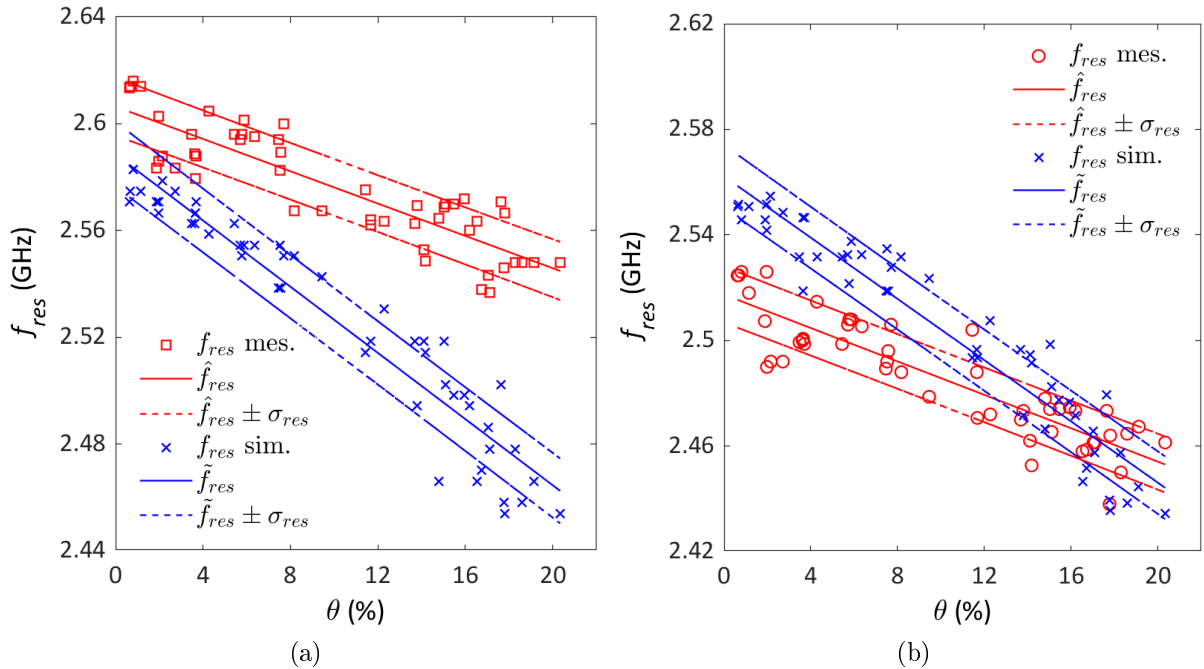


Figure 3.32 – Mesures (en rouge) et simulations EF (en bleu) des caractéristiques f_{res} *vs.* θ de patchs à substrat FR4, pour les θ (i.e. ε'_r) des échantillons du lot de BDC n°2 mesurés sur l'ensemble du cycle n°2 : (a) patch rectangulaire, (b) patch circulaire.

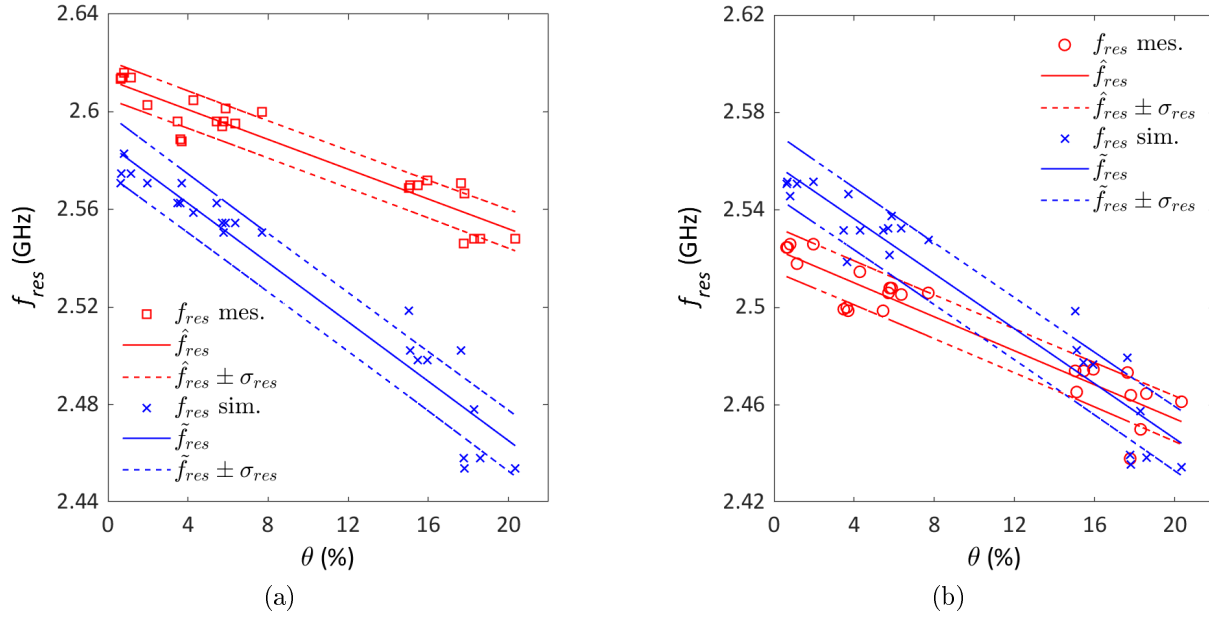


Figure 3.33 – Mesures (en rouge) et simulations EF (en bleu) des caractéristiques f_{res} vs. θ de patches à substrat FR4, pour les θ (i.e. ε'_r) des échantillons du lot de BDC n°2 mesurés en adsorption (cycle n°2) : (a) patch rectangulaire, (b) patch circulaire.

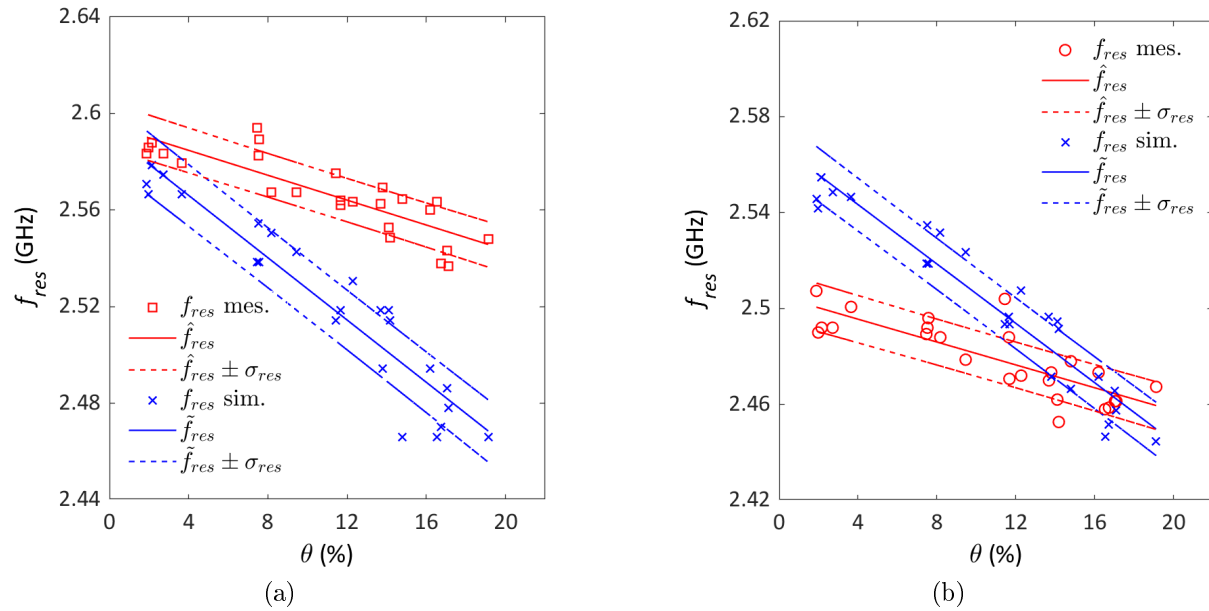


Figure 3.34 – Mesures (en rouge) et simulations EF (en bleu) des caractéristiques f_{res} vs. θ de patches à substrat FR4, pour les θ (i.e. ε'_r) des échantillons du lot de BDC n°2 mesurés en désorption (cycle n°2) : (a) patch rectangulaire, (b) patch circulaire.

		Cycle	ads.	dés.
Mesures	$\hat{f}_{res}$ (GHz)	[2,54 - 2,61]	[2,55 - 2,61]	[2,54 - 2,59]
	$R_{\hat{f}_{res}}^2$	0,77	0,90	0,72
	$S_{\hat{\theta}}^{\hat{f}_{res}}$ (MHz/%)	3,03	3,05	2,57
	$\sigma_{f_{res}}$ (MHz)	10,70	7,73	9,15
	$\sigma_{\hat{\theta}} = \left \frac{\sigma_{f_{res}}}{S_{\hat{\theta}}^{\hat{f}_{res}}} \right $ (%)	3,53	2,53	3,55
Simulations	$\tilde{f}_{res}$ (GHz)	[2,46 - 2,58]	[2,46 - 2,58]	[2,47 - 2,58]
	$R_{\tilde{f}_{res}}^2$	0,92	0,93	0,89
	$S_{\tilde{\theta}}^{\tilde{f}_{res}}$ (MHz/%)	6,20	6,07	6,44
	$\sigma_{f_{res}}$ (MHz)	11,9	12,1	12,6
	$\sigma_{\tilde{\theta}} = \left \frac{\sigma_{f_{res}}}{S_{\tilde{\theta}}^{\tilde{f}_{res}}} \right $ (%)	1,92	1,99	1,95

Tableau 3.10 – Caractéristiques mesurées et simulations EF du capteur patch rectangulaire à substrat FR4 (ads. : adsorption ; des : désorption).

		Cycle	ads	dés
Mesures	$\hat{f}_{res}$ (GHz)	[2,45 - 2,52]	[2,45 - 2,52]	[2,46 - 2,50]
	$R_{\hat{f}_{res}}^2$	0.79	0.89	0.66
	$S_{\hat{\theta}}^{\hat{f}_{res}}$ (MHz/%)	3,16	3,48	2,38
	$\sigma_{f_{res}}$ (MHz)	10,43	9,09	9,70
	$\sigma_{\hat{\theta}} = \left \frac{\sigma_{f_{res}}}{S_{\hat{\theta}}^{\hat{f}_{res}}} \right $ (%)	3,29	2,61	4,07
Simulations	$\tilde{f}_{res}$ (GHz)	[2,44 - 2,56]	[2,44 - 2,55]	[2,45 - 2,55]
	$R_{\tilde{f}_{res}}^2$	0.91	0.91	0.91
	$S_{\tilde{\theta}}^{\tilde{f}_{res}}$ (MHz/%)	5,8	5,63	6,18
	$\sigma_{f_{res}}$ (MHz)	11,7	12,9	10,8
	$\sigma_{\tilde{\theta}} = \left \frac{\sigma_{f_{res}}}{S_{\tilde{\theta}}^{\tilde{f}_{res}}} \right $ (%)	2,01	2,28	1,75

Tableau 3.11 – Caractéristiques mesurées et simulations EF du capteur patch circulaire à substrat FR4 (ads. : adsorption ; des : désorption).

Les figures 3.32, 3.33 et 3.34 fournissent les données expérimentales f_{res} vs. θ et les comparent à des simulations EF correspondant aux mêmes caractéristiques diélectriques de MUT (lot de BDC n°2, mesures du cycle n°2, cf. figure 3.31). Les tableaux 3.10 et 3.11 synthétisent les caractéristiques des capteurs (linéarité, sensibilité, écarts-types...) tirées de ces mesures et simulations.

Les caractéristiques f_{res} vs. θ expérimentales des capteurs rectangulaire et circulaire sont similaires. Elles sont relativement linéaires, avec un coefficient de détermination $R^2 \geq 0,77$ sur le cycle de sorption complet. Les mesures présentent toutefois une meilleure linéarité en phase d'adsorption que de désorption (cf. tableaux 3.10 et 3.11). On peut émettre l'hypothèse que le fait d'avoir dû interrompre le cycle de mesure n°2 durant plus de 6 mois (fermeture des locaux à cause de la pandémie de Covid 19 de 2020) avant de le reprendre, a pu affecter le comportement hydrique du matériau.

Les sensibilités mesurées des capteurs rectangulaire et circulaire sont similaires avec $S_{\theta}^{f_{res}} \simeq 3$ MHz/% de θ . Quant à l'incertitude sur la teneur en eau estimée $\hat{\theta}$, elle se caractérise par un écart-type sur l'ensemble du cycle $\sigma_{\hat{\theta}} \leq 3,55\%$ de θ , pour une plage de mesure $\theta \in [0 - 20]\%$. Notons que cette dispersion reflète essentiellement celle des échantillons de BDC. Les incertitudes de mesure propres au capteur ou à sa manipulation se caractérisant par un écart-type de l'ordre de $\sigma_{\hat{\theta}} \leq 1,2\%$ de teneur en eau (§ 3.6.1).

Si l'on compare mesures et simulations, les sensibilités des capteurs obtenues expérimentalement sont environ deux fois moindres. Les moyennes sur les deux capteurs étant de $\overline{S_{\theta}^{f_{res}}} \simeq 3,1$ MHz/% de θ pour les mesures, contre $\overline{S_{\theta}^{f_{res}}} \simeq 6,0$ MHz/% de θ pour les simulations (données du cycle complet, cf. tableaux 3.10 et 3.11). On peut supposer qu'un contact imparfait, c'est-à-dire la présence d'un gap d'air entre le capteur et l'échantillon (Annexe A.13), conjugué à des imperfections de fabrication des capteurs soient en cause. Logiquement, les incertitudes sur l'estimée simulée $\tilde{\theta}$ sont inférieures ($\sigma_{\tilde{\theta}} \leq 2,01\%$ de θ) à celles des mesures.

Remarquons par ailleurs que la sensibilité des capteurs simulée lors de la phase de conception (§ 3.5.3.3) était encore supérieure : $S_{\theta}^{f_{res}} \simeq 9$ MHz/% de θ . La différence s'explique par le fait que les capteurs ont été conçus en fonction des caractéristiques diélectriques du lot de BDC n°1 mais mesurées sur le lot n°2. Or, ϵ'_r diffèrent d'un lot à l'autre : lot

n°1 : $2,3 < \varepsilon'_r < 5$; lot n°2 : $1,9 < \varepsilon'_r < 3,9 \dots$ Le nombre de points de simulation ($n_{pts} = n_h \times n_{ech}$), 16 (8×2) pour le lot n°1, contre 50 (10×5) pour le lot n°2 peut également influencer sur les résultats.

S'agissant du facteur de qualité Q , pour les deux capteurs à substrat FR4 les valeurs expérimentales sont telles que $10 \leq Q \leq 32$, tandis qu'en simulation Q est supérieur et peut atteindre 400.

Enfin, remarquons que **la géométrie du capteur (rectangulaire ou circulaire) a peu d'influence**. On peut en conclure que **le matériau peut être considéré comme isotrope**.

3.6.4 Caractérisation des capteurs patchs à substrat Polyguide

Nous avons caractérisé expérimentalement les capteurs patchs à substrat Polyguide au moyen de mesures sur les 5 échantillons du lot de BDC n°2 (figure 3.24). Des mesures faites lors du "cycle" n°3. Faute de temps celui-ci n'a pas pu être complété et se limite à deux états hydriques en phase d'adsorption (correspondant à $HR = 32\%$ et $HR = 65\%$). Le nombre de points de mesure $n_{pts} = n_h \times n_{ech}$ est donc réduit à 10 (2×5) et les plages de variations de ε'_r et θ correspondantes sont restreintes : $\varepsilon'_r \in [2,04 - 2,25]$ et $\theta \in [2,88 - 7,21]$ (cf. figure 3.31). Compte tenu du faible nombre de points de mesure et de leur étendue limitée, les caractéristiques des capteurs calculées d'après les mesures sur le BDC ne sont données qu'à titre indicatif (linéarité, sensibilité, écarts-types...). Néanmoins, en nous appuyant sur des simulations et en exploitant des mesures effectuées aussi sur l'air et le PMMA avec les capteurs à substrats polyguides nous pouvons faire des extrapolations et tirer quelques analyses intéressantes.

En ce qui concerne l'adaptation d'impédance à la résonance (correspondant à un $|\Gamma(f_{res})|$ faible), les résultats expérimentaux sont conformes aux simulations sur la plage restreinte de permittivité considérée ($\varepsilon'_r \in [2,04 - 2,25]$). Ainsi, sur cette plage, pour les capteurs rectangulaires, que leur plan de masse soit réduit ou non n'améliore pas l'adaptation d'impédance (figure 3.35.a à comparer à la figure 3.15.a). Par contre, pour les capteurs circulaires, conformément aux simulations, la réduction du plan de masse améliore les choses (diminution de $|\Gamma(f_{res})|$ de 3 dB, figure 3.35.b à comparer à la figure 3.21.b). **La contrainte $|\Gamma(f_{res})| \leq -10$ dB du cahier des charges est respectée expérimentalement**.

talement par les deux capteurs rectangulaires et par le capteur circulaire à plan de masse réduit.

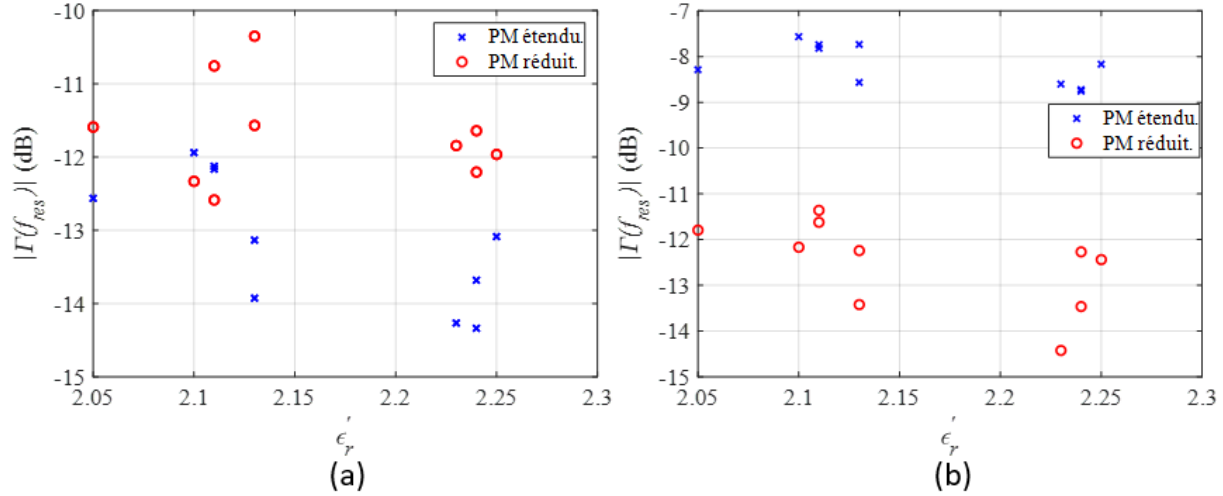


Figure 3.35 – Coefficient de réflexion mesuré à la fréquence de résonance des capteurs patches à substrat Polyguide en fonction de la permittivité des échantillons de BDC du troisième cycle de mesure : (a) rectangulaire, (b) circulaire.

Quant à la contrainte $f_{res} \in [2,3 \text{ GHz} - 2,6 \text{ GHz}]$, elle est satisfaite expérimentalement par tous les capteurs, les f_{res} étant contenues dans une plage réduite, vu la gamme restreinte de ϵ'_r considérée.

Comme en § 3.6.3, dans cette section nous analysons les caractéristiques entrée-sortie f_{res} *vs.* θ des capteurs et laissons de côté f_{res} *vs.* ϵ'_r qui seraient quasi-équivalentes à un facteur près.

Les figures 3.36 et 3.37 fournissent les données expérimentales f_{res} *vs.* θ et les comparent à des simulations EF correspondant aux caractéristiques diélectriques lot de BDC n°2, non seulement celles du cycle n°3 mais aussi celles du cycle n°2 (cf. figure 3.31). Les tableaux 3.12 (capteurs à plan de masse étendu) et 3.13 (capteurs à plan de masse réduit) synthétisent les caractéristiques des capteurs (linéarité, sensibilité, écarts-types...) tirées de ces mesures et simulations à partir des données du BDC.

Qualitativement, aussi bien expérimentalement qu'en simulation f_{res} est sensible de façon décroissante aux variations de θ et les simulations correspondant aux données des cycles n°2 et n°3 sont cohérentes.

Extrapolation des caractéristiques :

Quantitativement, compte-tenu des faibles plages de variations de ε'_r les données expérimentales mesurées sur le BDC ne permettent d'apprécier que très approximativement les caractéristiques des capteurs (linéarité, sensibilité, écarts-types...).

On peut pallier en partie ce problème en s'appuyant sur les mesures réalisées sur l'air et le PMMA avec les quatre capteurs à substrat polyguide. L'ajout de points de mesure en $\varepsilon'_r = 1$ (air) $\varepsilon'_r = 2,47$ (PMMA) permet d'étendre la plage de variation de permittivité qui passe de $\varepsilon'_r \in [2,05 - 2,25]$ à $\varepsilon'_r \in [1 - 2,47]$, ce qui a priori permet une estimation plus réaliste de la sensibilité $S_{\theta}^{\hat{f}_{res}}$ des capteurs (tableau 3.14). **Les sensibilités expérimentales extrapolées à partir des mesures sur le BDC, l'air et le PMMA avoisinent $S_{\theta}^{\hat{f}_{res}} \simeq 6$ MHz/% de θ pour les capteurs rectangulaires et $S_{\theta}^{\hat{f}_{res}} \simeq 5$ MHz/% de θ pour les capteurs circulaires.**

Elles sont inférieures à celles obtenues en simulation d'un ratio de 0,64. Les moyennes sur les quatre capteurs étant $S_{\theta}^{\hat{f}_{res}} \simeq 5,7$ MHz/% de θ pour les mesures, contre $S_{\theta}^{\hat{f}_{res}} \simeq 8,9$ MHz/% de θ pour les simulation (d'après les données du tableau 3.14). Un ratio comparable entre mesures et simulations avait été observé avec les capteurs à substrat FR4. Nous pouvons avancer la même explication que précédemment, à savoir probablement un contact imparfait (gap d'air) entre le capteur et l'échantillon, conjugué à des imperfections de fabrication des capteurs.

Quant au facteur de qualité mesuré jusque là, il avoisine 40, quelle que soit la forme de l'élément rayonnant et les dimensions du plan de masse. Les facteurs de qualité obtenus avec ce substrat sont meilleurs que ceux obtenus avec les capteurs à substrat FR4. Dans le cas du substrat Polyguide, cette valeur est amenée à augmenter car l'adaptation d'impédance va augmenter à mesure que la teneur en eau va augmenter et ce, jusqu'à une certaine valeur.

Enfin, en ce qui concerne les incertitudes de mesure, les chiffres des tableaux 3.12 et 3.13 sont donnés à titre indicatif, le nombre de points de mesure étant trop faible pour considérer ces estimations comme fiables. Sans doute n'est-il pas déraisonnable de préjuger que la vérité corresponde, comme pour les capteurs FR4, à un écart-type $\sigma_{\hat{\theta}} \leq 3,5$ % de θ .

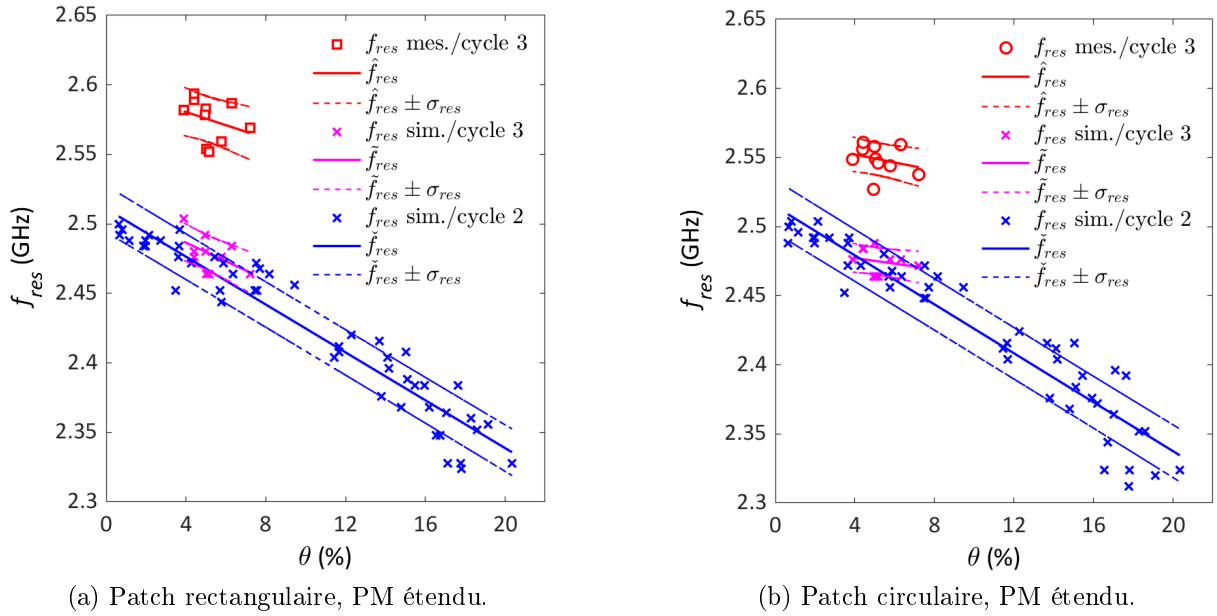


Figure 3.36 – Mesures (données du BDC uniquement : lot n°2, cycle n°3) et simulations EF des caractéristiques f_{res} vs. θ de patches à substrat Polyguide, pour les θ des échantillons du lot de BDC n°2 mesurés lors des cycles n°3 ou n°2.

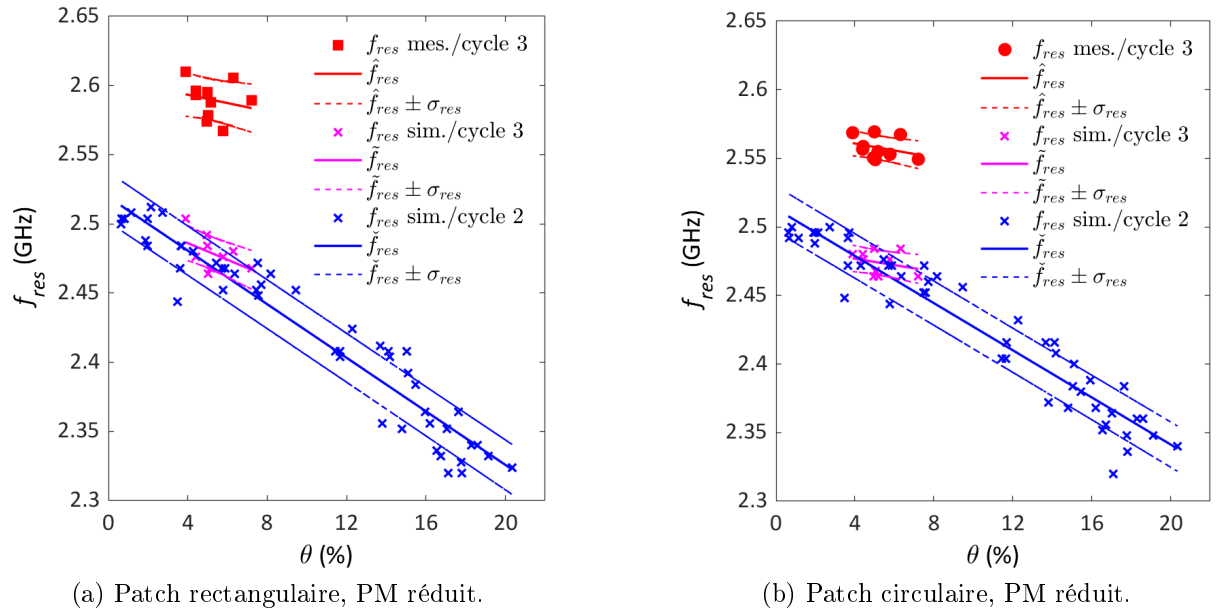


Figure 3.37 – Mesures (données du BDC uniquement : lot n°2, cycle n°3) et simulations EF des caractéristiques f_{res} vs. θ de patches à substrat Polyguide, pour les θ des échantillons du lot de BDC n°2 mesurés lors des cycles n°3 ou n°2.

		Patch rectangulaire*		Patch circulaire*	
		Cycle 3	Cycle 2	Cycle 3	Cycle 2
Mesures	$\hat{f}_{res}$ (GHz)	[2,58 - 2.59]	—	[2,55 - 2,56]	—
	$R^2_{\hat{f}_{res}}$	0,05	—	0,10	—
	$S_{\hat{f}_{res}}^{\hat{f}_{res}}$ (MHz/%)	3,01	—	2,54	—
	$\sigma_{f_{res}}$ (MHz)	15,22	—	8,84	—
	$\sigma_{\hat{\theta}}$ (%)	5,06	—	3,47	—
Simulations	$\tilde{f}_{res}$ (GHz)	[2,47 - 2.49]	[2,32 - 2,51]	[2,47 - 2,48]	[2,34 - 2,51]
	$R^2_{\tilde{f}_{res}}$	0,24	0,92	0,08	0,92
	$S_{\tilde{f}_{res}}^{\tilde{f}_{res}}$ (MHz/%)	6,00	9,68	2,33	8,60
	$\sigma_{f_{res}}$ (MHz)	12,22	17,78	9,21	16,23
	$\sigma_{\tilde{\theta}}$ (%)	2,03	1,84	3,94	1,89

Tableau 3.12 – Caractéristiques mesurées (données du BDC uniquement : lot n°2, cycle n°3) et simulations EF des capteurs patches à substrat polyguide rectangulaires et circulaire à plan de masse étendu (*).

		Patch rectangulaire*		Patch circulaire*	
		Cycle 3	Cycle 2	Cycle 3	Cycle 2
Mesures	$\hat{f}_{res}$ (GHz)	[2,56 - 2,58]	—	[2,54 - 2,55]	—
	$R_{\hat{f}_{res}}^2$	0,10	—	0,07	—
	$S_{\hat{\theta}}^{\hat{f}_{res}}$ (MHz/%)	4,72	—	-2,85	—
	$\sigma_{f_{res}}$ (MHz)	16,69	—	11,95	—
	$\sigma_{\hat{\theta}}$ (%)	3,53	—	4,20	—
Simulations	$\tilde{f}_{res}$ (GHz)	[2,46 - 2,48]	[2,33 - 2,50]	[2,47 - 2,48]	[2,33 - 2,51]
	$R_{\tilde{f}_{res}}^2$	0,26	0,92	0,06	0,90
	$S_{\tilde{\theta}}^{\tilde{f}_{res}}$ (MHz/%)	6,66	8,61	2,02	8,85
	$\sigma_{f_{res}}$ (MHz)	12,96	16,46	10,01	18,78
	$\sigma_{\tilde{\theta}}$ (%)	1,95	1,91	4,94	2,12

Tableau 3.13 – Caractéristiques mesurées (données du BDC uniquement : lot n°2, cycle n°3) et simulations EF des capteurs patches à substrat polyguide rectangulaires et circulaire à plan de masse réduit (**).

		Patch rectangulaire		Patch circulaire	
		E	R	E	R
Mesures	$S_{\hat{\theta}}^{\hat{f}_{res}}$ (MHz/%)	6,10	4,92	6,50	5,22
Simulations	$\tilde{f}_{res}$ (GHz)	[2,32 - 2,51]	[2,33 - 2,50]	[2,34 - 2,51]	[2,33 - 2,51]
	$R_{\tilde{f}_{res}}^2$	0,92	0,92	0,92	0,90
	$S_{\tilde{\theta}}^{\tilde{f}_{res}}$ (MHz/%)	9,68	8,61	8,60	8,85
	$\sigma_{f_{res}}$ (MHz)	17,78	16,46	16,23	18,78
	$\sigma_{\tilde{\theta}}$ (%)	1,84	1,91	1,89	2,12
Gravimétrie	θ (%)	[0 - 20]			

Tableau 3.14 – Caractéristiques des capteurs patches à substrat polyguide rectangulaires et circulaire extrapolées d'après les mesures sur le BDC (lot n°2, cycle n°3), l'air et le PMMA et simulées d'après les caractéristiques du BDC (lot n°2, cycle n°3). Les colonnes E et R correspondent respectivement aux capteurs à plans de masse étendus ou réduits.

3.6.5 Conclusion sur les capteurs hydriques patchs pour le BDC

Nous avons dimensionné au moyen de simulations EF et caractérisé expérimentalement six capteurs hydriques patchs pour le BDC. Leur principe repose sur une mesure du coefficient de réflexion $|\Gamma(f)|$ du capteur mis au contact du BDC et sur une estimation de θ via la fréquence de résonance f_{res} . D'après des modèles analytiques approchés cette dernière varie linéairement en fonction de ε'_r . Or, d'après les caractérisations du BDC présentées au chapitre 2 ε'_r varie linéairement en fonction de θ (figure 3.31). Ainsi, en principe, la caractéristique $f_{res} vs. \theta$ de nos capteurs doit être linéaire.

Comme **cahier des charges**, nous nous étions fixé un fonctionnement des capteurs autour de 2,45 GHz ($f_{res} \in [2,3 \text{ GHz} - 2,6 \text{ GHz}]$) et une adaptation d'impédance telle que $|\Gamma(f_{res})| \leq -10 \text{ dB}$. Tous les capteurs conçus et réalisés satisfont la première contrainte, la seconde étant imparfaitement respectée par certains capteurs (capteurs à substrat FR4 : $-15 \text{ dB} < |\Gamma(f_{res})| < -7 \text{ dB}$).

Du point de vue topologique nous avons joué sur deux paramètres : le motif de l'élément rayonnant (rectangulaire ou circulaire) et la nature du substrat diélectrique (FR4 : $\varepsilon'_{r,sub} = 4,35$ et Polyguide : $\varepsilon'_{r,sub} = 2,35$), l'épaisseur de ce dernier étant constante ($h = 1,6 \text{ mm}$). L'usage de ces motifs — conduisant à une polarisation des ondes différente — visait notamment à confirmer ou infirmer expérimentalement l'isotropie du BDC à l'échelle des interactions électromagnétiques du capteur et du MUT. Les différents substrats offraient quant à eux un moyen d'optimiser la sensibilité des capteurs, celle-ci étant, de même que f_{res} , théoriquement proportionnelle à $1/\sqrt{\varepsilon'_{r,sub}}$, toujours d'après un modèle analytique approché. En outre, $\varepsilon'_{r,sub}$ influence l'adaptation d'impédance, c'est-à-dire le couplage des ondes dans le MUT. En principe, celle-ci peut être d'autant meilleure que $\varepsilon'_{r,sub}$ est faible. Autant de propriétés dont nous avons cherché à tirer parti.

En guise de conclusion à cette étude comparons les quatre capteurs dont les caractéristiques entrée-sortie $f_{res} vs. \varepsilon'_r$ et $f_{res} vs. \theta$ simulées sont illustrées figures 3.38 et 3.39, et dont le tableau 3.15 synthétise les données expérimentales et simulées.

S'agissant de la linéarité des caractéristiques entrée-sortie, on constate qu'elle est vérifiée expérimentalement et en simulation EF, ce qui est conforme aux prédictions analytiques. Quoique tout à fait satisfaisante, cette linéarité (quantifiée uniquement pour les capteurs à substrat FR4) est moins vraie expérimentalement ($R^2_{f_{res}} \geq 0,77$, coefficient de détermination linéaire relatif à $f_{res} vs. \theta$) qu'en simulation ($R^2_{f_{res}} \geq 0,91$, idem). C'est en raison du nombre limité de points de mesure pour les capteurs à substrat

Polyguide que nous n'indiquons pas à leur sujet de valeurs expérimentales $R_{f_{res}}^2$. Celles obtenues en simulation sont identiques à celles des capteurs à substrat FR4.

S'agissant de la géométrie de l'élément rayonnant, on constate, à substrat donné, qu'elle n'influe ni sur la linéarité ni sur la sensibilité des capteurs, du moins pas significativement. Ce dont nous pouvons déduire que le BDC est isotrope du point de vue des capteurs.

Quant à l'influence de $\varepsilon'_{r,sub}$, on peut observer figures 3.38 et 3.39 que la sensibilité (c'est-à-dire la pente des caractéristiques) est supérieure pour les capteurs à substrat Polyguide. Le modèle analytique approché selon lequel les sensibilités, toutes choses égales par ailleurs, sont proportionnelles à $1/\sqrt{\varepsilon'_{r,sub}}$ s'avère assez vrai puisque **le substrat polyguide améliore la sensibilité des capteurs d'un facteur $\simeq 1,5$ en simulation EF**, sachant que $\sqrt{\frac{\varepsilon'_{r,FR4}}{\varepsilon'_{r,polyguide}}} = 1,36$; **et d'un facteur $\simeq 2$ expérimentalement**. Par ailleurs, la faible permittivité du polyguide a contribué à améliorer l'adaptation d'impédance des capteurs (c'est-à-dire à minimiser $|I(f_{res})|$), donc le couplage des ondes dans le MUT et par suite la sensibilité des mesures. Il faut ajouter que celle-ci est moins bonne expérimentalement qu'en simulation, d'un facteur 0,5 pour les capteurs substrat FR4 et 0,64 pour ceux à Polyguide. Ceci peut s'expliquer par des imperfections de réalisation introduisant un gap d'air entre le capteur et le MUT, modifiant de ce fait la permittivité diélectrique effective et dégradant l'adaptation d'impédance.

On constate donc globalement que les considérations de topologie entrant dans la démarche de conception des capteurs produisent bien les résultats escomptés.

En ce qui concerne les performances des capteurs : on peut considérer que leur point fort est une bonne sensibilité à la teneur en eau. D'après les données expérimentales (tableau 3.15), $S_{\theta}^{\hat{f}_{res}} \simeq 3 \text{ MHz}/\% \text{ de } \theta$ (substrat FR4) et $S_{\theta}^{\hat{f}_{res}} \simeq 6 \text{ MHz}/\% \text{ de } \theta$ (substrat polyguide). Notons que $S_{\varepsilon_r}^{\hat{f}_{res}} \simeq 30 \text{ MHz/unité}$ (substrat FR4) et $S_{\varepsilon_r}^{\hat{f}_{res}} \simeq 60 \text{ MHz/unité}$ (substrat Polyguide). Le lecteur un tant soit peu observateur remarquera un facteur 10 entre les valeurs de $S_{\theta}^{\hat{f}_{res}}$ et de $S_{\varepsilon_r}^{\hat{f}_{res}}$. Il se trouve simplement que la pente de $\varepsilon'_r \text{ vs. } \theta$ (régression linéaire, figure 3.31) est de 1/10. **Par contre, la dispersion des mesures, liée principalement à la variabilité des échantillons de BDC, est relativement importante et se traduit par des écarts-types $\sigma_{\hat{\theta}} \lesssim 3,5\%$ de θ , pour une plage de variations de θ de $[0\% - 20\%]$ sur l'ensemble du cycle de sorption du BDC.**

Suggérons pour finir quelques pistes à envisager dans le prolongement de cette étude :

- **Utilisation d'un substrat à air** : Diminuer la permittivité diélectrique du substrat améliore la sensibilité des capteurs patchs RF. Le recours à un substrat à air devrait donc en principe permettre de maximiser la sensibilité des mesures (moyennant l'ajout de certains éléments comme des fentes). Second intérêt de diminuer $\varepsilon_{r,sub}$ pour la caractérisation hydrique du BDC : à fréquence de fonctionnement égale les éléments rayonnants sont plus grands (dimensions de l'ordre de $\lambda_{eff}/2$), par conséquent le volume sondé aussi. Par contre, la tenue mécanique d'un substrat à air peut constituer un inconvénient.
- **Patch Multibande** : La conception d'un capteur patch bi-bande permettrait d'adosser les mesures diélectriques/hydriques à une double information, c'est-à-dire deux fréquences de résonance, idéalement situées dans des bandes ISM. Concevoir ce type de dispositif nécessiterait au préalable de caractériser le BDC sur une deuxième bande de fréquence. Une difficulté de cette approche consisterait à obtenir une mesure représentative du VER du BDC dans les deux bandes. Avec un capteur bi-bande fonctionnant par exemple à 2,4 GHz et à 5,25 GHz, la profondeur sondée à 5,25 GHz serait, à permittivité de MUT égale, environ la moitié de celle sondée à 2,45 GHz.

D'autres pistes d'étude pourraient être considérées comme l'utilisation de motifs fractals notamment dans une configuration bi-bande.

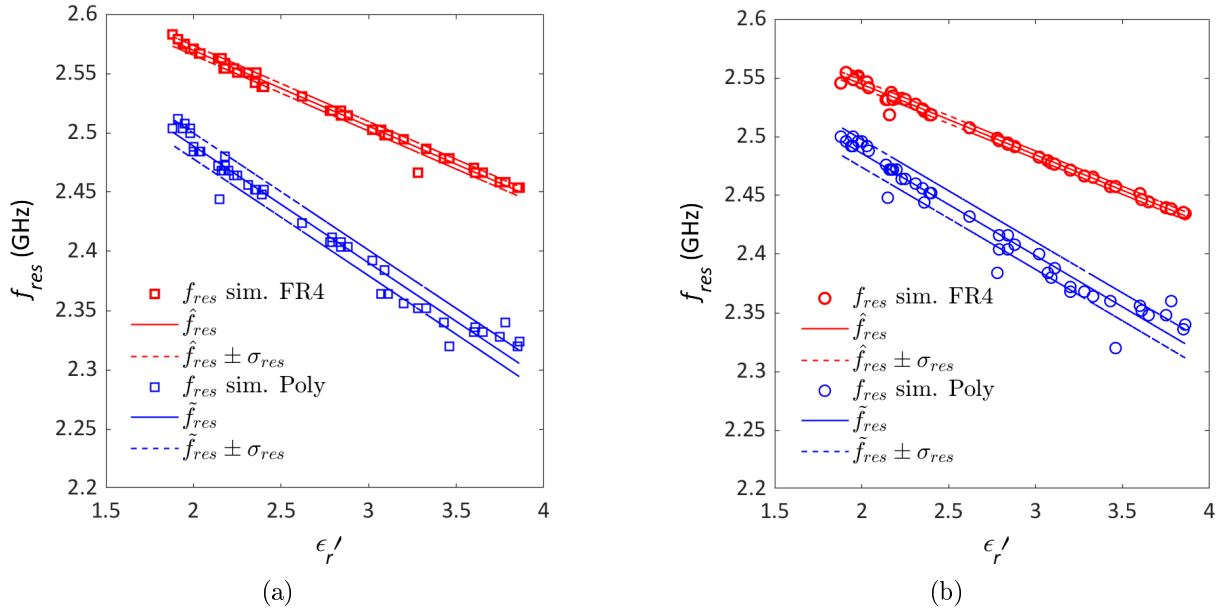


Figure 3.38 – Simulations EF des caractéristiques f_{res} vs. ϵ'_r de patches à substrat FR4 et polyguide, pour les ϵ'_r des échantillons du lot de BDC n°2 mesurées lors du cycle n°2 : (a) patches rectangulaire, (b) patch circulaires.

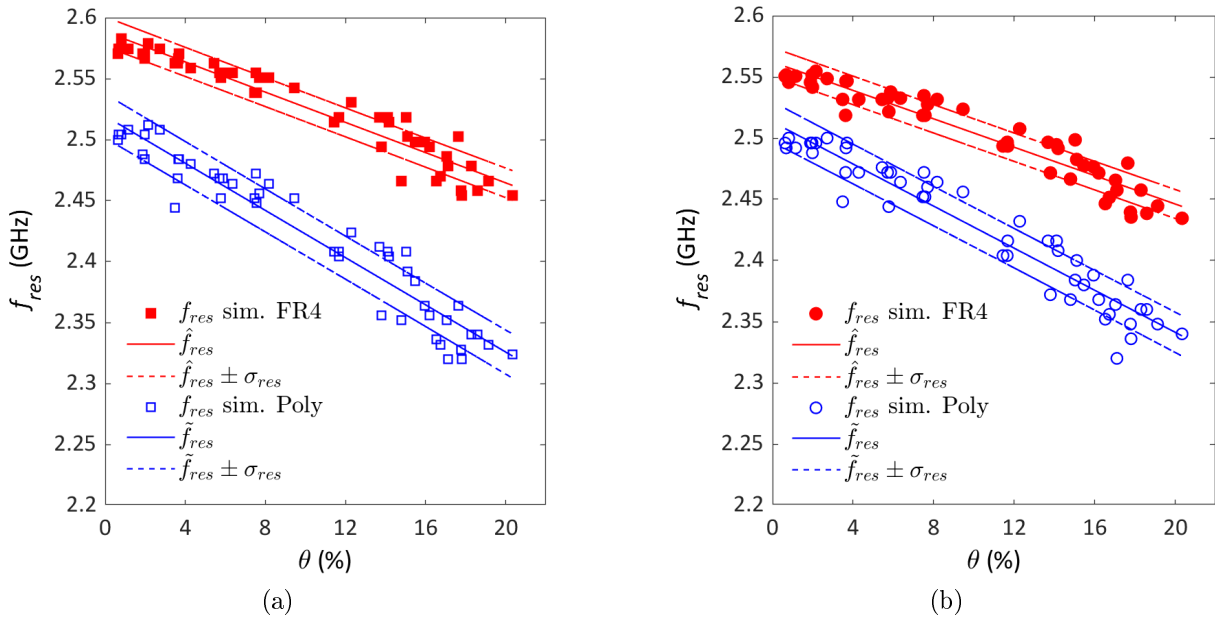


Figure 3.39 – Simulations EF des caractéristiques f_{res} vs. θ de patches à substrat FR4 et polyguide, pour les θ (i.e. ϵ'_r) des échantillons du lot de BDC n°2 mesurées lors du cycle n°2 : (a) patches rectangulaire, (b) patch circulaires.

	Patch rectangulaire substrat FR4	Patch rectangulaire substrat Polyguide	Patch circulaire substrat FR4	Patch circulaire substrat Polyguide
Mesures	$\hat{f}_{res}$ (GHz)	[2,54 - 2,61]	[2,45 - 2,51]	—
	$R^2_{\hat{f}_{res}}$	0,77	0,79	—
	$S_{\theta}^{\hat{f}_{res}}$ (MHz/%)	3,03	3,16	6,50
	$\sigma_{f_{res}}$ (MHz)	10,70	10,43	—
	$\sigma_{\hat{\theta}} = \frac{\sigma_{\hat{f}_{res}}}{S_{\theta}^{\hat{f}_{res}}} (%)$	3,53	3,29	—
	$S_{\varepsilon_r'}^{\hat{f}_{res}}$ (MHz/unité)	30,76	32,08	65,99
Simulations cycle 2	$\tilde{f}_{res}$ (GHz)	[2,46 - 2,58]	[2,32 - 2,51]	[2,34 - 2,51]
	$R^2_{\tilde{f}_{res}}$	0,92	0,92	0,92
	$S_{\theta}^{\tilde{f}_{res}}$ (MHz/%)	6,20	9,68	8,60
	$\sigma_{f_{res}}$ (MHz)	11,94	17,78	16,23
	$\sigma_{\tilde{\theta}} = \frac{\sigma_{\tilde{f}_{res}}}{S_{\theta}^{\tilde{f}_{res}}} (%)$	1,92	1,84	1,89
	$S_{\varepsilon_r'}^{\tilde{f}_{res}}$ (MHz/unité)	64,02	98,63	87,14
Mesures de gravi- métrie	θ (%)	[0 - 20]		

Tableau 3.15 – Caractéristiques mesurées et simulations EF des capteurs patches rectangulaires et circulaire à substrats FR4 ou polyguide. Pour les capteurs à substrat FR4 les données expérimentales sont celles du cycle n°2, pour ceux à substrat polyguide ce sont celles du cycle n°3 additionnées de celles de l'air et du PMMA. Les simulations correspondent aux données du cycle n°2.

3.7 Du résonateur en anneau au capteur hydrique

3.7.1 Principe d'un résonateur en anneau imprimé

Un résonateur en anneau imprimé sur substrat diélectrique se présente sous la forme d'un anneau métallique placé à proximité d'une ligne microruban apportant une excitation électromagnétique (figure 3.40). A une certaine fréquence (dite de résonance : f_{res} [198]) dont la valeur dépend des permittivités mises en jeu ainsi que des dimensions du résonateur, notamment son périmètre, la partie imaginaire de l'impédance d'entrée du circuit s'annule. Il existe des topologies à une seule ou à deux lignes ligne de transmission ; la première est destinée à des mesures en réflexion (S_{ii}), la seconde permet des mesures en transmission (S_{ij}). La réponse en transmission est celle d'un filtre sélectif dont la fréquence centrale f_{res} et le facteur de qualité Q dépendent de la permittivité du milieu environnant. En ce qui concerne l'alimentation, celle-ci peut se faire soit par couplage capacitif (cas représenté figure 3.40), soit par couplage inductif.

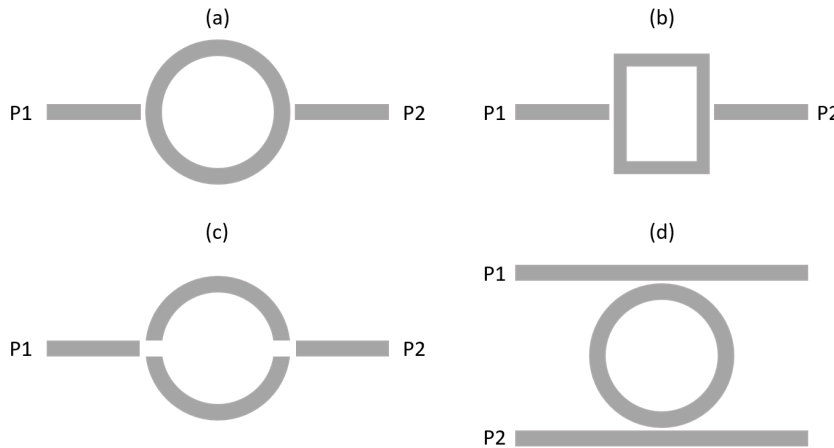


Figure 3.40 – Exemples de géométries des résonateurs en anneau [199]. Cas d'une alimentation par couplage capacitif.

3.7.2 Résonateur en anneau utilisé comme capteur hydrique pour le BDC

L'utilisation d'un résonateur en anneau comme capteur hydrique repose en grande partie sur le même principe que les capteurs patches. Les caractéristiques hydriques du BDC au contact du résonateur affectent sa permittivité diélectrique et par suite les caractéristiques électriques du capteur. Ainsi, la fréquence de résonance

f_{res} et le coefficient de transmission S_{ij} entre les deux lignes du résonateur dépendent-ils des caractéristiques hydriques. Comme avec une antenne patch, a priori f_{res} diminue quand l'humidité augmente (figure 3.41). Quant à S_{ij} , il diminue également quand l'humidité augmente. Ceci s'expliquant par une augmentation des pertes dans le matériau avec l'humidité.

Le fait qu'un résonateur où l'anneau (configuration à lignes microrubans) permette des mesures en transmission est la principale raison qui nous a conduits à envisager son utilisation en vue de mesures hydriques dans un mur de BDC. En effet, comparées aux mesures en réflexion (qui nécessitent un pont de réflectométrie et une référence de phase) les mesures en transmission peuvent être mises en œuvre de façon relativement simple et associées à des appareils de mesure plus faible coût. Ceci dans l'hypothèse d'un système conçu pour une utilisation hors laboratoire.

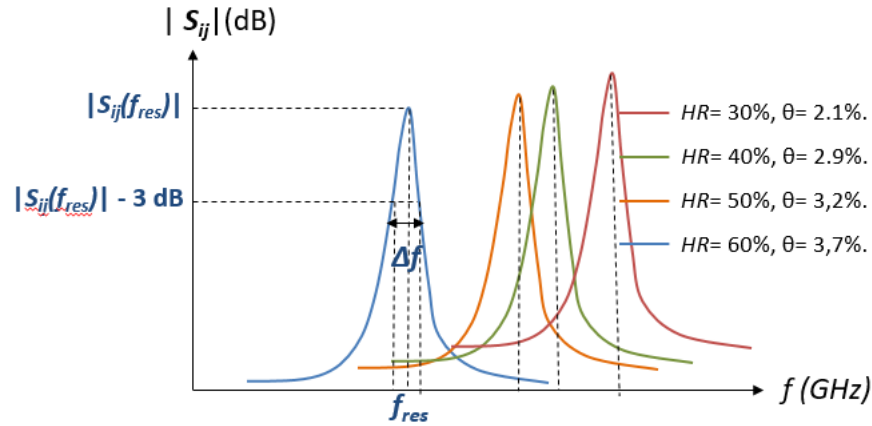


Figure 3.41 – Variation typique du coefficient de transmission $|S_{ij}(f)|$ d'un résonateur en anneau utilisé comme capteur hydrique en fonction des états hydriques du MUT (les valeurs sont choisies arbitrairement).

3.7.3 Modèle analytique d'un résonateur en anneau

Les géométries les plus courantes de résonateurs en anneaux sont circulaires ou elliptiques, même si l'on trouve, quoique rarement, des carrés (figure 3.43). Nous ne considérons que les premières.

Comme pour patches circulaires, l'approche classique consiste à modéliser les résonateurs en anneaux comme des cavités résonantes. On peut en dériver des formules analytiques utiles au dimensionnement des circuits. Nous nous bornons à rappeler celles reliant la

permittivité diélectrique effective et les dimensions de l'anneau à la fréquence de résonance f_{res} dans le cas de géométries circulaire et elliptique.

Les modes de résonance d'ordre n d'une onde se produisent lorsqu'il y a égalité entre le périmètre p de l'anneau et la longueur d'onde effective λ_{eff} (équation (2.19)). Celle-ci dépend des permittivités diélectriques mises en jeu [200].

$$p = n\lambda_{eff} \quad (3.17)$$

Dans le cas d'un anneau circulaire l'équation (3.17) devient :

$$2\pi R = n\lambda_{eff} \quad (3.18)$$

Pour le motif elliptique :

$$2\pi\sqrt{(R_a^2 + R_b^2)/2} = n\lambda_{eff} \quad (3.19)$$

La longueur d'onde guidée est liée à la permittivité diélectrique effective. Dans le cas du motif circulaire pour le mode fondamental on obtient :

$$f_{res} = \frac{c_0}{2\pi R\sqrt{\varepsilon'_{r,eff}}} \quad (3.20)$$

et dans le cas du motif elliptique :

$$f_{res} = \frac{c_0}{2\pi\sqrt{(R_a^2 + R_b^2)/2}\sqrt{\varepsilon'_{r,eff}}} \quad (3.21)$$

Quant au facteur de qualité Q , sa définition a été donnée plus haut (équation (3.7)).

A l'instar des patches rectangulaires et circulaire, la permittivité diélectrique effective des résonateurs en anneau dépend de celles du substrat et de l'environnement du résonateur (dans notre cas le BDC). On ne dispose pas pour $\varepsilon'_{r,eff}$ d'expression analytique triviale, même si certaines formulations empiriques ont été proposées dans [201, 202]. Notons que par rapport à un anneau circulaire un anneau elliptique offre un degré de liberté de dimensionnement supplémentaire (figure 3.43).

3.7.4 Etat de l'art des mesures diélectriques au moyen d'un résonateur en anneau

Historiquement, l'élément rayonnant en anneau sur un substrat diélectrique a été utilisé pour réaliser des oscillateurs et des filtres dans des circuits micro-ondes [203, 204, 205, 206], puis pour caractériser des substrat diélectriques en couches minces mis au contact de l'anneau rayonnant, via la mesure de f_{res} [207, 208]. Cette méthode a ensuite été étendue au contrôle qualité de produits alimentaires [209, 210, 211] et à l'estimation de la teneur en eau dans des sols ou de sables [200, 212, 213], voire à des matériaux comme le carton [213]. Hormis une étude sur un sable [212], cette technique a peu été utilisée pour des matériaux géotechniques ou du génie civil.

- Dans la référence [200] un résonateur en anneau sur substrat Duroid 6006 ($\epsilon'_{r,sub} = 6,15$, $h = 2,54$ mm) alimenté par couplage capacitif au moyen de deux lignes coaxiales a été mis au contact d'un sol dont θ_v variait entre 0 % et 30 % (figure 3.42). La résonance du capteur a été mesurée en fonction de θ_v et un lien a été établi entre θ_v et la permittivité diélectrique des sols ϵ_r^* , estimée d'après f_{res} . f_{res} diminue à mesure que θ_v et ϵ_r' augmentent, ce qui est conforme à l'équation (2.23). Les sensibilités de f_{res} aux parties réelle et imaginaire de ϵ_r^* et à θ_v sont respectivement de $S_{\epsilon_r'}^{f_{res}} = 18$ MHz et $S_{\theta}^{f_{res}} = 6,5$ MHz/% de θ ; f_{res} se situant ici vers 1,1 GHz.
- La référence [212] présente des résultats de caractérisation d'un sable conditionné à des teneurs en eau allant de 0 à 16 %. Le matériau a été caractérisé au moyen d'un résonateur en anneau circulaire fonctionnant à 2,45 GHz, imprimé sur un substrat de caractéristiques $\epsilon'_{r,sub} = 2,6$, $h = 1,8$ mm. Le décalage fréquentiel de f_{res} est de 3 % pour la gamme de teneurs en eau considérée.

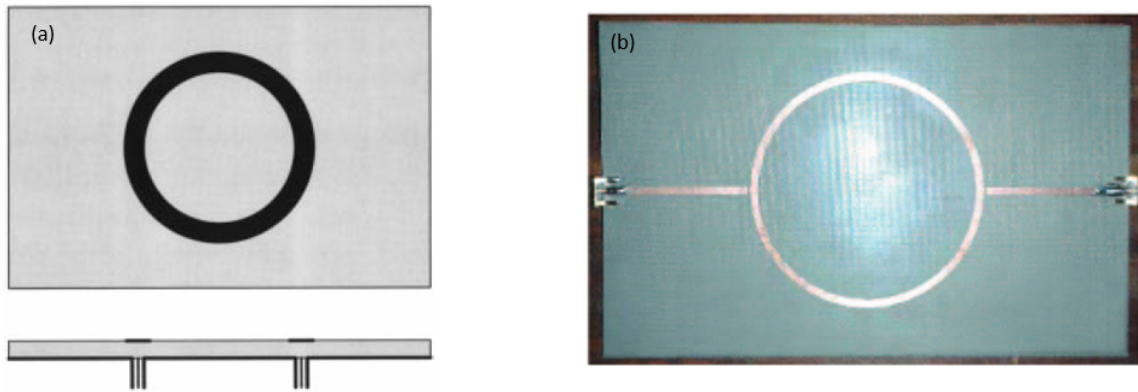


Figure 3.42 – Résonateurs utilisés : (a) dans [200], (b) dans [213].

3.8 Conception d'un capteur hydrique à double résonateur pour le BDC

3.8.1 Cahier des charges du capteur hydrique à double résonateur en anneau

Les murs de BDC sont réputés pour leur effet tampon — régulations thermique et hydrique — et utilisés dans les bâtiments à cet effet. La littérature propose sur ce sujet quelques études expérimentales basées sur l'insertion dans un mur de BDC de capteurs d'humidité relative HR à effet capacitif [57]. Il s'agit de capteurs initialement destinées à mesurer HR dans l'air, conditionnés (encapsulés) pour les mesures dans le béton.

Nous envisageons ici une alternative reposant des mesures RF consistant en un **dispositif invasif à deux résonateurs en anneaux utilisé en transmission (figure 3.50) en vue d'estimer l'humidité en deux endroits à l'intérieur d'un mur de BDC**. La réponse en transmission $S_{ij}(f)$ d'un résonateur en anneau est celle d'un filtre sélectif dont la fréquence centrale f_{res} (résonance) et le facteur de qualité Q dépendent de la permittivité du milieu environnant. Le principe du capteur est de mesurer les variations des f_{res} des deux anneaux induites par les variations hydriques locales. L'intérêt de ce double résonateur est de suivre les variations et transferts d'humidités dans un mur de BDC

Nous fixons pour ce dispositif le cahier des charges suivant (notons que nous n'imposons pas directement de contrainte sur Q) :

- **Coefficient de transmission $|S_{ij}|$** : le coefficient de transmission entre les deux ports de chaque résonateur doit satisfaire $|S_{ij}(f_{res})| > -20 \text{ dB}$ (contrainte sur les pertes en transmission).
- **Fréquences de fonctionnement** : le dispositif doit fonctionner dans le bande pour laquelle la permittivité diélectrique du BDC a été caractérisée (chapitre 2), on impose donc $f_{res} \in [1,72 \text{ GHz} - 2,61 \text{ GHz}]$.
- **Découplage des résonateurs** : l'écart Δf_{res} entre les f_{res} des deux résonateurs doit satisfaire $\Delta f_{res} > 50 \text{ MHz}$ afin de bien distinguer les deux résonances.

Nous choisissons une topologie microruban à alimentation par couplage capacitif similaire à celle de la figure 3.40.d. Pour un substrat diélectrique donné, les éléments à dimensionner sont les suivants (figure 3.43) :

- **Largeur des lignes w** : la largeur des lignes détermine leur impédance caractéristique. Leur dimensionnement peut être réalisé à l'aide de l'abaque de Wheeler [214] qui permet, pour un substrat donné (permittivité et épaisseur h), de définir l'impédance de la ligne en fonction de sa largeur.
- **Largeur du gap g** : g influe sur le coefficient de transmission S_{ij} et dans une moindre mesure sur f_{res} .
- **Dimensions du résonateur** : les rayons R d'un résonateur circulaire ou (R_a, R_b) d'un résonateur elliptique influent eux aussi sur f_{res} (équations (3.20) et (3.21)).

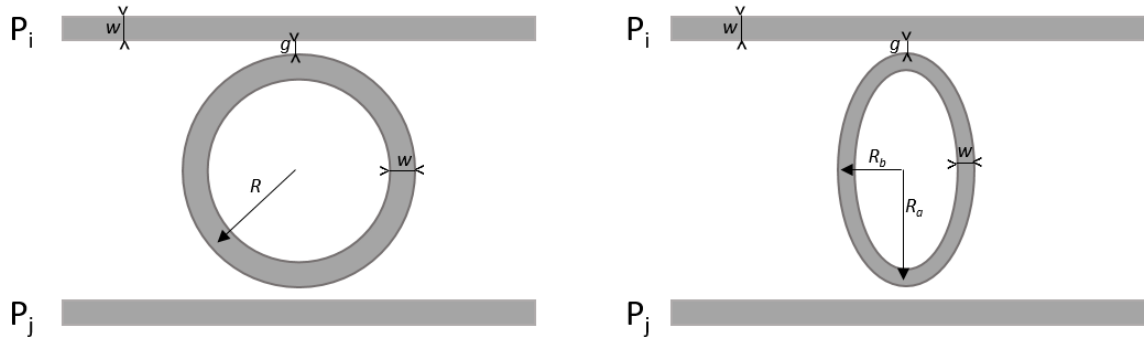


Figure 3.43 – Dimensions des résonateurs circulaire et elliptique.

3.8.2 Etude paramétrique d'un double résonateur en anneau

Considérons un **résonateur en anneau elliptique imprimé sur un substrat Polyguide alimenté par deux lignes microrubans** (figure 3.43). Nous étudions ici au moyen de **simulations EF** l'influence des dimensions du résonateur sur $|S_{ij}(f)|$. Pour cela, nous faisons varier une dimension, les autres étant fixées (cf. tableau 3.16).

Les figures 3.44 et 3.45 représentent $|S_{ij}(f)|$ respectivement pour différentes valeurs du gap g et du rayon R_b . Elles montrent qu'une **augmentation de g entraîne une diminution de $|S_{ij}|$** , c'est à dire une **augmentation des pertes d'insertion** à cause de la **diminution du couplage entre les lignes et le résonateur**. Quant à R , son **augmentation provoque une diminution de f_{res}** . Ce résultat est en accord avec les équations (3.20) et (3.21). On observe également une augmentation de f_{res} lorsque g augmente. Ce résultat s'explique d'après le modèle électrique d'un résonateur alimenté par deux lignes microrubans [215]. Notons qu'une étude paramétrique sur R_a, R_b étant fixé, donnerait des résultats similaires à l'étude paramétrique sur R_b . Une autre étude paramétrique pourrait être effectuée et consiste en l'étude de l'influence de la distance

entre les deux résonateurs ainsi que l'étude de la distance des 2 résonateurs par rapport aux 2 ports d'entrée.

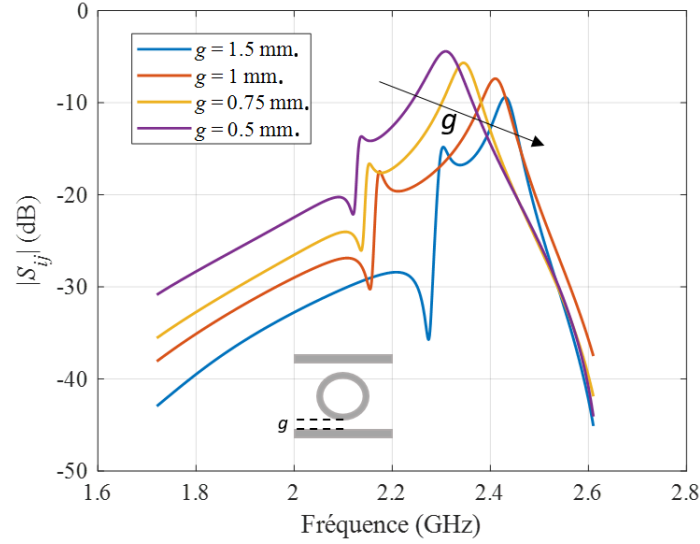


Figure 3.44 – Etude paramétrique par simulations EF sur le gap g d'un résonateur en anneau elliptique. Autres dimensions du capteur : cf. tableau 3.16.

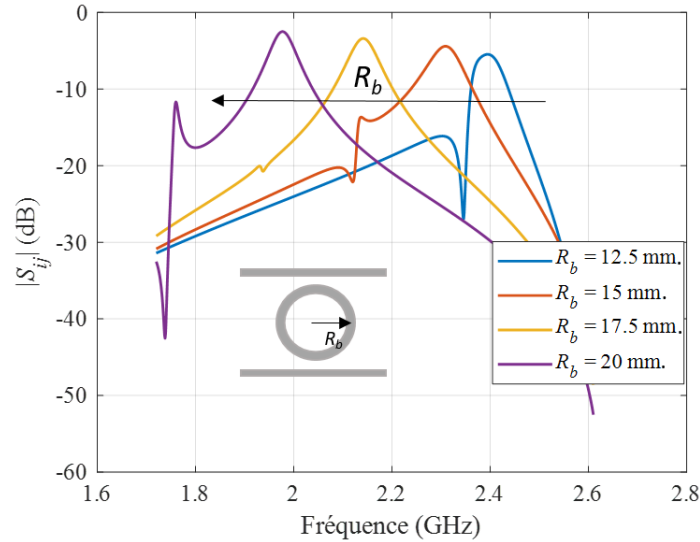


Figure 3.45 – Etude paramétrique par simulations EF sur le rayon R_b d'un résonateur en anneau elliptique. Autres dimensions du capteur : cf. tableau 3.16.

Paramètre	w	g	R_a	R_b	$\varepsilon'_{r,sub}$	$\tan \delta_{sub}$
Valeur	3,5 mm	0,5 mm	15 mm	15 mm	2,35	0,0002

Tableau 3.16 – Paramètres des simulations par éléments finis d'un résonateur en anneau elliptique : valeurs fixes ou nominales des paramètres (figure 3.43).

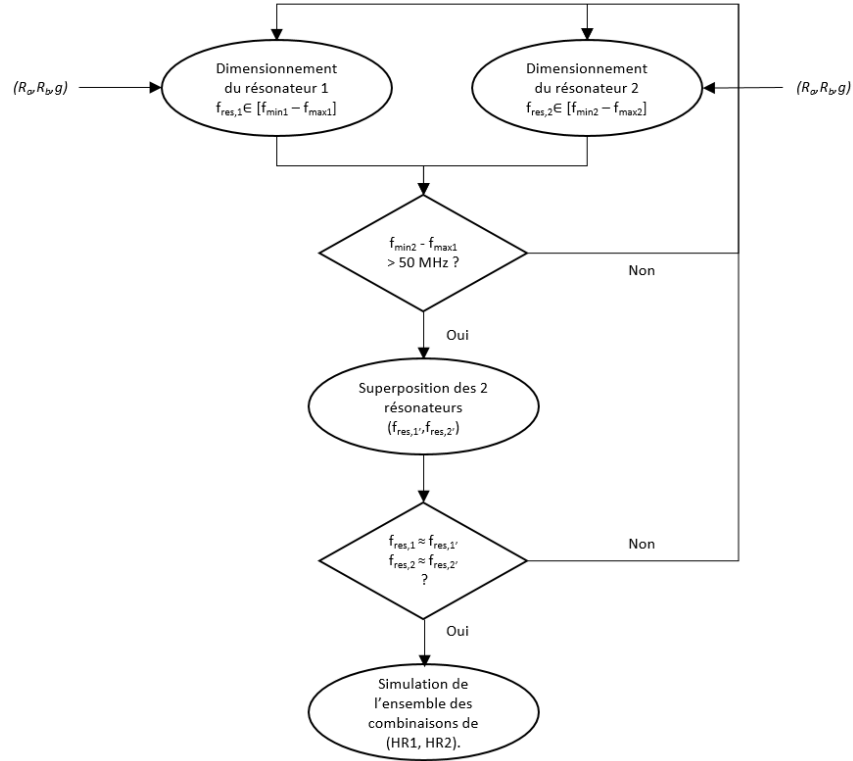


Figure 3.46 – Procédure de dimensionnement d'un double résonateur en anneau à partir de simulations EF.

3.8.3 Optimisation d'un double résonateur en anneau

Nous considérons ici le dimensionnement d'un double résonateur en anneau en fonction du cahier des charges fixé en § 3.8.1. Pour ce faire nous utilisons des simulations EF (logiciel HFSS). Le dispositif, destiné à des mesures d'humidité, est **conçu en fonction des caractéristiques du lot de BDC n°2** sur la bande [1,72 GHz – 2,61 GHz] mesuré pour différents états hydriques $\{HR, \theta\}$ (figure 2.43).

La procédure d'optimisation est schématisée figure 3.46. Elle consiste à optimiser itérativement les dimensions de deux résonateurs, chacun étant simulé séparément, pour un MUT dont les caractéristiques sont celles d'un BDC sec (occupant les volumes situés au dessus et au dessous des résonateurs : figure 3.47) afin que pour cet état hydrique $f_{res1} \simeq 2,5$ GHz et $f_{res2} \simeq 2,1$ GHz (l'indice 1 ou 2 désigne le résonateur). Ceci dans le but de respecter au mieux la double contrainte $f_{res} \in [1,72 \text{ GHz} - 2,61 \text{ GHz}]$ et $\Delta f_{res} > 50 \text{ MHz}$ du cahier des charges. Le tableau 3.8 donne les paramètres des simulations, les dimensions optimisées étant le rayon R_a et le taux d'ellipsité $\alpha \triangleq R_a/R_b$. Les dimensions optimales sont également données dans ce tableau.

Paramètres	Val. initiale/fixée*	Gammes de valeurs	Pas	Val. optimale/fixée*
R_{a1}	15 mm	[10 mm – 20 mm]	0,5 mm	15,5 mm
$\alpha_1 = R_{a1}/R_{b1}$	1	[0,5 – 1,5]	0,1	0,9
R_{a2}	15 mm	[10 mm – 20 mm]	0,5 mm	15,5 mm
$\alpha_2 = R_{a2}/R_{b2}$	1	[0,5 – 1,5]	0,1	1,3
$w = w_1 = w_2$	3,9 mm*	—	—	3,9 mm*
$g = g_1 = g_2$	500 μm	—	—	500 μm
$\varepsilon'_{r,sub}$	2,35*	—	—	2,35*
$\tan\delta_{sub}$	0,0002*	—	—	0,0002*
h	1,6 mm*	—	—	1,6 mm*
ε'_r	—	Lot BDC n°2 @{< HR = 0%, θ = 1% >} Phase d'adsorption	—	—
$\tan\delta$	—	Idem	—	—

Tableau 3.17 – Paramètres des simulations EF pour l'optimisation du double résonateur en anneau (figure 3.43). Les indices 1 et 2 font référence aux résonateurs.

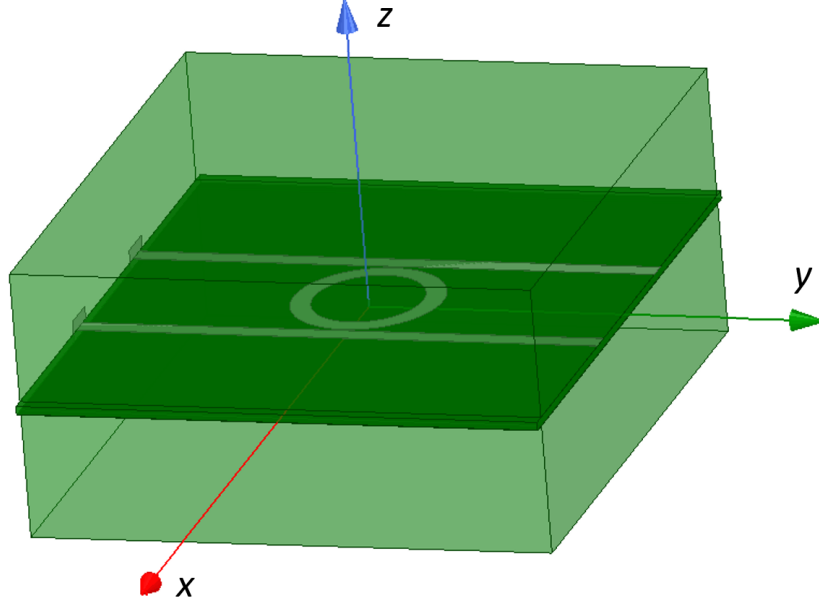


Figure 3.47 – Mono-résonateur.

3.8.3.1 Simulation EF des deux mono-résonateurs

Les figures 3.48.a et 3.48.b représentent les réponses $|S_{ij}(f)|$ des deux résonateurs optimisés, simulées pour différentes HR (en utilisant les spectre diélectriques expérimentaux correspondants : figure 2.43). Les dispositifs simulés ne comportent qu'un seul résonateur (figure 3.47).

Les pertes d'insertion à la résonance (non représentées) satisfont $|S_{ii}(f_{res})| > -20$ dB. Les plages de variation de f_{res} (pour HR variant entre 0 et 94 %) des résonateurs 1 et 2 sont respectivement de 160 MHz et de 250 MHz. **Le cahier des charges $\Delta f_{res} > 50$ MHz et $f_{res} \in [1,72 \text{ GHz} - 2,61 \text{ GHz}]$ est bien respecté.**

Les caractéristiques f_{res} vs. ε_r' et $|S_{ij}(f_{res})|$ vs. $\tan \delta$ des deux capteurs sont linéaires (figure 3.49). La caractéristique f_{res} vs. ε_r' du résonateur 1, présente un coefficient de linéarité $R^2 \simeq 1$ et une sensibilité $S_{\varepsilon_r'}^{f_{res}} \simeq 145 \text{ MHz/unité de } \varepsilon_r'$. Pour le résonateur 2, $R^2 \simeq 1$ et $S_{\varepsilon_r'}^{f_{res}} \simeq 84 \text{ MHz/unité de } \varepsilon_r'$. Le facteur de qualité dans le cas de la caractéristique f_{res} vs. ε_r' varie entre 10 et 38 pour le résonateur 1 et 8 et 22 pour le résonateur 2 (cf. annexe A.14 figure A.43).

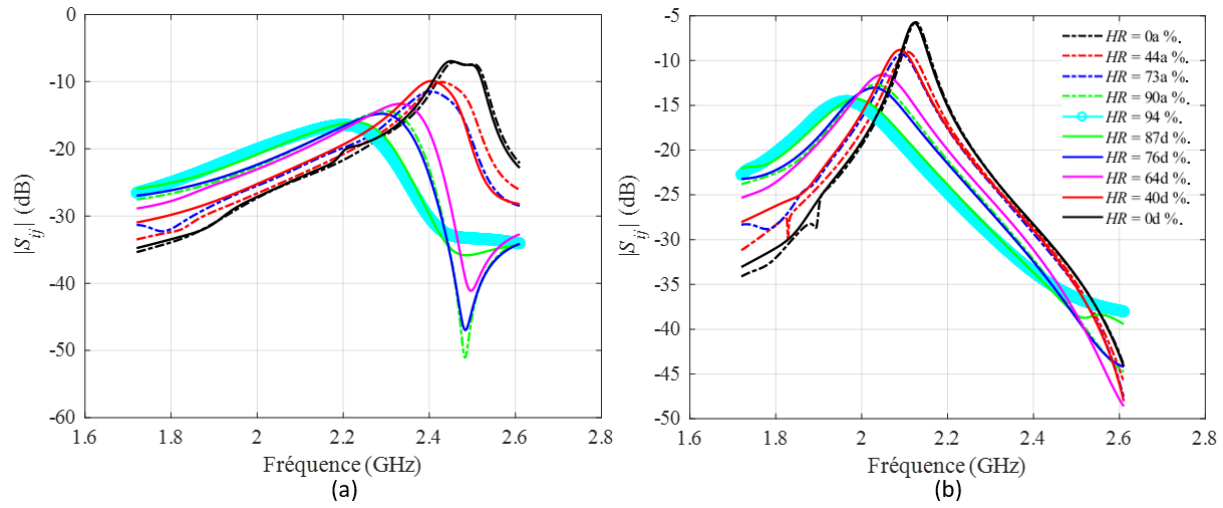


Figure 3.48 – Simulations EF (utilisant les caractéristiques diélectriques du lot de BDC n°2, moyennées sur les échantillons) de $|S_{ij}(f)|$ à différentes HR : (a) résonateur 1, (b) résonateur 2.

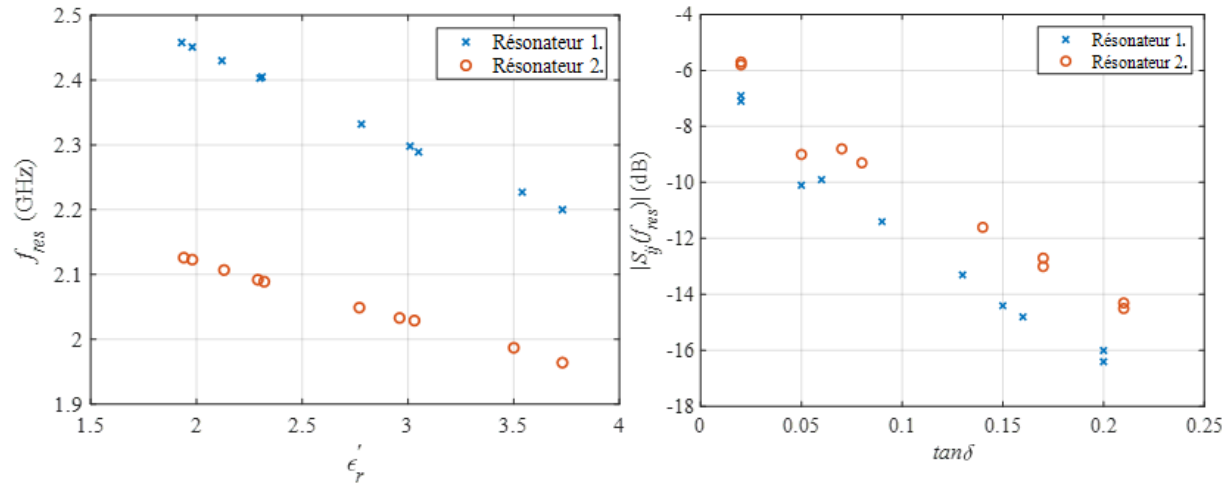


Figure 3.49 – Simulations EF (utilisant les caractéristiques diélectriques du lot de BDC n°2, moyennées sur les échantillons) de f_{res} vs. ϵ_r' et $|S_{ij}(f_{res})|$ vs. $\tan \delta$ des résonateurs optimisés, pris séparément.

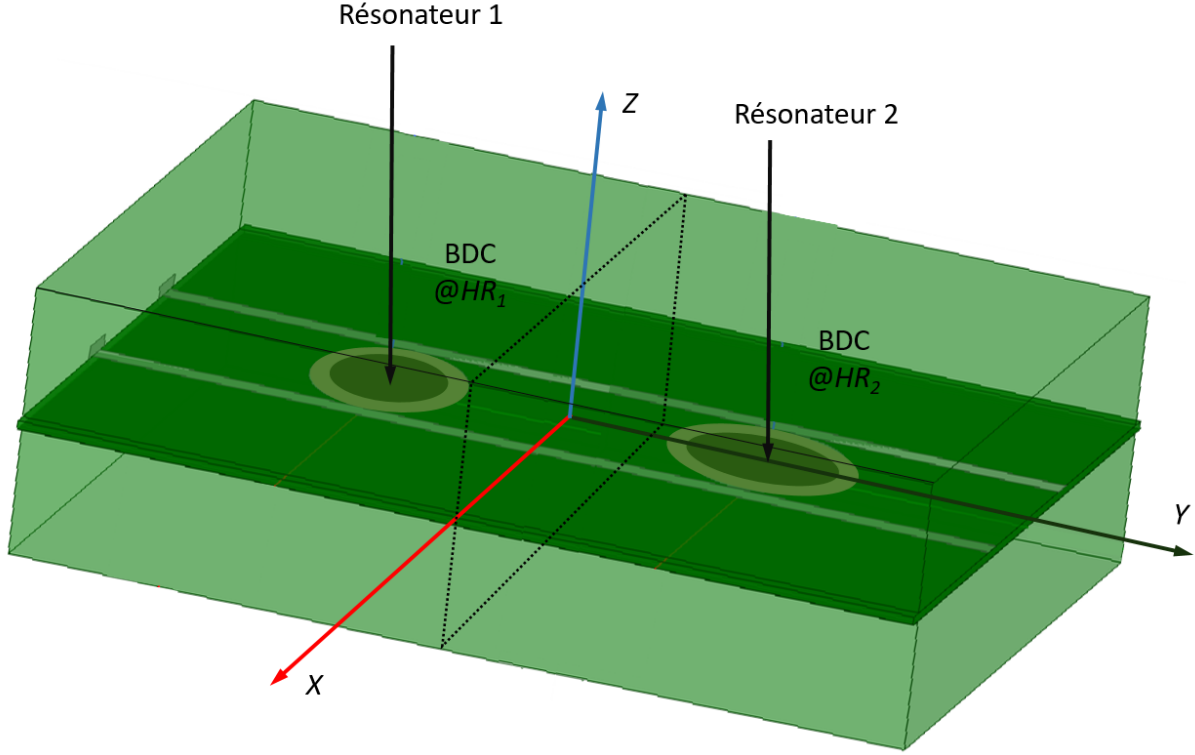


Figure 3.50 – Topologie de simulation EF d'un double résonateur (image Ansys HFSS).

3.8.3.2 Simulation EF du double-résonateur

Considérons maintenant un **dispositif constitué des deux résonateurs ayant les dimensions optimisées ci-dessus, alimentés par les mêmes lignes de transmission** (figure 3.50).

Nous souhaitons étudier sa réponse lorsque les résonateurs sont respectivement au contact de BDC d'humidités relatives HR_1 et HR_2 . Pour ce faire nous avons effectué des simulations EF de la topologie représentée figure 3.50 en affectant les propriétés diélectriques qui conviennent (cf. figure 2.43) aux volumes occupés par les MUT 1 et 2.

De ces simulations, nous avons extrait les caractéristiques f_{res} et $|S_{ij}(f_{res})|$ (tableaux 3.18 et 3.19) de chaque résonateur, en considérant uniquement la phase d'adsorption (pour des questions de lisibilité).

$HR2 \rightarrow$ $\downarrow HR1$	0%	44%	73%	90%	
0%	2,146 2,483	2,126 2,480	2,111 2,480	2,050 2,470	$\leftarrow f_{res2}$ (GHz) $\leftarrow f_{res1}$ (GHz)
44%	2,145 2,462	2,125 2,457	2,110 2,451	2,047 2,454	$\leftarrow f_{res2}$ (GHz) $\leftarrow f_{res1}$ (GHz)
73%	2,144 2,453	2,124 2,436	2,108 2,439	2,045 2,439	$\leftarrow f_{res2}$ (GHz) $\leftarrow f_{res1}$ (GHz)
90%	2,140 2,318	2,119 2,317	2,102 2,313	2,031 2,315	$\leftarrow f_{res2}$ (GHz) $\leftarrow f_{res1}$ (GHz)

Tableau 3.18 – Simulation EF des f_{res} des deux résonateurs en fonction de HR du BDC (lot n°2) en phase d'adsorption.

$HR2 \rightarrow$ $\downarrow HR1$	0%	44%	73%	90%	
0%	-5,8 -9,8	-7,5 -10	-9,4 -9,7	-12,8 -8,7	$\leftarrow S_{ij}(f_{res2}) $ (dB) $\leftarrow S_{ij}(f_{res1}) $ (dB)
44%	-6,3 -10,8	-7,9 -12,3	-9,9 -11,9	-13,2 -10,2	$\leftarrow S_{ij}(f_{res2}) $ (dB) $\leftarrow S_{ij}(f_{res1}) $ (dB)
73%	-7 -14,7	-8,6 -14,9	-10,5 -14,5	-13,8 -12,5	$\leftarrow S_{ij}(f_{res2}) $ (dB) $\leftarrow S_{ij}(f_{res1}) $ (dB)
90%	-9 -17	-10,5 -17,4	-12,3 -17,9	-15,7 -16,6	$\leftarrow S_{ij}(f_{res2}) $ (dB) $\leftarrow S_{ij}(f_{res1}) $ (dB)

Tableau 3.19 – Simulation EF des $|S_{ij}(f_{res})|$ des deux résonateurs en fonction de HR du BDC (lot n°2) en phase d'adsorption.

Considérons les trois points du **cahier des charges** (§ 3.8.1) :

- **Coefficient de transmission** : $|S_{ij}|$: la contrainte $|S_{ij}(f_{res})| > -20$ dB est **satisfaite** : -18 dB $< |S_{ij}(f_{res})| < -6$ dB (tableau 3.19). On note que les pertes augmentent avec HR .
- **Fréquences de fonctionnement** : la contrainte $f_{res} \in [1,72$ GHz – 2,61 GHz] est **satisfaite** : $2,313$ GHz $< f_{res1} < 2,483$ GHz et $2,031$ GHz $< f_{res2} < 2,146$ GHz.

- **Découplage des résonateurs** : la contrainte $\Delta f_{res} > 50 \text{ MHz}$ est satisfaite : $\Delta f_{res} > 178 \text{ MHz}$.

Examinons plus en détails le découplage entre les résonateurs :

- Cas où HR_1 varie de 0 % à 90 %, HR_2 étant fixée : f_{res1} varie en moyenne de 163 MHz à partir de $\simeq 2,48 \text{ GHz}$, tandis que parallèlement f_{res2} varie au plus de 19 MHz autour de $\simeq 2,1 \text{ GHz}$.
- Cas où HR_2 varie de 0 % à 90 %, HR_1 étant fixée : f_{res2} varie en moyenne de 100 MHz alors que f_{res1} se décale au plus de 13 MHz. 13 MHz représentent 8 % de 163 MHz et 19 MHz représentent 13 % de 100 MHz.

On peut donc considérer que l'on a un découplage satisfaisant entre les mesures : f_{res} vs. HR des deux résonateurs.

Quant aux facteurs de qualité, ils sont équivalents à ceux des mono-résonateurs donnés en annexe A.14.

En résumé, d'après cette étude en simulation le double résonateur optimisé respecte le cahier des charges fixé. Ses fréquence de résonance sont centrées en $f_{res1} \simeq 2,4 \text{ GHz}$ et $f_{res2} \simeq 2 \text{ GHz}$ et présentent des variations de $\Delta f_{res1} \simeq 160 \text{ MHz}$ et $\Delta f_{res2} \simeq 100 \text{ MHz}$ lorsque HR varie dans la plage [0 % — 90 %].

3.9 Caractérisation des résonateurs en anneaux

Nous avons réalisé par gravure mécanique les résonateurs conçus en § 3.8 : d'une part deux résonateurs séparés, c'est à dire sur deux plaques de substrat distinctes, et d'autre part un double résonateur (figure 3.52). Les lignes d'alimentation des résonateurs sont terminées par un circuit ouvert.

Nous avons effectué une caractérisation de ces résonateurs non pas sur des échantillons de BDC mais sur trois diélectriques de référence : l'air, le PMMA et le PTFE. Rappelons leurs permittivités diélectriques (§ 2.5.4.1) : air : $\varepsilon'_r = 1$, PTFE : $\varepsilon'_r \in [1,9 - 2,1]$, $\tan\delta \in [10^{-4} - 10^{-3}]$; PMMA : $\varepsilon'_r \in [2,2 - 2,5]$, $\tan\delta \in [0,005 - 0,03]$. Ces valeurs

sont à mettre en regard de celles du lot de BDC n°2 utilisées lors de la conception des résonateurs, à savoir $\varepsilon'_r \in [1,9 - 3,8]$.

3.9.1 Caractérisation des deux mono-résonateurs sur des diélectriques de référence

La figure 3.51 donne, sur la bande $[1,7 \text{ GHz} - 2,7 \text{ GHz}]$, les mesures et les simulations EF des coefficients de transmission $|S_{ij}(f)|$ de chacun des deux résonateurs séparés, pour les trois MUT de référence considérés.

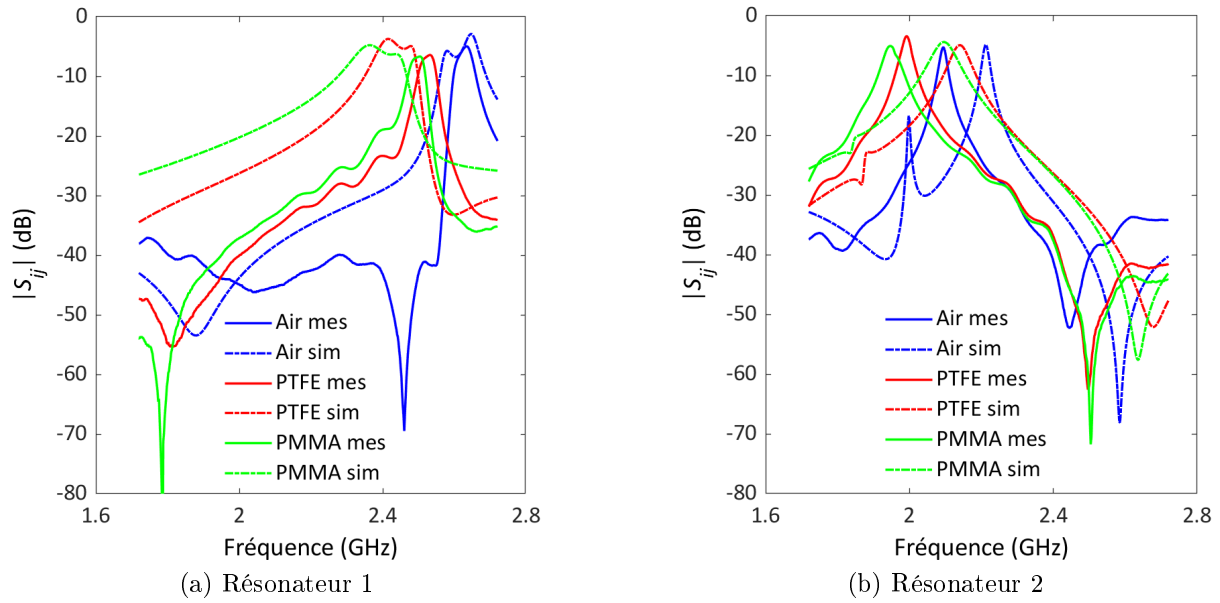


Figure 3.51 – Mesures et les simulations EF des coefficients de transmission $|S_{ij}(f)|$ des deux résonateurs séparés, pour les trois MUT de référence considérés : air ($\varepsilon'_r = 1$), PTFE ($\varepsilon'_r \in [1,9 - 2,1]$) et PMMA ($\varepsilon'_r \in [2,2 - 2,5]$) : (a) résonateur 1 ; (b) résonateur 2.

On constate que $f_{res1} \simeq 2,5 \text{ GHz}$ et $f_{res1} \simeq 2 \text{ GHz}$. Des valeurs en bon accord avec celles obtenues lors de la conception des capteurs. On constate par ailleurs que pour les deux résonateurs, que ce soit en mesure ou en simulation, f_{res} diminue lorsque la ε'_r augmente, une tendance conforme à celle souhaitée (figure 3.49).

Ajoutons quelques observations spécifiques à chacun des capteurs :

- Résonateur 1 : f_{res1} mesurée varie entre 2,506 GHz et 2,634 GHz pour ε'_r variant entre 1 et 2,2. Il existe un décalage fréquentiel entre mesures et simulations, les écarts relatifs

étant inférieurs à 5,5 %. Les pertes en transmission expérimentales sont supérieures de 2 à 3 dB à celles des simulations, si l'on compare les $|S_{ij}(f_{res1})|$. Les facteurs de qualité mesurés sont de l'ordre de 52. A MUT donné, les valeurs de Q obtenues en simulation sont inférieures à celles mesurées.

- Résonateur 2 : f_{res2} mesurée varie entre 1,954 GHz et 2,096 GHz. Il existe un décalage fréquentiel entre mesures et simulations, les écarts relatifs étant inférieurs à 6 %. Quant aux pertes en transmission des mesures et des simulations, elles sont similaires, sauf pour le PMMA pour lequel les pertes expérimentales (à la résonance) sont supérieures de 2 dB à celles de la simulation correspondante. Le facteur de qualité mesuré pour ce résonateur varie entre 36 et 87.

Globalement, les réponses $|S_{ij}(f)|$ de chacun des deux résonateurs séparés sont conformes à celles escomptées, tant en ce qui concerne leurs plages de f_{res} respectives que leurs variations en fonction de ε'_r . Les écart entre mesures et simulations sont relativement faibles.



FIGURE 3.52 – Double résonateur en anneaux.

3.9.2 Caractérisation du double résonateur sur des diélectriques de référence

La figure 3.53 donne, sur la bande [1,7 GHz — 2,7 GHz], les mesures des coefficients de transmission $|S_{ij}(f)|$ du double résonateur pour différentes combinaisons MUT2 - MUT1

des trois matériaux de référence considérés. Les tableaux 3.20 et 3.21 recensent les valeurs que prennent respectivement f_{res} , $|S_{ij}(f_{res})|$.

On observe que $f_{res1} \simeq 2,5$ GHz (pour MUT1 = PTFE, soit $\varepsilon'_{r1} \simeq 2$) et $f_{res2} \simeq 2$ GHz (pour MUT2 = PTFE, soit $\varepsilon'_{r2} \simeq 2$), des valeurs en bon accord avec celles obtenues lors de la conception du double résonateur (tableau 3.18). On observe aussi pour les deux résonateurs que f_{res} diminue lorsque la ε'_r augmente, une tendance conforme à celle souhaitée.

Toujours d'après le tableau 3.18, la «diaphonie» maximale observée (influence du MUT2 sur f_{res1} et du MUT1 sur f_{res2}) est de $\delta f_{res1} = \delta f_{res2} = 22$ MHz alors que la plage de variations de f_{res1} est de 153 MHz pour $\varepsilon'_{r,MUT1}$ variant de 1 à $\simeq 2,4$ et que celle de f_{res2} est de 176 MHz pour $\varepsilon'_{r,MUT2}$ variant de 1 à $\simeq 2,4$.

Enfin, concernant les facteurs de qualité nous renvoyons le lecteur à l'annexe § A.14 qui fournit Q en fonction des combinaisons MUT2 - MUT1. Quel soit le cas $Q > 52$.

Cette caractérisation du double résonateur en anneau sur des MUT de référence valide le bon fonctionnement du capteur, tant en ce qui concerne le centrage de ses fréquences de résonance f_{res1} et f_{res2} , leurs variations vis à vis de $\varepsilon'_{r,MUT}$, que la diaphonie entre les deux résonateurs.

Nous avons vu au chapitre précédent, avec la caractérisation diélectrique/hydrique du BDC, et dans celui-ci avec celle des capteurs hydriques patches, qu'une **campagne de mesure impliquant du BDC conditionné hydriquement nécessite un temps approximativement égal au nombre d'états hydriques considérés multiplié par un mois**. La mise en œuvre du double résonateur en anneau sur du BDC et plus précisément au sein d'une maquette de mur afin d'en étudier expérimentalement l'effet tampon hydrique est un travail de longue haleine qui reste à réaliser. Les résultats expérimentaux de la caractérisation des capteurs patches sur du BDC et la validation expérimentale du double résonateur sur des matériaux de référence donnent à penser qu'il mérite d'être entrepris.

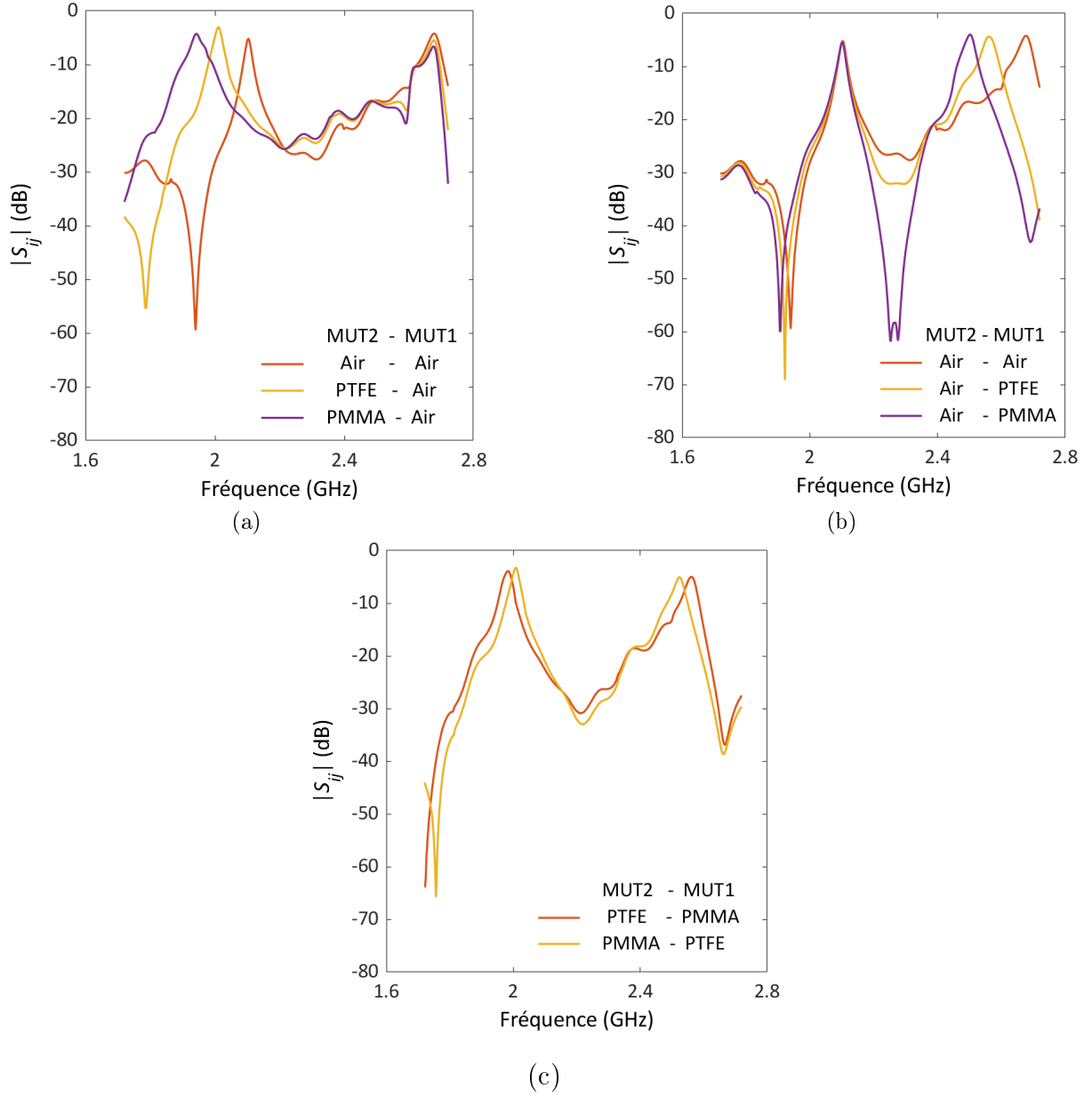


FIGURE 3.53 – Mesures des coefficients de transmission $|S_{ij}(f)|$ du double résonateur pour différentes combinaisons MUT2 - MUT1 des matériaux de référence considérés : air ($\epsilon'_r = 1$), PTFE ($\epsilon'_r \in [1, 9 - 2, 1]$) et PMMA ($\epsilon'_r \in [2, 2 - 2, 5]$).

$Res2 \rightarrow$ $\downarrow Res1$	Air	PTFE	PMMA	
Air	2,103 2,676	2,010 2,676	1,942 2,676	$\leftarrow f_{res2}$ (GHz) $\leftarrow f_{res1}$ (GHz)
PTFE	2,102 2,562	/	1,964 2,562	$\leftarrow f_{res2}$ (GHz) $\leftarrow f_{res1}$ (GHz)
PMMA	2,102 2,502	2,008 2,524	/	$\leftarrow f_{res2}$ (GHz) $\leftarrow f_{res1}$ (GHz)

Table 3.20 – Mesures des f_{res} du double résonateur pour les pour différentes combinaisons MUT2 - MUT1 des matériaux de référence considérés : air ($\varepsilon'_r = 1$), PTFE ($\varepsilon'_r \in [1, 9 - 2, 1]$) et PMMA ($\varepsilon'_r \in [2, 2 - 2, 5]$).

$Res2 \rightarrow$ $\downarrow Res1$	Air	PTFE	PMMA	
Air	-5,2 -4,2	-3,1 -5,5	-4,3 -6,6	$\leftarrow S_{ij}(f_{res2}) $ (dB) $\leftarrow S_{ij}(f_{res1}) $ (dB)
PTFE	-5,3 -4,4	/	-3,9 -5,0	$\leftarrow S_{ij}(f_{res2}) $ (dB) $\leftarrow S_{ij}(f_{res1}) $ (dB)
PMMA	-5,4 -4,0	-3,2 -5,0	/	$\leftarrow S_{ij}(f_{res2}) $ (dB) $\leftarrow S_{ij}(f_{res1}) $ (dB)

Table 3.21 – Mesures des $|S_{ij}(f_{res})|$ du double résonateur pour les pour différentes combinaisons MUT2 - MUT1 des matériaux de référence considérés : air ($\varepsilon'_r = 1$), PTFE ($\varepsilon'_r \in [1, 9 - 2, 1]$) et PMMA ($\varepsilon'_r \in [2, 2 - 2, 5]$).

3.10 Conclusion

La caractérisation du BDC (chapitre 2) a mis en évidence des variations significatives de ε'_r en fonction de la teneur en eau θ qui permettent d'envisager des **capteurs hydriques basés sur des mesures RF dans la bande ISM à 2,4 GHz**. Nous avons conçu et caractérisé deux types de capteurs en technologie à éléments imprimés.

Capteurs hydriques patches :

Les principes qui ont présidé au choix et à l'étude de ces capteur sont les suivants :

- Principe des capteurs patches : leur principe repose sur la mesure du coefficient de réflexion $|\Gamma(f)|$ du capteur mis au contact du BDC et sur une estimation de θ via la fréquence de résonance f_{res} du capteur. D'après des modèles analytiques approchés, sachant que pour le BDC ε'_r varie linéairement en fonction de θ (cf. chapitre 2), la caractéristique entrée-sortie $f_{res} vs. \theta$ des capteur proposés est théoriquement linéaire.
- Intérêt de la topologie «patch» : la technologie à éléments imprimés permet de réaliser, aux longueurs d'ondes considérées, des patches capables d'interagir avec le VER du BDC. D'autre part ces capteurs sont non invasifs.
- Conception : nous avons conçu six capteurs à l'aide de simulations EF. Du point de vue topologique **nous avons joué sur deux paramètres : le motif de l'élément rayonnant (rectangulaire ou circulaire) et la nature du substrat diélectrique** (FR4 et Polyguide). Grâce aux différences de motifs (qui impliquent des polarisations d'ondes différentes) il est possible de savoir si le BDC est ou non isotrope vis à vis des capteurs. Quant à l'utilisation de substrats de permittivités diélectriques différentes, elle permet d'optimiser la sensibilité des capteurs.
- Caractérisation : les capteurs ont été caractérisés sur des échantillons de BDC conditionnés hydriquement.

De cette étude nous retiendrons les résultats expérimentaux suivants :

- Linéarité : la caractéristique entrée-sortie $f_{res} vs. \theta$ est linéaire.
- Sensibilité : les capteurs présentent une bonne sensibilité à θ . D'après les données expérimentales, $S_{\theta}^{\hat{f}_{res}} \simeq 3 \text{ MHz}/\% \text{ de } \theta$ (substrat FR4) et $S_{\theta}^{\hat{f}_{res}} \simeq 6 \text{ MHz}/\% \text{ de } \theta$ (substrat polyguide).
- Dispersion des mesures : en raison de la variabilité des échantillons de BDC, la dispersion des mesures est relativement importante, avec des écarts-types $\sigma_{\hat{\theta}} \lesssim 3,5 \%$ de θ , pour

- une plage de variations de θ de $[0 - 20] \%$ sur l'ensemble du cycle de sorption du BDC.
- Géométrie du motif : le motif rayonnant, à substrat donné, n'influe ni sur la linéarité ni sur la sensibilité des capteurs. Ce dont nous pouvons déduire que le BDC est isotrope du point de vue des capteurs.
 - Substrat diélectrique : expérimentalement, par rapport au FR4 le polyguide améliore la sensibilité des capteurs d'un facteur $\simeq 2$.

Capteur hydrique à double résonateur en anneau :

Pour le suivi hydrique de l'effet tampon au sein d'un mur de BDC (maintien d'une température et d'une humidité relative stables dans les bâtiments) nous proposons un capteur à résonateurs en anneaux. Il est destiné à être placé à l'intérieur d'un mur de BDC, c'est donc un capteur invasif. Les principes qui ont présidé au choix et à l'étude de ces capteur sont les suivants :

- Principe du double résonateur : le dispositif proposé est un capteur invasif à deux résonateurs en anneaux utilisé en transmission en vue d'estimer l'humidité en deux endroits à l'intérieur d'un mur de BDC. La réponse en transmission $S_{ij}(f)$ d'un résonateur en anneau est celle d'un filtre sélectif dont la fréquence centrale f_{res} (résonance) et le facteur de qualité Q dépendent de la permittivité du milieu environnant. Le principe du capteur est de mesurer les variations des f_{res} des deux anneaux induites par les variations hydriques locales du BDC.
- Intérêt de la topologie «résonateur» : l'avantage des résonateurs en éléments imprimés par rapports aux patchs est de permettre des mesures en transmission, ce qui, selon le contexte d'utilisation, peut simplifier la mise en œuvre.
- Conception : nous avons conçu trois capteurs à l'aide de simulations EF. D'une part deux résonateurs séparés et d'autre part un double résonateur. Le substrat diélectrique utilisé est le Polyguide. Parmi les contraintes de conception figurait un espacement des deux fréquences de résonance supérieur à 50 MHz.
- Caractérisation : les capteurs ont été caractérisés sur trois matériaux de référence : air, PTFE, PMMA.

De cette étude nous retiendrons les résultats expérimentaux suivants :

- Centrage des résonances : les fréquences de résonance des deux anneaux sont centrées respectivement sur $f_{res1} \simeq 2,5 \text{ GHz}$ (pour MUT1 = PTFE, soit $\varepsilon'_{r1} \simeq 2$) et $f_{res2} \simeq$

2 GHz (pour MUT2 = PTFE, soit $\varepsilon'_{r2} \simeq 2$). Des valeurs conformes aux simulations.

- Sensibilité du capteur : le double résonateur présente une bonne sensibilité. La plage de variation de f_{res1} est de 153 MHz, pour $\varepsilon'_{r,MUT1}$ variant de 1 à $\simeq 2,4$, tandis que f_{res2} varie de 176 MHz lorsque $\varepsilon'_{r,MUT2}$ varie de 1 à $\simeq 2,4$. Des résultats cohérents avec les simulations.
- Diaphonie : l'influence maximale observée du MUT2 sur f_{res1} et celle du MUT1 sur f_{res2} sont identiques : $\delta f_{res1} = \delta f_{res2} = 22$ MHz, alors que les plages de variations de f_{res1} et f_{res2} sont respectivement de 153 MHz et 176 MHz.

Pour finir, quelques enseignements et perspectives :

L'étude menée sur les capteurs patchs a permis de montrer qu'il était possible de réaliser des capteurs RF non invasifs (opérant en réflexion) présentant une bonne sensibilité aux caractéristiques hydriques du BDC. Si les capteurs en question ont été conçus pour opérer à 2,4 GHz, les principes et la méthode de conception et de caractérisation proposés pourraient également servir pour concevoir des capteurs opérant à d'autres fréquences RF ou destinés à d'autres matériaux cimentaires ou plus largement géotechniques.

L'étude concernant le double résonateur en anneau constituait une proposition différente puisqu'elle visait un capteur invasif capable d'opérer en transmission. Ce capteur a fait l'objet d'une validation expérimentale sur des diélectriques de référence (air, PTFE et PMMA). Sa mise en œuvre sur du BDC et au sein d'une maquette de mur afin d'en étudier expérimentalement l'effet tampon hydrique reste à réaliser.

Comme au chapitre 2, soulignons la durée importante que requièrent les études expérimentales sur du BDC conditionné hydriquement. Il faut compter plusieurs semaines pour conditionner des échantillons à un état hydrique donné, une durée d'autant plus grande que leur volume est élevé. Sachant cela, dans la perspective de valider expérimentalement des capteurs conçus pour le BDC, voire pour d'autres matériaux posant les mêmes problèmes de conditionnement, il paraît pertinent d'envisager des mesures sur des diélectriques de référence aux caractéristiques maîtrisées et voisines de celles du matériau visé.

Chapitre 4

Suivi par une méthode électromagnétique de l'hydratation de matériaux cimentaires

Cette thèse a pour objet le «*Développement de méthodes RF pour la caractérisation hydrique et l'évaluation non destructive de matériaux cimentaires et d'éco-matériaux cimentaires*». Aux chapitres précédents nous nous sommes intéressés à l'estimation de la teneur en eau θ d'un béton bio-sourcé, en l'occurrence le béton de chanvre (alias BDC), un exemple d'éco-matériau cimentaire.

À présent, nous nous intéressons à un matériau cimentaire typique, à savoir un mortier : mélange de ciment, de sable et d'eau, pour lequel nous allons chercher à développer une méthode d'estimation du degré d'hydratation α .

Cette grandeur est attachée à l'hydratation, c'est-à-dire à la réaction chimique entre l'eau et le ciment lors du mélange de ces éléments. α est défini comme le rapport entre les volumes de ciment ayant réagi et celui initialement présent. On peut le considérer comme une grandeur hydrique en ce sens qu'il est lié à la consommation de l'eau par la réaction chimique. Il évolue durant la phase "transitoire" du matériau où dure la réaction, typiquement quelques dizaines de jours suivant la fabrication (jeune âge).

Quel que soit le matériau cimentaire et quelles que soient les caractéristiques hydriques à mesurer (θ ou α), leur valeur se reflète dans la permittivité diélectrique du matériau, en particulier aux fréquences RF. Comme nous l'avons vu précédemment, utiliser des mesures diélectriques RF pour accéder aux caractéristiques hydriques des milieux poreux est d'autant plus intéressant du point de vue applicatif que des approches non invasives

et non destructives peuvent être envisagées.

Dans la continuité des chapitres précédents c'est ce type d'approche que nous allons explorer afin de suivre le degré d'hydratation d'un matériau cimentaire, en l'espèce un mortier.

La première partie du chapitre est consacrée à un état de l'art des approches expérimentales permettant de suivre α .

La deuxième partie décrit, dans ses deux aspects, la méthode que nous proposons : premièrement, la mesure RF de la permittivité diélectrique ε_r^* d'un matériau cimentaire en cours d'hydratation au moyen d'une sonde à effet de bout, que nous complétons pour connaître α par des mesures calorimétriques ; deuxièmement une modélisation de ε_r^* via des lois de mélange. **La combinaison des mesures et du modèle diélectriques devant, in fine, si l'accord entre les deux est bon, déboucher sur une méthode diélectrique RF permettant de déterminer α . Cette méthode présentant l'intérêt d'être non invasive et a priori plus facilement employable sur site que la calorimétrie qui nécessite de placer l'échantillon à l'intérieur d'un calorimètre.**

Enfin, la troisième partie présente des résultats expérimentaux et de modélisation concernant un mortier (pâte de ciment mélangée à du sable).

Les travaux présentés dans ce chapitre sont le fruit d'une collaboration entre le laboratoire SATIE (UMR CNRS 8029), le Laboratoire de Mécanique et Technologie (LMT UMR CNRS 8535) et le Civil Engineering Department, University of Queensland (Brisbane, Australie). Les mesures électromagnétiques ont été réalisées au sein de l'University of Queensland tandis que les mesures calorimétriques l'ont été dans le laboratoire LMT.

4.1 Le suivi de l'hydratation des matériaux cimentaires

4.1.1 Les matériaux cimentaires

Les matériaux cimentaires sont ceux dont le ciment entre dans la formulation. Il existe plusieurs types de ciments. Le plus classique étant le **ciment de Portland** obtenu en mélangeant d'abord du calcaire à de l'argile pour former, après différents processus thermiques, un élément appelé **clinker**. Finalement, en mélangeant le clinker à du gypse on obtient le ciment [216]. Du point de vue minéralogique, ce dernier est constitué majoritairement d'alite C3S, de bélite C2S, de célite C3A et d'alumino ferrite-tétracalcique

C4AF [217]. Par addition d'eau au ciment on produit ce que l'on appelle une **pâte de ciment**. En y ajoutant des aggrégats on fabrique des **mortiers** (ajout de sable) ou des **bétons** (ajout de gravier) dont le ciment est la matrice assurant la cohésion de l'ensemble. Les matériaux cimentaires sont des milieux hétérogènes. Leurs constituants ont des échelles très variées (figure 4.1). En deçà de celle de la pâte de ciment ($\leq 100\mu\text{m}$) on trouve des éléments tels que le ciment anhydre, c'est à dire n'ayant pas réagi avec l'eau, mais surtout une famille, les hydrates, produits de la réaction chimique entre le ciment et l'eau [218].

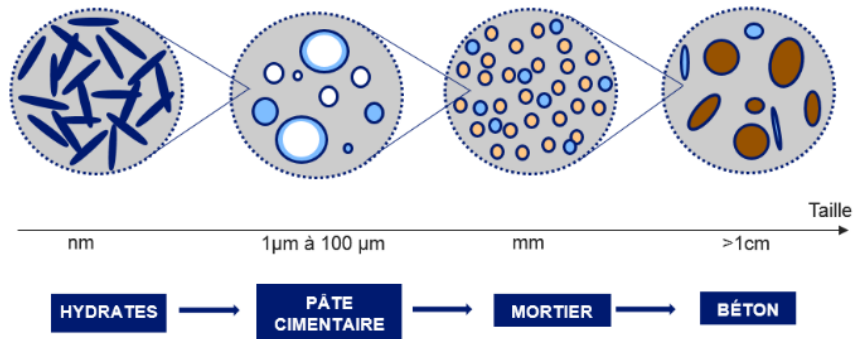


Figure 4.1 – Echelles des différents constituants des matériaux cimentaires [87].

4.1.2 La problématique du suivi de l'hydratation des matériaux cimentaires

C'est à l'hydratation des matériaux cimentaires (**réaction chimique entre le ciment et l'eau**) que nous nous intéressons dans ce chapitre. Une réaction qui produit des hydrates. Le principal d'entre eux est le silicate de calcium hydraté (C-S-H) qui est le contributeur essentiel à la cohésion et à la résistance mécanique du matériau [219]. En plus des C-S-H l'hydratation produit de la portlandite (C-H) qui assure la résistance mécanique du matériau au jeune âge. Lors de l'hydratation les proportions des phases du matériau (solides, liquides, gaz), et plus généralement de ses constituants, évoluent au cours du temps, donc avec le **degré d'hydratation α défini comme le rapport entre le volume de ciment ayant réagi et le volume de ciment initial** (équation (4.1)). α varie de 0, au début de la réaction, à 1, à la fin.

$$\alpha(t) \triangleq \frac{V_c(t)}{V_{c,0}} \quad (4.1)$$

où $V_{c,0}$ est le volume de ciment initial et $V_c(t)$ celui à l'instant t .

Les propriétés des matériaux cimentaires au jeune âge (jours suivant leur fabrication) évoluent à raison de la réaction entre l'eau et le ciment et du degré d'hydratation α . **L'évolution de la consommation de l'eau au cours de l'hydratation constitue un indicateur important de certains paramètres mécaniques du matériau**, tels que son module d'Young et ses résistances en compression/traction, lesquelles augmentent progressivement au cours de la réaction. Il est donc intéressant de suivre α durant la phase de prise du matériau. Pour ce faire il existe différentes techniques, de précision et de difficulté de mise en œuvre variables. Nous les recensons ci-après avant de leur proposer une alternative consistant en une méthode diélectrique RF. **Notre objectif étant de développer une approche non invasive, sensible et précise et potentiellement applicable in situ**. La connaissance du degré d'hydratation d'un matériau cimentaire lors de la construction d'un bâtiment ou d'un ouvrage peut constituer une indication quant à sa tenue mécanique.

4.1.3 Etat de l'art des méthodes de suivi de l'hydratation des matériaux cimentaires

Les méthodes servant à suivre le processus d'hydratation de matériaux cimentaires peuvent passer par la mesure de grandeurs thermiques comme le flux de chaleur ou la température, par celle de grandeurs mécaniques comme la résistance à la compression de la matrice cimentaire, ou encore par des mesures de longueurs d'ondes dans le cas d'une diffraction à rayons X. Nous allons présenter les méthodes thermiques les plus pertinentes, comme la calorimétrie isotherme, ainsi que les méthodes thermogravimétriques et mécaniques.

4.1.3.1 Méthodes thermiques

Phénomène physique : Du point de vue expérimental il existe diverses méthodes de suivi de la réaction d'hydratation mais les plus utilisées sont basées sur le suivi du dégagement de chaleur par la réaction, celle-ci étant exothermique. Le flux du dégagement de chaleur dont elle s'accompagne au cours du temps dépend notamment des éléments constituant le ciment. La figure 4.2 représente l'évolution typique du flux de chaleur au cours du temps pour les matériaux cimentaires.

Durant l'hydratation on distingue quatre phases de réaction [219, 216] :

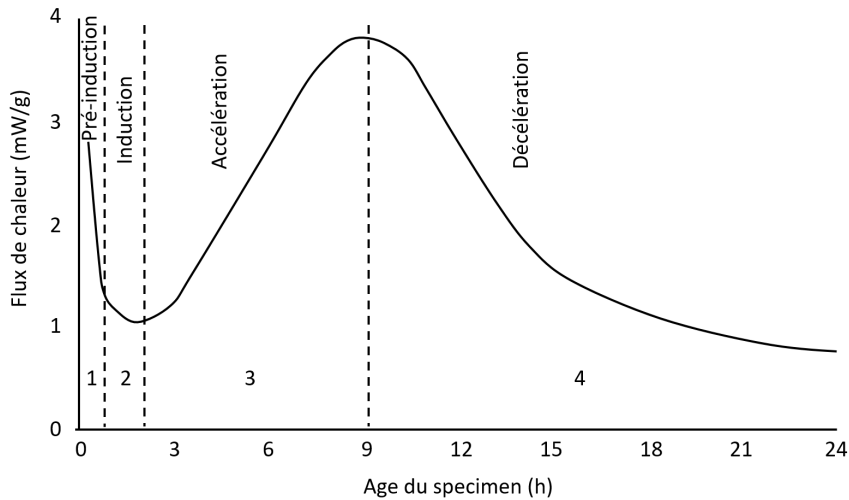


Figure 4.2 – Flux de chaleur durant la réaction d'hydratation [216, 225].

- Lorsque l'eau et le ciment sont mélangés, un pic de flux de chaleur se produit. Cette phase appelée **pré-induction** est causée notamment par la réaction du C3A avec l'eau. Le C3A présente une enthalpie très élevée (autour de 5 J.mol^{-1}), d'où le pic de flux de chaleur.
- La deuxième phase correspond à une décroissance rapide du dégagement de chaleur due à la formation des premiers hydrates qui vont former une couche autour du ciment anhydre, ralentissant ainsi la réaction d'hydratation, ce qui provoque une diminution du flux de chaleur. Cette phase est appelée **induction**. Ses processus restent mal connus.
- A l'induction, qui se traduit par une diminution du flux de chaleur, succède une augmentation de celui-ci lors d'une phase dite d'**accélération**. Ceci s'explique par une augmentation de la surface du ciment anhydre causée par une densification du gel de C-S-H et une hydratation de C3S. Durant cette phase on observe un flux important de chaleur lié au phénomène de *prise* de la matrice cimentaire.
- Une phase dite de **décélération** succède à la précédente. Elle correspond à un flux de chaleur important dû à une formation importante d'hydrates autour du ciment anhydre, ralentissant ainsi la réaction d'hydratation des C3S. La décélération a souvent été associée au déclenchement d'un processus réactionnel contrôlé par la diffusion [219]. Or, l'énergie d'activation de l'hydratation ne changeant pas significativement entre les périodes d'accélération et de décélération, ni aux âges plus avancés [220], un changement de mécanisme cinétique — à savoir le passage d'un processus réactionnel contrôlé

par la nucléation et la croissance de surface à un processus contrôlé par la diffusion — est improbable [221]. L'évidence expérimentale suggère plutôt que la décélération est due à un manque d'espace dans le processus de remplissage de celui-ci par les hydrates [222, 223], un mécanisme qui a déjà été évoqué par Powers [259, 224].

Nous allons maintenant présenter quelques dispositifs permettant de mesurer le flux de chaleur. Ensuite, nous présenterons la méthode permettant de relier ce flux au degré d'hydratation.

Calorimétrie isotherme : Un calorimètre isotherme permet de mesurer, à température constante, le flux de chaleur dégagé par l'hydratation d'un matériau cimentaire. Un faible volume de matériau est disposée dans une capsule, elle même placée dans un porte-capsule. Le flux est mesuré par un fluxmètre placé à proximité de la solution [226]. La référence [227] détaille les éléments de ce type de dispositif. Son avantage réside dans le fait de pouvoir fixer la température. En effet, celle-ci fait partie des grandeurs influant sur l'hydratation, laquelle est thermoactivée. L'inconvénient du dispositif est son prix.

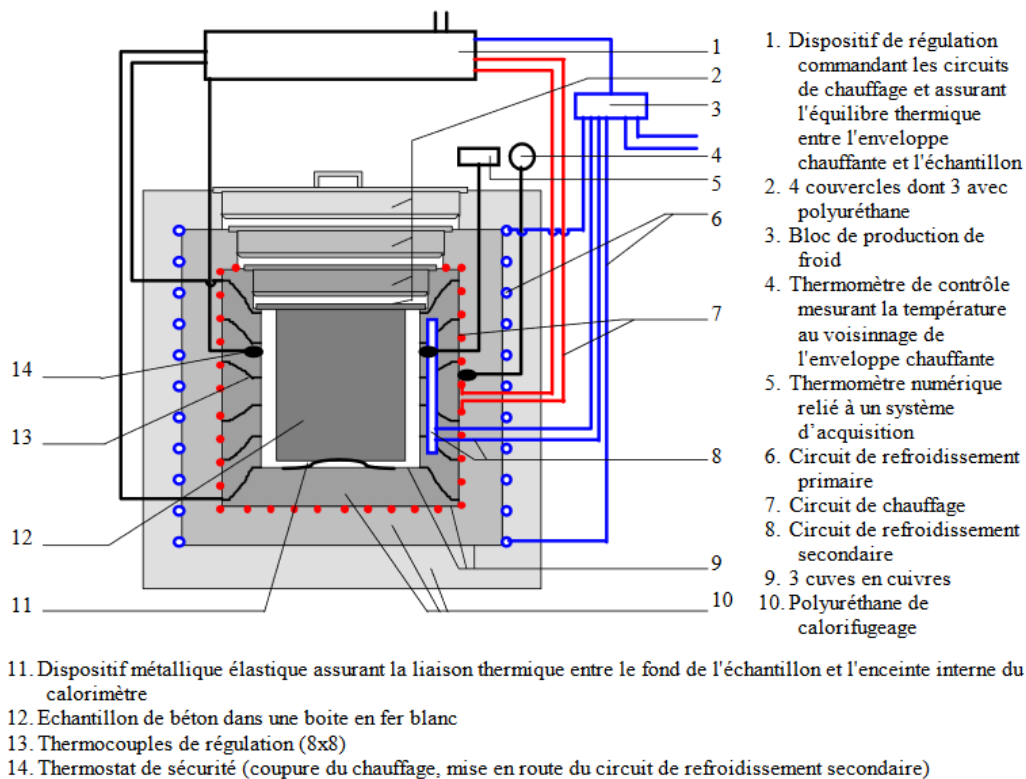


Figure 4.3 – Schéma de principe d'un calorimètre adiabatique [229].

Essai adiabatique : Cet essai consiste à placer le matériau cimentaire dans une étuve adiabatique (imperméable à la chaleur) dont la température est maintenue constante au cours du temps. Son principe est basé sur le fait que tout le long de la mesure la température dans le calorimètre adiabatique doit être égale à celle du matériau cimentaire. Pour ce faire une boucle de régulation est utilisée qui stabilise la température de l'étuve à la même valeur que celle de la matrice cimentaire. La méthode consiste donc à compenser le flux de chaleur émanant de matériau. La quantité de chaleur produite par la réaction d'hydratation s'obtient en multipliant l'augmentation de la température du matériau par sa capacité thermique [228]. La figure 4.3 qui présente un exemple de dispositif permet de voir combien celui-ci est complexe. Il est aussi coûteux et peut être difficile à mettre en œuvre.

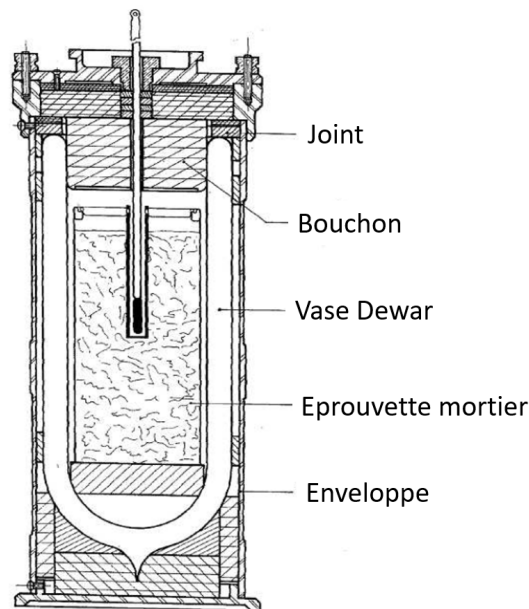


Figure 4.4 – Calorimètre semi-adiabatique [234].

Essai semi-adiabatique : Cet essai consiste à placer le matériau cimentaire dans une enceinte isolée de l'extérieur et munie d'un capteur de température [230] (figure 4.4). Connaissant les variations température au cours de l'hydratation et les caractéristiques du calorimètre (déperdition thermique, capacité thermique...), il est possible d'estimer le flux de chaleur issu du matériau [230]. L'essai de la bouteille de Langavant normalisé est un exemple typique [233]. Par rapport aux deux essais précédents l'essai semi-adiabatique est plus facile à mettre en œuvre, moins coûteux et peut être réalisée sur chantier. Néanmoins, comme les précédents il ne peut être réalisé in-situ, c'est-à-dire sur un élément de structure

coulé.

Lien entre flux de chaleur et degré d'hydratation : Nous nous servirons par la suite d'essais basées sur la mesure du dégagement de chaleur accompagnant la réaction d'hydratation pour estimer le degré d'hydratation d'un matériau cimentaire.

Le flux de chaleur dégagé au cours de l'hydratation correspond à la réaction exothermique entre l'élément anhydre et l'eau. Sa mesure permet d'estimer le degré d'hydratation par l'intermédiaire du degré d'avancement de la réaction $\xi(t)$ au cours du temps. Du point de vue physico-chimique $\xi(t)$ est défini comme le ratio entre la teneur en eau liée $\theta_t(t)$ et celle obtenue à l'état final $\theta_{t,\infty}$. Toutefois, il est plus simple de mesurer le dégagement de chaleur et d'en déduire $\xi(t)$. Pour ce faire on se sert du **flux de chaleur cumulé $q(t)$** et de q_∞ , le flux cumulé à l'état final de la réaction d'hydratation (équation (4.2)) [216].

$$\xi(t) = \frac{q(t)}{q_\infty} \quad (4.2)$$

Le flux de chaleur à l'état final peut être estimé d'après la composition minéralogique du ciment utilisé et la chaleur massique de chaque élément participant à la réaction d'hydratation (en $J.g^{-1}$). Le degré d'avancement est également liée au degré d'hydratation via l'équation (4.3)

$$\xi(t) = \frac{\alpha(t)}{\alpha_u} \quad (4.3)$$

où α_u désigne le degré d'hydratation ultime. En effet, la réaction d'hydratation n'est jamais terminée et par conséquent α n'atteint jamais 1. α_u est défini comme le degré au delà duquel il n'y a plus de place dans la matrice cimentaire pour la constitution de nouveaux hydrates [235]. La littérature propose différentes expressions de α_u pour les matériaux cimentaires [236, 237, 238]. Elles s'appuient sur l'estimation de la porosité capillaire (espace où les hydrates peuvent croître), α_u étant estimé comme le degré d'hydratation pour lequel la porosité capillaire est nulle.

- Dans [236], datant des années 1940, les auteurs ont mis en évidence le lien entre α_u et le rapport e/c :

$$\alpha_u = \begin{cases} \frac{e/c}{0.43} & \text{si } e/c < 0.43 \\ 1 & \text{si } e/c > 0.43 \end{cases} \quad (4.4)$$

- Des travaux menées 20 ans plus tard ont confirmé le lien entre α_u et e/c [237]. La loi obtenue est donnée par l'équation (4.5)

$$\alpha_u = \frac{1.031e/c}{0.194 + e/c} \quad (4.5)$$

- Dans les années 1980, l'étude menée dans [238] a permis d'affiner les résultats de [236]. Il a été mis en évidence que α_u dépend non seulement de e/c mais aussi de l'existence ou non d'échanges hydriques avec le milieu ambiant. C'est ce que traduit l'équation (4.6) correspondant au cas échanges hydriques entre la matrice cimentaire et le milieu ambiant. α_u s'obtient à partir de l'équation (4.7).

$$\alpha_u = \begin{cases} \frac{e/c}{0.36} & \text{si } e/c < 0.36 \\ 1 & \text{si } e/c \geq 0.36 \end{cases} \quad (4.6)$$

$$\alpha_u = \begin{cases} \frac{e/c}{0.42} & \text{si } e/c < 0.42 \\ 1 & \text{si } e/c \geq 0.42 \end{cases} \quad (4.7)$$

- Il existe d'autres lois, comme celle développée par Waller, liant également α_u à e/c (équation 4.8) [229].

$$\alpha_u = 1 - e^{-3.3e/c} \quad (4.8)$$

Synthèse La mesure du flux de chaleur cumulé au moyen de l'une des méthodes présentées plus haut et la connaissance du degré d'hydratation ultime α_u du matériau permet d'estimer, d'après des modèles éprouvés, le degré d'hydratation des matériaux cimentaires au cours du temps (équation (4.9)).

$$\alpha(t) = \alpha_u \frac{q(t)}{q_\infty} \quad (4.9)$$

4.1.3.2 Méthode thermogravimétrique

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est une technique basée sur la mesure de la perte de masse d'un matériau exposé à une augmentation de température au cours du temps. A cette analyse est associée l'estimation de la dérivée de la masse en fonction de la température ou du temps (DTG) [239]. Cette méthode de caractérisation est basée sur le fait que la réaction d'hydratation est thermoactivée, ce qui signifie que l'activation de

réactions chimiques peut dépendre des températures auxquelles est exposé le matériau. Le recours à la dérivée de la masse en fonction de la température permet d'identifier plus finement les températures d'activation et donc les réactions. La figure 4.5 représente un résultat typique sur les pâtes de ciment. La courbe noire donne les pertes massiques de l'échantillon tandis que la courbe rouge représente les variations temporelles de la masse. Les pics observés sur cette courbe sont symptomatiques des différentes réactions dans le matériau.

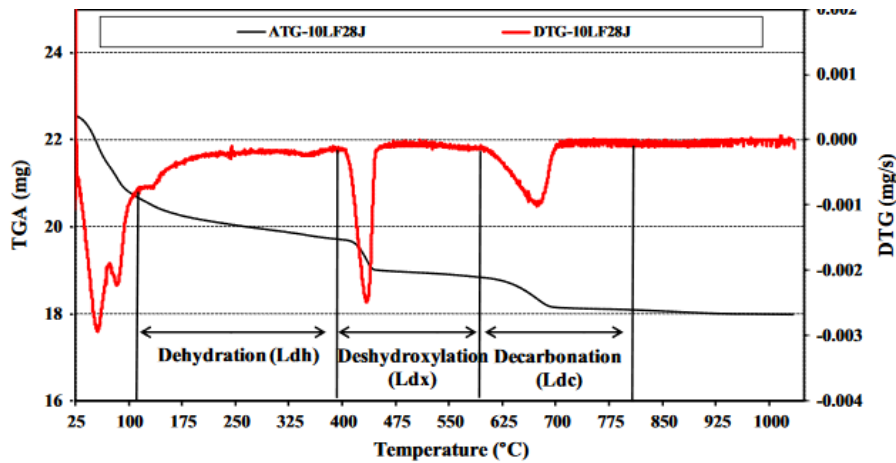


Figure 4.5 – ATG/DTG d'un pâte de ciment [240].

4.1.3.3 Méthodes mécaniques

Principe : Les méthodes mécaniques pour l'estimation du degré d'hydratation de matériaux cimentaires sont moins répandues que les méthodes thermiques car elles ont l'inconvénient d'être coûteuses en matériel et destructives. La méthode la plus commune reste un essai en compression de la matrice cimentaire. En effet, cette dernière se trouve comprimée à partir du moment de sa *prise*. De cet essai on déduit des grandeurs mécaniques comme la résistance à la compression ou encore le module d'Young au cours du temps. La résistance à la compression R_c désigne la capacité d'un matériau à résister à un effort de compression tandis que le module de Young E , appelé également module d'élasticité, est un coefficient exprimé en Pa et liant la contrainte σ_m exercée sur le matériau à la déformation relative ϵ au cours du temps.

$$E = \frac{\sigma_m}{\epsilon} \quad (4.10)$$

Le recours à des grandeurs mécaniques pour estimer le degré d'hydratation α des matériaux cimentaires est intéressant car l'évolution des propriétés mécaniques du matériau en

dépendent.

Essai en compression : Cet essai consiste à placer le matériau cimentaire dans une machine mécanique quelque temps après sa fabrication. Il doit notamment respecter la norme [241]. Le dispositif se présente sous la forme d'une presse dont la surface de contact avec le matériau ainsi que la force de compression sont connues. Simultanément à la compression du matériau une mesure de sa déformation est menée afin d'estimer le module de Young de la matrice cimentaire.

Lien entre les propriétés mécaniques et le degré d'hydratation : On trouve dans la littérature diverses études liant les paramètres mécaniques à α . On peut citer par exemple les études [242, 243, 244, 245]. Généralement elles sont menées parallèlement à des études calorimétriques pour estimer α . Leurs résultats montrent une variation quasi linéaire entre les paramètres mécaniques et α , une loi a même été établie (équations (4.11) et (4.12)) [246].

$$E(\alpha) = E_{\infty} \left(\frac{\alpha(t) - \alpha_0}{\alpha_{\infty} - \alpha_0} \right)^a \quad (4.11)$$

$$R_c(\alpha) = R_{c,\infty} \left(\frac{\alpha(t) - \alpha_0}{\alpha_{\infty} - \alpha_0} \right)^a \quad (4.12)$$

où α_0 est le degré d'hydratation au moment de la prise du matériau cimentaire, appelé également seuil de percolation mécanique, a un paramètre dépendant du type de ciment utilisé, E_{∞} et $R_{c,\infty}$ [247] respectivement le module de Young E à l'infini ($\alpha = 1$) et la résistance à la compression.

4.1.3.4 Synthèse de l'état de l'art

Cette étude bibliographique a porté sur les dispositifs expérimentaux de mesure du degré d'hydratation de matériaux cimentaires. Certains d'entre eux présentent l'avantage d'être peu coûteux ou faciles à mettre en œuvre, comme la calorimétrie semi-adiabatique [230]. Mentionnons la bombe à carbure qui est utilisée in situ (sur les chantiers) pour mesurer la teneur en eau des bétons. Il s'agit d'une méthode basée sur l'insertion d'un matériau cimentaire prélevé sur site dans un récipient fermé contenant des ampoules de carbure de calcium. La réaction entre le carbure de calcium et les molécules d'eau produit une pression sur les parois. L'estimation de la teneur en eau est réalisée à partir de la mesure de la pression. C'est une méthode reconnue et répandue chez les professionnels, qui répond

à des normes et peut servir à estimer, à un moment donné, l'avancée de l'hydratation d'un matériau cimentaire et permettre de savoir si l'on peut poursuivre les travaux. Cependant, c'est une méthode destructive (elle nécessite un prélèvement d'échantillon), qui de ce fait ne répond pas au cahier des charges que nous nous fixons dans cette étude. Pour résumer, aucune de ces méthodes n'est déployable pour des mesures non destructives sur une structure déjà coulée.

Nous proposons dans ce qui suit une méthode électromagnétique RF s'appuyant sur une mesure non invasive.

4.2 Développement d'une méthode RF pour le suivi de l'hydratation d'un matériau cimentaire

4.2.1 Approche diélectrique RF

Il est possible réaliser des mesures de réflectométrie RF sur un milieu cimentaire et de les combiner à un processus d'homogénéisation appliqué à sa permittivité diélectrique pour caractériser ses propriétés hydriques. C'est ce qu'a fait Vincent Guihard dans sa thèse [87], une démarche qu'il a appliquée à des pâtes de ciment, des mortiers et des bétons, après séchage, afin d'en prédire la teneur en eau, ceci après avoir caractérisé la permittivité diélectrique des phases en présence par des mesures de réflectométrie RF.

Nous proposons une approche similaire pour suivre l'hydratation d'un matériau cimentaire : il s'agit de suivre l'évolution à des fréquences RF de la permittivité diélectrique ε_r^* d'un matériau cimentaire en cours d'hydratation (en pratique nous exploiterons la partie réelle ε_r'). En effet, celle-ci dépend de α puisque l'eau présente un fort contraste de permittivité avec les autres constituants du matériau. **Notre approche vise à combiner des mesures diélectriques RF réalisées au moyen d'une sonde de réflectométrie (une technique non invasive) à un modèle diélectrique basé sur des lois de mélange liées à α (somme des contributions diélectrique des constituants).**

Mise en œuvre sur un mortier :

Nous proposons d'étudier cette approche en l'appliquant au cas d'un mortier (pâte de ciment mélangée à du sable) avec la formulation du mortier suivante : $e/c = 0,5$ et $s/c = 2,5$; où e , c et s sont respectivement les masses d'eau, de ciment et de sable. **Le ciment utilisé est un ciment Portland répondant à la norme australienne AS 3972-2010 (General Purpose) [231]** . L'approche consiste à réaliser ce qui suit :

- Des expérimentations sur l'hydratation d'un mortier consistant en des mesures de réflectométrie RF ainsi que de calorimétrie. Les premières visant à suivre l'évolution du spectre diélectrique au cours du temps, les secondes celles du degré d'hydratation. La combinaison de ces résultats devant naturellement fournir les variations de ε'_r (nous nous focaliserons sur la partie réelle de ε_r^*) en fonction de α .
- Le développement d'un modèle diélectrique de mortier en cours d'hydratation permettant de relier ε_r^* , et par suite ε'_r , à α . Celui-ci s'appuie (i) sur un modèle d'hydratation (deux alternatives seront étudiées) permettant de calculer les fractions volumiques $v_k(\alpha)$ des k constituants du mortier en fonction de α ; (ii) sur des lois de mélange (trois combinaisons seront étudiées) consistant à calculer $\varepsilon_r^*(\alpha)$ du mortier (mélange) comme une somme des permittivités $\varepsilon_{r,k}^*$ de ses constituants pondérée par les $v_k(\alpha)$. Nous vérifierons expérimentalement à l'aide de mesures de calorimétrie sur une pâte de ciment et sur un mortier la validité d'une hypothèse faite pour le modèle proposé concernant l'homogénéisation du mélange (§ 4.2.6).
- La confrontation des mesures au modèle diélectrique.

Cette démarche est schématisée figure 4.6, avec une précision supplémentaire : l'intervention d'un modèle pour calculer $\alpha(t)$ à partir de la mesure (calorimétrie) du flux de chaleur cumulé $q(t)$ du mortier en cours d'hydratation (§ 4.2.2.2).

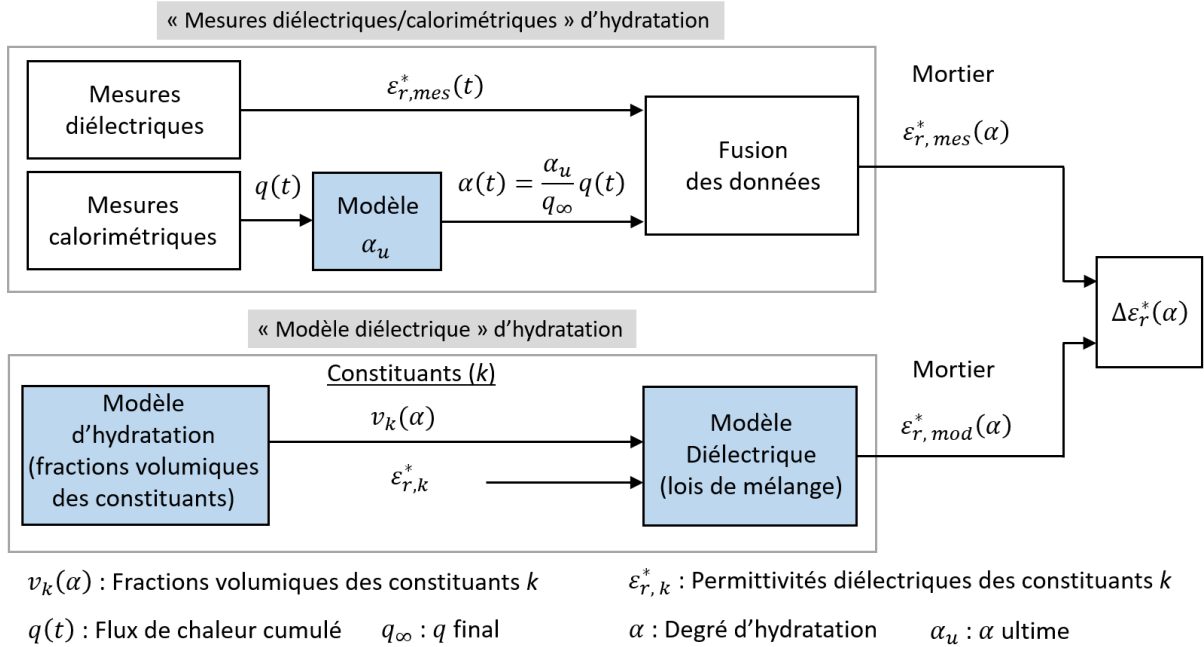


Figure 4.6 – Approche diélectrique RF pour le suivi de l'hydratation d'un mortier.

4.2.2 Mesures de calorimétrie

4.2.2.1 Méthode de mesure

Le choix de mesurer les dégagements de chaleur, non seulement du mortier mais de la pâte de ciment, vise à valider l'hypothèse d'homogénéisation selon laquelle sa permittivité diélectrique est la contribution d'une pâte de ciment additionnée de celle d'inclusions de sable inertes du point de vue du dégagement de chaleur. Si cette hypothèse est vraie il doit y avoir égalité entre $f_{pc,théo}$ et $f_{pc,exp}$, valeurs théorique et expérimentale de la fraction volumique de la pâte de ciment dans le mortier. $f_{pc,théo}$ correspond au rapport entre la somme des volumes initiaux d'eau V_w et de ciment V_c et celle des volumes initiaux des trois éléments (équation (4.13)). En pratique la fraction volumique s'obtient à partir des flux de chaleur cumulés mesurés pour la pâte de ciment q_{pc} et le mortier q_{mor} (équation (4.14)). L'utilisation de l'équation (4.13) nécessite de connaître la formulation du mortier et les masses volumiques des matériaux utilisés.

$$f_{pc,théo} = \frac{V_c + V_w}{V_c + V_w + V_s} \quad (4.13)$$

$$f_{pc,exp} = \frac{q_{mor}}{q_{pc}} \quad (4.14)$$

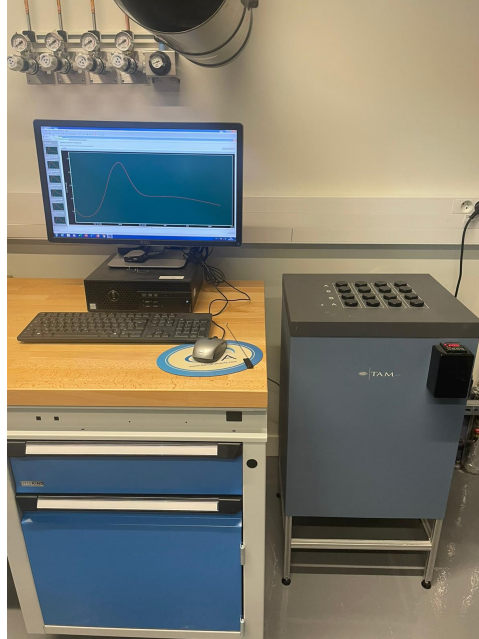


Figure 4.7 – Calorimètre isotherme TAM air.

La figure 4.7 est une photographie du calorimètre isotherme utilisé pour la mesure du flux de chaleur dégagé par le mortier lors de la réaction d'hydratation entre le ciment et l'eau. Il est piloté par un ordinateur qui collecte également les mesures.

4.2.2.2 Mise en œuvre de mesures de calorimétrie sur une pâte de ciment et sur un mortier

Nous avons mesuré les dégagements de chaleur au cours de l'hydratation d'une pâte de ciment et d'un mortier. Les formulations utilisées sont les suivantes : $e/c = 0,5$ et $s/c = 2,5$; e , c et s étant respectivement les masses d'eau, de ciment et de sable.

Les figures 4.8 et 4.9 représentent respectivement les variations du flux de chaleur instantané et du flux de chaleur cumulé $q(t)$, normalisés par la masse des mélanges (résultats en $W.g^{-1}$). Les variations de flux thermique (figure 4.8) traduisent les différentes phases d'une réaction d'hydratation (§ 4.1.3.1). L'important dégagement de chaleur observé au tout début correspond à la phase de pré-induction. Il est suivi d'une forte décroissance, jusqu'à un minimum local atteint au bout de 30 minutes ; c'est la phase d'induction. Ensuite, le flux repart à la hausse pour atteindre deux pics, au bout de 20 heures environ ; c'est la phase d'accélération, marquée par la dissolution du C3S (premier pic) et du C3A (second pic). La décroissance finale correspond à la phase de décélération.

On observe que **le dégagement de chaleur de la pâte de ciment est plus important que celui du mortier**, avec des flux cumulés de $9 W.g^{-1}$ contre $3,7 W.g^{-1}$ environ (figure 4.9). Les masses des deux mélanges étant égales (5 g), cette différence est liée au **caractère inerte du sable présent dans le mortier** qui réduit la part de matière participant à la réaction.

Du flux de chaleur cumulé on déduit la fraction volumique expérimentale de la pâte de ciment dans le mortier $f_{pc,exp}$ (équation (4.14)) que l'on compare à sa valeur théorique $f_{pc,théo}$ (équation (4.13)) ; (figure 4.10). Valeurs théorique $f_{pc,théo} \simeq 0,47$ et expérimentale $f_{pc,exp} \simeq 0,4$ sont en bon accord. L'écart observé peut être dû aux incertitudes de mesure, à la variabilité du sable ou à des interactions entre le sable et l'hydratation (nucléation, auréoles de transition...). Des essais supplémentaires pourraient aider à élucider cet écart mineur.

Cette étude calorimétrique valide la pertinence de l'homogénéisation dans le cas du mortier, ce qui signifie que l'on peut le considérer comme une pâte de ciment avec des inclusions de sable inertes.

La figure 4.11 donne le degré d'hydratation $\alpha(t)$ calculé à partir de la mesure du flux chaleur cumulé $q(t)$, d'après la formule $\alpha(t) = \alpha_u \frac{q(t)}{q_\infty}$ (équation (4.9)). **Le degré d'hydratation ultime α_u apparaissant dans la formule peut être calculé d'après différents modèles** (§ 4.1.3.1). Nous avons utilisé ceux de Mills [237], Waller [229] et Hansen [238] qui donnent $\alpha_{u,\text{Mills}} = 0,74$, $\alpha_{u,\text{Waller}} = 0,81$ et $\alpha_{u,\text{Hansen}} = 1$. Il s'ensuit qu'au bout de nos 180 h d'expérience α atteint 0,37 (Mills), 0,4 (Waller) ou 0,5 (Hansen). Une mesure au diffractomètre à rayons X a permis d'estimer la composition minéralogique du ciment utilisé (tableau 4.1) et de déduire q_∞ .

Phase	Fraction
C_3S	53.8
C_2S	35.3
C_3A	5.4
C_4AF	2.5
Autres	3

Table 4.1 – Composition minéralogique du ciment utilisé.

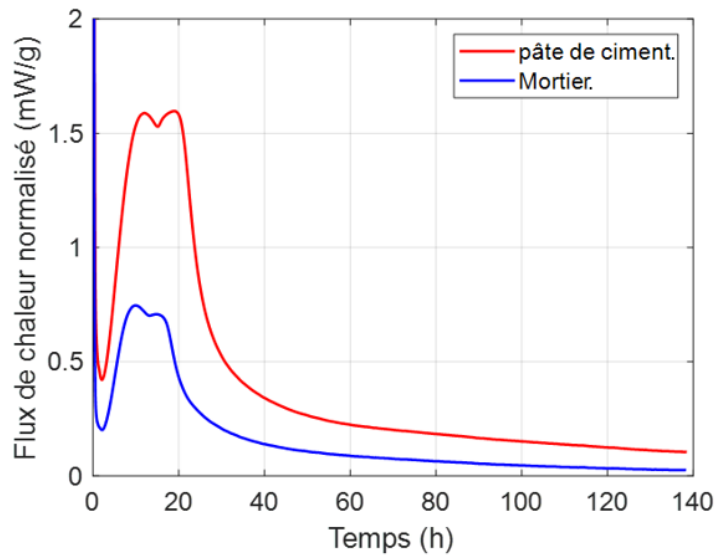


Figure 4.8 – Dégagements de chaleur normalisés (en mW/g) mesurés au cours de l'hydratation de la pâte de ciment et du mortier.

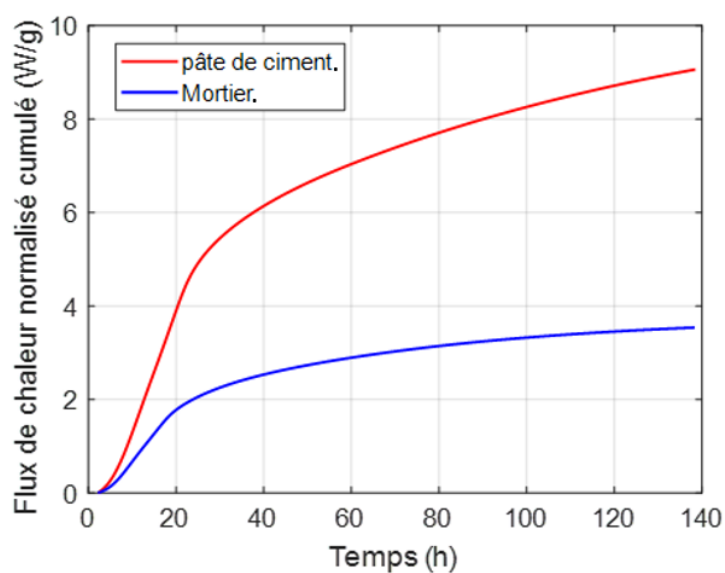


Figure 4.9 – Dégagements de chaleur cumulés normalisés (en W/g) mesurés au cours de l'hydratation de la pâte de ciment et du mortier.

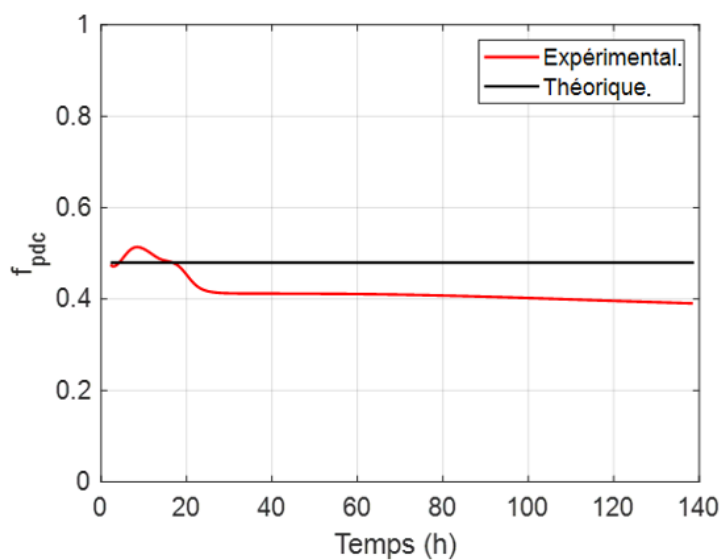


Figure 4.10 – Mesure et simulation de la fraction volumique de la pâte de ciment dans le mortier au cours de l'hydratation.

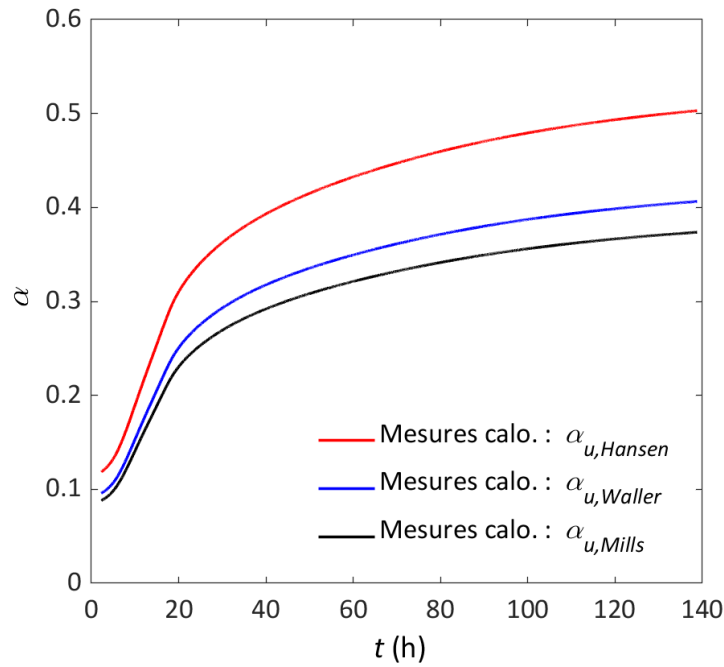


Figure 4.11 – Degré d'hydratation $\alpha(t) = \alpha_u \frac{q(t)}{q_\infty}$ (équation (4.9)) du mortier calculé d'après la mesure de $q(t)$, les coefficients α_u étant calculés d'après Mills [237], Hansen [238] et Waller [229].

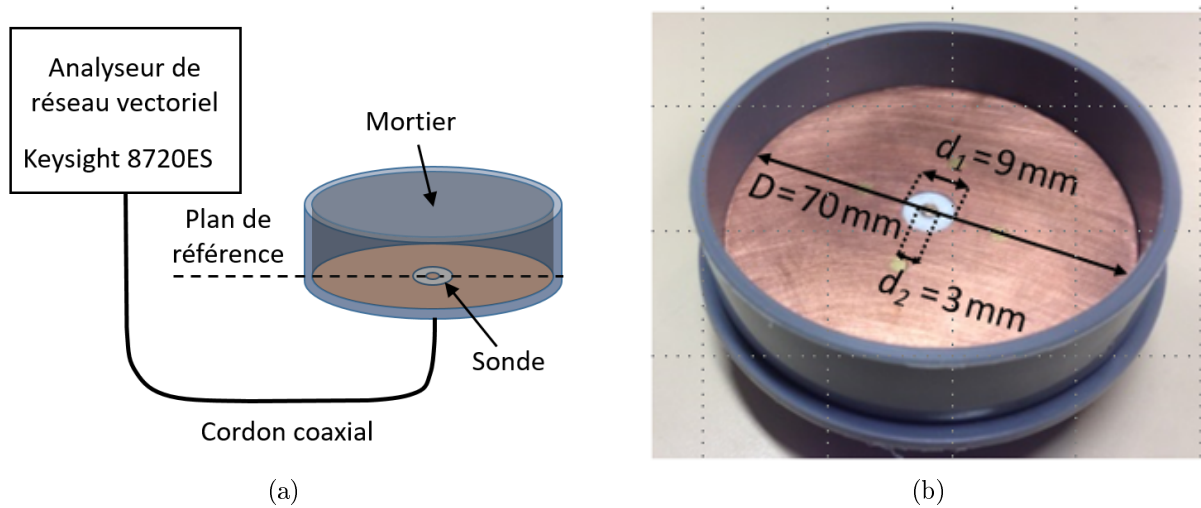


Figure 4.12 – (a) Représentation du banc de mesure de réflectométrie large bande [100 MHz – 9 GHz], (b) sonde à effet de bout à connecteur N.

4.2.3 Mesures diélectriques

4.2.3.1 Méthode de mesure : spectroscopie diélectrique RF par réflectométrie

L'important contraste de permittivité diélectrique entre l'eau capillaire (eau libre) et les autres phases d'un mortier peut être exploité afin de suivre ses variations de teneur en eau θ et son degré d'hydratation α . A l'instar d'autres matériaux de construction tels que les bétons [248], un mortier pourrait être dispersif en fréquence, ce qui signifie une dépendance de sa permittivité diélectrique ε_r^* à la fréquence des ondes électromagnétiques. Aussi avons nous choisi de réaliser des mesures diélectriques entre 100 MHz à 9 GHz. Pour ce faire, nous proposons d'utiliser une sonde coaxiale ouverte composée d'un connecteur N soudé à un plan de masse (figure 4.12.b). Le connecteur présente des diamètres intérieur et extérieur de 3 mm et 5 mm, le diamètre extérieur du plan de masse faisant 70 mm. Une telle sonde permet d'effectuer des mesures de réflectométrie, c'est-à-dire de coefficient de réflexion électromagnétique (Γ ou S_{11}) à l'interface sonde/matériau. La sonde choisie est capable de sonder un volume compatible avec le VER d'un mortier. En effet, avec ce type de sonde les ondes pénètrent dans le matériau jusqu'à une profondeur de l'ordre du rayon d'ouverture, soit 5 mm, sachant que les plus grandes hétérogénéités du mortier (sable) ne dépassent pas 1 mm de diamètre. La sonde est reliée à un analyseur de réseau vectoriel (VNA) via un cordon coaxial.

La figure 4.12 représente le banc d'essai qui en pratique met en œuvre un VNA Keysight 8720ES [249] et la sonde décrite ci-dessus. Notons que la mesure nécessite une étape de calibrage afin de prendre en compte l'erreur systématique du VNA et de déplacer le plan de mesure au niveau du connecteur N du cordon coaxial. En pratique nous utilisons un calibrage OSL (Open - Short - Load).

Les interactions électromagnétiques entre une sonde coaxiale de quelques millimètres d'ouverture et un matériau présentant un volume élémentaire représentatif (VER) de l'ordre du centimètre cube [250, 251], tel que le mortier considéré, peuvent être modélisées par un modèle capacitif [252, 253]. En outre, celui-ci permet de relier la permittivité diélectrique du matériau sous test (MUT) au coefficient Γ (équation (4.15)).

$$\varepsilon_r^* = \frac{c_1 \Gamma - c_2}{c_3 - \Gamma} \quad (4.15)$$

où les coefficients (c_1, c_2, c_3) dépendent de la géométrie de la sonde [253, 95]. Comme le montre l'équation (4.15), une étape d'étalonnage de la sonde est nécessaire afin d'estimer

c_1, c_2 etc $_3$. Elle passe par la mesure de Γ avec trois MUT de permittivités diélectriques connues. Pour cela nous ferons un étalonnage de type Open-Water-Liquid (OWS) et/ou Open-Water-Liquid (OWL) avec comme MUT de référence : l'eau déionisée (W), l'air (O) et le méthanol (L). Il s'agit donc de remplir la coupe (figure 4.12) successivement avec ces matériaux et de mesurer à chaque fois le coefficient Γ . Les permittivités diélectriques du méthanol et de l'eau déionisée sont données par le modèle de Debye [254] (équation (4.16)).

$$\varepsilon_{r,Debye}^*(f) = \varepsilon_{r,HF}^* + \frac{\varepsilon_{r,LF}^* - \varepsilon_{r,HF}^*}{1 + 2\pi f\tau} \quad (4.16)$$

où f est la fréquence de l'onde, τ le temps de relaxation, $\varepsilon_{r,LF}^*$ la permittivité diélectrique du milieu aux basses fréquences et $\varepsilon_{r,HF}^*$ celle aux hautes fréquences. En § 4.2.3.2. L'eau ainsi que le méthanol vont servir à étalonner la sonde (tableau 4.2) tandis que l'éthanol et l'isopropanol permettent de valider l'étalonnage (tableaux 4.3 et 4.4). Pour ces derniers liquides, dans [255] il est utilisé un modèle de Debye dit « Γ -model» mais celui-ci peut introduire des erreurs dans la gamme. Par conséquent nous utiliserons un modèle de Debye simple.

4.2.3.2 Mise en œuvre du suivi dielectrique de l'hydratation d'un mortier

Nous avons suivi l'hydratation d'un mortier au moyen de mesures de réflectométrie RF ; le banc de mesure étant composé d'un VNA, d'un cordon coaxial à terminaisons N et d'une sonde à effet de bout mise au contact du mortier (figure 4.12). Précisons le protocole expérimental :

1. Calibrage du VNA et du câble : ceci permet de placer le plan de mesure du coefficient de réflexion (Γ) au niveau du connecteur du câble.
2. Etalonnage de la sonde : ceci permet d'estimer les coefficients du modèle des interactions sonde/MUT reliant Γ à la permittivité diélectrique ε_r^* du MUT (équation (4.15)). Nous utilisons les étalonnages OWL (Open-Water-Liquid) et OWS (Open-Water-Short). De plus, cet étalonnage permet de déplacer le plan de mesure au niveau de l'interface sonde/MUT.
3. Mesures sur des liquides de référence : des mesures sur des liquides dont ε_r^* est connue, autres que ceux utilisés pour l'étalonnage, permettent de valider les deux étapes précédentes.
4. Mesures sur le mortier : on remplit de mortier la coupe au fond de laquelle se trouve la sonde et on procède à des mesures régulières de Γ au cours du temps (140 h).

5. Inversion : l'équation (4.15) qui constitue un modèle inverse $\varepsilon_r^* = f(\Gamma)$ permet d'estimer les variations du spectre diélectrique du mortier au cours du temps (suivi de l'hydratation).

Rappelons la formulation du mortier caractérisé (la même que lors des mesures de calorimétrie) : $e/c = 0,5$ et $s/c = 2,5$; où e , c et s sont respectivement les masses d'eau, de ciment et de sable.

a) Etalonnage de la sonde et validation sur des matériaux tests

Conformément à la démarche ci-dessus nous avons procédé au calibrage du VNA et du câble coaxial, puis à l'étalonnage (OWL et OWS) de la sonde, en nous servant pour W (Water) d'eau déionisée et pour L (Liquid) de méthanol. Pour O (Open) la coupe est vide tandis que pour S (Short) un film aluminium recouvre l'ouverture de la sonde. Ces mesures comme les suivantes ont été faites sur la bande [100 MHz — 9 GHz]. L'étalonnage nous a fourni les coefficients c_1 , c_2 et c_3 du modèle capacitif de la sonde (équation (4.15)).

Nous avons ensuite effectué des tests visant à vérifier la précision des opérations précédentes. Premièrement, nous avons mesuré le coefficient de réflexion Γ de deux liquides, l'éthanol et l'isopropanol (figure 4.14.a). Deuxièmement, nous avons appliqué le modèle inverse capacitif (équation (4.15)) en y injectant les paramètres c_1 , c_2 et c_3 et les Γ mesurés sur ces liquides. Nous avons ainsi obtenu les mesures de spectres diélectriques présentées figures 4.13.a et b.

Le tableau 4.2 donne les sources de la littérature fournissant des tables de données des paramètres τ , $\varepsilon_{r,LF}^*$ et $\varepsilon_{r,HF}^*$ du modèle de Debye (équation (4.16)) permettant de calculer $\varepsilon_r^*(f)$ pour les liquides mentionnés. Notons que ces paramètres dépendent de la température du liquide considérée. Par conséquent on préfère renvoyer le lecteur aux références cités.

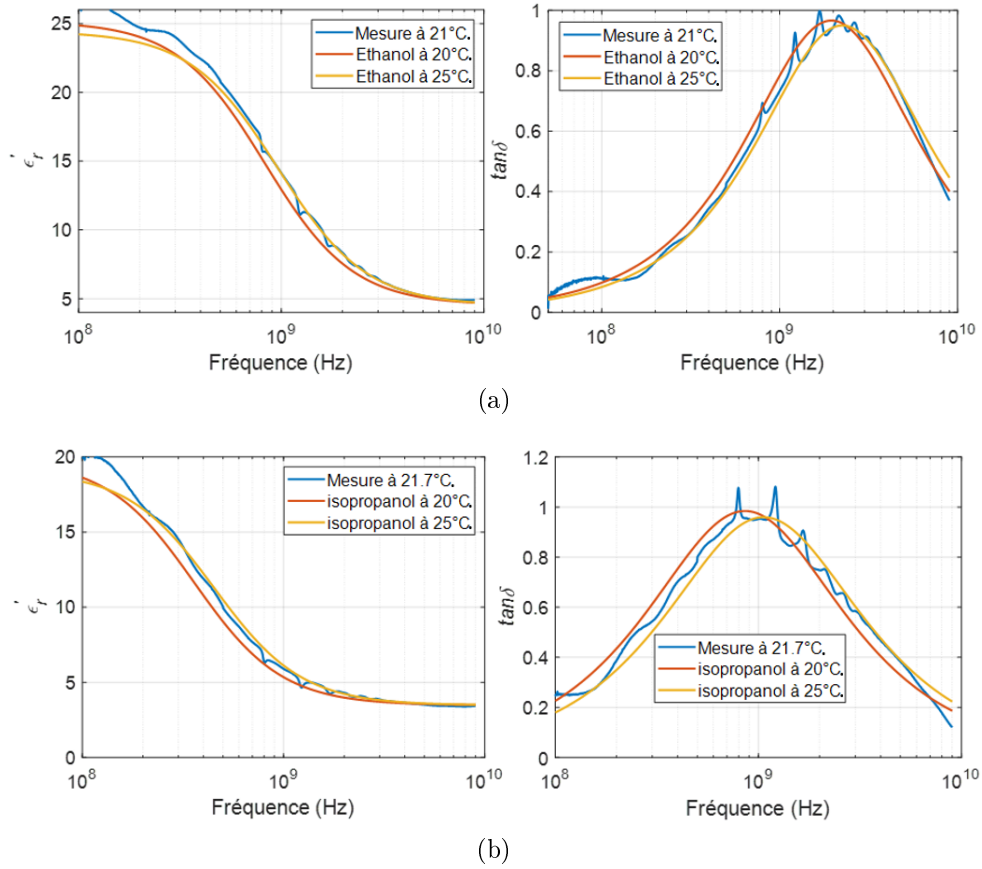
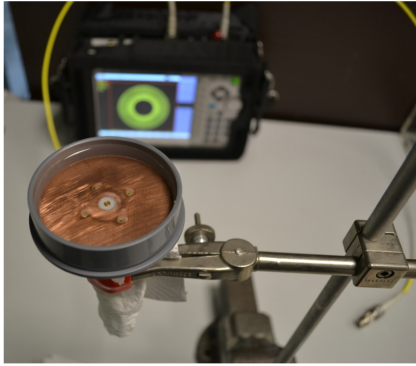


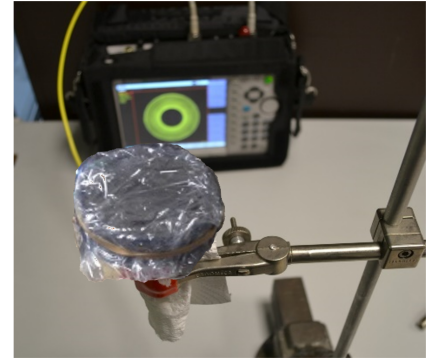
Figure 4.13 – Spectres diélectriques de l'éthanol (a) et de l'isopropanol (b) obtenus par sonde coaxiale

A partir des données de référence [255] nous avons tracé les spectres diélectriques de l'éthanol et de l'isopropanol pour les comparer à nos propres mesures (figures 4.13.a et b). Nos mesures de spectres et les références (représentées pour deux valeurs de température encadrant celles de nos mesures) sont très proches, hormis de légers rebonds autour de 1 GHz. Ceux-ci s'expliquent vraisemblablement par des effets géométriques de la sonde. Les variations en question sont négligeables par rapport aux valeurs observées. Dans une étude précédente, des résultats similaires avaient été obtenus avec le même type de dispositif [95, 256].

Les résultats de ces tests nous permettent de considérer que nos mesures de spectroscopie diélectrique sont précises.



(a)



(b)

Figure 4.14 – Mesures de réflectométrie RF (a) sur un MUT de référence ; (b) sur un mortier en cours d'hydratation.

		Données de référence (modèle de Debye : équation (4.16))		
Liquide	Etape	τ (ps)	$\varepsilon_{r,LF}^*$	$\varepsilon_{r,HF}^*$
Eau déionisée [257, 258]	Etalonnage	8,7	78,83	5,42
Méthanol[255]	Etalonnage	56,9	33,77	5,66

Tableau 4.2 – Liquides utilisés pour l'étalonnage de la sonde à effet de bout (eau déionisée et méthanol).

		Données de référence (modèle de Debye : équation (4.16))		
		τ (ns)	$\varepsilon_{r,LF}^*$	$\varepsilon_{r,HF}^*$
20°C		0,19	25,16	4,53
25°C		0,17	24,43	4,51

Tableau 4.3 – Données des spectres de l'éthanol à 20°C et 25°C [255].

	Données de référence (modèle de Debye : équation (4.16))		
	τ (ns)	$\varepsilon_{r,LF}^*$	$\varepsilon_{r,HF}^*$
20°C	0,44	19,79	3,47
25°C	0,35	19,09	3,47

Tableau 4.4 – Données des spectres de l'isopropanol à 20°C et 25°C [255].

b) Suivi diélectrique de l'hydratation d'un mortier

Le suivi de l'hydratation d'un mortier via des mesures de spectroscopie diélectrique RF a été fait sur une durée de 140 h, en adaptant progressivement le pas temporel entre mesures successives, partant d'un pas bref au cours des premières heures et l'augmentant graduellement à mesure que progressait l'hydratation.

En ce qui concerne les conditions expérimentales **nous avons veillé à ce qu'il n'y ait pas de compétition entre hydratation** (réaction chimique entre l'eau et le ciment) **et séchage** (eau s'échappant du mortier) en recouvrant le mortier d'un cellophane (figure 4.14.b). Le but étant d'isoler l'hydratation.

Les spectres diélectriques ont été calculés à partir des mesures de $\Gamma(f)$ à l'aide du modèle inverse (équation (4.15)), alias modèle de sonde. Ces mesures appellent quelques commentaires :

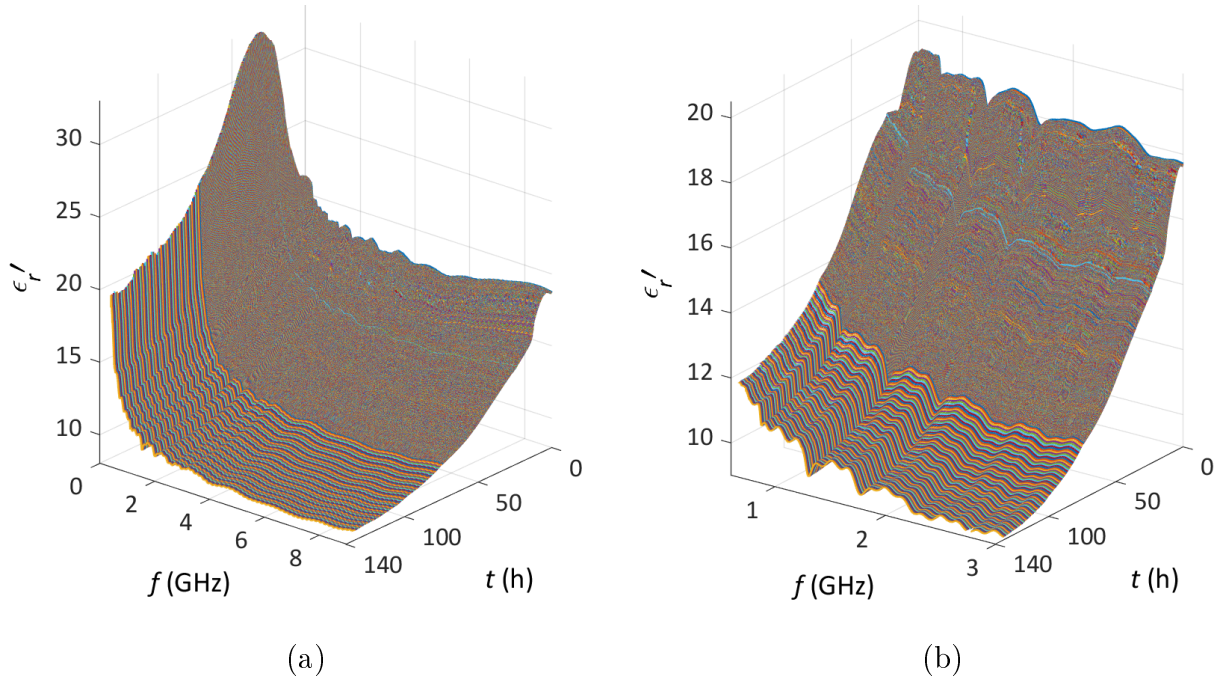


Figure 4.15 – Spectre diélectrique du mortier mesuré au cours de l'hydratation, durant 140 h : (a) spectre entre 100 MHz et 9 GHz, (b) 600 MHz et 3 GHz.

Le mortier est dispersif du point de vue électromagnétique : $\varepsilon'_r(f)$ de même que $\tan \delta(f)$ varient en fonction de la fréquence (figures 4.15 et 4.16). Deuxièmement, on constate que **la partie basse du spectre de 100 MHz à 600 MHz ne permet pas de relever de tendance de variation évidente au cours du temps** (figures 4.15 et 4.16). Nous avons cherché à savoir si cela n'était pas dû à un problème d'étalonnage de la sonde à ces fréquences. A l'étalonnage OWL nous avons donc substitué un étalonnage Open-Water-Short (OWS) — pour lequel une mesure en court-circuit vient remplacer celle avec le méthanol — réputé adapté pour les « basses » fréquences RF. Il se trouve que les résultats donnent les mêmes tendances qu'après l'étalonnage OWL.

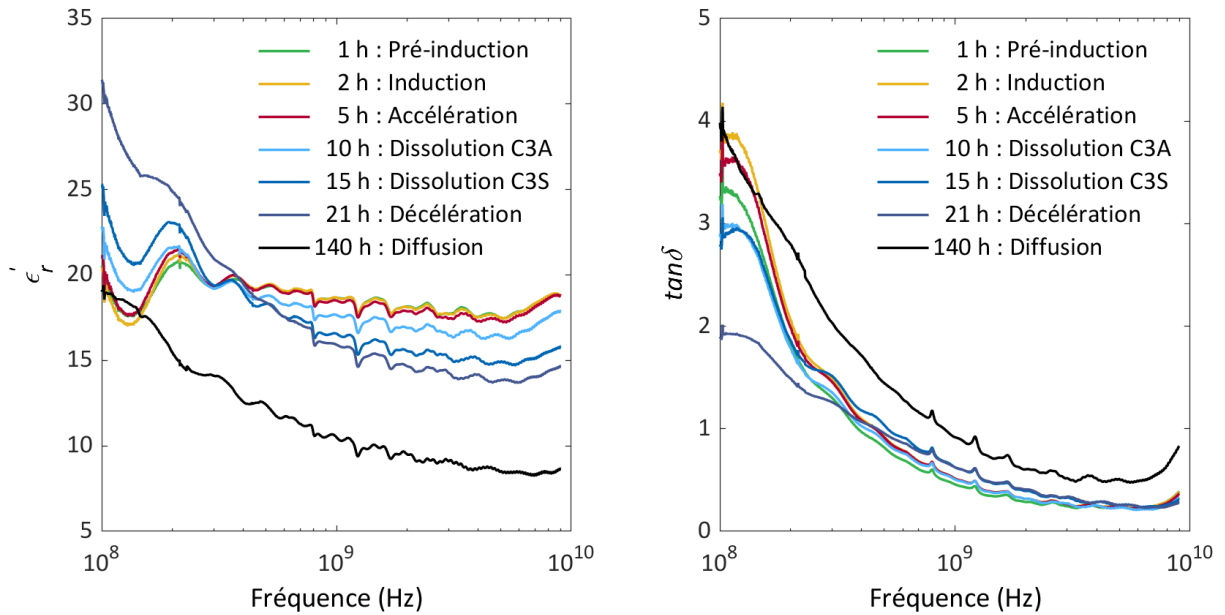


Figure 4.16 – Spectre diélectrique du mortier à différents moments de l'hydratation correspondant aux phases ou événements identifiés lors de la mesure de calorimétrie (cf. § 4.8, figures 4.8 et figure 4.8).

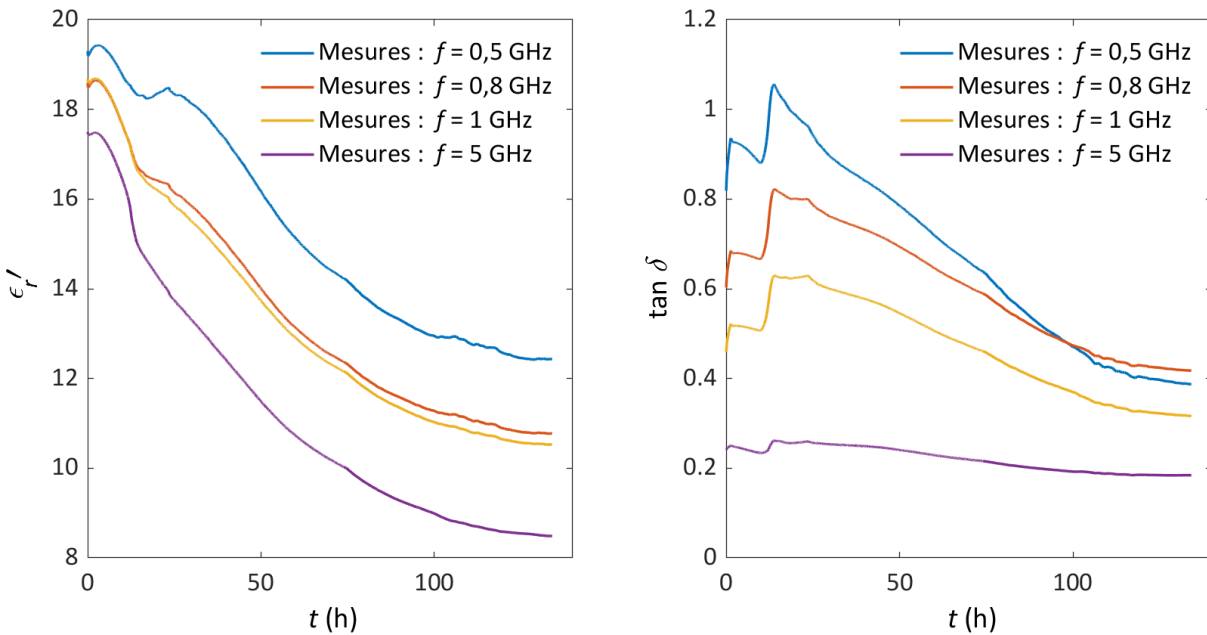


Figure 4.17 – Variations de la permittivité diélectrique complexe du mortier mesurée au cours de l'hydratation, durant 140 h, pour différentes fréquences.

Au delà de 600 MHz la tendance des mesures les rend exploitables (la relation entre ε_r^* et t est bijective) et on observe que **le spectre évolue sensiblement au cours de l'hydratation**, i.e. avec le temps (figures 4.16) : typiquement ε_r' varie d'une dizaine d'unités sur la durée des mesures. Ceci signifie que **la méthode diélectrique de suivi d'hydratation proposée est sensible**.

4.2.4 Combinaison des mesures diélectriques et calorimétriques de l'hydratation du mortier

Des mesures de calorimétrie (§ 4.2.2.2) nous ont permis de suivre le degré d'hydratation α d'un mortier durant 140 h et des mesures de spectroscopie diélectrique RF (§ 4.2.3.2) celles de la permittivité diélectrique d'un mortier identique sur une échelle de temps similaire ($\simeq 7$ jours). La fusion de ces données nous permet de disposer de caractéristiques $\varepsilon_r' vs. \alpha$.

La figure 4.18 confronte $\alpha(t)$ obtenu par calorimétrie à $\varepsilon_r'(t)$ mesuré à 800 MHz. On constate une proximité certaine dans leurs évolutions respectives, qu'une normalisation de $\varepsilon_r'(t)$ et de $1 - \alpha(t)$ met particulièrement en évidence (figure 4.18.d). Ce qui tend à confirmer la pertinence de mesures diélectriques en vue d'estimer α .

La figure 4.19 représente la fusion des données expérimentales (représentées individuellement figure 4.18.a et b) pour la fréquence de 800 MHz. Un choix justifié par les variations significatives de permittivité au cours de l'hydratation et par le fait que nous disposons pour cette fréquence de données diélectriques sur les phases du mortier [87] qui nous permettront d'alimenter le modèle diélectrique (§ 4.2.6).

On observe naturellement que ε_r' décroît en fonction de α , ceci à cause de la baisse de la quantité d'eau dans le mortier à mesure qu'elle est consommée par la réaction chimique. La permittivité diélectrique de l'eau libre ($\varepsilon_{r,eau}' \simeq 80$ à $T^\circ = 20^\circ\text{C}$) étant bien plus élevée que celles des autres constituants du milieu (cf. tableau 4.7).

En complément, la figure 4.20 superpose les mesures de dégagement de chaleur et de ε_r' à 800 MHz et indique les phases de l'hydratation mises en évidence en § 4.2.2.2 (cf. figure 4.20 et 4.18.b)

Notre propos est maintenant de comparer les mesures $\varepsilon_r' vs. \alpha$ à des modèles de permittivité diélectrique basés sur des lois de mélange. Si les modèles concordent avec les mesures diélectriques, la combinaison des deux pourra être envisagée comme méthode de suivi d'hydratation autonome, c'est-à-dire sans recours à la calorimétrie.

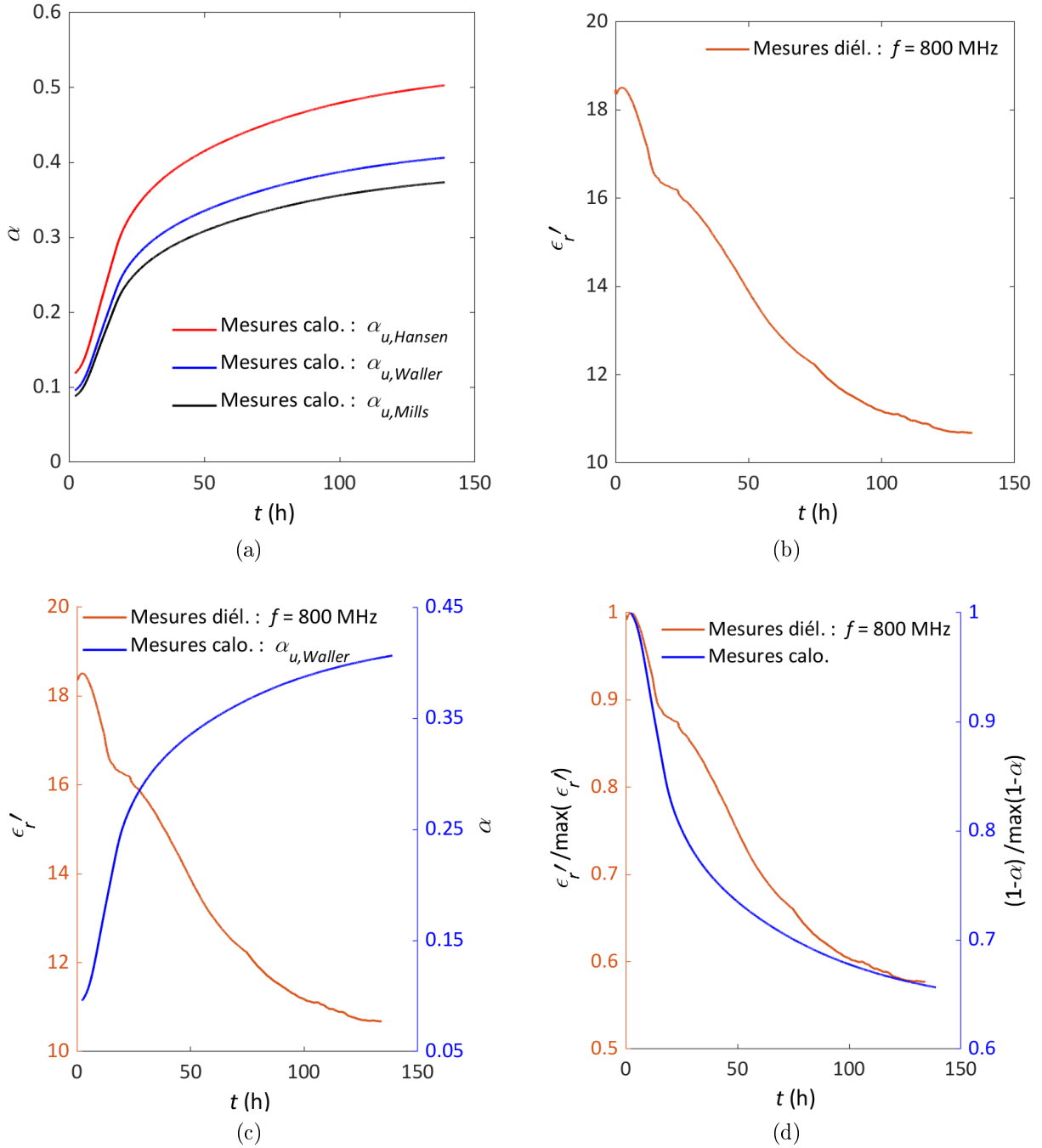


FIGURE 4.18 – Données expérimentales du suivi de l'hydratation d'un mortier durant 140 h : (a) Mesures de calorimétrie : $\alpha(t) = \alpha_u \frac{q(t)}{q_\infty}$ (équation (4.9)) est calculé d'après la mesure de $q(t)$, les coefficients α_u étant calculés d'après Mills [237], Waller [229] et Hansen [238]. (b) Mesures diélectriques à 800 MHz. (c) Mesures diélectriques à 800 MHz et calorimétriques (pour α_u calculé d'après Waller). (d) Mesures diélectriques normalisées à 800 MHz et mesures calorimétriques de $1 - \alpha$ normalisées.

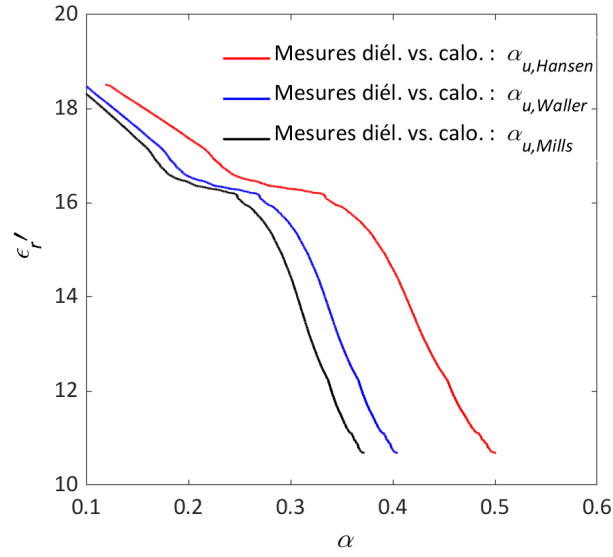


Figure 4.19 – Fusion des données expérimentales du suivi de l'hydratation d'un mortier ε'_r vs. t à 800 MHz et α vs. t t.q. $\alpha(t) = \alpha_u \frac{q(t)}{q_\infty}$ (équation (4.9)), pour α_u calculé d'après Mills ($\alpha_u = 0,74$) [237], Hansen ($\alpha_u = 1$) [238] et Waller ($\alpha_u = 0,81$) [229].

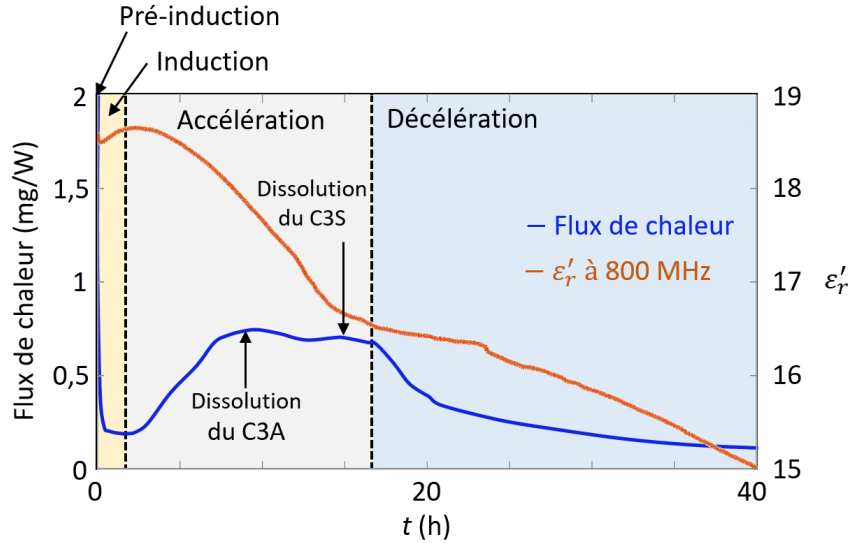


Figure 4.20 – Superposition des mesures des variations de ε'_r à 800 MHz et du flux de chaleur normalisé du mortier en fonction du temps, durant les 40 premières heures de l'hydratation.

4.2.5 Modélisation de l'hydratation des pâtes de ciment

Avant de décrire les modèles diélectriques d'hydratation de matériaux cimentaires envisagés (qui seront appliqués à un mortier) il nous faut aborder les modèles d'hydratation des pâtes de ciment. En effet, ceux-ci sont indispensables pour fournir les fractions volumiques des constituants nécessaires aux modèles diélectriques.

La littérature propose plusieurs **modèles quantifiant les proportions des phases d'une pâte de ciment en cours d'hydratation en fonction du degré d'hydratation α** . Nous allons en présenter deux. **Le modèle de Powers [259] est une représentation simplifiée de l'hydratation. Celui développé par Königsberger et al. [260] est une modélisation approfondie dont l'apport est la prise en compte de la densification du C-S-H au cours de l'hydratation, i.e la formation d'un gel de C-S-H au niveau des pores qui, in-fine, remplacera l'eau libre dans la matrice cimentaire.**

4.2.5.1 Modèle de Powers

Le modèle de Powers [259] relie les fractions volumiques des constituants d'une pâte de ciment à α . Les constituants pris en compte sont au nombre de 5, leur liste est donnée par le tableau 4.5 qui précise les notations de leurs fractions volumiques.

Selon ce modèle, celles-ci évoluent en fonction de α conformément aux équations (4.17) à (4.21) [261] :

$$V_{cw} = p - 1,32(1 - p)\alpha \quad (4.17)$$

$$V_{gw} = 0,6(1 - p)\alpha \quad (4.18)$$

$$V_h = 1,52(1 - p)\alpha \quad (4.19)$$

$$V_{uc} = (1 - p)(1 - \alpha) \quad (4.20)$$

$$V_a = 0,6(1 - p)\alpha \quad (4.21)$$

où p représente la porosité initiale et dépend du rapport massique e/c entre l'eau et ciment ainsi que des densités spécifiques de l'eau ρ_w et du ciment ρ_c (équation (4.22)).

$$p = \frac{e/c}{e/c + \frac{\rho_w}{\rho_c}} \quad (4.22)$$

La figure 4.21 donne une illustration du modèle de Powers. Il s'agit des variations des fractions volumiques des phases en fonction de α entre le début ($\alpha = 0$) et la fin de la réaction ($\alpha = 1$), pour un rapport e/c égal à 0,5.

Au début de la réaction seuls l'eau et le ciment anhydre sont présents, puis on observe la formation d'hydrates qui finiront par constituer la fraction volumique majoritaire dans la matrice. La réaction d'hydratation qui s'arrête lorsqu'il n'y a plus de ciment.

Constituant	Fraction volumique
Eau libre	V_{cw}
Eau liée	V_{gw}
Hydrates	V_h
Ciment anhydre	V_{uc}
Air	V_a

Table 4.5 – Notations relatives au modèle de Powers [259].

4.2.5.2 Prise en compte de la densification du C-S-H : modèle de Königsberger et al.

Contrairement au modèle de Powers le modèle développé par Königsberger et al. [260] tient compte du fait que la densité des hydrates varie au cours de la réaction. De plus, il établit l'existence de trois régimes en fonction du degré d'hydratation.

- **Régime 1** : le C-S-H se fixe sur les surfaces du clinker alors qu'il y a absence d'eau liée dans la matrice.
- **Régime 2** : le C-S-H commence à se présenter sous forme de gel. Il correspond à une augmentation de la fraction d'eau liée.
- **Régime 3** : il s'établit lorsque le gel de C-S-H remplace entièrement l'eau libre dans la porosité.

Ces régimes dépendent notamment du rapport e/c . Définissons α_{1-2} et α_{2-3} respectivement comme les degrés d'hydratation de transition entre les régimes 1 et 2 et 2 et 3 (équations (4.23) et (4.24)) [260].

$$\alpha_{1-2} = 0.170e/c \quad (4.23)$$

$$\alpha_{2-3} = 2.022e/c \quad (4.24)$$

Le tableau 4.6 donne les fractions volumiques utilisées dans ce modèle, elles sont au nombre de 6. Les équations (4.25) à (4.30) donnent les expressions des fractions volumiques en fonction du degré d'hydratation [260].

$$V_{uc} = \frac{1 - \alpha}{1 + 3.185e/c} \geq 0 \quad (4.25)$$

$$V_a = \frac{0.167\alpha}{1 + 3.185e/c} \quad (4.26)$$

$$V_{CH} = \frac{0.484\alpha}{1 + 3.185e/c} \quad (4.27)$$

$$V_{CSH} = \frac{1.105\alpha}{1 + 3.185e/c} \quad (4.28)$$

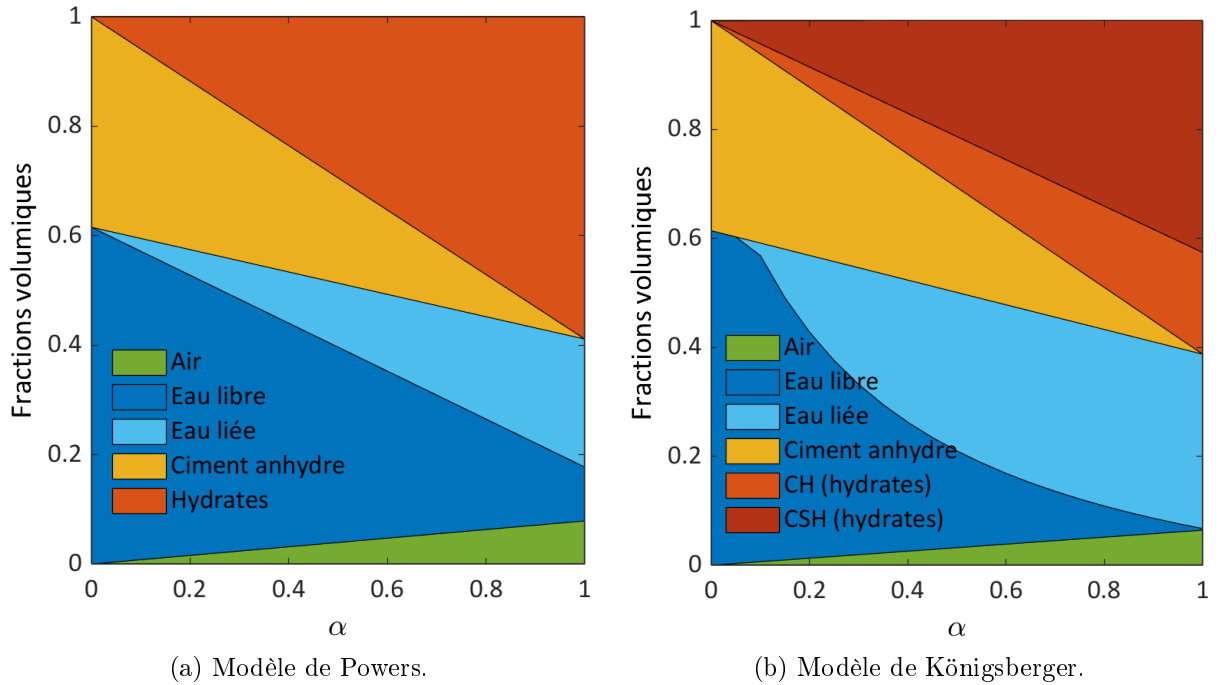
$$V_{gw} = \begin{cases} 0 & si \quad 0 \leq \alpha \leq \alpha_{1-2} \\ \frac{-0.799(e/c)^2 + 4.824\alpha(e/c) - 0.793\alpha^2}{(1 + 3.185e/c)(0.864(e/c) + 1.278\alpha)} & si \quad \alpha_{1-2} < \alpha < \alpha_{2-3} \\ \frac{3.185e/c - 0.755\alpha}{1 + 3.185e/c} & si \quad \alpha_{2-3} \leq \alpha \leq 1 \end{cases} \quad (4.29)$$

$$V_{cw} = \frac{3.185e/c - 0.755\alpha}{1 + 3.185e/c} - V_{gw} \geq 0 \quad (4.30)$$

La figure 4.21 illustre le modèle de Königsberger et al. Il représente les variations au cours de l'hydratation des différentes fractions volumiques obtenues à partir des équations précédentes. **Pour un rapport e/c de 0,5 on observe uniquement deux des trois régimes.** En effet, dans ce cas la variable $\alpha_{2-3} > 1$. Comme pour le modèle de Powers, il va de soi que $\alpha = 0$ correspond au début de l'hydratation tandis que la fin théorique de celle-ci correspond à $\alpha = 1$.

Constituant	Fraction volumique
Eau libre	V_{cw}
Eau liée	V_{gw}
Hydrate C-H	V_{CH}
Hydrate C-S-H	V_{CSH}
Ciment anhydre	V_{uc}
Air	V_a

Table 4.6 – Notations relatives au modèle de Königsberger et al. [260].

Figure 4.21 – Fractions volumiques des phases d'une pâte de ciment en fonction de α dans le cas $e/c = 0,5$: (a) modèle de Powers [259] ; (b) modèle de Königsberger et al. [260].

4.2.6 Modélisation diélectrique

4.2.6.1 Principe du modèle : lois de mélange et homogénéisation

Les lois de mélange consistent à calculer une caractéristique donnée d'un milieu comme la somme pondérée des contributions de ses constituants [262]. Une telle approche peut être utilisée pour modéliser la permittivité diélectrique de matériaux hétérogènes tels que les mortiers. **Le modèle prend en compte la variété des constituants** qui existent ou apparaissent au fur et à mesure de l'hydratation **et leurs proportions volumiques. En présence de constituants de tailles différentes il convient de s'assurer que les échelles puissent être séparées.**

Un mortier est obtenu en mélangeant de l'eau avec du ciment — dont les particules présentent un diamètre de l'ordre de la centaine de μm [263] — et du sable constitué de particules plus grosses ou d'agrégats de diamètre allant jusqu'à 2 mm. **Le mortier peut être décomposé en un milieu homogène : la pâte de ciment, auquel s'ajoutent des inclusions de sable.** La pâte de ciment est un mélange de ciment, d'eau libre, d'eau liée et d'hydrates. Ces deux derniers éléments résultant de la réaction entre le ciment et l'eau capillaire.

Selon les études sur l'homogénéisation des propriétés des matériaux cimentaires [264, 265], **l'échelle de la pâte de ciment (μm) peut être séparée de celle du mortier (mm). L'homogénéisation peut ensuite être appliquée à chaque échelle en utilisant des techniques adaptées :**

- Loi de Bruggeman [266] : adaptée à l'échelle de la pâte de ciment pour laquelle le matériau passe d'un fluide complexe à un solide : la phase de percolation change en raison de l'hydratation, une morphologie de type polycristallin est donc adaptée pour décrire cette échelle.
- Loi de Maxwell Garnett (MG) [267] : adaptée au mortier qui présente clairement une morphologie de type matrice/inclusions. En effet, dans [268] a été établi que l'application de cette loi dans le cas biphasique n'est pas conditionnée par la valeur de la fraction volumique des inclusions, c'est-à-dire que l'on peut utiliser cette loi quelque soit la valeur de la fraction volumique du sable, en faisant en revanche l'hypothèse que les interactions entre les inclusions sont négligeables.

Loi de Bruggeman :

La loi de Bruggeman [266] s'applique lorsque les phases d'un mélange sont du même ordre de grandeur et lorsqu'il n'y a pas de phase servant d'hôte aux autres (figure 4.22). Chaque couleur sur la figure 4.22 représente une phase du mélange considéré. Dans ce cas l'estimation de la permittivité du matériau $\varepsilon_{r,mat}^*$ consiste à résoudre l'équation (4.31) :

$$\sum_{k=1}^K v_k \frac{\varepsilon_{r,k}^* - \varepsilon_{r,mat}^*}{\varepsilon_{r,k}^* + 2\varepsilon_{r,mat}^*} = 0 \quad (4.31)$$

où K correspond au nombre de phases, v_k à la fraction volumique de la phase $k \in \{1, 2, \dots, K\}$ et $\varepsilon_{r,k}^*$ sa permittivité diélectrique.

Dans le cas que nous allons traiter, celui d'un mortier, la loi de Bruggeman sera utilisée pour estimer la permittivité diélectrique de la pâte de ciment. Le calcul pourra être fait en une ou deux étapes.

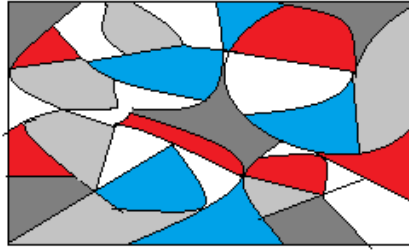


Figure 4.22 – Représentation d'un matériau permettant l'application de la loi de Bruggeman.

Loi de Maxwell-Garnett :

Dans le cas d'une loi de Maxwell-Garnett biphasique le milieu hôte a pour permittivité diélectrique $\varepsilon_{r,mat}^*$. Ce milieu accueille sous forme d'inclusions de permittivité diélectrique $\varepsilon_{r,inc}^*$ représentés par une fraction volumique f_{inc} . La permittivité diélectrique effective du mélange est alors définie par l'équation (4.32).

$$\varepsilon_r^* = \varepsilon_{r,mat}^* \frac{3\varepsilon_{r,mat}^* + (1 + 2f_{inc})(\varepsilon_{r,inc}^* - \varepsilon_{r,mat}^*)}{3\varepsilon_{r,mat}^* + (1 - f_{inc})(\varepsilon_{r,inc}^* - \varepsilon_{r,mat}^*)} \quad (4.32)$$

La figure 4.23 est une représentation simplifiée du mélange (milieu hôte + inclusions) qui considère que les inclusions sont parfaitement sphériques, ce qui n'est pas nécessairement le cas dans la pratique.

Notons que **dans le cas que nous allons traiter, celui d'un mortier, le milieu hôte sera la pâte de ciment et les inclusions, le sable.**

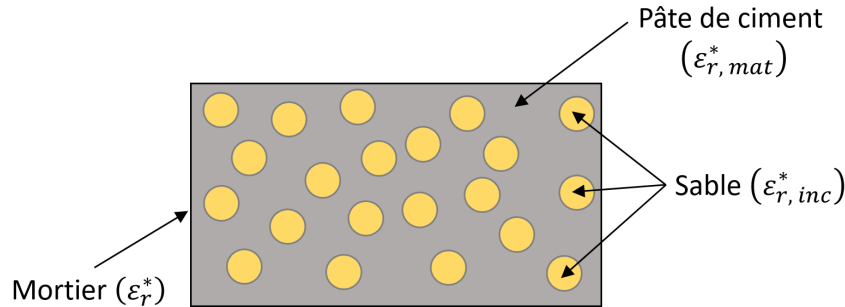


Figure 4.23 – Représentation du matériau permettant l'application de la loi de Maxwell-Garnett (biphasique).

Étapes du calcul des modèles de permittivité diélectrique :

Les lois de mélange et d'homogénéisation proposées peuvent être utilisées pour modéliser l'évolution de la permittivité ε_r^* d'un mortier en cours d'hydratation en fonction de α . Ce calcul nécessite de disposer des **variations des fractions volumiques des constituants de la pâte de ciment en fonction de α** . Des données qui peuvent être calculées d'après les modèles de Powers [259] et de Königsberger [260] présentés en § 4.2.5. D'autre part, le calcul des lois de mélange nécessite de disposer des permittivités ε_r^* des constituants ou phases du mélange à la ou aux fréquences considérées.

Dans le cas d'une estimation de ε_r^* d'un mortier basée sur le **modèle de Powers**, l'homogénéisation peut être appliquée à chaque échelle en utilisant des techniques adaptées : Bruggeman [266] pour la pâte de ciment (pour laquelle le matériau passe d'un fluide complexe à un solide : la phase de percolation change en raison de l'hydratation, par conséquent une morphologie de type polycristallin est mieux adaptée pour décrire cette échelle) ; Maxwell Garnett (MG) [267] pour le mortier (qui a clairement une morphologie matrice/inclusion) et le béton (que nous ne traitons pas).

Le modèle d'hydratation avec densification des C-S-H (**Königsberger**), nécessite deux ou bien trois étapes d'homogénéisation. Pour l'homogénéisation en deux étapes (Königsberger 1), la méthode est similaire à celle utilisée pour le modèle Powers. L'homogénéisation en trois étapes (Königsberger 2) considère une étape préliminaire consistant à homogénéiser l'hydrate C-S-H et l'eau liée pour obtenir un gel de C-S-H. La permittivité diélectrique de

cette phase est obtenue par la loi de Bruggeman. Cette nouvelle phase est ensuite utilisée pour l'homogénéisation de la pâte de ciment, comme pour le modèle Powers.

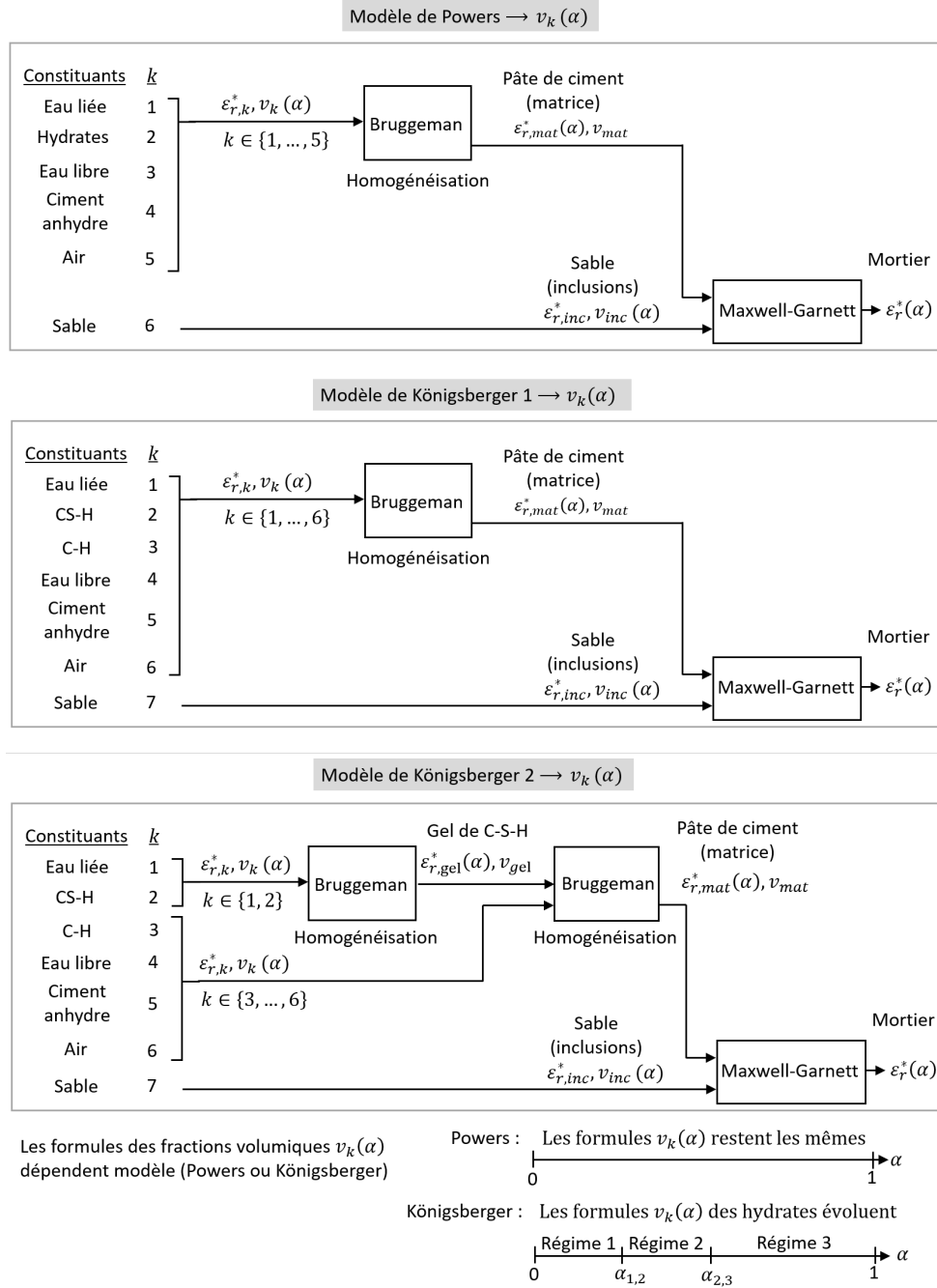


Figure 4.24 – Synoptique des modèles d'homogénéisation de Powers [259] et Königsberger 1 et 2 [260].

Les trois alternatives proposées sont schématisées figure 4.24. Le tableau donne ε'_r pour chacune des phases du mortier.

Constituant	ε'_r	Réf. biblio
Eau libre	79	[258]
Eau liée	15	[270]
Hydrate C-H	7,4	[269]
Hydrate C-S-H	4,8	[269]
Ciment anhydre	9	[269]
Sable	4,5	[87]
Air	1	

Table 4.7 – Permittivités diélectriques des différentes phases du mortier.

4.2.6.2 Mise en œuvre du modèle diélectrique de l'hydratation d'un mortier

Nous avons modélisé les variations ε'_r vs. α d'un mortier en cours d'hydratation au moyen des modèles de «Powers», «Königsberger 1» et «Königsberger 2» (§ 4.2.6). Ceci, en prenant les mêmes ingrédients et le même dosage ($e/c = 0,5$ et $s/c = 2,5$) que pour le mortier caractérisé expérimentalement. Les modèles ont été calculés en considérant une fréquence de 800 MHz. Les données utilisées sont fournies dans le tableau 4.7.

Les figures 4.2.6.a, b et c représentent les variations ε'_r vs. α calculées d'après les trois modèles diélectriques proposés et les comparent aux données expérimentales correspondantes. Celles-ci sont quant à elles tracées pour trois hypothèses sur le coefficient α_u intervenant dans l'interprétation des mesures de calorimétrie. Les valeurs utilisées étant comme précédemment $\alpha_{u,\text{Mills}} = 0,74$, $\alpha_{u,\text{Waller}} = 0,81$ et $\alpha_{u,\text{Hansen}} = 1$ (§ 4.2.2.2 et 4.2.2.2). Les barres d'incertitudes sur chacun des modèles sont obtenus grâce à une simulation Monte-Carlo et à partir des incertitudes relevées sur la permittivité de chaque phase [87, 269, 270]. On considère une répartition gaussienne sur les paramètres d'entrée (permittivités des phases).

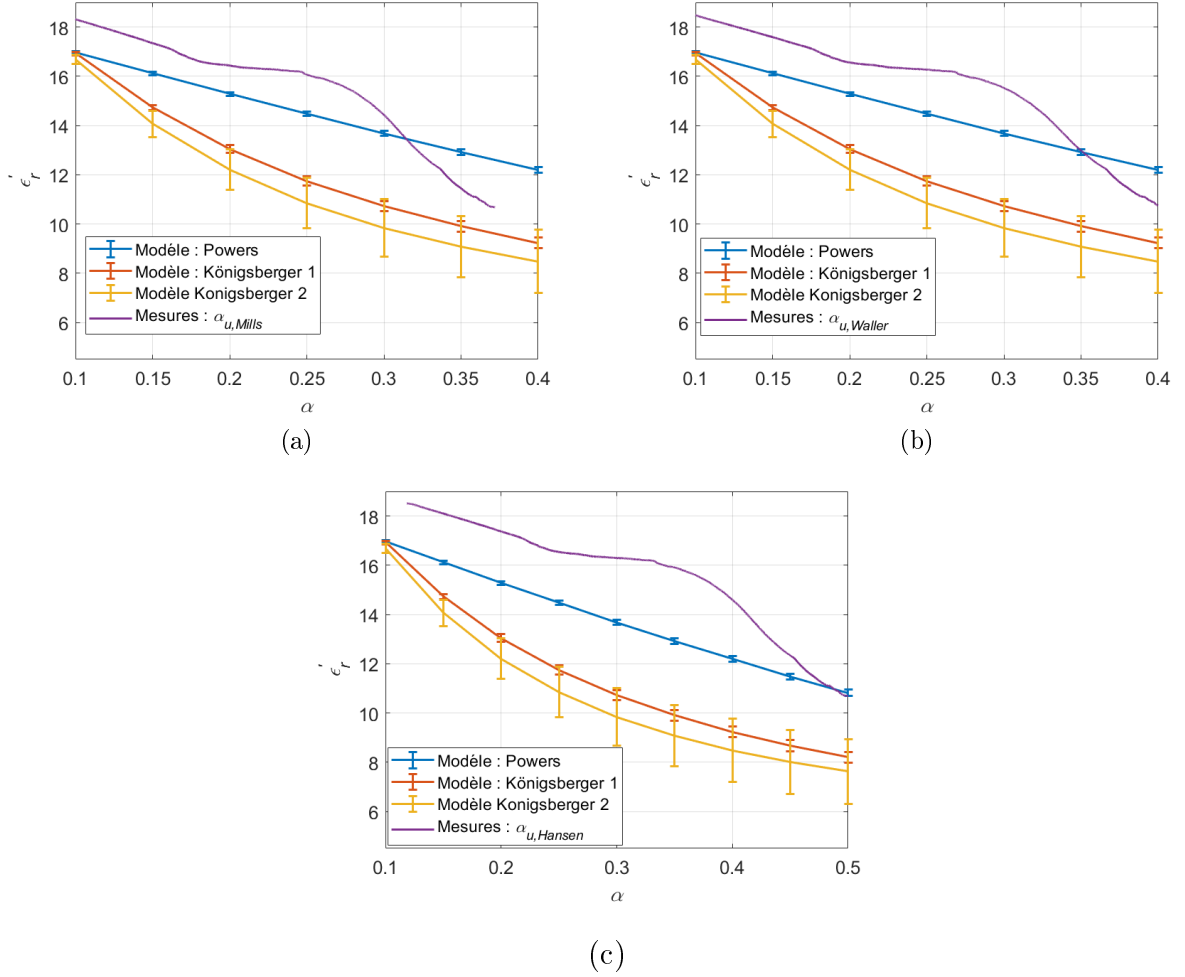


FIGURE 4.25 – Comparaison des données expérimentales ε'_r vs. α à 800 MHz aux modèles d'homogénéisation : pour une échelle α (équation (4.9)) des mesures dont le coefficient α_u est calculé : (a) d'après Mills ($\alpha_u = 0,74$) [237], (b) d'après Waller ($\alpha_u = 0,81$) [229] et (c) d'après Hansen ($\alpha_u = 1$) [238].

On observe tout que les modèles de Powers et de Königsberger donnent la même tendance sur l'évolution de la permittivité au cours de l'hydratation, c'est-à-dire une baisse de la permittivité avec l'augmentation du degré d'hydratation. Le modèle de Powers donne une permittivité diélectrique plus importante que celle de Königsberger. Ceci s'explique par le fait que la fraction volumique de l'eau capillaire, dont la permittivité diélectrique est proche de 80, est plus importante dans le premier modèle que dans le second. La permittivité diélectrique de cette phase va davantage signer que les autres phases. Le modèle de Königsberger présente des barres d'incertitudes plus importantes car la fraction

volumique de l'eau liée estimée par ce modèle est plus importante que celle dans le modèle de Powers.

Pour ce qui est de la comparaison modèle/mesure, on observe que pour les faibles degrés d'hydratation, c'est-à-dire lors du début de la réaction d'hydratation, que le modèle de Powers semble plus adapté pour modéliser du point diélectrique la réaction d'hydratation. En revanche, lorsque le degré d'hydratation devient plus important, l'estimation de la permittivité du mortier par la mesure semble tendre vers le modèle de Königsberger. **La prise en compte de la densification du C-S-H au cours de l'hydratation peut expliquer cela.**

Néanmoins, il faut se garder de conclusions trop affirmatives. La méthode de suivi d'hydratation et sa modélisation n'ont été traitées que pour un exemple de dosage de mortier et les données de spectroscopie n'ont été exploitées qu'à la fréquence de 800 MHz.

4.3 Conclusion

Une approche diélectrique RF a été proposée pour suivre l'hydratation de matériaux cimentaires et leur degré d'hydratation α . Elle repose sur des mesures de réflectométrie effectuées au moyen d'une sonde coaxiale ouverte. Celles-ci sont sensibles à la permittivité diélectrique du milieu sous test et indirectement à α . Ce type de mesure pourrait représenter, par rapport à la calorimétrie (méthode standard utilisée pour suivre α reposant sur la mesure de la chaleur dégagée par l'hydratation), une alternative potentiellement plus simple à mettre en œuvre grâce aux sondes RF non invasives.

S'agissant de suivre le degré d'hydratation, l'approche proposée consiste à combiner les mesures diélectriques RF à un modèle diélectrique basé sur des lois de mélange liées à α (somme des permittivités diélectriques des phases pondérée par leurs fractions volumiques).

Nous avons mené une étude expérimentale sur l'hydratation d'un mortier de ciment, entre 100 MHz et 9 GHz, et modélisé ses variations ε'_r vs. α à 800 MHz.

D'après cette étude, les variations de permittivité diélectrique du mortier sont cohérentes avec la diminution de la quantité d'eau au long de l'hydratation. Quant à la comparaison, à 800 MHz, des mesures et des modèles de ε'_r , on obtient les mêmes ordres de grandeurs entre les modélisation et la mesure.

Pour finir, quelques enseignements et perspectives :

Si ces résultats sont encourageants, le développement d'une méthode autonome de caractérisation diélectrique de l'hydratation des matériaux cimentaires nécessiterait des investigations étendues, tant du point de vue expérimental qu'en ce qui concerne la modélisation diélectrique.

S'agissant du mortier lui même, nous avons traité un unique exemple de formulation. D'autres formulations mériteraient d'être étudiées, d'autre types de ciments également. De plus, le spectre diélectrique demande à être exploité (jusqu'ici nous n'avons utilisé qu'une fréquence : 800 MHz).

Pour estimer précisément le degré d'hydratation au moyen de mesures de réflectométrie diélectrique il faut des mesures diélectriques précises et un modèle ε'_r vs. α également précis. Au vu des validations effectuées dans cette étude sur des milieux de référence, la première condition est a priori satisfaite. Cependant, comme le pointe la figure 4.26 des sources d'incertitudes essentiellement liées à la modélisation demeurent. La modélisa-

tion de ε'_r vs. α par des lois de mélange est tributaire du coefficient α_u intervenant dans l'interprétation des mesures de calorimétrie. La question se pose du calibrage de ce coefficient. La méthode est également tributaire de l'imperfection des modèles d'hydratation et des paramètres qui en découlent, en particulier les fractions volumiques $v_k(\alpha)$, ainsi que des lois de mélange utilisées. Sans oublier les incertitudes sur la permittivité diélectrique $\varepsilon_{r,k}^*$ intrinsèque des constituants. Pour affiner les modèles et optimiser leurs paramètres des méthodes de « machine learning » sont sans doute à envisager. Par ailleurs, le spectre diélectrique d'un matériau cimentaire peut aussi être obtenu par des modèles de relaxation. C'est probablement une voie à explorer en vue d'estimer certains paramètres du matériau.

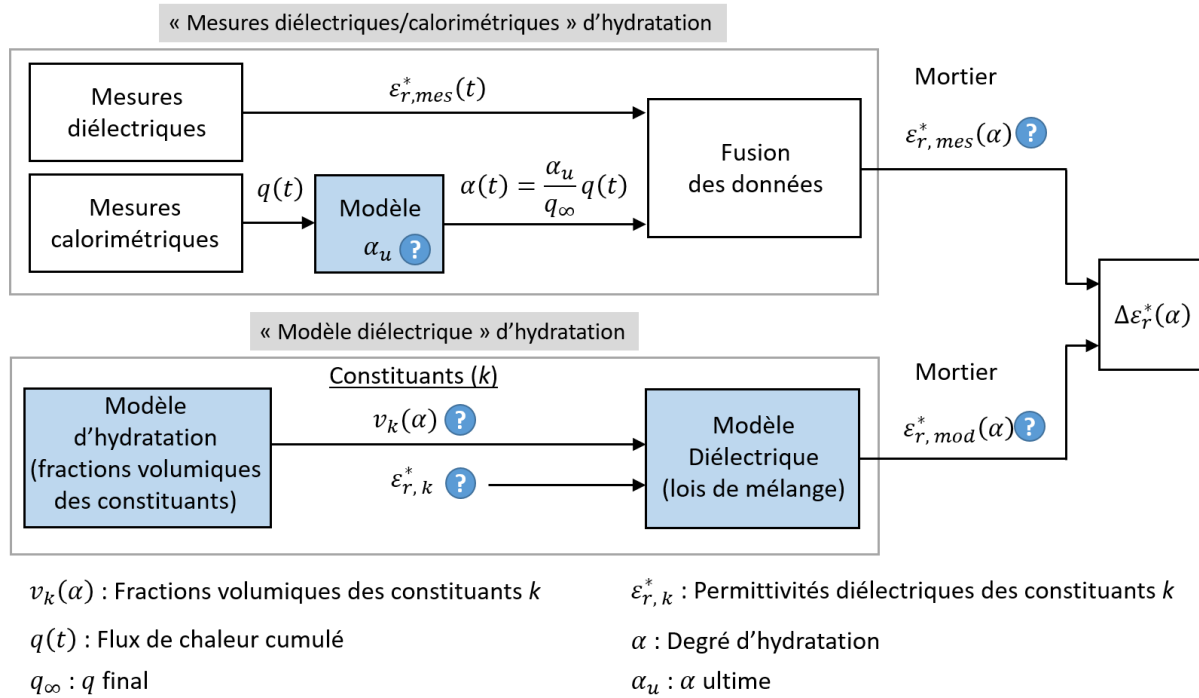


Figure 4.26 – Approche diélectrique RF pour le suivi de l'hydratation d'un mortier.

Chapter 5

Conclusion générale

*Bon, moi je suis arrivée à un
compromis pas trop crade*

Dame Séli dans Kaamelott
d'Alexandre Astier

Les matériaux cimentaires sont d'un usage extrêmement répandu dans les ouvrages de génie civil et les bâtiments en raison notamment de leurs propriétés mécaniques (résistance). Ces matériaux étant poreux et la porosité pouvant accueillir du gaz — en principe de l'air — ou de l'eau, leurs propriétés mécaniques et leur vieillissement (corrosion, agression chimique, pathologies de gonflement) dépendent de leurs caractéristiques hydriques (teneur en eau, saturation...). Aussi il importe d'être capable de mesurer ces dernières, soit pour la connaissance des matériaux, soit à des fins de contrôle non destructif et de contrôle santé intégré des ouvrages ou des bâtiments.

Face à cette problématique les méthodes électromagnétiques RF sont intéressantes à double titre : elles sont sensibles aux caractéristiques hydriques des milieux poreux grâce au fort contraste de permittivité diélectrique entre l'eau et les autres constituants, et elles peuvent, selon le cas, se décliner sous forme de dispositifs non invasifs ou non destructifs.

Nos travaux concernent le développement de méthodes RF pour l'estimation des paramètres hydriques de matériaux cimentaires et en particulier d'éco-matériaux. Nous nous sommes intéressés d'une part à la caractérisation hydrique du béton de chanvre et d'autre part au suivi de l'hydratation des matériaux cimentaires au travers du cas d'un mortier.

Caractérisation hydrique du béton de chanvre : Le béton de chanvre (BDC) est un béton bio-sourcé. Il contient un composant biologique, la chènevotte, extrait de la tige de chanvre ayant la particularité d'être hydrophile, ce qui lui permet de piéger les molécules d'eau. En raison de sa forte porosité et de son caractère hydrophile le BDC est utilisé depuis quelques années dans les bâtiments à des fins de régulation hydrique et d'isolation thermique. C'est un matériau écologique à double titre : (i) grâce à ses propriétés d'isolant thermique il contribue à la sobriété énergétique des bâtiments ; (ii) grâce à ses constituants bio-sourcés son énergie grise est largement inférieure à celle des bétons conventionnels. Des qualités qui compte-tenu de la nécessité pour la société d'adopter un développement soutenable ne sont pas étrangères à notre intérêt pour un matériau qui par ailleurs n'a, à notre connaissance, pas fait l'objet d'une caractérisation électromagnétique.

Les performances du BDC dépendant de l'humidité relative HR à laquelle il est exposé et de sa teneur en eau θ , nous avons caractérisé son comportement électromagnétique (sur la bande $[1,72 - 2,61]$ GHz) sur le cycle d'hystérésis dit d'adsorption-désorption reliant ces deux grandeurs. Puis, à partir des caractéristiques obtenues, nous avons conçu différents capteurs hydriques opérant à 2,4 GHz, dont des capteurs non invasif potentiellement utilisables in situ (bâtiments, habitations).

Ces travaux ont reposé sur trois principales étapes :

- Fabrication et conditionnement hydrique d'échantillons de BDC : deux lots d'échantillons ont été fabriqués selon un dosage correspondant à une utilisation murale, avec des dimensions adaptées aux guides d'ondes devant servir à leur caractérisation électromagnétique. Le premier lot, constitué de deux échantillons, a servi à mettre au point la méthode de caractérisation, le second, constitué de cinq échantillons, a permis de tenir compte de la variabilité "hydro-diélectrique" du matériau. Les échantillons du premier lot ont été obtenus par découpe et conditionnés à des humidités relatives comprises entre 0 % et 98 %. Ceux du second lot ont été coulés dans des moules fabriqués par impression 3D et conditionnés à des humidités relatives comprises entre 0 % et 94 %. Le conditionnement hydrique a consisté à placer les échantillons dans des dessiccateurs contenant des solutions salines appropriés, jusqu'à atteindre, typiquement au bout d'une vingtaine de jours, l'état hydrique visé.
- Caractérisation "hydro-diélectrique" : afin de réaliser des mesures diélectriques sur le BDC, nous avons développé un banc de spectroscopie en guides d'ondes rectangulaires opérant sur la bande $[1,72 - 2,61]$ GHz incluant la bande ISM à 2.4 GHz. L'échantillon à caractériser étant placé dans une cellule en guides d'ondes. Un algorithme d'inver-

sion (NRW) adapté à un modèle analytique des mesures RF a été mis en œuvre afin d'estimer la permittivité diélectrique des échantillons. De la caractérisation sur le cycle de sorption nous retiendrons les résultats suivants : les variations de la partie réelle de la permittivité diélectrique (moyennée sur les échantillons) à 2,45 GHz $\overline{\varepsilon_r'}$ sont significatives : elle s'échelonnent sur $[2,4 \nearrow 5]$ pour le lot n°1 et $[1,9 \nearrow 3,8]$ pour le lot n°2, pour des variations de HR respectivement de $[0\% \nearrow 98\%]$ et $[0\% \nearrow 94\%]$ et de θ de $[1\% \nearrow 20\%]$, des valeurs de θ conformes à la littérature. Quant aux pertes diélectriques, les caractéristiques ($\tan\delta$) des deux lots sont relativement proches.

- Conception de capteurs hydriques à 2,4 GHz : Deux types de capteurs RF en technologie à éléments imprimés ont été conçus à partir de simulations par éléments finis (EF) : des patches, destinés à une mesure non invasive par réflectométrie de la teneur en eau du BDC ; un dispositif invasif à double résonateur en anneau opérant en transmission destiné à mesurer localement l'humidité dans un mur. Leur principe est de mesurer l'humidité via leur fréquence de résonance f_{res} qui varie au gré de la permittivité diélectrique du milieu sous test. Nous retiendrons les résultats suivants :
 - Capteurs patches : nous avons joué sur deux paramètres de conception : le motif de l'élément rayonnant (rectangulaire ou circulaire) et la nature du substrat diélectrique (FR4 ou Polyguide). La caractéristique entrée-sortie $f_{res} vs. \theta$ des capteurs obtenue expérimentalement sur du BDC est linéaire et ils présentent une bonne sensibilité que le choix du substrat permet d'optimiser : $S_{\theta}^{\hat{f}_{res}} \simeq 3 \text{ MHz}/\%$ de θ (substrat FR4) et $S_{\theta}^{\hat{f}_{res}} \simeq 6 \text{ MHz}/\%$ de θ (substrat polyguide). Quant à la forme du motif rayonnant, elle n'influence pas significativement la mesure, ce qui témoigne de l'isotropie du BDC.
 - Résonateurs en anneaux : deux résonateurs séparés ou sur le même circuit ont été réalisés puis caractérisés à l'aide de mesures sur des diélectriques de référence (aux propriétés connues). Conformément au cahier des charges fixé et aux simulations, les fréquences de résonance des deux anneaux sont centrées respectivement sur $f_{res1} \simeq 2,5 \text{ GHz}$ et $f_{res2} \simeq 2 \text{ GHz}$. La diaphonie entre les deux résonateurs est faible et conforme aux simulations.

La caractérisation diélectrique d'un BDC sur la bande $[1,72 - 2,61] \text{ GHz}$ au moyen de mesures en cellule (une méthode réservée à un usage en laboratoire) a permis de mettre en évidence des variations significatives de permittivité du matériau justifiant le développement de capteurs hydriques non invasifs ou invasifs destinés à un usage in situ. Les capteurs RF à 2,4 GHz, conçus pour deux applications distinctes, ont donné des résultats encourageants, en particulier en termes de sensibilité des mesures.

La méthode de caractérisation diélectrique et de conception de capteurs proposée a vocation, nous l'espérons, à être appliquée à d'autres bandes de fréquences et à d'autres dosages de BDC, ou à d'autres bétons comme le béton de polystyrène, voire à d'autres matériaux poreux.

Une validation nous tenant à coeur n'a pas pu être réalisée, faute de temps : la mise en œuvre du double résonateur en anneau sein d'une maquette de mur de BDC afin d'en étudier expérimentalement l'effet tampon hydrique.

Un enseignement de ces travaux concerne la durée importante que requièrent les études expérimentales sur du BDC conditionné hydriquement. Plusieurs semaines sont nécessaires pour conditionner des échantillons à un état hydrique donné, une durée d'autant plus grande que leur volume est élevé. Par conséquent, afin de valider expérimentalement des capteurs conçus pour le BDC, voire pour d'autres matériaux posant les mêmes problèmes de conditionnement, il paraît judicieux d'envisager des protocoles expérimentaux faisant appel, autant que possible, à des diélectriques de référence aux caractéristiques voisines de celles de celui visé.

Suivi de l'hydratation d'un mortier : La teneur en eau — pour laquelle nous avons développé des méthodes diélectriques de mesure destinées au BDC — et la saturation en eau sont les deux principales grandeurs représentant la quantité d'eau dans un milieu poreux. Mais les mesures hydriques recouvrent d'autres aspects. Aussi nous sommes nous intéressés au degré d'hydratation α des matériaux cimentaires, une grandeur définie comme le ratio entre les volumes de ciment consommé et initial durant l'hydratation, c.a.d. la réaction chimique entre le ciment et l'eau au jeune âge du mélange. Nous avons proposé une méthode RF de suivi d'hydratation se voulant une alternative non destructive aux classiques méthodes de calorimétrie (non déployables sur une structure déjà coulée et dont le matériel peut être coûteux).

Nous avons étudié cette approche au travers du cas d'un dosage de mortier (mélange de ciment, de sable et d'eau) présentant un rapport massique eau sur ciment de 0,5 et sable sur ciment de 2,5. Ces travaux ont recouvert les points suivants :

- Mesures calorimétriques : Nous avons réalisé un suivi d'hydratation de mortier au moyen d'un calorimètre semi-adiabatique. Le dégagement de chaleur mesuré a permis, moyennant un modèle, de déterminer la variation temporelle du degré d'hydratation α . Les résultats ont montré que celui-ci se stabilise entre 0,4 et 0,5 140 heures après le début de la réaction d'hydratation.

-
- Mesures diélectriques RF : Nous avons réalisé un suivi d'hydratation de mortier par spectroscopie diélectrique RF sur la bande [100 MHz - 9 GHz] au moyen d'une sonde à effet de bout d'ouverture 5 mm adaptée volume élémentaire représentatif du mortier. L'estimation du spectre diélectrique repose sur un modèle inverse des interactions sonde/milieu sous test étalonné sur des diélectriques de référence. Les spectres obtenus se caractérisent par une baisse de la permittivité diélectrique du mortier au cours du temps, à mesure que l'eau est consommée par la réaction chimique.
 - Modélisation diélectrique (homogénéisation) : Nous avons développé un modèle diélectrique de mortier en cours d'hydratation à partir de lois de mélange consistant à calculer la permittivité du milieu comme la somme des contributions de ses phases (solides, liquides et gazeuse) avec une pondération reposant sur une homogénéisation (les lois de Bruggeman et de Maxwell-Garnett). La permittivité intrinsèque des phases a été prise dans la littérature.
 - Confrontation mesures/modèle diélectrique : A partir des mesures diélectriques et calorimétriques nous nous avons reconstitué les variations ε'_r vs. α du mortier que nous avons comparées à trois modèles d'homogénéisation à la fréquence de 800 MHz.

La bonne concordance entre mesures diélectriques et certains modèles d'homogénéisation obtenue dans un cas de mortier constitue un résultat encourageant en vue du développement d'une méthode autonome de caractérisation diélectrique de l'hydratation des matériaux cimentaires. D'autres travaux restent à mener sur ce sujet, tant du point de vue expérimental que de la modélisation diélectrique. Le cas d'autres dosages de mortiers et d'autres matériaux est à traiter. La caractérisation diélectrique des phases est à enrichir pour disposer de données exhaustives sur l'étendue du spectre exploitable. Enfin, diverses incertitudes liées aux modèles utilisés demandent également à être investiguées.

Annexe A

Annexe

A.1 Incertitudes sur la longueur de l'échantillon

On a considéré que l'échantillon de PMMA a une longueur de 50 ± 1 mm, avec une variation gaussienne de sa longueur. On en déduit alors l'écart type sur la longueur. On déduit par une simulation Monte Carlo sur 1 millions de points, l'incertitude sur la permittivité diélectrique du PMMA à 2,45 GHz.

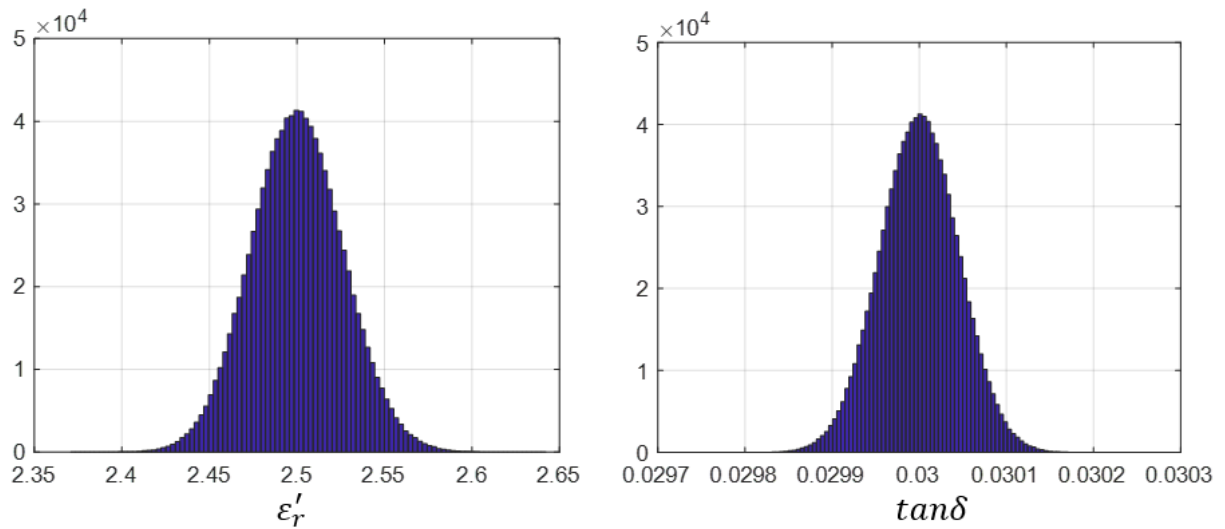


FIGURE A.1 – Incertitudes sur la permittivité diélectrique du PMMA dues à l'incertitude sur la longueur de l'échantillon (Simulation MC)

A.2 Incertitudes de mesure du au VNA

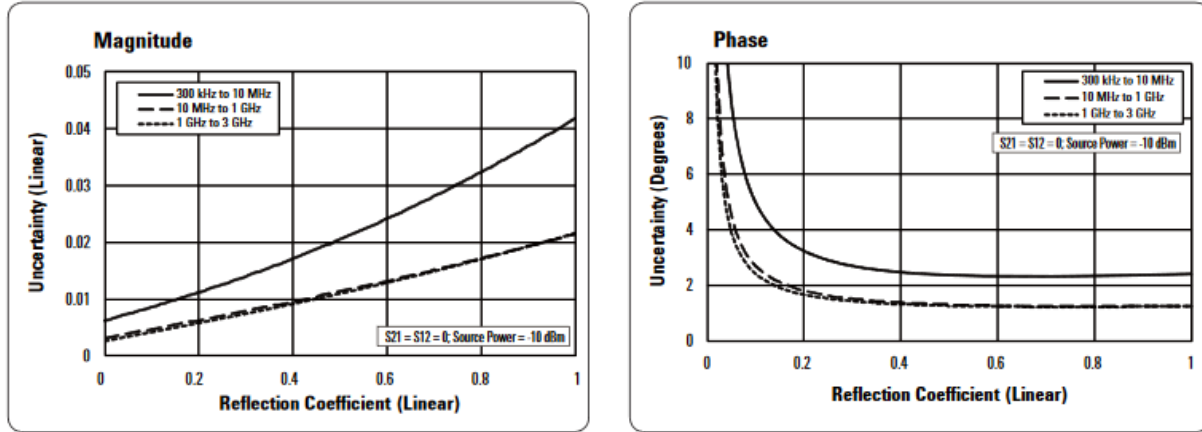


Figure A.2 – Incertitudes de mesure du VNA Agilent E5062A sur le coefficient de réflexion (données du constructeur [197]).

A.3 Incertitudes sur le mesure des paramètres S

Incertainces de mesure dues à la dérive temporelle du VNA :

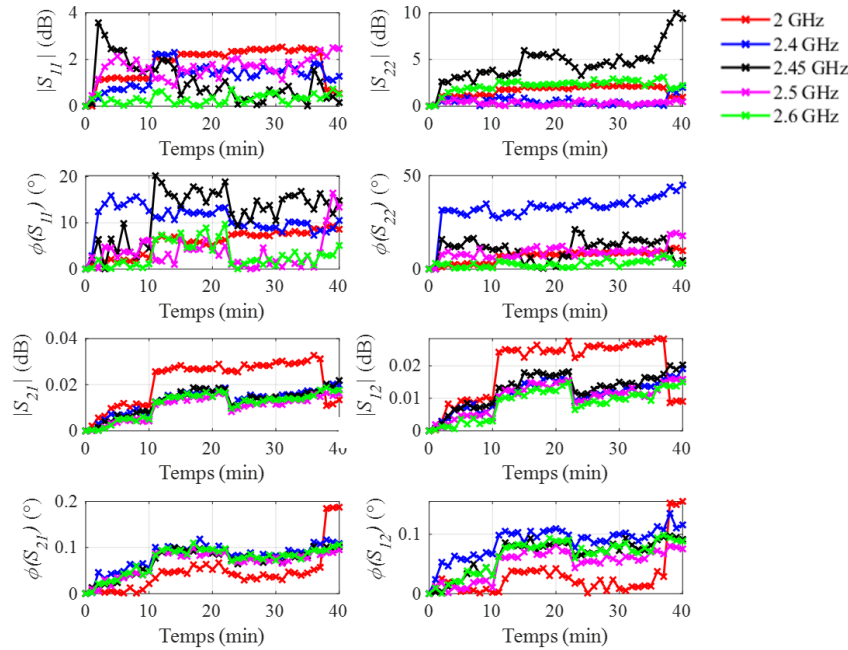


FIGURE A.3 – Paramètres S du porte-échantillon vide mesurés en fonction du temps.

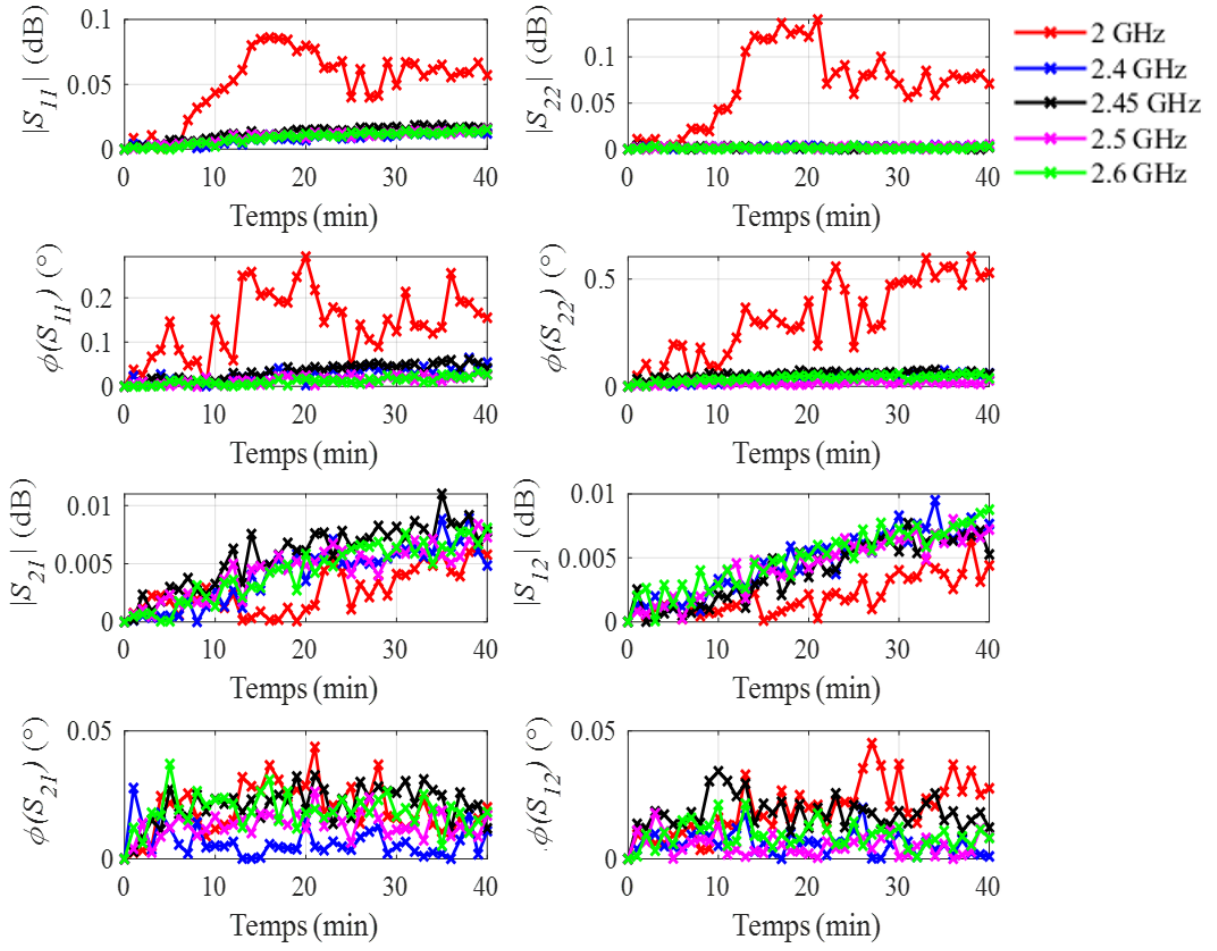


FIGURE A.4 – Paramètres S d'un échantillon de PMMA mesurés en fonction du temps.

A.3.1 Incertitudes de mesure dues à l'opérateur :

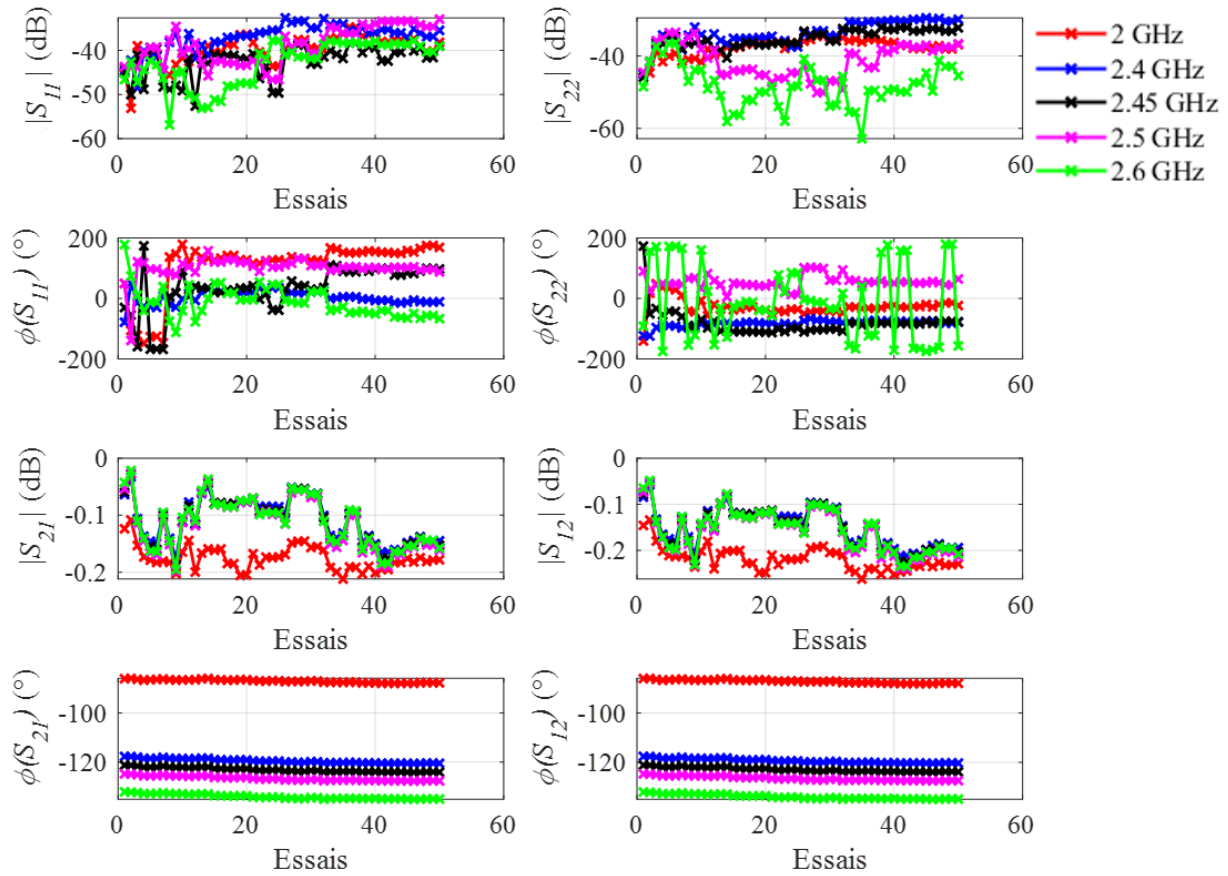


FIGURE A.5 – Répétabilité des mesures de paramètres S sur l'air à différentes fréquences.

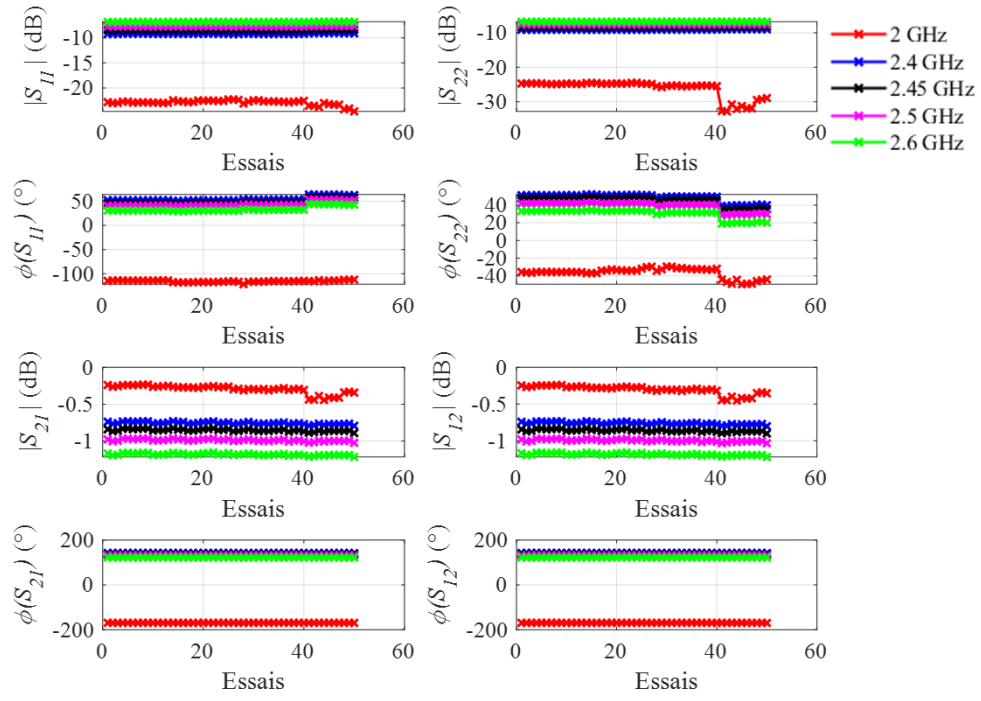


FIGURE A.6 – Répétabilité des mesures de paramètres S sur le PMMA à différentes fréquences.

A.4 Méthode NRW (§2.4.2.2)

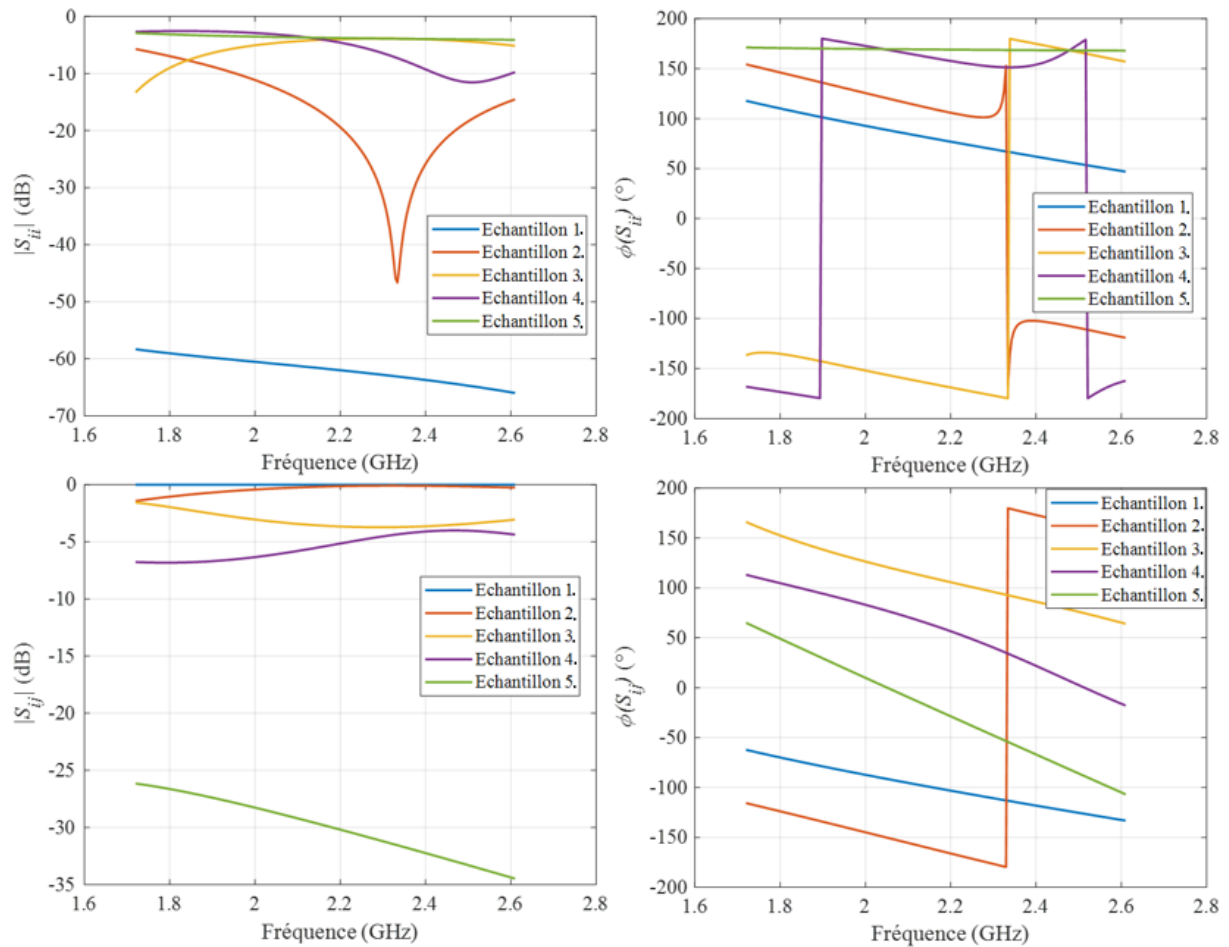


FIGURE A.7 – Paramètres S simulés (équations (2.45) et (2.46)) pour différentes permittivités (tableau 2.7) dans la bande [1,72 GHz - 2,61 GHz]. Paramètres S simulés (équations (2.45) et (2.46)) pour différentes permittivités (tableau 2.7) sur la bande [1,72 GHz - 2,61 GHz].

A.5 Effet des incertitudes de mesure liées à l'opérateur sur le spectre estimé

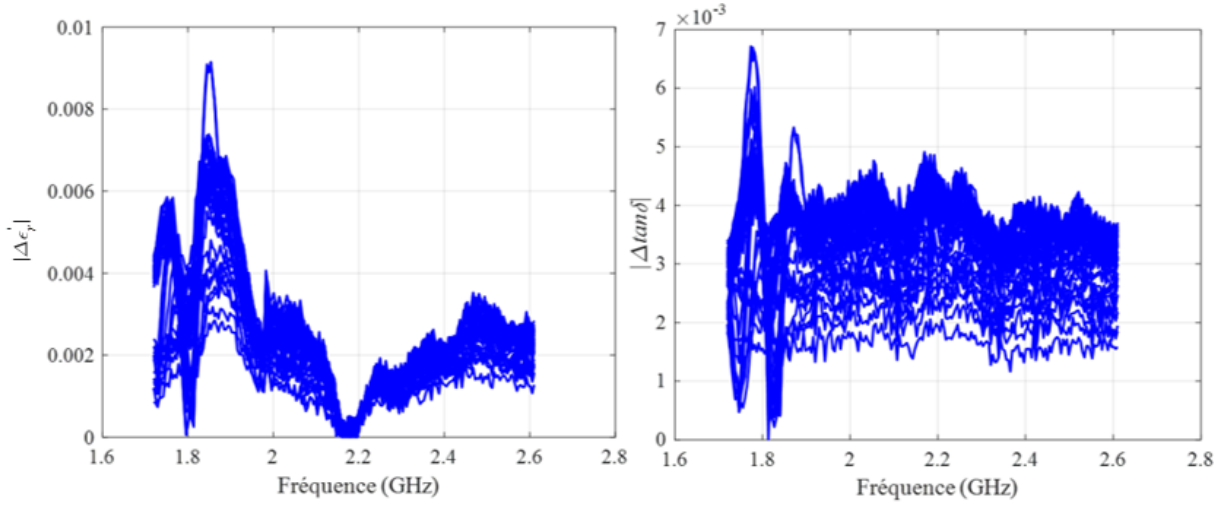


FIGURE A.8 – Ecart entre spectres diélectriques estimés à partir des données (S_{11}, S_{21}) ou (S_{22}, S_{12}) pour l'air. Superposition des données de de l'étude de répétabilité. Cf. équations (2.56) et (2.57).

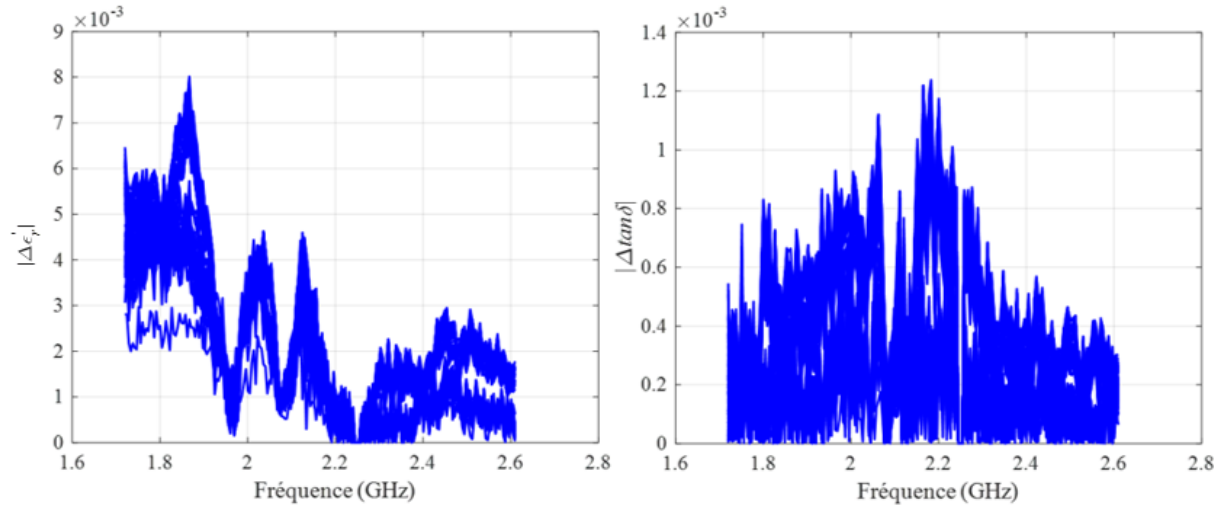


FIGURE A.9 – Ecart entre spectres diélectriques estimés à partir des données (S_{11}, S_{21}) ou (S_{22}, S_{12}) pour le PMMA. Superposition des données de l'étude de répétabilité. Cf. équations (2.56) et (2.57).

A.6 Paramètres S du lot de BDC n°1 : 1^{er} cycle de mesures

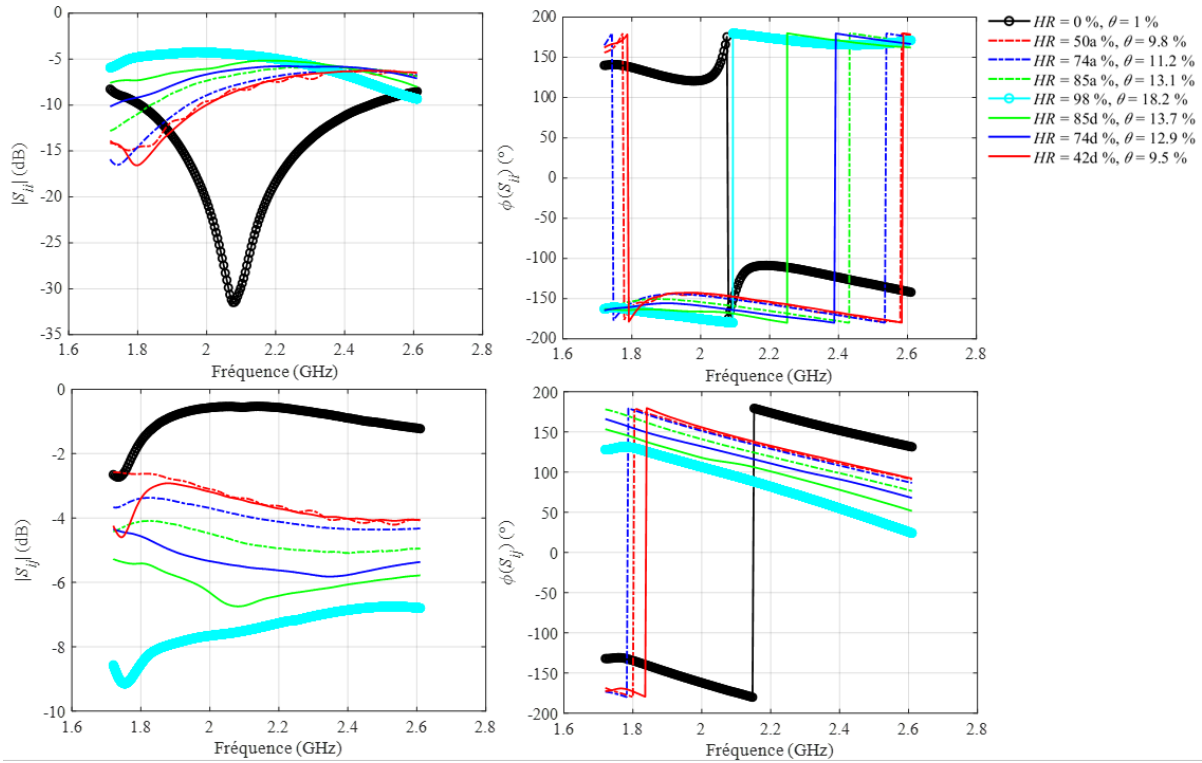


FIGURE A.10 – Paramètres S de l'échantillon 1 du lot n°1, aux points (HR, θ) du 1^{er} cycle de mesures, sur la bande [1.72 GHz – 2.61 GHz]. Traits hachurés : adsorption; traits continus : désorption. La lettre « a » désigne l'adsorption et « d » la désorption.

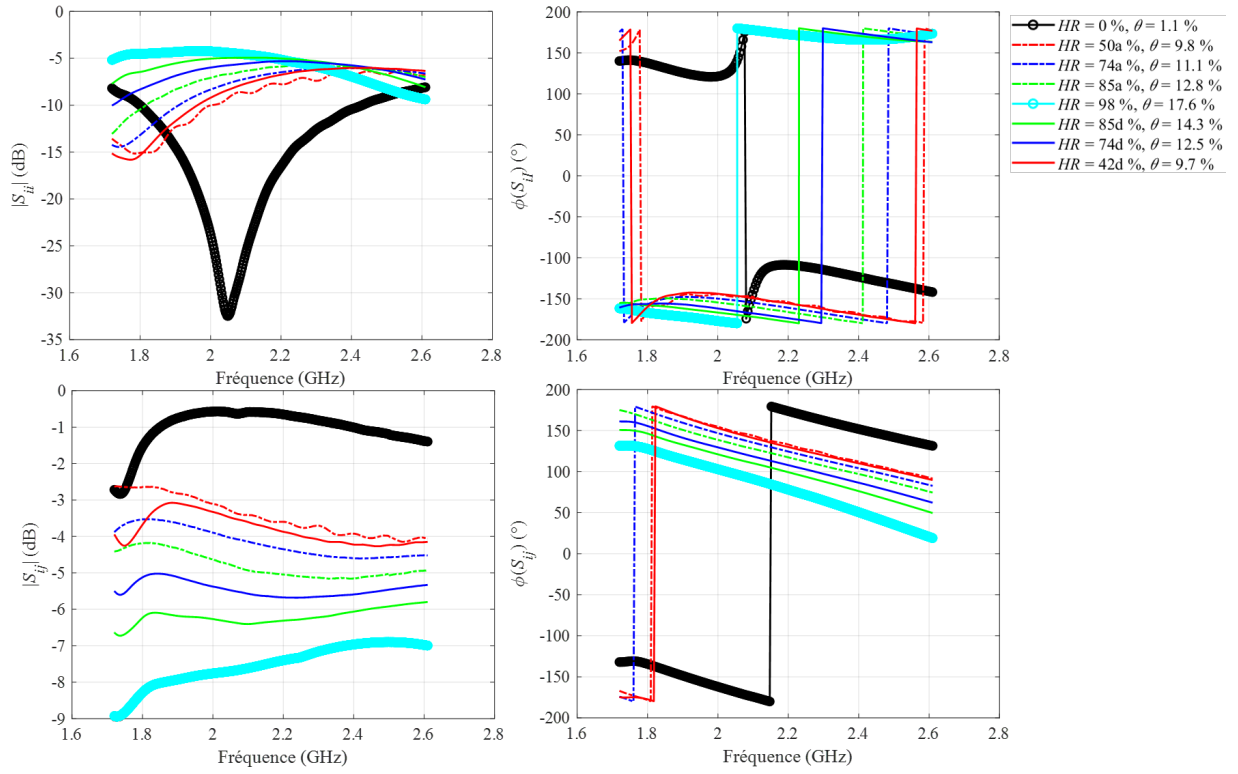


FIGURE A.11 – Paramètres S de l'échantillon 2 du lot n°1, aux points (HR, θ) du 1^{er} cycle de mesures, sur la bande [1.72 GHz – 2.61 GHz]. Traits hachurés : adsorption ; traits continus : désorption. La lettre « a » désigne l'adsorption et « d » la désorption.

A.7 Paramètres S du lot de BDC n°2 : 2^{ème} cycle de mesures

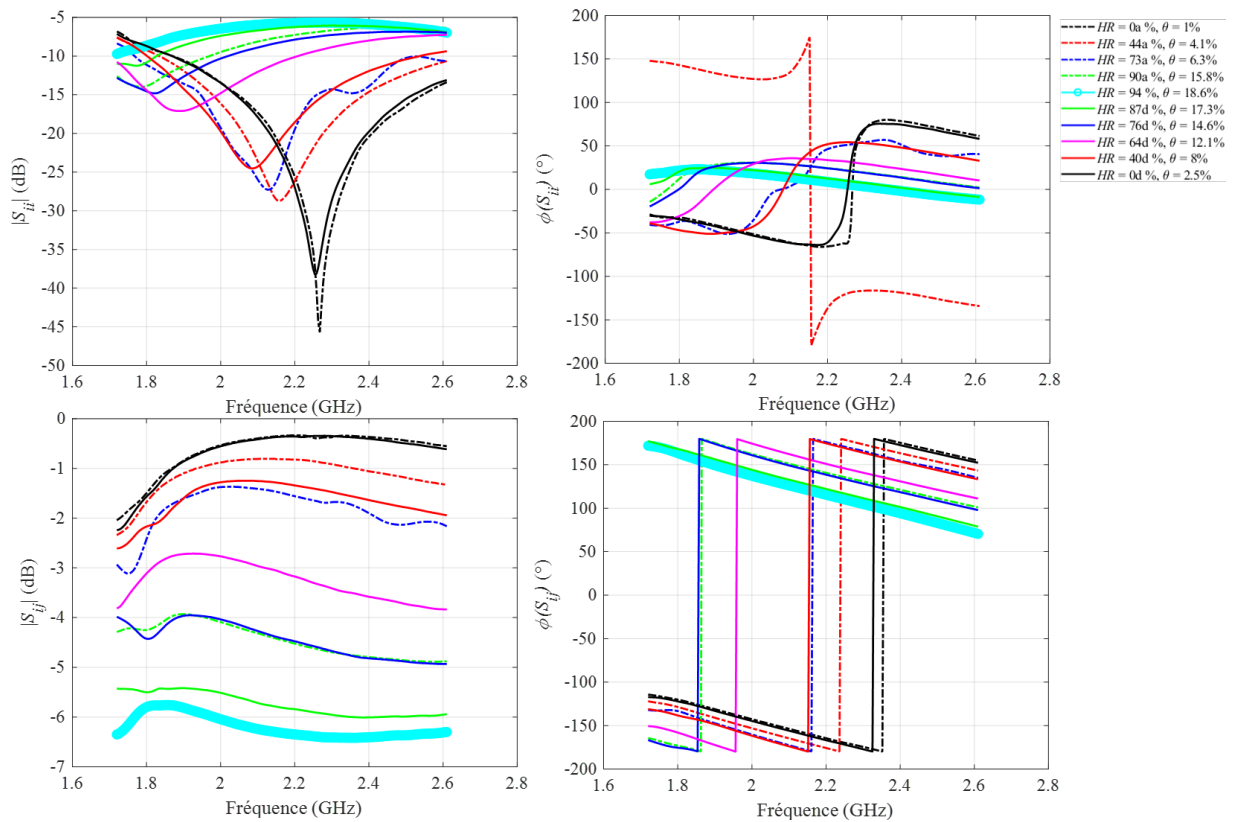


FIGURE A.12 – Paramètres S de l'échantillon 1 du lot n°2, aux points (HR, θ) du 2^{ème} cycle de mesures, sur la bande [1.72 GHz – 2.61 GHz]. Traits hachurés : adsorption ; traits continus : désorption. La lettre « a » désigne l'adsorption et « d » la désorption.

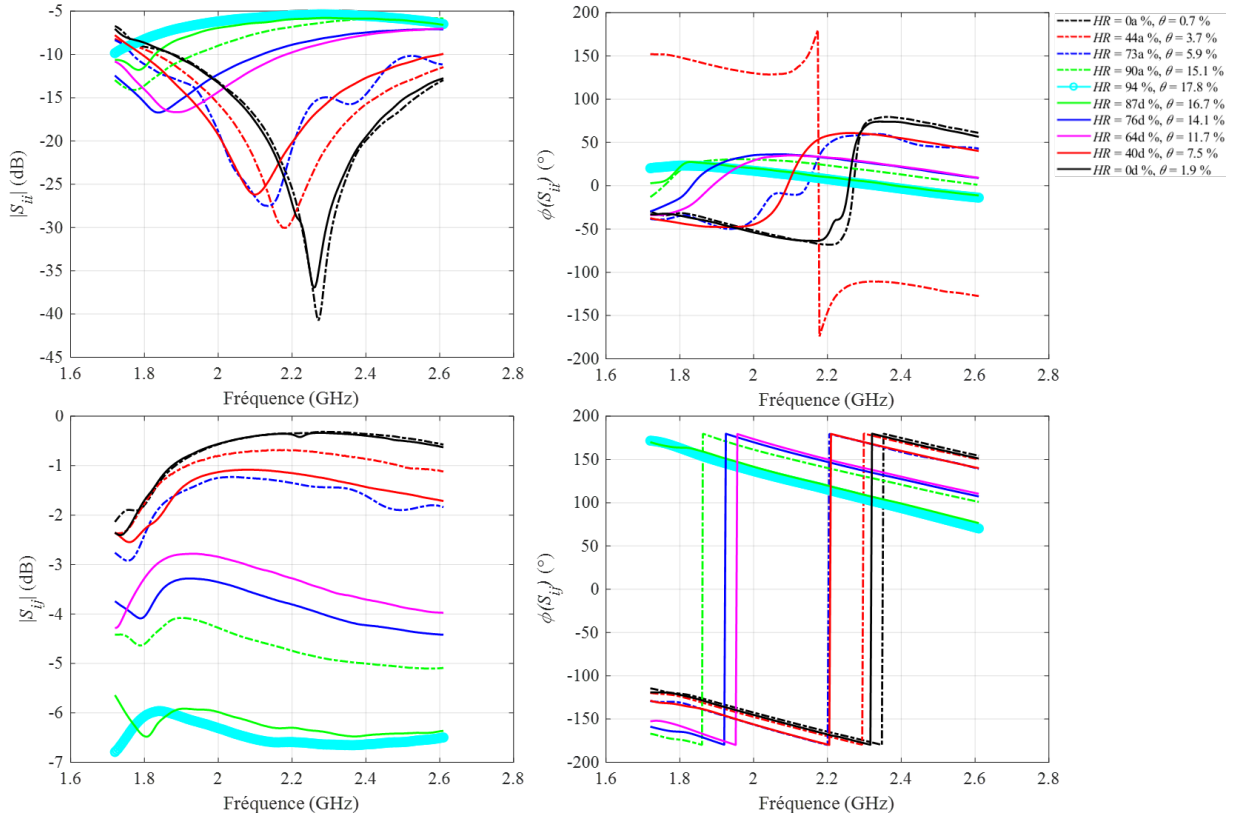


FIGURE A.13 – Paramètres S de l'échantillon 2 du lot n°2, aux points (HR, θ) du 2^{ème} cycle de mesures, sur la bande [1.72 GHz – 2.61 GHz]. Traits hachurés : adsorption ; traits continus : désorption. La lettre « a » désigne l'adsorption et « d » la désorption.

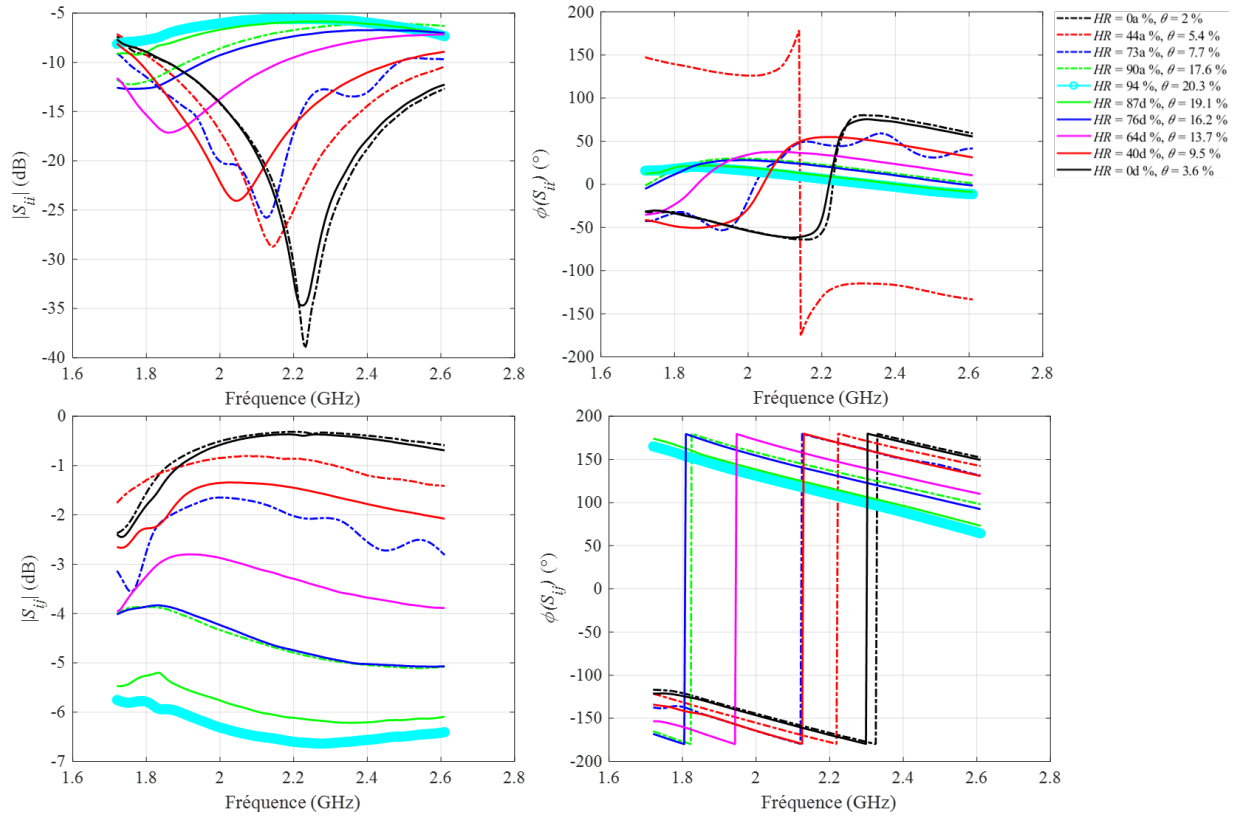


FIGURE A.14 – Paramètres S de l'échantillon 3 du lot n°2, aux points (HR, θ) du 2^{ème} cycle de mesures, sur la bande [1.72 GHz – 2.61 GHz]. Traits hachurés : adsorption ; traits continus : désorption. La lettre « a » désigne l'adsorption et « d » la désorption.

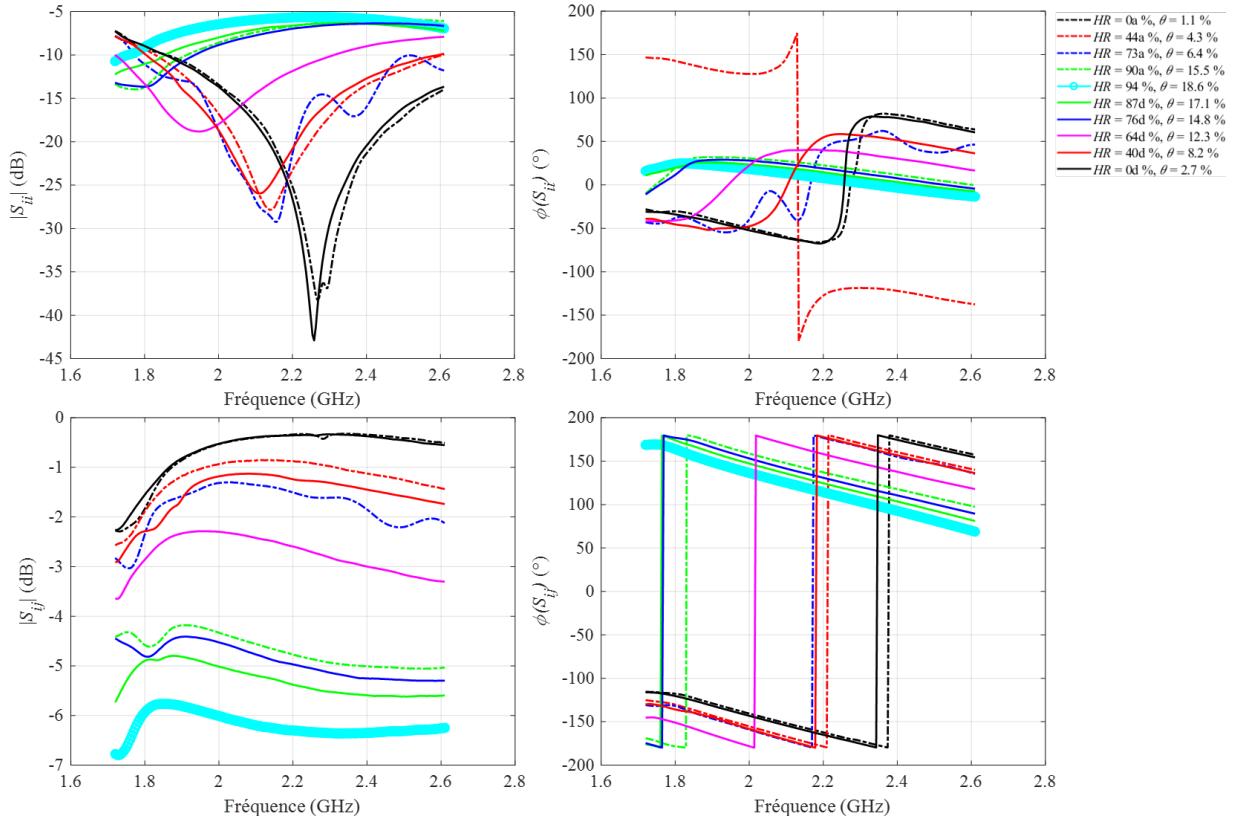


FIGURE A.15 – Paramètres S de l'échantillon 4 du lot n°2, aux points (HR, θ) du 2^{ème} cycle de mesures, sur la bande $[1.72 \text{ GHz} - 2.61 \text{ GHz}]$. Traits hachurés : adsorption ; traits continus : désorption. La lettre « a » désigne l'adsorption et « d » la désorption.

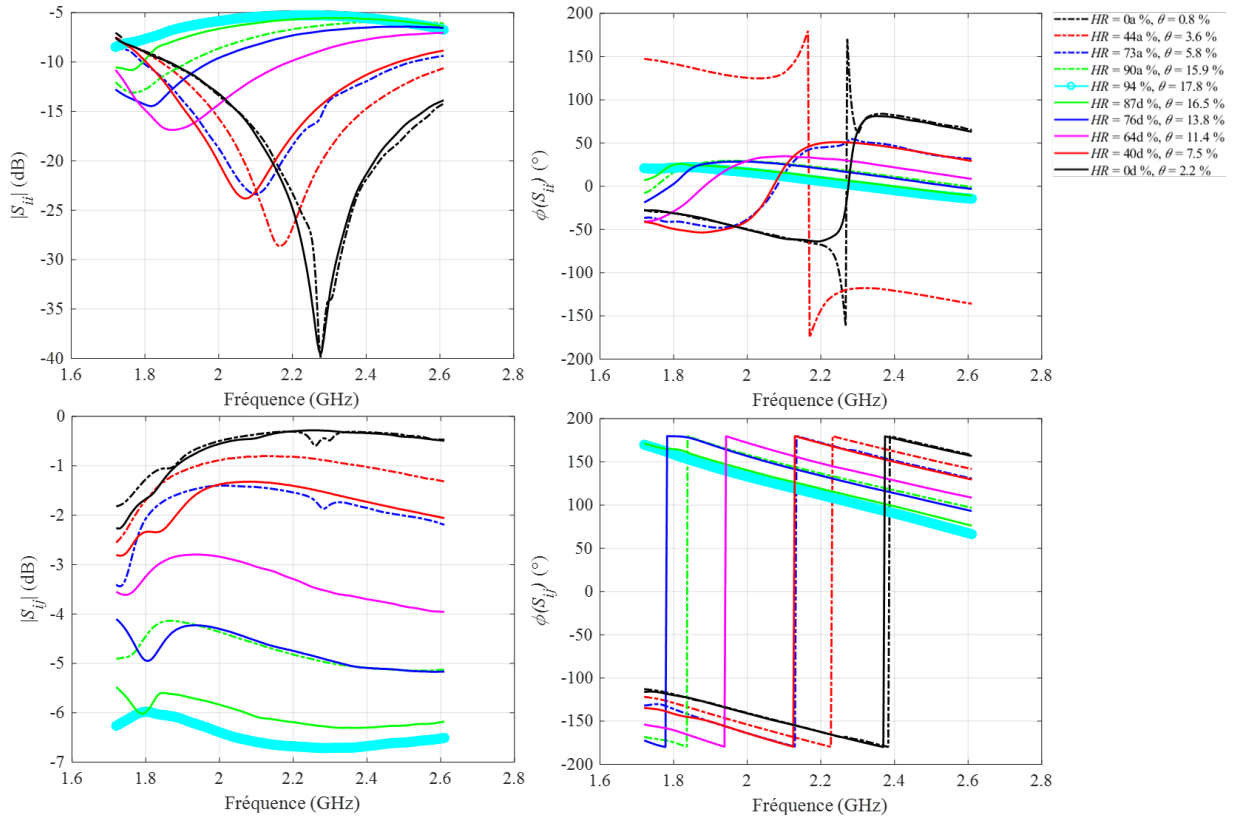


FIGURE A.16 – Paramètres S de l'échantillon 5 du lot n°2, aux points (HR, θ) du 2^{ème} cycle de mesures, sur la bande [1.72 GHz – 2.61 GHz]. Traits hachurés : adsorption ; traits continus : désorption. La lettre « a » désigne l'adsorption et « d » la désorption.

A.8 Paramètres S du lot de BDC n°2 : 3^{ème} cycle de mesures

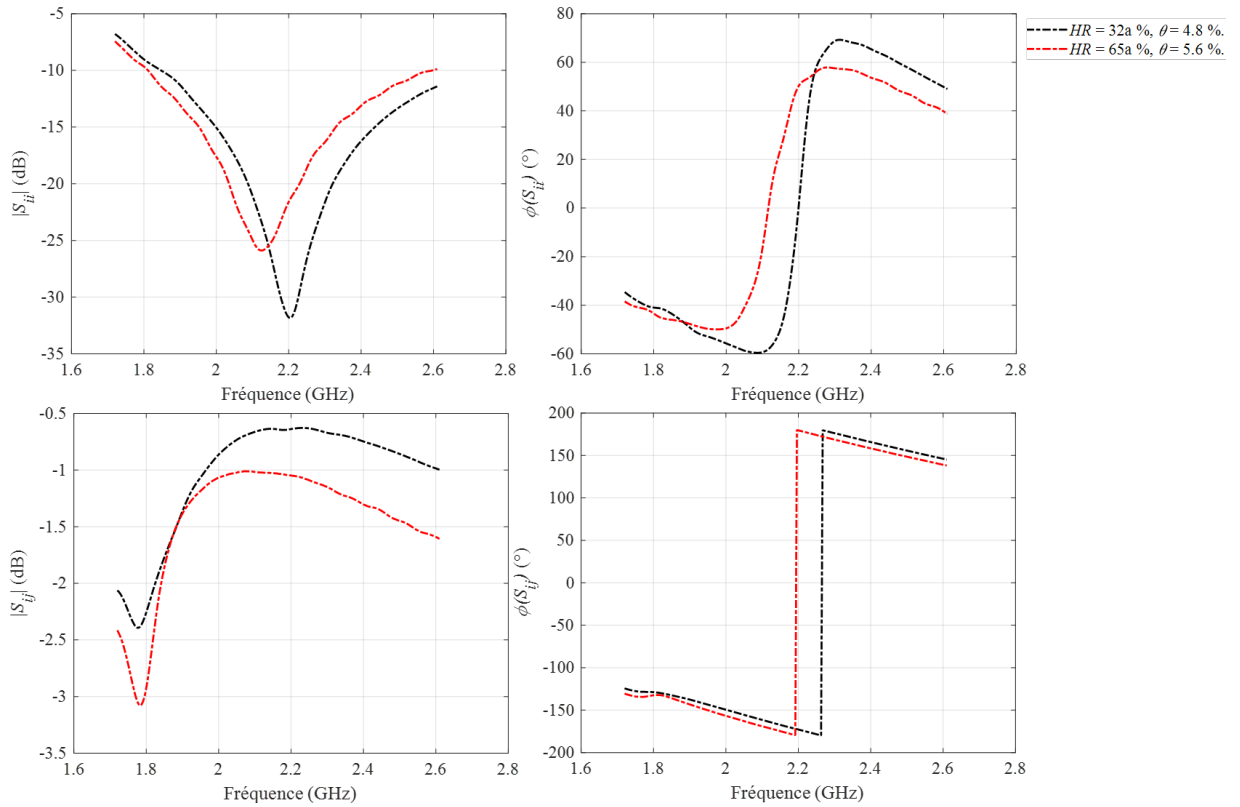


FIGURE A.17 – Paramètres S du lot de BDC n°2 (moyennés sur les 5 échantillons) aux points $\{HR, \theta\}$ du cycle de mesures n°3, sur la bande $[1,72 \text{ GHz} - 2,61 \text{ GHz}]$. Points de mesure en adsorption.

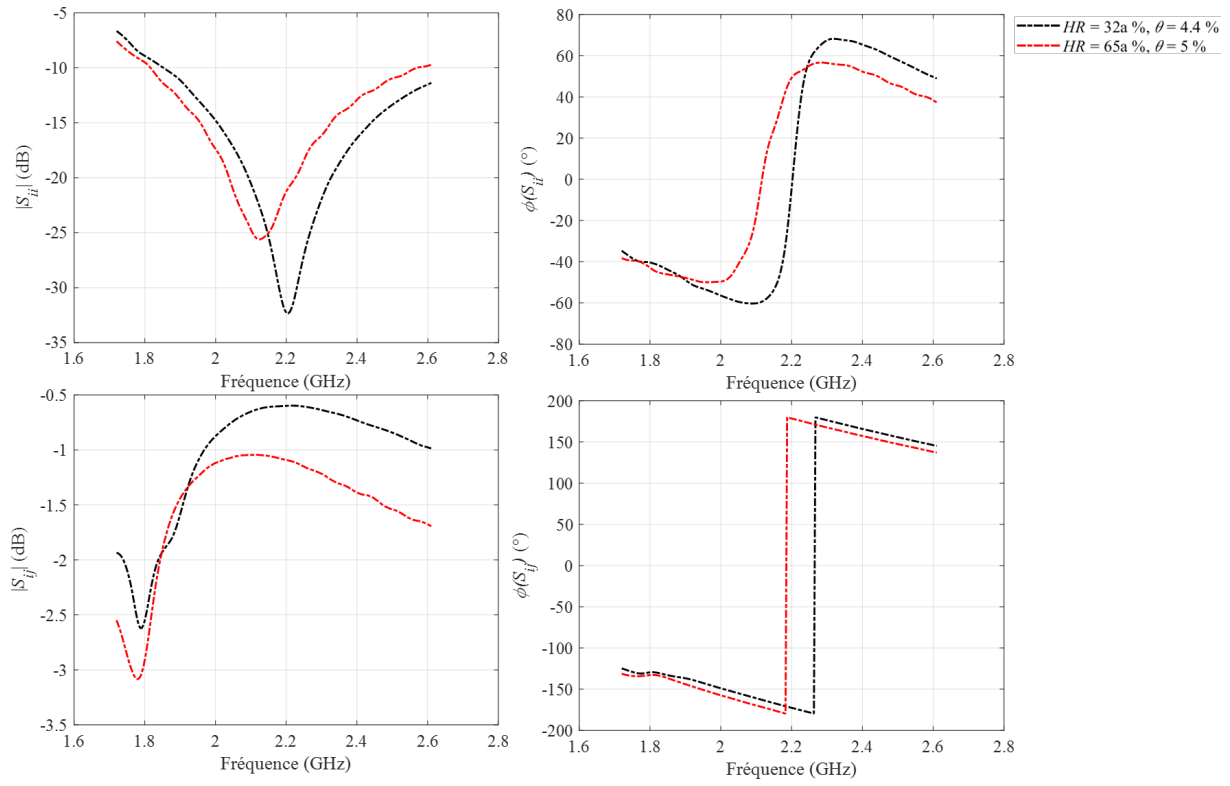


FIGURE A.18 – Paramètres S de l'échantillon 1 du lot n°2, aux points (HR, θ) du 3^{ème} cycle de mesures, sur la bande [1.72 GHz – 2.61 GHz].

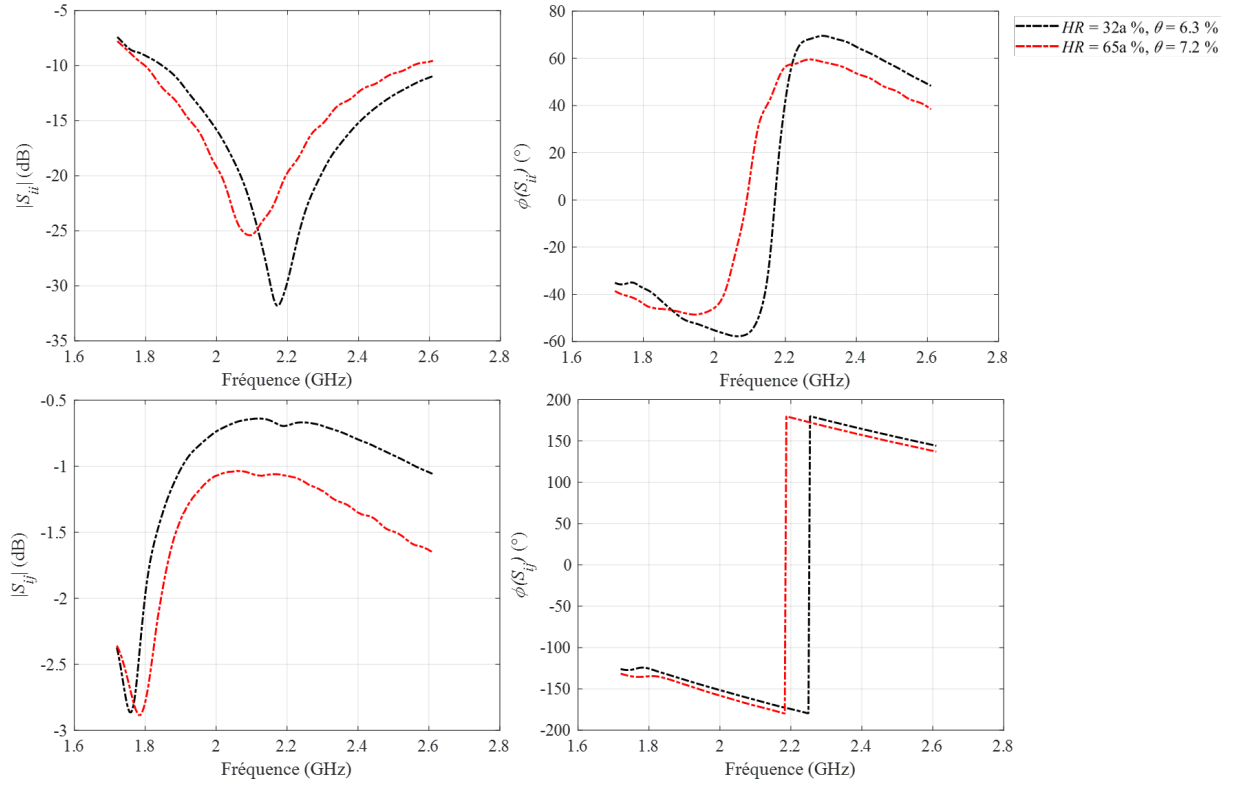


FIGURE A.19 – Paramètres S de l'échantillon 2 du lot n°2, aux points (HR, θ) du 3 cycle de mesures, sur la bande $[1.72 \text{ GHz} - 2.61 \text{ GHz}]$.

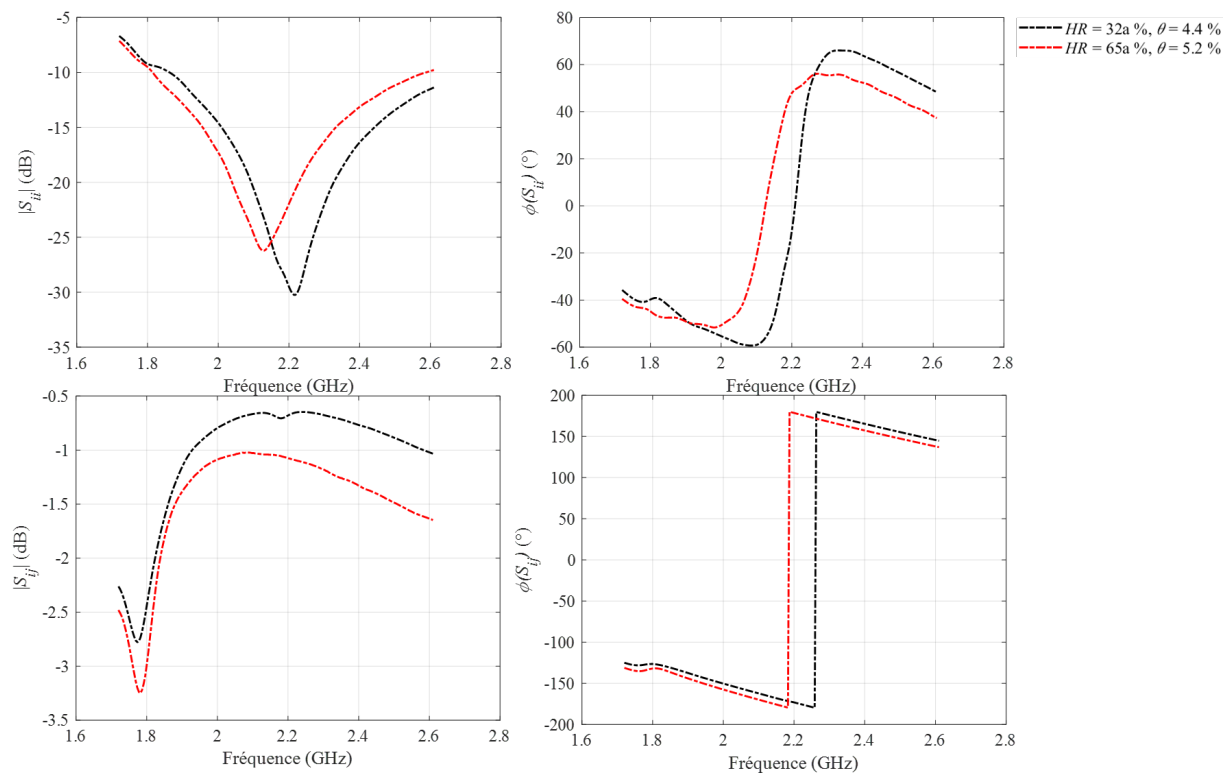


FIGURE A.20 – Paramètres S de l'échantillon 3 du lot n°2, aux points (HR, θ) du 3^{ème} cycle de mesures, sur la bande [1.72 GHz – 2.61 GHz].

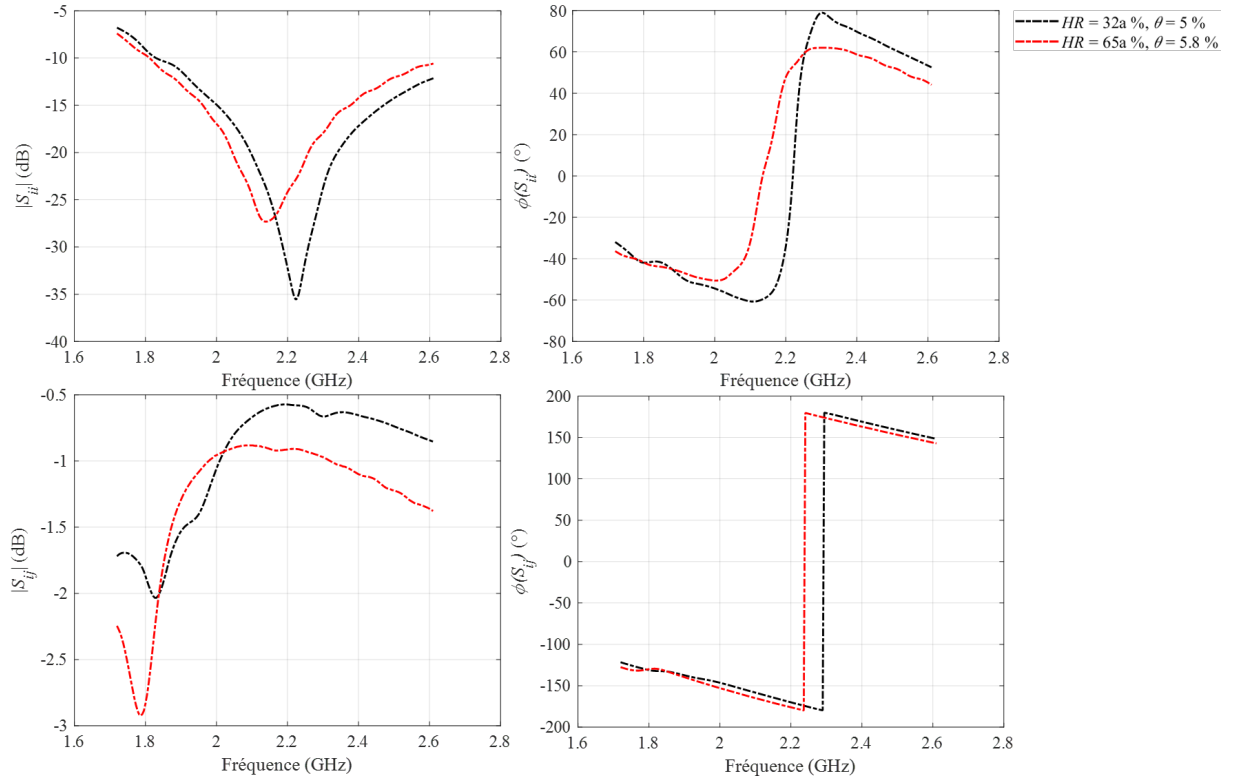


FIGURE A.21 – Paramètres S de l'échantillon 4 du lot n°2, aux points (HR, θ) du 3^{ème} cycle de mesures, sur la bande [1.72 GHz – 2.61 GHz].

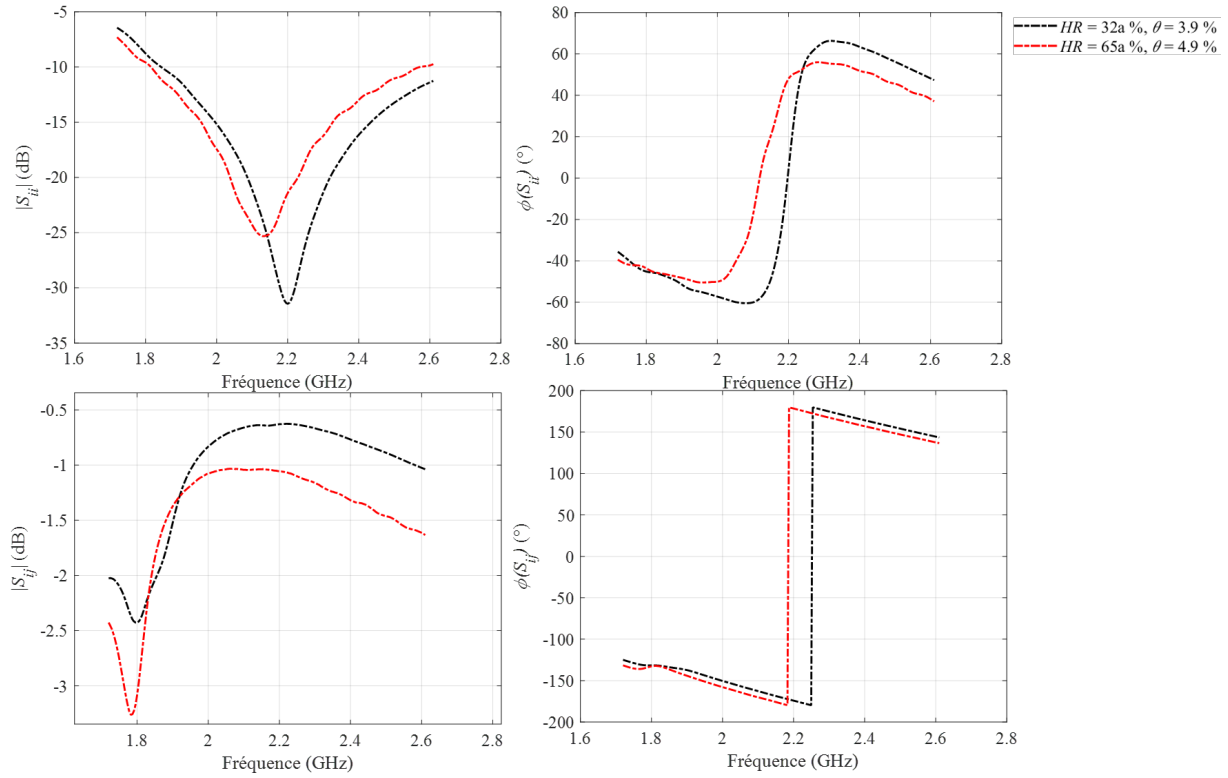


FIGURE A.22 – Paramètres S de l'échantillon 5 du lot n°2, aux points (HR, θ) du 3^{ème} cycle de mesures, sur la bande [1.72 GHz – 2.61 GHz].

A.9 Spectres diélectriques du 1er cycle de mesure

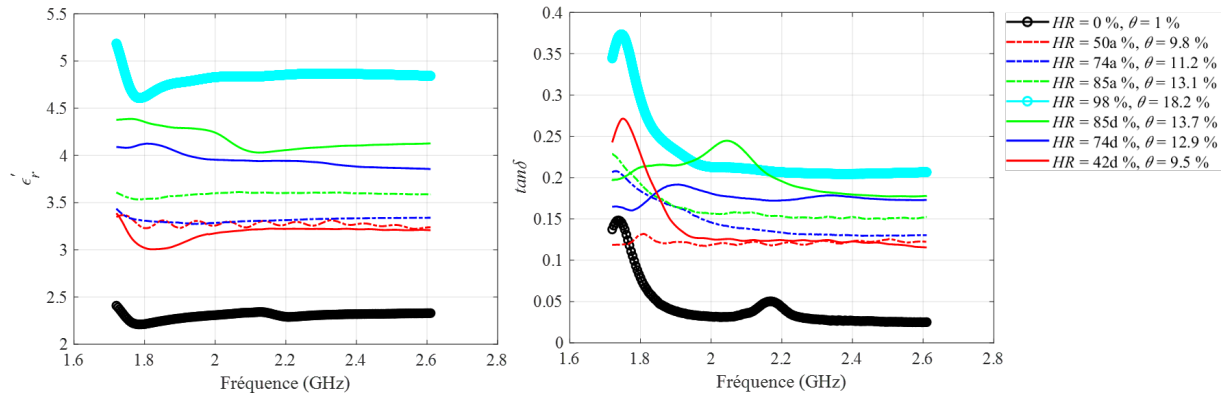


FIGURE A.23 – Paramètres S de l'échantillon 1 du lot n°1, aux points (HR, θ) du 1^{er} cycle de mesures, sur la bande [1.72 GHz – 2.61 GHz]. Traits hachurés : adsorption; traits continus : désorption. La lettre « a » désigne l'adsorption et « d » la désorption.

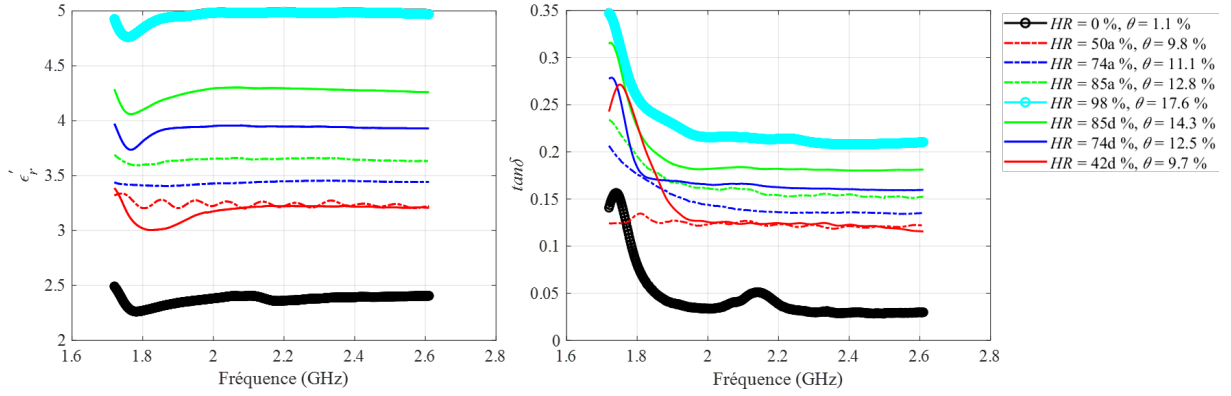


FIGURE A.24 – Paramètres S de l'échantillon 2 du lot n°1, aux points (HR, θ) du 1^{er} cycle de mesures, sur la bande [1.72 GHz – 2.61 GHz]. Traits hachurés : adsorption; traits continus : désorption. La lettre « a » représente l'adsorption et « d » la désorption.

A.10 Spectres diélectriques du 2ème cycle de mesure

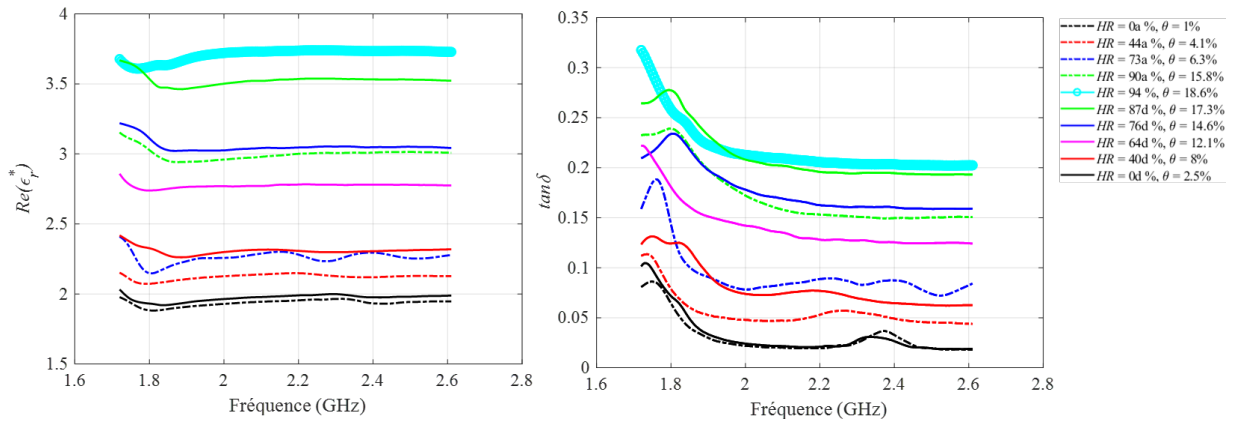


FIGURE A.25 – Paramètres S de l'échantillon 1 du lot n°2, aux points (HR, θ) du 2^{ème} cycle de mesures, sur la bande [1.72 GHz – 2.61 GHz]. Traits hachurés : adsorption; traits continus : désorption. La lettre « a » représente l'adsorption et « d » la désorption.

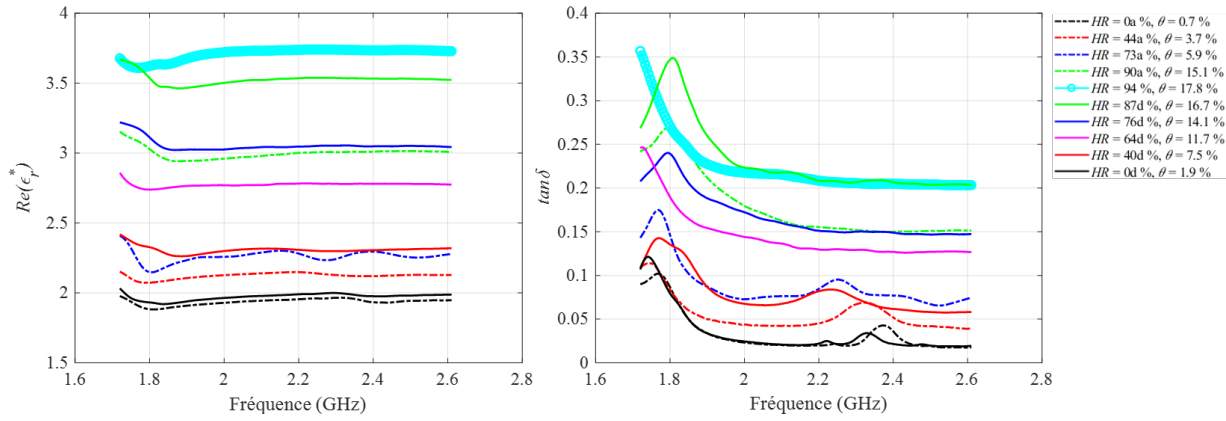


FIGURE A.26 – Paramètres S de l'échantillon 2 du lot n°2, aux points (HR, θ) du 2^{ème} cycle de mesures, sur la bande [1.72 GHz – 2.61 GHz]. Traits hachurés : adsorption ; traits continus : désorption. La lettre « a » représente l'adsorption et « d » la désorption.

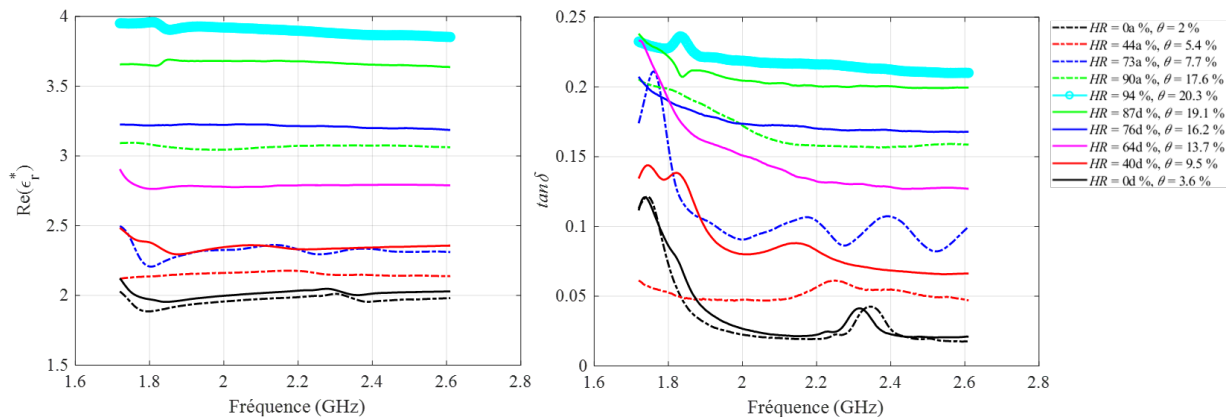


FIGURE A.27 – Paramètres S de l'échantillon 3 du lot n°2, aux points (HR, θ) du 2^{ème} cycle de mesures, sur la bande [1.72 GHz – 2.61 GHz]. Traits hachurés : adsorption ; traits continus : désorption. La lettre « a » représente l'adsorption et « d » la désorption.

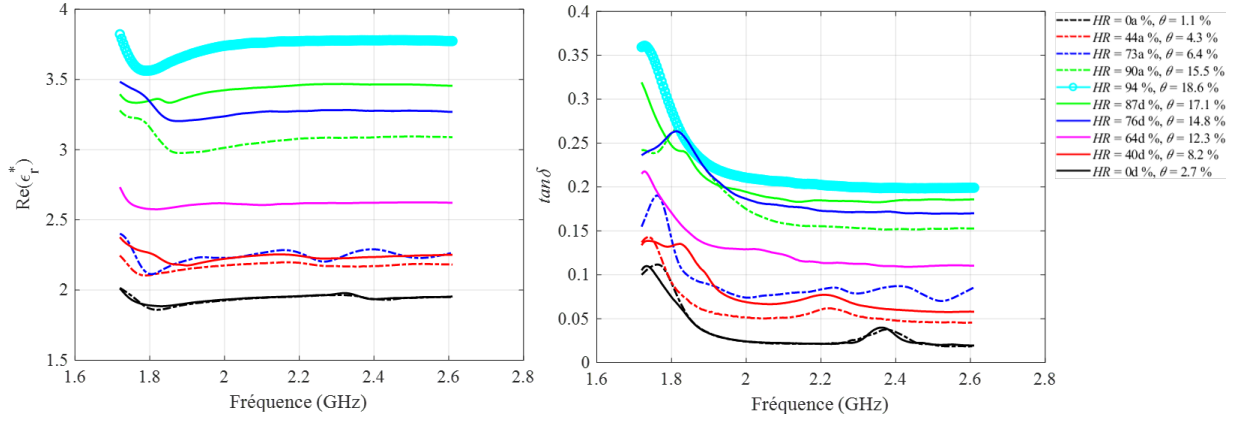


FIGURE A.28 – Paramètres S de l'échantillon 4 du lot n°2, aux points (HR, θ) du 2^{ème} cycle de mesures, sur la bande $[1.72 \text{ GHz} - 2.61 \text{ GHz}]$. Traits hachurés : adsorption ; traits continus : désorption. La lettre « a » représente l'adsorption et « d » la désorption.

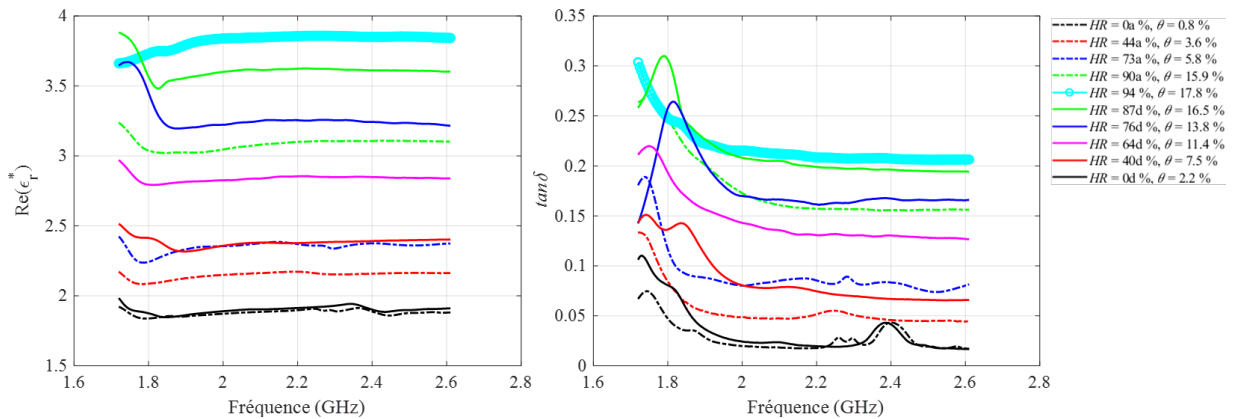


FIGURE A.29 – Paramètres S de l'échantillon 5 du lot n°2, aux points (HR, θ) du 2^{ème} cycle de mesures, sur la bande $[1.72 \text{ GHz} - 2.61 \text{ GHz}]$. Traits hachurés : adsorption ; traits continus : désorption. La lettre « a » représente l'adsorption et « d » la désorption.

A.11 Spectre diélectrique du 3ème cycle de mesure

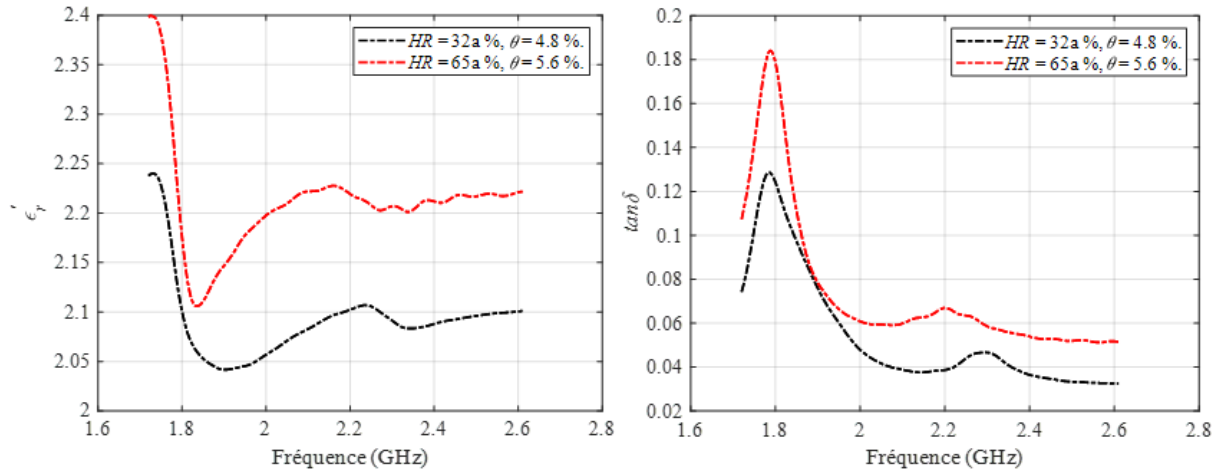


FIGURE A.30 – Moyenne des spectre diélectriques des 5 échantillons de BDC du lot n°2, aux points (HR, θ) en phase d'adsorption du 3^{ème} cycle de mesures, sur la bande [1.72 GHz – 2.61 GHz].

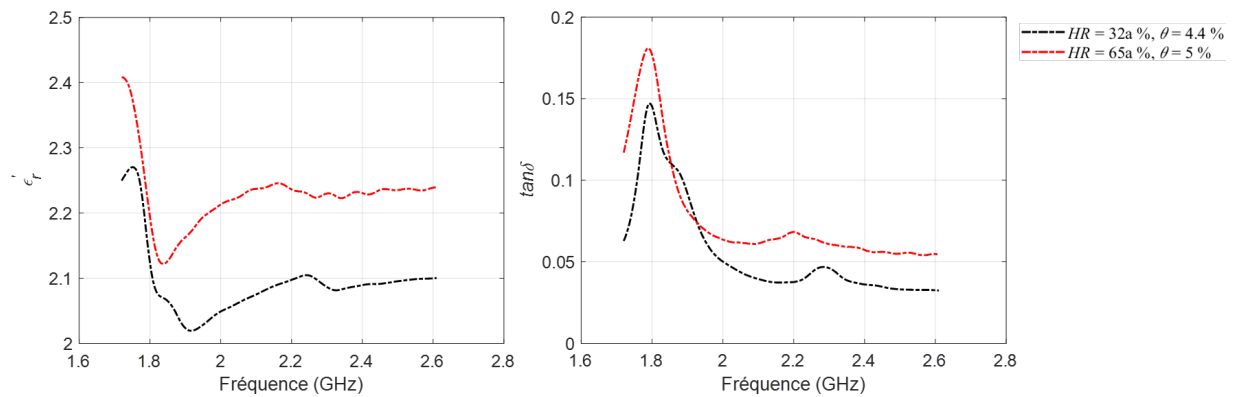


FIGURE A.31 – Spectre diélectrique de l'échantillon 1 du lot n°2, aux points (HR, θ) du 3^{ème} cycle de mesures, sur la bande [1.72 GHz – 2.61 GHz].

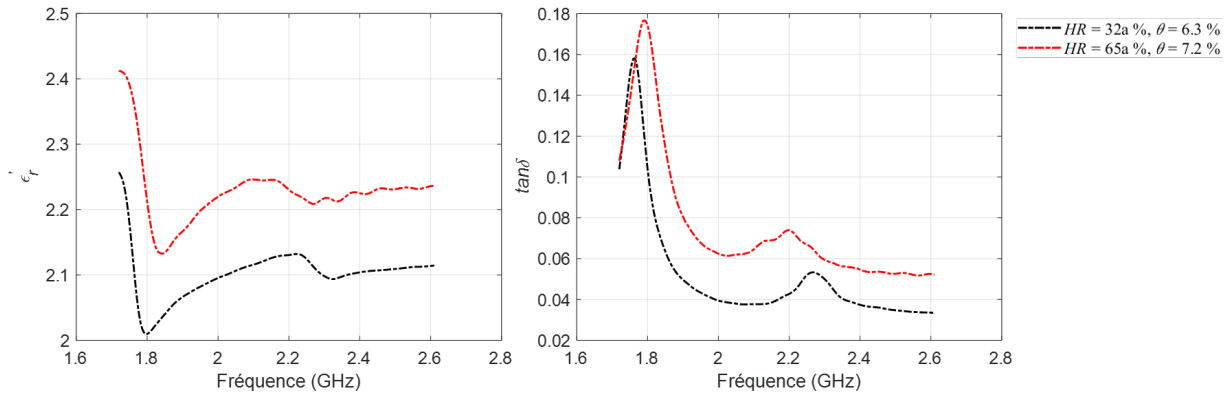


FIGURE A.32 – Spectre diélectrique de l'échantillon 2 du lot n°2, aux points (HR, θ) du 3^{ème} cycle de mesures, sur la bande [1.72 GHz – 2.61 GHz].

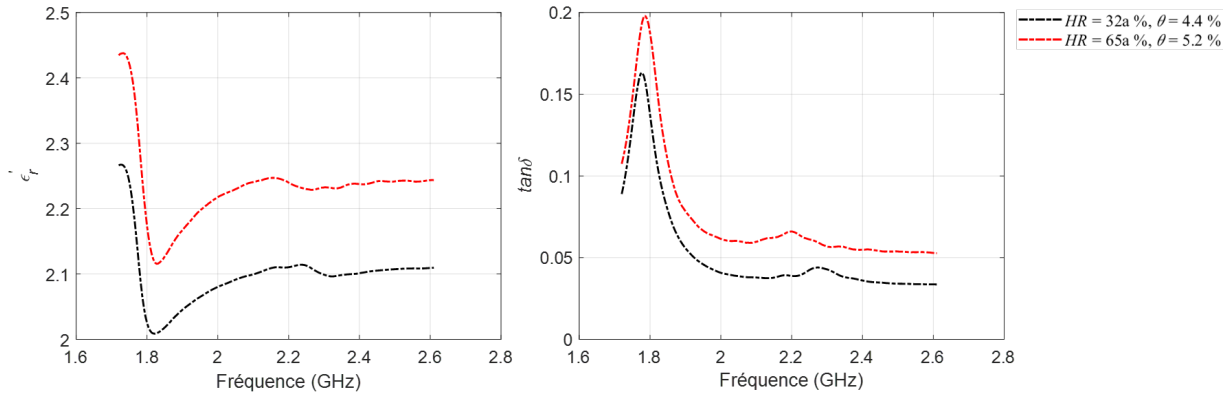


FIGURE A.33 – Spectre diélectrique de l'échantillon 3 du lot n°2, aux points (HR, θ) du 3^{ème} cycle de mesures, sur la bande [1.72 GHz – 2.61 GHz].

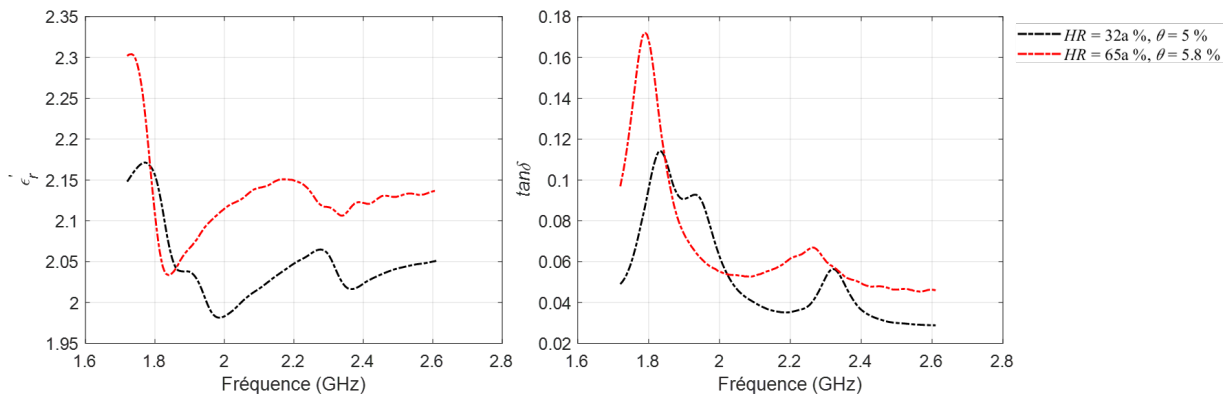


FIGURE A.34 – Spectre diélectrique de l'échantillon 4 du lot n°2, aux points (HR, θ) du 3^{ème} cycle de mesures, sur la bande [1.72 GHz – 2.61 GHz].

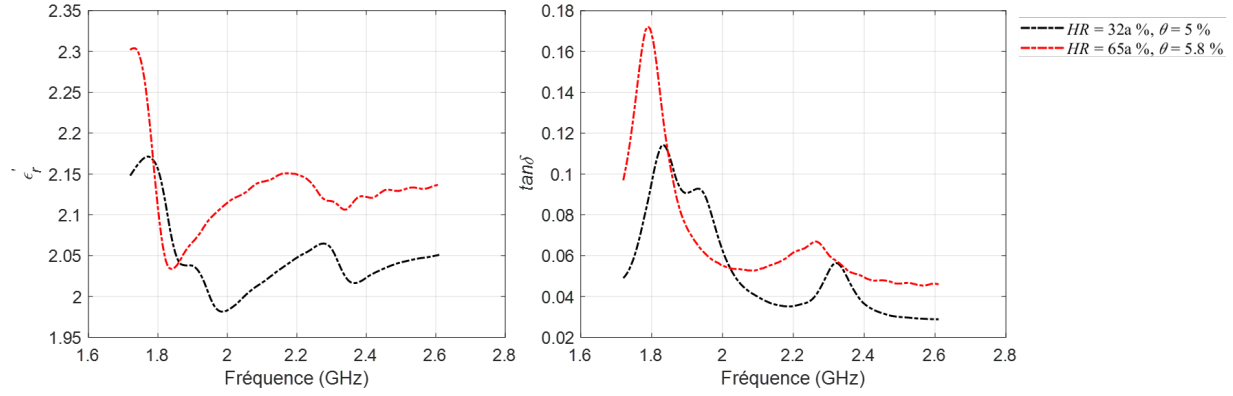


FIGURE A.35 – Spectre diélectrique de l'échantillon 5 du lot n°2, aux points (HR, θ) du 3^{ème} cycle de mesures, sur la bande [1.72 GHz – 2.61 GHz].

A.12 Lien entre la fréquence de résonance du patch rectangulaire et la teneur en eau

Démonstration de la relation linéaire entre la fréquence de résonance f_{res} du capteur patch rectangulaire et de la teneur en eau du BDC :

- f_{res} s'exprime en fonction de la permittivité diélectrique effective $\epsilon'_{r,eff}$:

$$f_{res} = \frac{c_0}{2(L + 2\Delta L)\sqrt{\epsilon'_{r,eff}}} \quad (\text{A.1})$$

- $\epsilon'_{r,eff}$ s'exprime en fonction des dimensions géométriques et des permittivités du substrat $\epsilon'_{r,sub}$ et du matériau à caractériser :

$$\epsilon'_{r,eff} = \frac{\epsilon'_{r,sub} + \epsilon'_r}{2} + \frac{\epsilon'_{r,sub} - \epsilon'_r}{2} \sqrt{\frac{1}{1 + 12\frac{h}{W}}} \quad (\text{A.2})$$

- En posant :

$$K = \sqrt{\frac{1}{1 + 12\frac{h}{W}}} \quad (\text{A.3})$$

on a :

$$f_{res} = \frac{c_0}{2(L + 2\Delta L)\sqrt{\frac{\epsilon'_{r,sub}}{2}(1 + K) + \frac{\epsilon'_r}{2}(1 - K)}} \quad (\text{A.4})$$

$$f_{res} = \frac{c_0}{2(L + 2\Delta L)\sqrt{\frac{\epsilon'_{r,sub}}{2}(1 + K)}\sqrt{1 + \frac{1-K}{1+K}\frac{\epsilon'_r}{\epsilon'_{r,sub}}}} \quad (\text{A.5})$$

- En faisant un développement limité sur le terme $\sqrt{1 + \frac{1-K}{1+K} \frac{\varepsilon'_r}{\varepsilon_{r,sub}}}$ l'expression de la fréquence de résonance devient :

$$f_{res} = \frac{c_0}{2(L + 2\Delta L)\sqrt{\frac{\varepsilon'_{r,sub}}{2}(1+K)}} \left(1 - \frac{1}{2} \frac{1}{\varepsilon'_{r,sub}} \frac{1-K}{1+K} \varepsilon'_r\right) \quad (\text{A.6})$$

$$f_{res} = \frac{c_0}{2(L + 2\Delta L)\sqrt{\frac{\varepsilon'_{r,sub}}{2}(1+K)}} - \frac{c_0}{2(L + 2\Delta L)\sqrt{\frac{\varepsilon'_{r,sub}}{2}(1+K)}} \frac{1}{2} \frac{1}{\varepsilon'_{r,sub}} \frac{1-K}{1+K} \varepsilon'_r \quad (\text{A.7})$$

- En posant :

$$A_0 = \frac{c_0}{2(L + 2\Delta L)\sqrt{\frac{\varepsilon'_{r,sub}}{2}(1+K)}} \quad (\text{A.8})$$

$$A_1 = \frac{c_0}{2\sqrt{2}(L + 2\Delta L)} \frac{1-K}{(1+K)^{3/2}} \quad (\text{A.9})$$

on obtient :

$$f_{res} = A_0 - \frac{A_1}{(\varepsilon'_{r,sub})^{3/2}} \varepsilon'_r \quad (\text{A.10})$$

- Dans le chapitre 2, il a été établi qu'il existe une relation linéaire entre la teneur en eau du BDC et sa permittivité diélectrique. Par conséquent :

$$f_{res} = A_0 - \frac{A_2}{(\varepsilon'_{r,sub})^{3/2}} \theta \quad (\text{A.11})$$

avec :

$$A_2 = aA_1 \quad (\text{A.12})$$

A.13 Etudes paramétriques sur le gap entre le capteur et l'échantillon de BDC

La figure A.36 représente la topologie utilisée en simulation pour estimer l'influence du gap entre le capteur et l'échantillon de BDC. On fait varier le gap entre 0 et 1 mm avec un pas de 250 μm . On quantifie l'influence du gap au travers la réponse du capteur :

- Sur la fréquence de résonance : on compare la fréquence de résonance dans chacun des cas $f_{res,g}$ par rapport à la fréquence de résonance obtenue dans le cas où il n'y a pas de gap $f_{res,0}$.

$$\Delta f_{res}(\%) = 100 \left| \frac{f_{res,g} - f_{res,0}}{f_{res,0}} \right| \quad (\text{A.13})$$

- Sur le coefficient de réflexion : de la même manière que pour la fréquence de résonance, on compare le coefficient de réflexion pour chacun des gap $S_{11,g}(f_{res,g})$ par rapport au coefficient de réflexion à la résonance en l'absence de gap $S_{11,0}(f_{res,0})$

$$\Delta S_{11}(dB) = S_{11,0}(f_{res,0}) - S_{11,0}(f_{res,g}) \quad (A.14)$$

- On relèvera également pour chaque valeur de gap et pour chaque capteur la sensibilité $S_{\theta}^{f_{res}}$

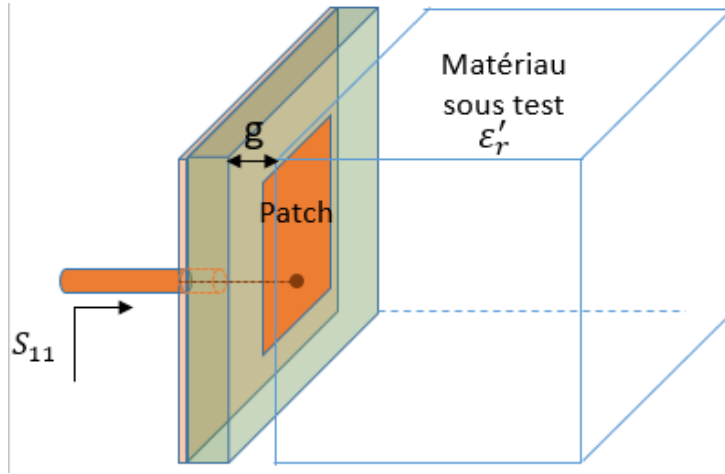


Figure A.36 – Schéma de principe portant sur l'étude de l'influence du gap d'air entre le capteur et l'échantillon de BDC

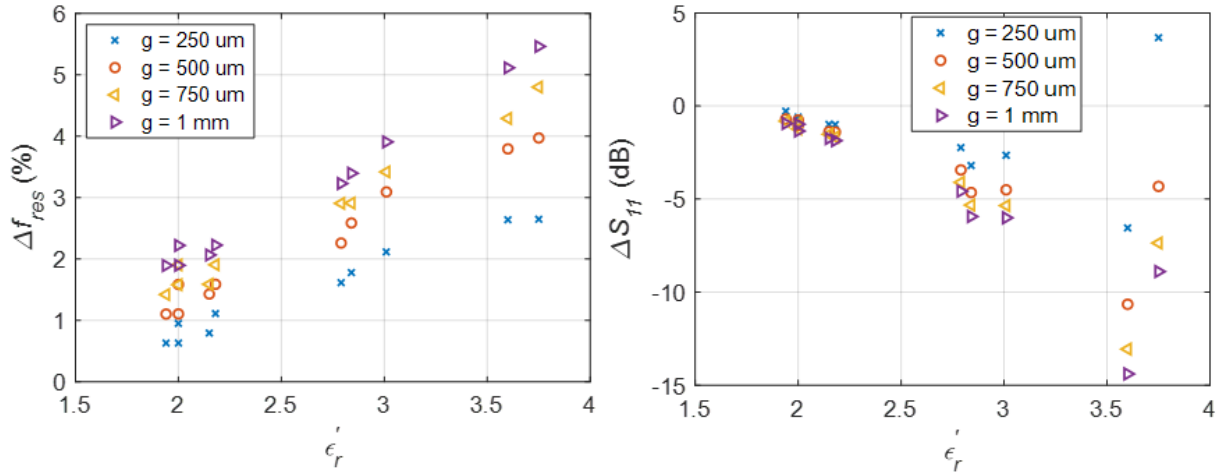


Figure A.37 – Etude paramétrique sur le gap entre le capteur patch rectangulaire à substrat FR4 et un échantillon de BDC (échantillon n°1 du lot 2) : la simulation sans gap sert de simulation de référence.

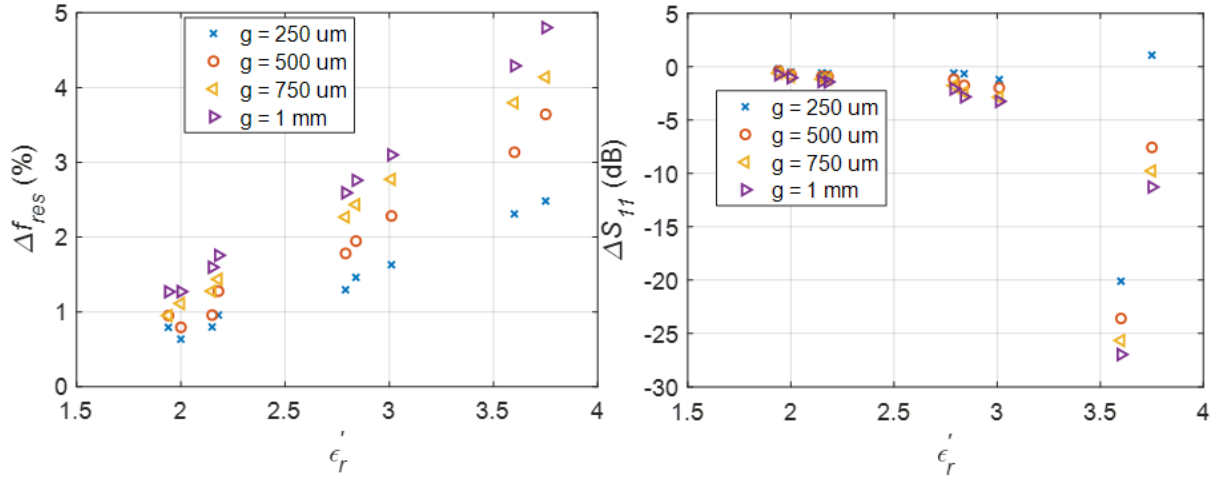


Figure A.38 – Etude paramétrique sur le gap entre le capteur patch circulaire à substrat FR4 et un échantillon de BDC (échantillon n°1 du lot 2) : la simulation sans gap sert de simulation de référence.

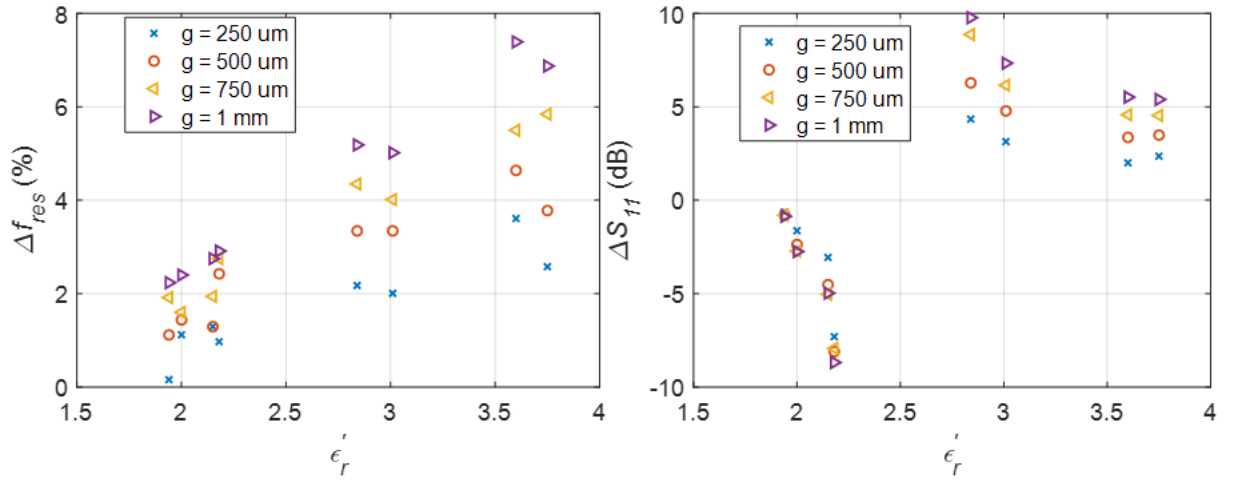


Figure A.39 – Etude paramétrique sur le gap entre le capteur patch rectangulaire à substrat Polyguide avec le plan de masse étendu et un échantillon de BDC (échantillon n°1 du lot 2) : la simulation sans gap sert de simulation de référence.

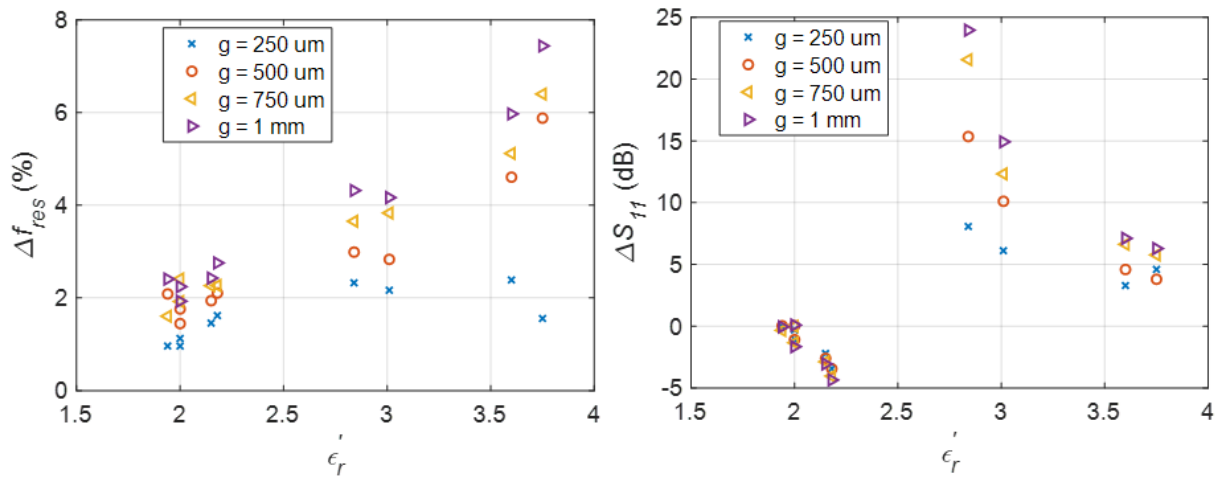


Figure A.40 – Etude paramétrique sur le gap entre le capteur patch rectangulaire à substrat Polyguide avec le plan de masse réduit et un échantillon de BDC (échantillon n°1 du lot 2) : la simulation sans gap sert de simulation de référence.

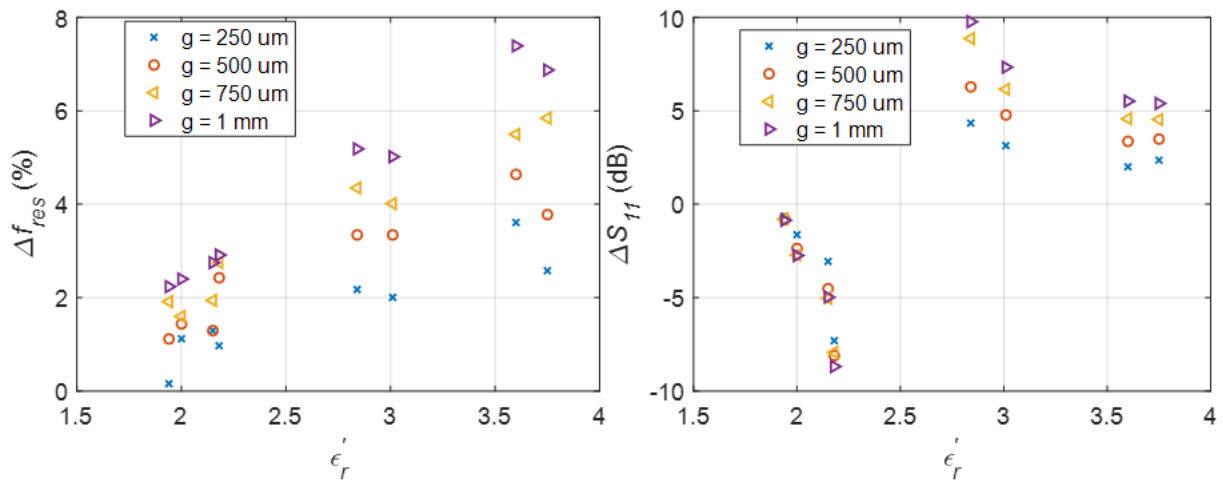


Figure A.41 – Etude paramétrique sur le gap entre le capteur patch circulaire à substrat Polyguide avec le plan de masse étendu et un échantillon de BDC (échantillon n°1 du lot 2) : la simulation sans gap sert de simulation de référence.

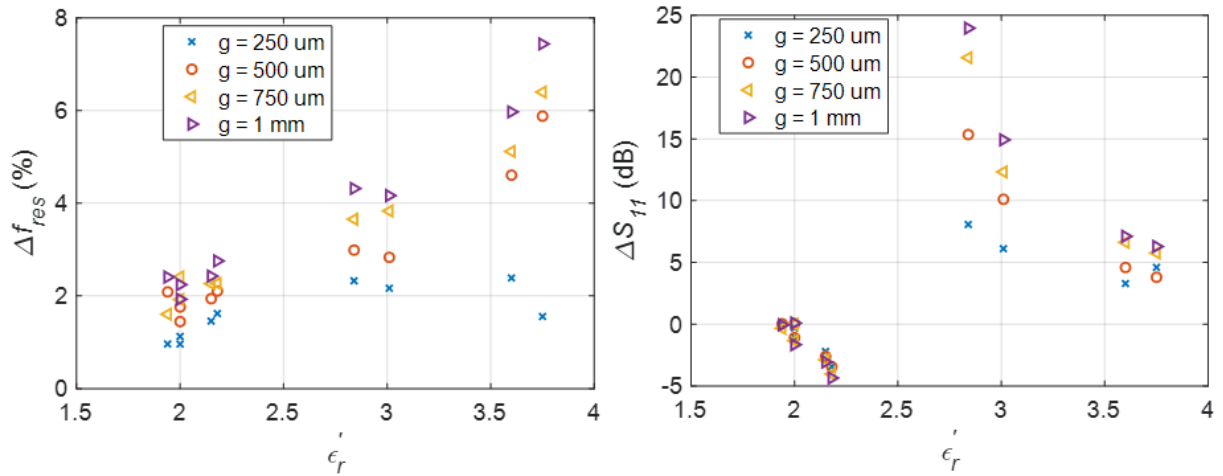


Figure A.42 – Etude paramétrique sur le gap entre le capteur patch circulaire à substrat Polyguide avec le plan de masse réduit et un échantillon de BDC (échantillon n°1 du lot 2) : la simulation sans gap sert de simulation de référence.

	0 (um)	250(um)	500(um)	750(um)	1000(um)
FR4 rectangulaire	5,8	3,7	2,7	2,4	2
FR4 circulaire	6,2	3,8	2,6	1,9	1,5
Polyguide rectangulaire à PM étendu	10,8	7,3	6,7	5,4	4,1
Polyguide rectangulaire à PM réduit	9,7	8,1	5,5	4,7	3,9
Polyguide circulaire à PM étendu	8,9	6,5	5,1	4,2	3,5
Polyguide circulaire à PM réduit	9,9	7,2	5,9	4,2	3,7

Table A.1 – Sensibilités obtenus pour chacun des capteurs en fonction du gap

A.14 Résonateurs en anneaux

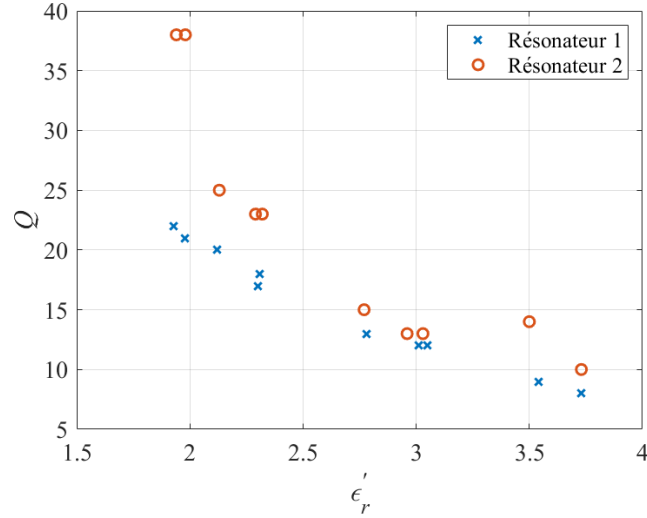


Figure A.43 – Simulations EF (utilisant les caractéristiques diélectriques du lot de BDC n°2, moyennées sur les échantillons) de Q vs. ϵ'_r des résonateurs optimisés, pris séparément.

$Res2 \rightarrow$ $\downarrow Res1$	Air	PTFE	PMMA	
Air	58 96	67 96	37 96	$\leftarrow Q_2$ $\leftarrow Q_1$
PTFE	53 88	/	52 58	$\leftarrow Q_2$ $\leftarrow Q_1$
PMMA	60 96	67 60	/	$\leftarrow Q_2$ $\leftarrow Q_1$

Table A.2 – Mesures des Q du double résonateur pour les différentes combinaisons MUT2 - MUT1 des matériaux de référence considérés : air ($\epsilon'_r = 1$), PTFE ($\epsilon'_r \in [1, 9 - 2, 1]$) et PMMA ($\epsilon'_r \in [2, 2 - 2, 5]$).

Bibliographie

- [1] <https://www.insee.fr/fr/statistiques/2015759>.
- [2] <https://www.statistiques.developpement-durable.gouv.fr/edition-numerique/bilan-energetique-2019/pdf/document.pdf>
- [3] <https://www.iea.org/>
- [4] 2020 Global status report for building and construction
- [5] <https://negawatt.org/>
- [6] P. Leonardon, “Perspectives 2035 et 2050 de consommation de matériaux pour la construction neuve et la rénovation énergétique BBC,” *Rapport de l’ADEME*, Décembre 2019.
- [7] O. Jolliet, M. Saadé, P. Crettaz et S. Shaked, “Analyse du cycle de vie : comprendre et réaliser un écobilan,” *Editions des Presses Polytechniques et Universitaires Romandes*, 2005.
- [8] F. Collet, “Caractérisation hydrique et thermique de matériaux de génie Civil à faibles impacts environnementaux,” *Thèse de doctorat de l’INSA Rennes*, Décembre 2004.
- [9] K. Ip et A. Miller, “Life cycle greenhouse gas emissions of hemp-lime wall constructions in the UK,” *Resources, Conservation and Recycling*, Volume 69, Pages 1–9, Décembre 2012.
- [10] M-P. Boutin, C. Flamin, S. Quinton et G. Gosse, “Etude des caractéristiques environnementales du chanvre par l’analyse du cycle de vie,” *Ministère de l’agriculture et de la pêche*, Septembre 2006.
- [11] S. Prétot, F. Collet et C. Garnier, “Life cycle assessment of a hemp concrete wall : impact of thickness and coating,” *Building and Environment*, Volume 72, Pages 223–231, Novembre 2013.

- [12] https://www.equiterre.org/sites/fichiers/rapportacv_final_web.pdf
- [13] J-L. Menet et I. Cosmin Gruescu, “L’éco-conception dans le batiment,” *Editions Dunod*, 2014.
- [14] B. Peuportier, “Livre blanc sur les recherches en énergétique des batiments,” *Presses de l’Ecole des Mines*, Septembre 2013.
- [15] J. Chamoin, “Optimisation des propriétés (physiques, hydriques et mécaniques) de béton de chanvre par maîtrise de la formulation,” *Thèse de doctorat de l’INSA de Rennes*, 2013.
- [16] V. Cerezo, “Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d’un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique,” *Thèse de doctorat de l’INSA de Lyon*, 2005.
- [17] T. T. Nguyen, “Contribution à l’étude de la formulation et du procédé de fabrication d’éléments de construction en béton de chanvre,” *Thèse de doctorat de l’Université de Bretagne Sud*, 2010.
- [18] R. Walker et S. Pavia, “Moisture transfer and thermal properties of hemp-lime concretes,” *Construction and Building Materials*, Volume 64, Pages 270–276, Aout 2014.
- [19] L. Arnaud et E. Gourlay, “Experimental study of parameters influencing mechanical properties of hemp concretes,” *Construction and Building Materials*, Volume 28, Numéro 1, Pages 50–56, Mars 2012.
- [20] A. Shea, M. Lawrence et P. Walker, “Hygrothermal performance of an experimental hemp lime building,” *Construction and Building Materials*, Volume 36, pages 270–275, Novembre 2012.
- [21] P. Glouannec, F. Collet, C. Lanos, P. Mounanga, T. Pierre, P. Poullain, S. Prétot, J. Chamoin et A. Zaknoune, “Propriétés physiques du béton de chanvre,” *Matériaux & Techniques*, Volume 99, Numéro 6, Pages 657–665, Avril 2011.
- [22] P. Glé, E. Gourdon et L. Arnaud, “Acoustical properties of material made of vegetable particles with several scales of porosity,” *Applied Acoustics*, Volume 72, Numéro 5, Pages 249–259, Avril 2011.
- [23] F. Collet, J. Chamoin, S. Pretot et C. Lanos, “Comparison of the hygric behavior three hemp concrete,” *Energy and Buildings*, Volume 62, Pages 294–303, Juillet 2013.

- [24] A. D. T. Le, “Etude des transferts hygrothermiques dans le béton de chanvre et leur application au bâtiment : simulation numérique et approche expérimentale,” *Thèse de doctorat de l’Université de Reims Champagne-Ardenne*, 2016.
- [25] G. Camps, “Etude des interactions chemo-mécaniques pour la simulation du cycle de vie d’un élément de stockage en béton.” *Thèse de doctorat de l’Université de Toulouse*, 2018.
- [26] R. C. Dorf, “The engineering handbook,” *CRC Press*, Juin 2004.
- [27] M. S. Costanza-Robison, B. D. Estabrook et D. F. Fouhey, “Representative elementary volume estimation for porosity, moisture saturation, and air-water interfacial areas in unsaturated porous media : Data quality implications,” *Water and Resources Research*, Volume 47, W07513, Juin 2011, doi :10.1029/2010WR009655.
- [28] P. Cosenza et A. Tabbagh, “Electromagnetic determination of clay water content : role of the microporosity,” *Applied of Clay Science*, Volume 26, Numéro 1–4, Pages 21–36, Aout 2004.
- [29] F. Collet, “Caractérisation hydrique et thermique de matériaux de génie Civil à faible impacts environnementaux,” *Thèse de doctorat de l’INSA Rennes*, Décembre 2004.
- [30] A. Evrard, “Transient hygrothermal behaviour of lime-hemp materials,” *Thèse de doctorat de l’université catholique de Louvain*, Mai 2008.
- [31] A. Degiovanni, “Conductivité et diffusivité thermique des solides,” *Techniques de l’Ingénieur*, R2850, Janvier 1994.
- [32] K-H. Kim, S-E. Jeon, J-K. Kim et S. Yang, “An experimental study on thermal conductivity of concrete,” *Cement and Concrete Research*, Volume 33, Numéro 3, Pages 363–371, Mars 2003.
- [33] Y. Jannot et A. Degiovanni, “Thermal properties measurement of materials,” *Wiley*, 2018.
- [34] L. Arnaud et E. Gourlay, “Experimental study of parameters influencing mechanical properties of hemp concretes,” *Construction and Building Materials*, Volume 28, Numéro 1, Pages 50–56, Mars 2012.
- [35] F. Bennai, N. Issaadi, K. Abahri, R. Belarbi et A. Tahakourt, “Experimental characterization of thermal and hygric properties of hemp concrete with consideration of

- the material age evolution,” *Heat and Mass Transfer*, Volume 54, Numéro 4, Pages 1189–1197, Avril 2018.
- [36] J. Rouquerol, F. Rouquerol, P. Llewellyn et G. Maurin, “adsorption by powders and porous solids : principles, methodology and applications,” *2nd edition*, 2014.
- [37] J. H. de Boer, “The Structure and Properties of Porous Materials”, *édité par D. H. Everett et F. S. Stone*, 1958.
- [38] K. S. W. Sing, “Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface to the determination of surface area and porosity,” *Pure and Applied Chemistry*, Volume 57, Numéro 4, pages 603–619, Janvier 1985.
- [39] Y. Jiang, M. Lawrence, M. P. Ansell et A. Hussain, “Cell wall microstructure, pore size distribution and density of hemp shiv,” *Royal Society Open Science*, Volume 5, Numéro 4, Avril 2018.
- [40] F. Collet et S. Pretot, “Experimental investigation of moisture buffering capacity of sprayed hemp concrete,” *Construction and Building Materials*, Volume 36, Pages 58–65, Novembre 2012.
- [41] C. Rode, R. Peuhkuri, H. Lone, B. Time, A. Gustavsen, T. Ojanen, J. Ahonen, K. Svennberg, L-E. Harderup et J. Arfvidsson, “Moisture Buffering of Building Materials,”. Technical University of Denmark DTU. DTU BYG-rapporter No. R-126.
- [42] M. Rahim, O. Douzane, A. D. Tran Le, G. Promis, B. Laidoudi, A. Crigny, B. Dupre et T. Langlet, “Characterization of flax lime and hemp lime concretes : Hygric properties and moisture buffer capacity,” *Energy and Buildings*, Volume 88, Pages 91–99, Février 2015.
- [43] Y. Ait Oumeziane, M. Bart, S. Moissette et C. Lamos, “Hysteretic behaviour and moisture buffering of hemp concrete,” *Transport in Porous Media*, Volume 103, Pages 515–533, Mai 2014.
- [44] J-M. Caussignac, V. Le Cam, O. Abraham, X. Dérobert et G. Villain, “Evaluation et contrôle non destructifs en génie civil,” *Techniques de l’Ingénieur*, R1410, Décembre 2013.
- [45] C. Andrade, J. Sarria et C. Alonso, “Relative humidity in the interior of concrete exposed to natural and artificial weathering,” *Cement and Concrete Research*, Volume 29, Numéro 8, Pages 1249–1259, Aout 1999.

- [46] C-Y. Chang et S-S. Hung, “Implementing RFIC and sensor technology to measure temperature and humidity inside concrete structures,” *Construction and Building Materials*, Volume 26, Numéro 1, Pages 628–637, Janvier 2012.
- [47] N. Barroca, L. M. Borges, F. J. Velez, F. Monteiro, M. Gorski et J. Castro-Gomes, “Wireless sensor networks for temperature and humidity monitoring within concrete structures,” *Construction and Building Materials*, Volume 40, Pages 1156–1166, Mars 2013.
- [48] S. Zhou, F. Deng, L. Yu, B. Li, X. Wu et B. Yin, “A novel passive wireless sensor for concrete humidity monitoring,” *Sensors*, Volume 16, Numéro 9, 1535, Septembre 2016.
- [49] W. Quinn, P. Angove, J. Buckley, J. Barrett et G. Kelly, “Design and performance analysis of an embedded wireless sensor for monitoring concrete curing and structural health,” *Journal of Civil Structural Health Monitoring*, Volume 1, Pages 47–59. Juin 2011
- [50] T. Colinart, D. Lelievre et P. Glouannec, “Experimental and numerical analysis of the transient hygrothermal behavior of multilayered hemp concrete wall,” *Energy and Buildings*, Volume 112, Pages 1–11 Janvier 2016.
- [51] T. Colinart, P. Glouannec, T. Pierre, P. Chauvelon et A. Magueresse, “Experimental study on the hygrothermal behavior of a coated sprayed hemp concrete wall,” *Buildings*, Volume 3, Pages 79–99. Janvier 2013.
- [52] T. Colinart, P. Glouaneec, M. Bendouma et P. Chauvelon, “Temperature dependance of sorption isotherm of hygroscopic building materials. Part 2 : Influence on hygrothermal behavior hemp concrete,” *Energy and Buildings*, Volume 152, Pages 42–51, Octobre 2017.
- [53] Y. Ait-Oumeziane, M. Bart, S. Moissette, C. Lanos, F. Collet, S. Pretot, “Hysteresis phenomenon in hemp concrete,” *Academic Journal of Civil Engineering : Special Issue - ICBBM 2015*, Volume 33, Numéro 2, Pages 547–554, Juin 2015.
- [54] A. Piot, T. Béjat, L. Bessette et A. Jay, “Hygrothermal behavior of a hemp concrete wall : exprimental and numerical study of coating,” *Academic Journal of Civil Engineering : Special Issue - ICBBM 2015*, Volume 33, Numéro 2, Pages 560–565, Juin 2015.

- [55] A. Fabbri, P-A. Chabriac, D. T. Ngo, F. Sallet, E. Gourdon, H. Wong et J-C. Morel, "Hygrothermal behaviour of hemp concrete experimental evidences and modelling," *Proceedings of the 6th International Conference on Coupled Problems in Science and Engineering COUPLED PROBLEMS 2015*, Pages 59–70.
- [56] <https://www.sensirion.com>
- [57] <https://www.vaisala.com>
- [58] G. Villain et M. Thiery, "Gammadensimetry : A method to determine drying and carbonation profiles in concrete," *NDT & E International*, Volume 39, Numéro 4, pages 328–337, Juin 2006. Juin 2013.
- [59] G. Villain, A. Ihamouten, R. du Plooy, S. Palma Lopes et X. Derobert, "Use of electromagnetic non-destructive techniques for monitoring water and chloride ingress into concrete," *Near Surface Geophysics*, Volume 13, Numéro 3, pages 299–309, Juin 2015.
- [60] M. C. Da Rocha, L. M. Da Silva, C. R. Appoloni, O. Portezan Filho, F. Lopes, F. L. Melquiades, E. A. Dos Santos, A. O. Dos Santos, A. C. Moreira, W. E. Potker, E. De Almeida, C. Q. Tannous, R. Kunamoto, F. H. de Cavalcante, P. F. Barbieri, A. F. Caleffi, B. T. Carbonari et G. Carbonari, "Moisture profile measurements of concrete samples in vertical water flow by gamma ray transmission method," *Radiation Physics and Chemistry*, Volume 61, Numéro 3–6, Pages 567–569, Juin 2001.
- [61] R. Mensi, P. Acker et A. Attolou, "Séchage du béton : analyse et modélisation," *Materials and Structures*, Volume 21, Pages 3–12, Janvier 2011.
- [62] C. M. Cosandey, "Le bilan d'eau des sols. Uen méthode d'étude de la réserve agricole par humidimètre à neutrons," *Revue Géographique de l'Est*, Volume 15, Numéro 1–2, Pages 47–62, Janvier 2011.
- [63] S. Pilli, P. Bhunia, S. Yan, R. J. Leblanc, R. D. Tyagi et R. Y. Surampalli, "Ultrasonic pretratment of sludge : a review," *Ultrasonics Sonochemistry*, Volume 18, Numéro 1, Pages 1–18, Janvier 2011.
- [64] U. Lencis, A. Udris et A. Korjakins, "Moisture effect on the ultrasonic pulse velocity in concrete cured under normal conditions and at elevated temperature," *Construction Science*, Volume 14, Numéro 1, Pages 71–78, Novembre 2012.

- [65] V. Garnier, B. Piwakowski, O. Abraham, G. Villain, C. Payan, J. F. Chaix, "Acoustic techniques for concrete evaluation : improvements, comparisons et consistency," *Construction and Building Materials*, Volume 43, Pages 598–613, Juin 2013.
- [66] E. Ohdaira et N. Masuzawa, "Water content and its effect on ultrasound propagation in concrete - the possibility of NDE," *Ultrasonics*, Volume 38, Numéro 1–8, Pages 546–552, 2000.
- [67] V. Grosjean, "Etude locale de la cavitation acoustique et du transfert de matière liquide-solide dans une suspension sonique," *Thèse de doctorat de l'université de Toulouse*, Juillet 2019.
- [68] J. Berriman, P. Purnell, D. A. Hutchins et A. Neild, "Humidity and aggregate content correction factors for air-coupled ultrasonic evaluation of concrete," *Ultrasonics*, Volume 43, Numéro 4, Pages 211–217, Février 2005.
- [69] L. Dongqing, H. Xing, M. Feng et Z. Yu, "The impact of unfrozen water content on ultrasonic wave velocity in frozen soils," *Procedia Engineering*, Volume 143, Pages 1210–1217, 2016.
- [70] F. G. R. de Oliveira, M. Candian, F. F. Lucchette, J. S. Salgon et A. Sales "Moisture content effect on Ultrasonic Velocity in Goupia Glabra," *Materials Research*, Volume 8, Numéro 1, Pages 11–14, Janvier 2005.
- [71] A. Samouelian, I. Cousin, A. Tabbagh, A. Bruand et G. Richard, "Electrical resistivity survey in soil science : a review," *Soil and Tillage Research*, Volume 83, Numéro 2, Pages 173–193, Septembre 2005.
- [72] G. J. Palacky, "Clay mapping using electromagnetic methods," *First Break*, Volume 5, Numéro 8, Pages 295–306, Aout 1987.
- [73] A. Q. Nguyen, "Evaluation non destructive du gradient de teneur en eau dans les structures en béton armé par résistivité électrique," *Thèse de doctorat de l'université de Toulouse*, 2016.
- [74] R. Bäßler, J. Mietz, M. Raupach et O. Klinghoffer, "Corrosion monitoring sensors for durability assessment of reinforced concrete structures". Proc. SPIE 3988, Smart Structures and Materials 2000 : Smart Systems for Bridges, Structures, and Highways, 32 (April 20, 2000); DOI :10.1117/12.383168.Disponible sur : <
<http://dx.doi.org/10.1117/12.383168>>

- [75] N. J. Carino, “Nondestructive techniques to investigate corrosion status in concrete structures,” *Journal of Performance of Constructed Facilities*, Volume 113, Numéro 3, pages 96–106, Aout 1999.
- [76] M. Biglari, A. S. Azami, A. Kahidan, E. Gharafin et M. A. Ghasemi, “Investigating the effects of cement type and W/C ratio on the concrete corrosion using electrical resistance assessment method,” *Civil Engineering Journal*, Volume 4, Numéro 8, Aout 2018.
- [77] M. Saleem, M. Shameen, S. E. Hussain et M. Maslehuddin, “Effect of moisture, chloride and sulphate contamination on the electrical resistivity of Portland cement concrete,” *Construction and Building Materials*, Volume 10, Numéro 3, Pages 209–214, Avril 1996.
- [78] R. Du Plooy, “The development and combinaison of electromagnetic non-destructive evaluation techniques for the assessment of cover concrete condition prior to corrosion,” *Thèse de doctorat de l’université Nantes Angers Le Mans*, 2013.
- [79] M. Sharifi et B. Young, “Electrical resistance tomography (ERT) applications to chemical engineering,” *Chemical Engineering Research and Design*, Volume 91, Numéro 9, pages 1625–1645, Septembre 2013.
- [80] K. Karhunen, A. Seppanen, A. Lehtikainen, P. J. M. Monteiro et J. P. Kaipio, “Electrical resistance tomography (ERT) imaging of concrete,” *Cement and Concrete Research*, Volume 40, Numéro 1, pages 137–145, Janvier 2010.
- [81] X. Yu et X. Yu, “Time Domain Reflectometry automatic bridge scour measurement system : principles and potentials,” *Structural Health Monitoring*, Volume 8, Numéro 6, pages 463–476, 2009.
- [82] S. Ramo, J. R. Whinnery et T. Van Duzer, “Field and waves in communication electronics,” *John Wiley*, 1965.
- [83] S. B. Jones, J. M. Wraith et D. Or, “Time domain reflectometry measurement principles and applications,” *Hydrological Processes*, Volume 16, Numéro 1, pages 141–153, Janvier 2002.
- [84] G. C. Topp, J. L. Davis et P. Annan, “Electromagnetic determination of soil water content : measurements in coaxial transmission lines,” *Water Resources Research*, Volume 16, Numéro 3, pages 574–582, Juin 1980.

- [85] C. J. Korhonen, V. C. Janoo et C. M. Berini, “Time-Domain Reflectometry of Water Content in Portland Cement Concrete,” *Defense Technical Information Center*, Novembre 1997.
- [86] M. A. Malicki, R. Plagge, M. Renger et R. T. Walczak, “Application of time-domain reflectometry (TDR) soil moisture miniprobe for the determination of unsaturated soil water characteristics from undisturbed soil cores,” *Irrigation Science*, Volume 3, Numéro 2, pages 65–72, Juin 1992.
- [87] V. Guihard, “Homogénéisation de grandeurs électromagnétiques dans les milieux cimentaire pour le calcul de la teneur en eau,” *Thèse de doctorat de l’université de Toulouse*, Septembre 2018.
- [88] X. Dérobert, J. Iaquina, G. Klysz et J-P. Balayssac, “Use of capacitive and GPR techniques for the non-destructive evaluation of cover concrete,” *NDT & E International*, Volume 41, Numéro 1, pages 44–52, Janvier 2008.
- [89] S. Laurens, J-P. Balayssac, J. Rhazi, G. Klysz et G. Arliguie, “Non-destructive evaluation of concrete moisture by GPR : experimental study and direct modeling,” *Materials and Structures*, Volume 38, Numéro 9, pages 827–832, Novembre 2005.
- [90] M. Grasmueck, R. Weger et H. Horstmeyer, “Full-resolution 3D GPR imaging,” *Geophysics*, Volume 70, Numéro 1, pages K12–K18, Janvier 2005.
- [91] R. J. Greaves, D. P. Lesmes, J. M. Lee et M. Nafi Toksoz, “Velocity variations and water content estimated from multi-offset, ground penetrating radar,” *Geophysics*, Volume 61, Numéro 3, pages 683–695, Mai 1996.
- [92] W. Lei, R. Shi, J. Dong et Y. Shi, “A multi-scale weighted back projection imaging techniques for ground penetrating radar applications,” *Remote Sensing*, Volume 6, Numéro 6, Juin 2014.
- [93] A. Robert, “Dielectric permittivity of concrete between 50 MHz and 1 GHz and GPR measurements for buiding materials evaluation,” *Journal of Applied Geophysics*, Volume 40, Numéro 1–3, Pages 89–94, Octobre 1998.
- [94] A. K. Jonscher, “Dielectric relaxation in solids,” *Journal of Physics D : Applied Physics*, Volume 32, Numéro 14, Pages R57–R70, 1999.
- [95] N. Wagner, M. Schwing et A. Scheuermann, “Numerical 3D FEM and experimental analysis of the open-ended coaxial line technique for microwave dielectric spec-

- troscopy on soil,” *IEEE Transactions Geoscience and Remote Sensing*, Volume 52, Numéro 2, Pages 880–893, Février 2014.
- [96] B. Filali, F. Boone, J. Rhazi et G. Ballivy, “Design and calibration of a large open-ended coaxial probe for the measurement of the dielectric properties of concrete,” *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Volume 56, Numéro 10, Octobre 2008.
- [97] V. Guihard, F. Taillade, J-P. Balayssac, B. Steck, J. Sanahuja et F. Deby, “Permittivity measurement of cementitious materials with an open-ended coaxial probe,” *Construction and Building Materials*, Volume 230, 116946, Janvier 2020.
- [98] M. Schwing, A. Scheuermann et N. Wagner, “Experimental investigation of soil dielectric parameters during shrinkage,” *Proc. 1th Europ. Conference on Moisture Measurement, Aquametry*.
- [99] E. Vourc’h, T. Bore, C. Cai, M. Merlan*, F. Daout, F. Schmitt, C. Imbert, S. Lesoille, “Broadband Dielectric Characterization of Bentonite for Hydromechanical Monitoring (76), *12th International Workshop on Electromagnetic Nondestructive Evaluation*, Sept. 6 – 8, 2017, Saclay, France.
- [100] A. H. Sihvola, “Electromagnetic mixing formulas and applications,” *IET*, 1999.
- [101] K. C. Kao, “Dielectric phenomena in solids,” *Elsevier*, 2004.
- [102] J-C. Dubois, “Propriétés diélectriques de plastiques,” *Techniques de l’Ingénieur*, Avril 2001.
- [103] R. Fournié et R. Coelho, “Diélectriques : bases théoriques,” *Techniques de l’Ingénieur*, Février 2000.
- [104] T. Bore, “Amélioration du diagnostic de l’endommagement des gaines de précontrainte extérieure par sonde capacitive,” *Thèse de doctorat du Laboratoire central des Ponts et Chaussées*, 2011.
- [105] Frequency Allocation Chart,” National Telecommunications and Administration Information (NTIA) <https://www.ntia.doc.gov/files/ntia/publications/2003-allochart.pdf>.
- [106] D. M. Pozar, “Microwave engineering : 3rd editions,” *Wiley*, 2005.

- [107] N. I. Sheen et I. M. Woodhead, “An open-ended coaxial probe for broadband permittivity measurement of agricultural products,” *Journal of Agriculture and Engineering Research*, Volume 74, Numéro 2, Pages 193–202, Octobre 1999.
- [108] P. De Langhe, K. Blomme, L. Martens et D. De Zutter, “Measurement of low-permittivity materials based on a spectra2013-domain analysis for the open-ended coaxial probe,” *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, Volume 42, Numéro 5, Octobre 1993.
- [109] S. Hoshina, Y. Kanai et M. Miyakawa, “A numerical study on the measurement region of an open-ended coaxial probe used for complex permittivity measurement,” *IEEE Transactions on Magnetics*, Volume 37, Numéro 5, Septembre 2001.
- [110] D. K. Misra, “A quasi-static analysis of open-ended coaxial lines,” *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Volume 35, Numéro 10, Octobre 1987.
- [111] K. Folgero et T. Tjomsland, “Permittivity measurement of thin liquid layers using open-ended coaxial probe,” *Measurement Science and Technology*, Volume 7, Numéro 8, Juin 1996.
- [112] Z. Chen, M. Schwing, J. Karlovsek, N. Wagner et A. Scheuermann, “Broadband dielectric measurement methods for soft geomaterials : coaxial transmission line cell and open-ended coaxial probe,” *LACSIT International Journal of Engineering and Technology*, Volume 6, Numéro 5, Octobre 2014.
- [113] P. McArthur, “Numerical analysis of open-ended coaxial line probes and its application to in-vivo dielectric measurements,” *Thèse de doctorat du King’s college University*, 1989.
- [114] W. Ellison et J-M. Moreau, “Open-ended coaxial probe : model limitations,” *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, Volume 57, Numéro 9, Pages 1984–1991, Septembre 2008.
- [115] V. Guihard, F. Taillade, J-P. Balayssac, B. Steck, J. Sanahuja, “Permittivity measurement of cementitious materials and constituents with an open-ended coaxial probe : combination of experimental data, numerical modelling and a capacitive probe,” *RILEM Technical Letters*, Volume 4, Pages 39–48, Juin 2019.
- [116] E. Hakansson, A. Amiet et A. Kaynak, “Dielectric characterization of conducting textiles using free space transmission measurements : Accuracy and methods for improvement,” *Synthetic Metals*, Volume 57, Numéro 24, Pages 1054–1063.

- [117] C. A. Jones, J. H. Grosvenor et C. M. Weil, “RF material characterization using a large-diameter (76.8 mm) coaxial air line,” *NIST Technical note 1517*, Février 2020.
- [118] H. M. A. Al-Mattarneh, D. K. Ghodgaonkar et W. M. B. W. A. Majid, “Microwave sensing of moisture content in concrete using open-ended rectangular waveguide,” *Subsurface Sensing Technologies and Applications*, Volume 2, Numéro 4, Octobre 2001.
- [119] N. Makul, P. Rattanadecho, D. K. Agrawal, “Applications of microwave energy in cement and concrete - A review,” *Renewable and Sustainable Energy Review*, Volume 37, Pages 715–733, Septembre 2014.
- [120] M. S. Venkatesh et G. S. V. Raghavan, “An overview of dielectric properties measuring techniques,” *Canadian Biosystem Engineering*, Volume 47, Pages 15–30, 2005.
- [121] D. K. Ghodgaonkar, V. V. Varadan et V. K. Varadan, “A Free-space method for measurement of dielectric constants and loss tangents at microwave frequencies,” *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, Volume 37, Numéro 3, Pages 789–793, Juin 1989.
- [122] A. W. Kraszewski, S. Trabelsi et S. O. Nelson, “Wheat permittivity measurements in free space,” *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, Volume 31, Numéro 3, Pages 135–141, Mai 1996.
- [123] S. Trabelsi, A. W. Kraszewski et S. O. Nelson, “A new density-independent function for microwave moisture content determination in particulate materials,” *IEEE Instrumentation and Measurement Technology Conference Sensing, Processing, Networking. IMTC Proceedings*, Volume 1, Pages 648–652, 1997.
- [124] S. Trabelsi et S. O. Nelson, “Calibration methods for nondestructive microwave sensing of moisture content and bulk density of granular materials,” *Transactions of the ASAE*, Volume 47, Numéro 6, Pages 1999–2008, Septembre 2004.
- [125] N. Wagner et M. Loewer, “A broadband 3D numerical FEM study on the characterization of dielectric relaxation processes in soils,” *Proceedings of the 10th International Conference on Electromagnetic Wave Interaction with Water and Moist Substances (ISEMA)*, p. 231–241, 2013.
- [126] https://cdn.rohde-schwarz.com/pws/dl_downloads/dl_application/00aps_undefined/RAC-0607-0019_1_5E.pdf

- [127] <https://www.everythingrf.com/tech-resources/waveguides-sizes>
- [128] J. Karlovsek, N. Wagner et A. Scheuermann “Frequency-dependant dielectric parameters of steel fiber reinforced concrete,” *14th International Conference on Ground Penetrating Radar (GPR)*, Pages 510–516, Juin 2012.
- [129] A. Lewandowski, A. Szyplowska, M. Kafarski, A. Wilczek, P. Barmuta et W. Skierucha, “0.05–3 GHz VNA characterization of soil dielectric properties based on the multiline TRL calibration,” *Measurement Science and Technology*, Volume 28, Numéro 2, 024007, Janvier 2007.
- [130] A. Szyplowska, A. Lewandowski, S. B. Jones, P. Sabouroux, J. Szerement, M. Kafarski, A. Wilczek et W. Skierucha, “Impact of soil salinity, texture and measurement frequency on the relations between soil moisture and 20 MHz – 3 GHz dielectric permittivity spectrum for soils of medium texture,” *Journal of Hydrology*, Volume 579, 124155, Décembre 2019.
- [131] P. Sabouroux et D. Ba, “Epsimu, a tool for dielectric properties measurement of porous media : application in wet granular materials characterization”, *Progress In Electromagnetics Reasearch B*, Volume 29, Pages 191–207, Mars 2011.
- [132] <https://patents.google.com/patent/US9804124B2/en>
- [133] L. Neves, P. Sabouroux, M. Ben Ayoub, A. Lewandowski, A. Szyplowska et A. Wilczek, “Comparison between coaxial transmission line methods by measurement of porous clay samples of varying moisture content”, *In 2018 12th International Conference on Electromagnetic Wave Interaction with Water and Moist Substances (ISEMA)*, Pages 1–8, 2018.
- [134] D. Micheli, R. Pastore, A. Vricella, R. B. Morles, M. Marchietti, A. Delfini, F. Moglie, V. Mariani Primiani, “Electromagnetic characterization and shielding effectiveness of concrete composite reinforced with carbon nanotubes in the mobile phones frequency band,” *Materials science and Engineering B*, Volume 188, Pages 119–129.
- [135] E. Piuze, S. Chicarella, F. Frezza, S. Pisa, S. Prontera, F. Timpani, G. Cannazza, A. Cataldo et E. De Benedetto, “Design and characterization of a measurement system for dielectric spectroscopy investigations on granular materials in the 2.45 GHz ISM band,” *IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference (I2MTC) Proceedings*, Pages 734–738, 2015.

- [136] H. Krraoui, F. Mejri et T. Aguil, “Dielectric constant measurement of materials by a microwave technique : application to the characterization of vegetation leaves,” *Journal of Electromagnetic Waves and Applications*, Volume 30, Numéro 12, Pages 1643–1660, Juin 2016.
- [137] H. Ebara, T. Inoue et O. Hashimoto, “Measurement method of complex permittivity and permeability for a powdered material using a waveguide in microwave band,” *Science and Technology of Advanced Materials*, Volume 7, Numéro 1, Pages 77–83, Février 2006.
- [138] <https://www.rohde-schwarz.com/fr>
- [139] M. Bahouche, “Etude et traçabilité du calibrage “Line-Attenuator-Reflect” pour des mesures sous pointes à l’aide d’un analyseur de réseaux vectoriels,” *Thèse de doctorat de Télécom ParisTech*, 2010.
- [140] M. W. Ben Ayoub, “Dispositifs de mesure de constantes diélectriques dans les matériaux humides. Vers une meilleure traçabilité de la mesure de l’humidité des solides,” *Thèse de doctorat de l’Université Aix-Marseille*, Juillet 2018.
- [141] A. G. Gorriti et E.C. Slob, “A new tool for accurate S-parameters measurements and permittivity reconstruction,” *IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing*, Volume 43, Numéro 8, Pages 1727–1735, Aout 2005.
- [142] A. G. Gorriti et E.C. Slob, “Synthesis of all known analytical permittivity reconstruction techniques of nonmagnetic materials from reflection and transmission measurements,” *IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing*, Volume 2, Numéro 4, Pages 433–436, Octobre 2005.
- [143] W.B. Weir, “Automatic measurement of complex dielectric constant and permeability at microwave frequencies,” *Proceedings of the IEEE*, Volume 62, Numéro 1, Janvier 1974.
- [144] A. N. Vicente, G. M. Dip et C. Junqueira, “The step by step development of NRW method,” *SBMO/IEEE MTT-S International Microwave on Optoelectronics Conference (IMOC 2011)*, Pages 738–742, 2011.
- [145] E. J. Vanzura, J. R. Barker-Jarvis, J. H. Grosvenor et M. D. Janezic, “Intercomparison of permittivity measurements using the transmission/reflection method in 7-mm coaxial transmission lines,” *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Volume 42, Numéro 11, Pages 2063–2070, Novembre 1994.

- [146] J. R. Barker-Jarvis, E. J. Vanzura et W. A. Kissick, “Improved technique for determining complex permittivity with the transmission/reflection method,” *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Volume 38, Numéro 8, Pages 1096–1103, Aout 1990.
- [147] S. Deibele et J. B. Beyer, “Measurements of microstrip effective relative permittivities,” *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Volume MTT-35, Numéro 5, Pages 535–538, Mai 1987.
- [148] https://cdn.rohde-schwarz.com/pws/dl_downloads/dl_application/00aps_undefined/RAC-0607-0019_1_5E.pdf
- [149] M. Haugh, “Overview of Monte Carlo Simulations, probability review and introduction to Matlab,” *IEOR E4703*, Pages 1–11, 2004.
- [150] A. W. Morales, S. S. Agili, J. Li et M. Resso, “Finding the probability distribution functions of S-parameters and their Monte Carlo simulation,” *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, Volume 61, Numéro 11, Pages 2993 – 3002, Juin 2012.
- [151] T. A. Pomroy, W. T. Scherer and D. N. Fuller, “The triangular density to approximate the normal density : decision rules-of-thumb,” *Reliability Engineering and System Safety*, Volume 82, Numéro 3, Pages 331–341, Décembre 2003.
- [152] F. Bennai, N. Issaadi, K. Abahri, R. Belarbi et A. Tahakourt, “Experimental characterization of thermal and hygric properties of hemp concrete with consideration of the material age evolution,” *Heat and Mass Transfer*, Volume 54, Numéro 4, Pages 1189–1197, Avril 2018.
- [153] V. Cerezo, “Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d’un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique,” *Thèse de doctorat de l’INSA de Lyon*, 2005.
- [154] S. Pretot, F. Collet, P. Glouannec et V. Lang, “Variation des propriétés thermique de bétons de chanvre en fonction de la formulation,” *Archives Ouvertes*, 2009.
- [155] L. Greenspan, “Humidity fixed points of binary saturated aqueous solutions,” *Journal of Research of the National Bureau of Standards Section A : Physics and Chemistry*, Volume 81A, Numéro 1, Pages 1189–1197, Janvier–Février 1977.
- [156] <https://www.vaisala.com>

- [157] Z. Chen et C. Lu, "Humidity sensors : a review of materials and mechanisms," *Sensor Letters*, Volume 3, Numéro 4, Pages 274–295, Décembre 2005.
- [158] <https://www.vaisala.com/sites/default/files/documents/CEN-G-HMP60-datasheet-B210851FR.pdf>
- [159] V. Kumar Rai, "Temperature sensors and optical sensors," *Applied physics B*, Volume 88, Pages 297–303, Juin 2007.
- [160] F. Bennai, C. El Hachem, K. Abahri et R. Belarbi, "Influence of hydric solicitations on the morphological behavior of hemp concrete," *RILEM Technical Letters*, Volume 4, Pages 16–21, Juin 2019.
- [161] Y. Li, N. Liu et B. Chen, "Properties of lightweight concrete composed of magnesia phosphate cement and expanded polystyrene aggregates," *Materials and Structures*, Volume 48, Pages 269–276, Octobre 2013.
- [162] F. Xiang, H. Wang et X. Yao, "Preparation and dielectric properties of bismuth-based dielectric/PTFE microwave composites," *Journal of the European Ceramic Society*, Volume 26, Numéro 10–11, Pages 1999–2002, 2006.
- [163] P. Ehrlich, "Dielectric properties of Teflon from room temperature to 314°C and from frequencies of 10^2 to 10^5 ," *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, Volume 51, Numéro 4, Pages 185–188, Octobre 1953
- [164] Q. Lu, "Caractérisation diélectrique de matériaux pulvérisants dans une large bande de fréquences micro ondes," *Thèse de doctorat de l'université de Lille 1*, Juin 2011.
- [165] G. Asch et G. Poussery, "Les capteurs en instrumentation industrielle-8ème édition," *Dunod*, 2017.
- [166] C. Luxey, R. Staraj, G. Kossiavas et A. Papiernik, "Antennes imprimées - bases et principes," *Techniques de l'Ingénieur*, Mai 2007.
- [167] G. A. Deschamps, "Microstrip microwave antennas," *3rd USAF Symposium on Antennas*, 1953
- [168] H. Gutton et G. Boissinot, "Aérien incorporation pour engins mobiles," *Brevets FR1123769*, Septembre 1956.
- [169] R. Munson, "Conformal microstrip antennas and microstrip phased arrays," *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, Volume 22, Numéro 1, Pages 74–78, Janvier 1974.

- [170] A. Derneryd, "Linearly polarized microstrip antennas," *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, Volume 24, Numéro 6, Pages 846–851, Novembre 1976.
- [171] Y. Lo, D. Solomon et W. Richards, "Theory and experiment on microstrip antennas," *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, Volume 27, Numéro 2, Pages 137–145, Mars 1979.
- [172] J. Howell, "Microstrip antennas," *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, Volume 23, Numéro 1, Pages 90–93, Janvier 1975.
- [173] K-L. Wong ; Y-C. Lin et B. Chen, "Internal patch antenna with a thin air-layer substrate for GSM/DCS operation in a PDA phone," *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, Volume 55, Numéro 4, Pages 1165–1172, Avril 2007.
- [174] M. Ali, A. T. M. Sayem et V. K. Kunda, "A reconfigurable stacked microstrip patch antenna for satellite and terrestrial links," *IEEE Transactions on Vehicular Technology*, Volume 56, Numéro 2, Pages 426–435, Mars 2007.
- [175] C-A. Balanis, "Antenna Theory: Analysis and Design", *3rd ed. John Wiley*, 2005.
- [176] P. F. Combes, "Micro-ondes : Tome 2," *Dunod*, 1997.
- [177] <https://rogerscorp.com/-/media/project/rogerscorp/documents/advanced-connectivity-solutions/english/data-sheets/rt-duroid-5870---5880-data-sheet.pdf>
- [178] <https://darkside-docdb.fnal.gov/cgi-bin/RetrieveFile?docid=626&filename=Polyguide%20microw>
- [179] <http://www.isola-group.com/wp-content/uploads/Tachyon-100G-Laminate-and-Prepreg-Data-Sheet-0417.pdf>
- [180] <https://www.rogerscorp.com/-/media/project/rogerscorp/documents/advanced-connectivity-solutions/english/data-sheets/tmm-thermoset-laminate-data-sheet-tmm3---tmm4---tmm6---tmm10---tmm10i---tmm13i.pdf>
- [181] G. Kitic, V. Radonic et V. Crnojevic-Bengin, "Soil moisture sensors based on materials," *Songklanakarin Journal of Science and Technology*, Volume 34, Numéro 6, Pages 1–5, Décembre 2012.
- [182] S. Baron, "Polymère souple pour antenne patch électriquement accordable en bande X : conception et caractérisation," *Thèse de doctorat de l'Université de Nantes Angers Le Mans*, 2015.

- [183] M. Bogosanovitch, "Microstrip patch sensor for measurement of the permittivity of homogeneous dielectric materials," *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, Volume 49, Numéro 5, Pages 1144–1148, Octobre 2000.
- [184] A. Cataldo, G. Monti, E. De Benedetto, G. Cannazza and L. Tarricone, "A noninvasive resonance-based method for moisture content evaluation through microstrip antennas," *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, Volume 58, Numéro 5, Pages 1420–1426, Mai 2009.
- [185] K. Y. You, J. Salleh, Z. Abbas et L. L. You, "A rectangular patch antenna technique for the determination of moisture content in soil," *PIERS Proceedings*, Pages 850–854, Cambridge, USA, 2015.
- [186] N. Z. Yahaya, Z. Abbas, B. M. Ali, A. Ismail et F. Ansarudin, "Intercomparison of methods for determination of resonant frequency shift of a microstrip patch antenna loaded with hevea rubber latex," *Journal of Sensors*, Article ID 656972, Volume 2014, Aout 2014.
- [187] M. T. Khan, X. Q. Lin, Z. Chen, F. Xiao, Y. H. Yan et A. K. Menon, "Design and analysis of a microstrip patch antenna for water content sensing," *16th International Computer Conference on Wavelet Active Media Technology and Information Processing*, Décembre 2019.
- [188] X. Jin et M. Ali, "Embedded antennas in dry and saturated concrete for application in wireless sensors," *Progress In Electromagnetic Research*, Volume 102, Pages 197–211, 2010.
- [189] K. M. Z. Shams, M. Ali, A. M. Miah, "Characteristics of an embedded microstrip patch antenna for wireless infrastructure health monitoring," *2006 IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium*, Pages 3643–3646, 2006.
- [190] W. C. Chew et J. A. Kong, "Effects of fringing fields on the capacitance of circular microstrip disk," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Volume 28, Numéro 2, Pages 98–104, Février 1980.
- [191] I. Gagnadre, C. Gagnadre et J. P. Fenelon, "Circular patch antenna sensor for moisture content measurement on dielectric material," *Electronics Letters*, Volume 31, Numéro 14, Pages 1167–1168, Juillet 1995.

- [192] J. G. D. Oliveira, E. N. M. G. Pinto, V. P. S. Neto et A. G. D'Assunção, "CSRR-Based microwave sensor for dielectric materials characterization applied to soil water content determination," *MDPI*, Volume 20, Numéro 1, Janvier 2020.
- [193] E. M. Cheng, M. Fareq, A. B. Shahriman, R. Mohd Afendi, Y. S. Lee, S. F. Khor, W. H. Tan, M. N. Nashrul Fazli, A. Z. Abdullah et M. A. Jusoh, "Development of microstrip patch antenna sensing system for salinity and sugar detection in water," *International Journal of Mechanical & Mechatronics Engineering IJMME-IJENS*, Volume 14, Numéro 5, 31–36, Octobre 2014.
- [194] S-H. Chang, H. Kuan, H-W. Wu, R-Y. Yang and M-H. Weng, "Determination of microwave dielectric constant by two microstrip line method combined with EM simulation," *Microwave and Optical Technology Letters*, Volume 48, Numéro 11, Pages 2199–2201, Avril 2006.
- [195] A. G. Derneryd, "A theoretical investigation of the rectangular microstrip element," *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, Volume 26, Numéro 4, Pages 532–535, Aout 1978.
- [196] S. Sharma, C. C. Tripathi et R. Rishi, "Impedance matching techniques for microstrip patch antenna," *Indian Journal of Science and Technology*, Volume 10, Numéro 28, Pages 1–16, juillet 2017.
- [197] <https://www.keysight.com/fr/en/assets/7018-02242/data-sheets/5990-4392.pdf>
- [198] A. Bogner, C. Steiner, S. Walter, J. Kita, G. Hagen et R. Moos, "Planar microstrip ring resonator for microwave-based gas sensing : design aspects and initial Transducers for humidity and ammonia sensing," *Sensors (basel)*, Volume 17, Numéro 10, 2422, Octobre 2017.
- [199] E. Semouchkina, W. Cao et R. Mittra, "Modeling of microwave ring resonators using the finite-difference time-domain method (FDTD)," *Microwave and Optical Technology Letters*, Volume 24, Numéro 6, Mars 2000.
- [200] K. Sarabandi et E. S. Li, "Microstrip ring resonator for soil moisture measurements," *IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing*, Volume 35, Numéro 5, Pages 1223–1231, Septembre 1997.
- [201] M. T. Jilani, W. P. Wen, M. A. Zakariya et L. Y. Cheong, "Microstrip ring resonator based sensing technique for meat quality," *IEEE Symposium on Wireless Technology & Applications (ISWTA)*, Kuching, 2013, Pages 220–224.

- [202] J. Svacina, "Analysis of multilayer microstrip lines by a conformal mapping method," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Volume 40, Numéro 4, Avril 1992.
- [203] S. Mao, S. Jones et G. D. Vendelin, "Millimeter-wave integrated circuits," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Volume 16, Numéro 7, Pages 455–461, Juillet 1968.
- [204] G. D'Inzeo, F. Giannini, C. M. Sodi et R. Sorrentino, "Method of analysis and filtering properties of microwave planar networks," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Volume 26, Numéro 7, Pages 462–471, Juillet 1978.
- [205] J. Watkins, "Circular resonant structures in microstrip," *Electronics Letter*, Volume 5, Numéro 21, Pages 524–525, Octobre 1969.
- [206] T. Itoh et R. Mittra, "A new method for calculating the capacitance of a circular disk for microwave integrated circuits," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Volume 21, Numéro 6, Pages 431–432, Juin 1973.
- [207] P. A. Bernard et J. M. Gautray, "Measurement of dielectric constant using a microstrip ring resonator," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Volume 39, Numéro 3, Pages 592–595, Mars 1991.
- [208] P. V. Vainikainen, E. G. Nyfors et M. T. Fischer, "Radiowave sensor for measuring the properties of dielectric sheets: Application to veneer moisture content and mass per unit area measurement," *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, Volume 36, Numéro 4, Pages 1036–1039, Décembre 1987.
- [209] M. T. Jilani, W. P. Wen, M. A. Zakariya et L. Y. Cheong, "Microstrip ring resonator based sensing technique for meat quality," *IEEE Symposium on Wireless Technology & Applications (ISWTA)*, Kuching, 2013, Pages 220–224.
- [210] M. T. Jilani, W. P. Wen, M. A. Zakariya et L. Y. Cheong, "Dielectric characterization of meat using enhanced coupled ring-resonator," *IEEE Asia-Pacific Conference on Applied Electromagnetics (APACE)*, Pages 191–194, Décembre 2004.
- [211] D. K. Singh, P. Kumar, et N. Z. Rizvi, "Microstrip transmission line sensor for rice quality detection: An overview," *International Journal of Engineering Research and General Science*, Volume 2, Pages 589–598, Avril 2014.

- [212] J. Skulski et B. A. Galwas, “Planar resonator sensor for moisture measurements,” *12th International Conference on Microwaves and Radar. MIKON-98*. Volume 3, Pages 692–695, Mai 1998.
- [213] W. M. S. C. Samarasinghe, J. R. S. S. Kumara, M. A. R. M. Fernando, A. C. M. Ahamed and A. U. A. W. Gunawardena, “Moisture estimation of transformer pressboard by micro-strip ring resonator at GHz frequencies,” *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, Volume 23, Numéro 3, Pages 1409–1417, Juin 2016.
- [214] P. F. Combes, “Micro-ondes : Tome 1,” *Dunod*, 1996.
- [215] F. Deshours, G. Alquié, H. Kokabi, K. Rachedi, M. Tlili, S. Hardinata et F. Koskas, “Improved microwave biosensor for non-invasive dielectric characterization of biological tissues,” *Microelectronics Journal*, Volume 88, Pages 137–144, Juin 2019.
- [216] K. Olivier, “Etude expérimentale et modélisation de l’auto cicatrisation des matériaux cimentaires avec additions minérales,” *Thèse de doctorat de l’Université de Sherbrooke et de l’Université Paris Saclay*, Janvier 2016.
- [217] N. Bur, “Etude des caractéristiques physico-chimiques de nouveaux bétons écorespectueux pour la résistance à l’environnement dans le cadre du développement durable,” *Thèse de doctorat de l’Université de Strasbourg*, Septembre 2012.
- [218] P. Acker, “Prise et durcissement des bétons Les effets thermomécaniques,” *Techniques de l’Ingénieur*, c2235, Février 1998.
- [219] G. Van Rompaey, “Etude de la réactivité des ciments riches en laitier, à basse température et à temps court, sans ajout chloruré,” *Thèse de doctorat de l’Université Libre de Bruxelles*, Février 2006.
- [220] J. J. Thomas, “The instantaneous apparent activation energy of cement hydration measured using a novel calorimetry-based method,” *Journal of American Ceramic Society*, Volume 95, Numéro 10, Pages 3291–3296, Octobre 2012.
- [221] E. Masoero, J. J. Thomas et H. M. Jennings, “A reaction zone hypothesis for the effects of particle size and water-to-cement ratio on the early hydration kinetics of C3S,” *Journal of American Ceramic Society*, Volume 97, Numéro 3, Pages 967–975, Mars 2014.

- [222] K. Scrivener, A. Ouzia, P. Juilland et A. Kunhi Mohamed, “Advances in understanding cement hydration mechanisms,” *Cement and Concrete Research*, Volume 124, 105823, Octobre 2019.
- [223] E. Berodier et K. Scrivener, “Evolution of pore structure in blended systems,” *Cement and Concrete Research*, Volume 73, Pages 25–35, Juillet 2015.
- [224] T.C. Powers, “Properties of cement paste and concrete,” *Proceedings of First International Symposium on the Chemistry of Cement*, Washington, D.C., 1960
- [225] J. W. Bullard, H. M. Jennings, R. A. Livingston, A. Nonat, G. W. Scherer, J. S. Schweitzer, K. L. Scrivener et J. J. Thomas, “Mechanismsof cement hydration,” *Cement and Concrete Research*, Volume 41, Numéro 12, Pages 1208–1223, Décembre 2011.
- [226] L. Wadso, “Operational issues in isothermal calorimetry,” *Cement and Concrete Research*, Volume 40, Numéro 7, Pages 1129–1137, Juillet 2010.
- [227] H. Kada-benameur, E. Wirquin et B. Duthoit, “Determination of apparent activation energy of concrete by isothermal calorimetry,” *Cement and Concrete Research*, Volume 30, Numéro 2, Pages 301–305, Février 2000.
- [228] J. Zreiki, “Comportement du béton au jeune âge dans les structures massives.Application au cas de réparation des ouvrages,” *Thèse de doctorat de l'ENS Cachan*, Septembre 2009.
- [229] V. Waller, “Relation entre composition des bétons, exothermie en cours de prise et résistance en compression,” *Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées*, Janvier 1999.
- [230] A. Kouakou, C. Legrand et E. Wirquin, “Mesure de l'énergie d'activation apparente des ciments dans les mortiers à l'aide du calorimètre semi-adiabatique de Langavant,” *Materials and Structure*, Volume 29, Pages 444–447, Aout 1996.
- [231] <https://www.cementaustralia.com.au/sites/default/files/2021-01/CASDS01%20General%20Purpose%20Cement%20.pdf>
- [232] E. Cailleux, E. Capens, E. Noirfalisse et V. Pollet, “Teneur en humidité des chapes et réduction du temps de séchage,” *Les Dossiers du CSTC*, Numéro 3, Pages 1–7, 2010.

- [233] AFNOR, “Méthodes d’essai des ciments - Partie 9 : chaleur d’hydratation - Méthode semi-adiabatique”, *Norme Européenne NF EN 196-9*, Décembre 2010
- [234] J. Monge, “Fissuration des mortiers en couches minces - effets de l’hydratation, du séchage et de la carbonatation,” *Thèse de doctorat de l’ENS Cachan*, Décembre 2007.
- [235] K. Van Breugel, “Simulation of hydration and formation of structure in hardening cement-based materials,” *Thèse de doctorat de l’université de Delft*, Décembre 1997.
- [236] T. C. Powers et T. L. Brownnyard, “Studies of the Physical Properties of Hardened Portland Cement Paste,” *Journal Proceedings*, Volume 43, Pages 249–336, 1946.
- [237] R. H. Mills, “Factors influencing cessation of hydration in water cured cement pastes,” Special Report No. 90, *Highway Research Board*, Washington, D.C., Pages 406–424, 1966.
- [238] T. C. Hansen, “Physical structure of hardened cement paste. A classical approach,” *Materials and Structures*, Volume 19, Numéro 114, Pages 423–436, 1986.
- [239] X. T. Chen, “Effet du chauffage sur le comportement mécanique et poro-mécanique de matériaux cimentaires -propriétés hydrauliques et changements morphologiques,” *Thèse de doctorat de l’Ecole Centrale Lille*, Juillet 2009.
- [240] W. Deboucha, N. Leklou, A. Khelidj et M. N. Oudjit, “Hydration development of mineral additives blended cement using thermogravimetric analysis (TGA): Methodology of calculating the degree of hydration,” *Construction and Building Materials*, Volume 146, Pages 687–701, Aout 2017.
- [241] AFNOR, “Méthodes d’essais des ciments -Partie 1 : détermination des résistances mécaniques.”, *Norme Européenne NF EN 196-1*, Septembre 2016.
- [242] A. Boumiz, C. Vernet et F. Cohen Tenoudji, “Mechanical properties of cement pastes and mortars at early-age,” *Advanced Cement Based Materials*, Volume 3, Numéro 3–4, Pages 94–106, Avril–Mai 1996.
- [243] G. De Schutter et L. Taerwe, “Degree of hydration-based description of mechanical properties of early age concrete,” *Materials and Structures*, Volume 29, Numéro 6, Pages 335–344, Juillet 1996.
- [244] J. Sanahuja, L. Dormieux et G. Chanvillard, “Modelling elasticity of a hydrating cement pastes,” *Cement and Concrete Research*, Volume 37, Numéro 10, Pages 1427–1439, Octobre 2007.

- [245] G. De Schutter, “Degree of hydration based Kelvin model for the basic creep of early age concrete,” *Materials and Structures*, Volume 32, Numéro 4, Pages 260–265, Janvier 1999.
- [246] A. Bourchy, “Relation chaleur d’hydratation du ciment : montée en température et contraintes générées au jeune âge du béton,” *Thèse de doctorat de l’université Paris-Est*, Mars 2018.
- [247] F. Benboudjema et J. M. Torrenti, “Early-age behaviour of concrete nuclear containments,” *Nuclear Engineering and Design*, Volume 238, Numéro 10, Pages 2495–2506, Octobre 2008.
- [248] S-J. Kwon, M. Q. Feng et S. S. Park, “Characterization of electromagnetic properties for durability performance and saturation in hardened cement mortar,” *NDT&E International*, Volume 43, Numéro 2, Pages 86–95, Mars 2010.
- [249] <https://literature.cdn.keysight.com/litweb/pdf/5968-5163E.pdf>
- [250] R. Du Plooy, S. Palma Lopes, G. Villain et X. Dérobert, “Development of a multi-ring resistivity cell and multi-electrode resistivity probe for investigation of cover concrete condition,” *NDT & E International*, Volume 54, Pages 27–36, Mars 2013.
- [251] E. Piuze, G. Cannazza, A. Cataldo, E. De Benedetto, L. De Giorgi, F. Frezza, G. Leucci, S. Pisa, E. Pittella, S. Prontera et F. Timpani, “A comparative assessment of microwave-based methods for moisture content characterization in stone materials,” *Measurement*, Volume 144, Pages 493–500, Janvier 2018.
- [252] J. S. Bobowski et T. Johnson, “Permittivity measurements of biological samples by an open-ended coaxial probe,” *Progress In Electromagnetics Research*, Volume 40, Pages 159–183, Avril 2012.
- [253] P. N. Mishra, T. Bore, Y. Jiang, A. Scheuermann et L. Li, “Dielectric spectroscopy measurement on kaolin suspensions for sediment concentration monitoring,” *Measurement*, Volume 121, Pages 160–169, Juin 2018.
- [254] J. Z. Bao, M. L. Swicord et C. C. Davis, “Microwave dielectric characterization of binary mixtures of water, methanol, and ethanol,” *The Journal of chemical physics*, Volume 104, Numéro 12, Pages 4441–4450, Décembre 1995.
- [255] A. P. Gregory et R. N. Clarke, “Tables of the complex permittivity of dielectric reference liquids at frequencies up to 5 GHz,” *NPL Report MAT 23*, Pages 1–87, Janvier 2012.

- [256] C. Merla, A. Paffi, F. Apollonio, S. Orcioni et M. Liberti, “Portable system for practical permittivity measurements improved by homomorphic deconvolution,” *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, Volume 66, Numéro 3, Pages 514–521, Mars 2017.
- [257] R. Buchner, J. Barthel, et J. Stauber, “The dielectric relaxation of water between 0°C and 35°C,” *Chemical Physics Letters*, Volume 306, Numéro 1–2, Pages 57–63, Juin 1999.
- [258] U. Kaatze, “Reference liquids for the calibration of dielectric sensors and measurement instruments,” *Measurement Science and Technology*, Volume 18, Numéro 4, Pages 967–976, Février 2007.
- [259] T. C. Powers, “Structure and physical properties of hardened Portland cement paste,” *Journal of the American Ceramic Society*, Volume 41, Numéro 1, Pages , Janvier 1958.
- [260] M. Königsberger, C. Hellmich et B. Pichler, “Densification of C-S-H is mainly driven by available precipitation space, as quantified through an analytical cement hydration model based on NMR data,” *Cement and Concrete Research*, Volume 88, Pages 170–183, Octobre 2016.
- [261] O. M. Jensen et P. F. Hensen, “Water-entrained cement-based materials I. Principles and theoretical background,” *Cement and Concrete Research*, Volume 31, Numéro 4, Pages 647–654, Avril 2001.
- [262] R. Cerny, “Time domain reflectometry method and its application for measuring moisture content in porous media: a review,” *Measurement*, Volume 42, Numéro 3, Pages 329–336, Avril 2009.
- [263] N. N. Eldin et A. B. Senouci, “Rubber-tire particle as concrete aggregates” *Journal of Materials in Civil Engineering*, Volume 5, Numéro 4, Pages 478–496, Novembre 1993.
- [264] O. Bernard, F. Ulm et E. Lemarchand, “A multiscale micromechanics-hydration model for the early age elastic properties of cement-based materials,” *Cement and Concrete Research*, Volume 33, Numéro 9, Pages 1293–1309, Septembre 2003.
- [265] T. Honorio, B. Bary et F. Benboudjema, “Thermal properties of cement-based materials: Multiscale estimations at early age,” *Cement and Concrete Composites*, Volume 87, Pages 205–219, Mars 2018.

- [266] D. A. G. Bruggeman, “Berechnung verschiedener physikalischer konstanten von heterogenen substanzen,” *Annalen der Physik*, Volume 416, Numéro 7, Pages 636–664, Septembre 1935.
- [267] J. C. Maxwell Garnett, “Colours in metal glasses, metallic films and in metallic solutions,” *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*, Volume 205, Pages 237–288, Janvier 1906.
- [268] A. Kirichek, C. Chassagne, et R. Ghose, “Dielectric spectroscopy of granular material in an electrolyte solution of any ionic strength,” *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, Volume 533, Pages 356–370, Novembre 2017.
- [269] V. Guihard, C. Patapy, J. Sanahuja, J-P. Balayssac, F. Taillade et B. Steck, “Effective medium theories in electromagnetism for the prediction of water content in cement pastes,” *International Journal of Engineering Science*, Volume 150, 103273, Mai 2020.
- [270] M. Dyck, T. Miyamoto, Y. Iwata et K. Kameyama, “Bound water, phase configuration and dielectric damping effects on TDR-measured apparent permittivity,” *Valdosa Zone Journal*, Volume 18, Numéro 1, Pages 1–14, Septembre 2019.