

Soutenance de thèse: 13/02/2020

Laboratoires: IEMN-DOAE & LMCPA

Développement de capteurs interdigités à ondes acoustiques de surface pour l'estimation de l'humidité dans les structures en béton

Co-directeurs de thèse:

Soutenu par:

Saliou NDAO

Christian COURTOIS (LMCPA)
Marc DUQUENNOY (IEMN-DOAE)

Co-encadrant de thèse:

Mohammadi OUAFTOUH (IEMN-DOAE)

Plan de l'exposé

1

Contexte de l'étude

2

Généralités sur les capteurs d'humidité SAW

3

Fonctionnalisation des capteurs SAW basse température

4

Fonctionnalisation des capteurs SAW haute température

5

Mesure in situ dans les bétons génie civil et réfractaire

6

Conclusion et Perspectives

1

Contexte de l'étude

1.1.

Problématique

1.2.

Projet «CUBISM»

1.1. Problématique

Monitoring de l'humidité des structures en béton: deux applications visées

- ❖ Séchage des bétons réfractaires:
Mesure jusqu' à 450°C

Absence d'outil de monitoring
du cycle de séchage :
Pression & Humidité

- ❖ Suivi de l'humidité des structures
pour le Génie Civil:
Mesure à température ambiante

Absence de capteur autonome,
sans fil,
insensible à l'eau liquide

1.1. Problématique

Monitoring des structures en béton

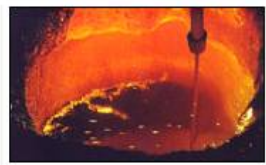
❖ Séchage des bétons réfractaires



Coulage et Séchage
Volumes très importants



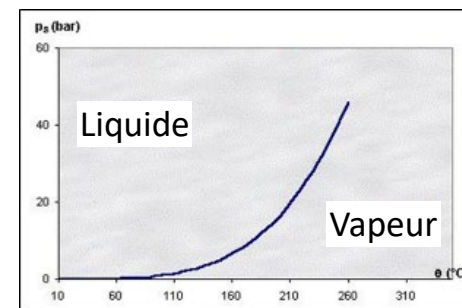
Danger s'il reste de l'eau
lors de la mise en service



En service...
Tp° ↗

Relation de Clapeyron:

$$P_{vs} = P_0 e^{\frac{\Delta H}{R} \left(\frac{1}{T_0} - \frac{1}{T} \right)}$$



Explosion
et
Ruine de la
structure

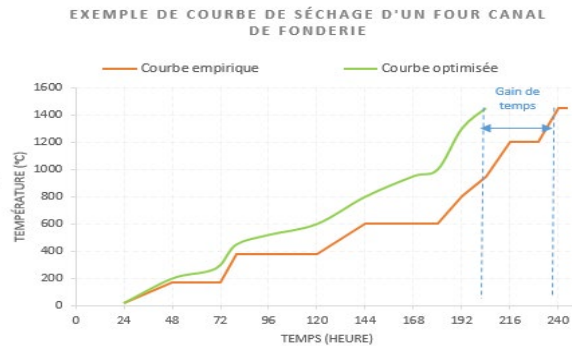
1.1. Problématique

Monitoring des structures en béton

❖ Séchage des bétons réfractaires

Absence de capteur approprié

Csq: Exagération des temps de séchage



Objectifs:

Réduction du temps de séchage

+

S'assurer qu'il ne reste plus d'humidité avant une première mise en service (risque d'explosion)

❖ Deux types de capteurs proposés basés sur les ondes acoustiques de surface

Béton réfractaire

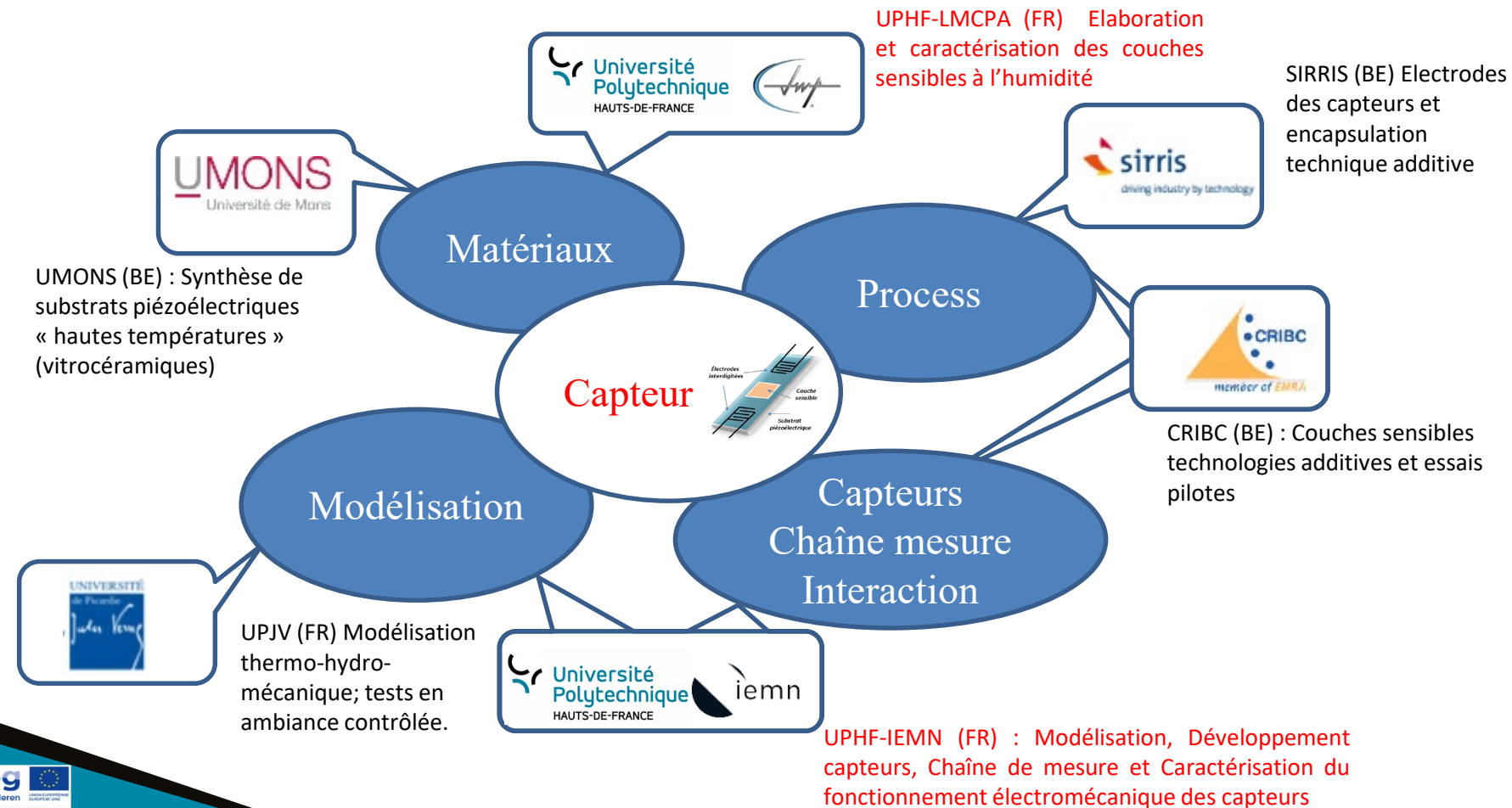
- Haute température (450°C)
- Forte pression
- Mesure de traces d'humidités
- Mesure limitée dans le temps (15 jours)
- Bon marché car noyés dans le béton.

Béton génie civil

- Température ambiante
- Fort taux d'humidité (parfois eau liquide)
- Mesure sur de longues périodes
- Bon marché à demeure dans les structures
- Sans fil

1.2. Projet « CUBISM »

Partenariat pluridisciplinaire d'équipes de recherche transfrontalières



2

Généralités sur les capteurs d'humidité SAW

2.1. Principe de fonctionnement des capteurs SAW

2.2. Mécanismes à la base de la réponse des capteurs SAW

2.3. Optimisation des capteurs SAW: modélisation électrique

2.4. Réalisation et caractérisation acoustoélectrique

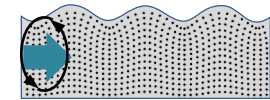
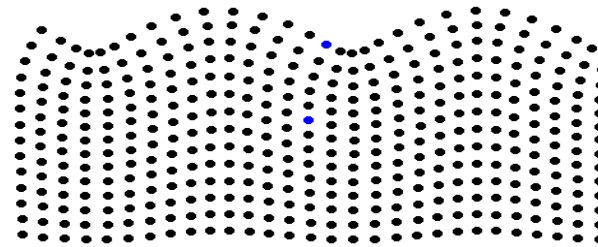
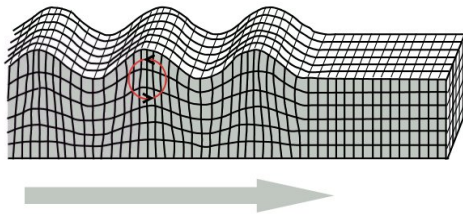
2.1. Principe de fonctionnement des capteurs SAW

Utilisation des ondes acoustiques (ultrasonores) de surface

Ondes acoustiques de surface ou Onde de Rayleigh

Surface Acoustic Wave : SAW

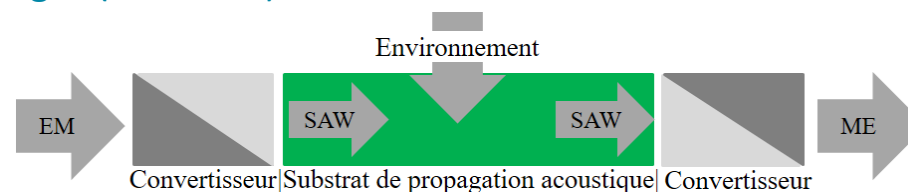
Rayleigh Wave



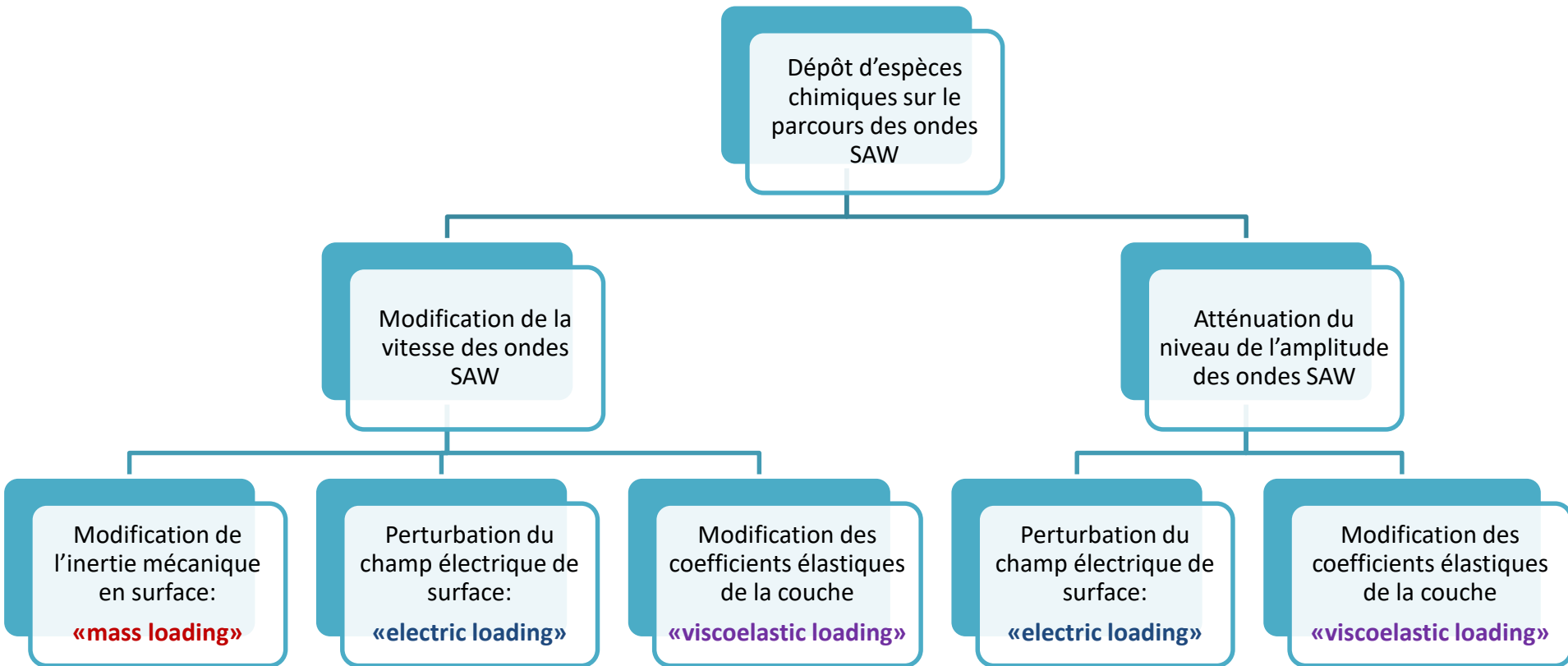
❖ Configuration des capteurs SAW en mode ligne à retard



❖ Interactions entre ondes SAW et gaz (humidité) via une couche sensible



2.2. Mécanisme à la base de la réponse des capteurs SAW



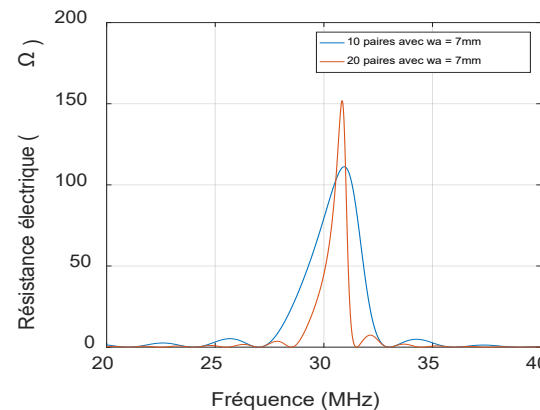
2.3. Optimisation des capteurs SAW: modélisation électrique

❖ Objectif: Réduire l'impédance $\Rightarrow$ Niveau d'amplitude $\uparrow$ = Taille raisonnable

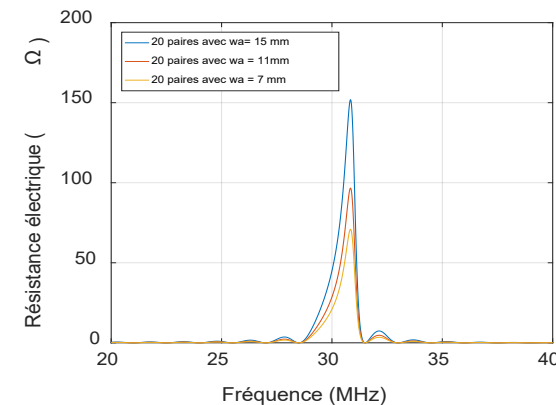
❖ Résultats de modélisation

F (MHz)	Nbr. de paires	wa (mm)
30	10	7
30	20	7
30	20	11
30	20	15

Configurations de capteurs SAW modélisées



Nbre. de paires d'IDTs

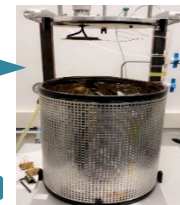
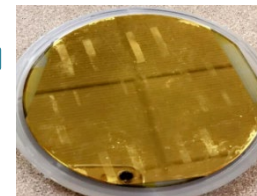
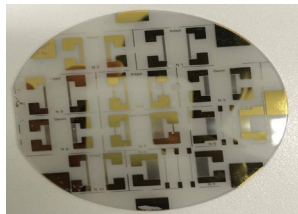
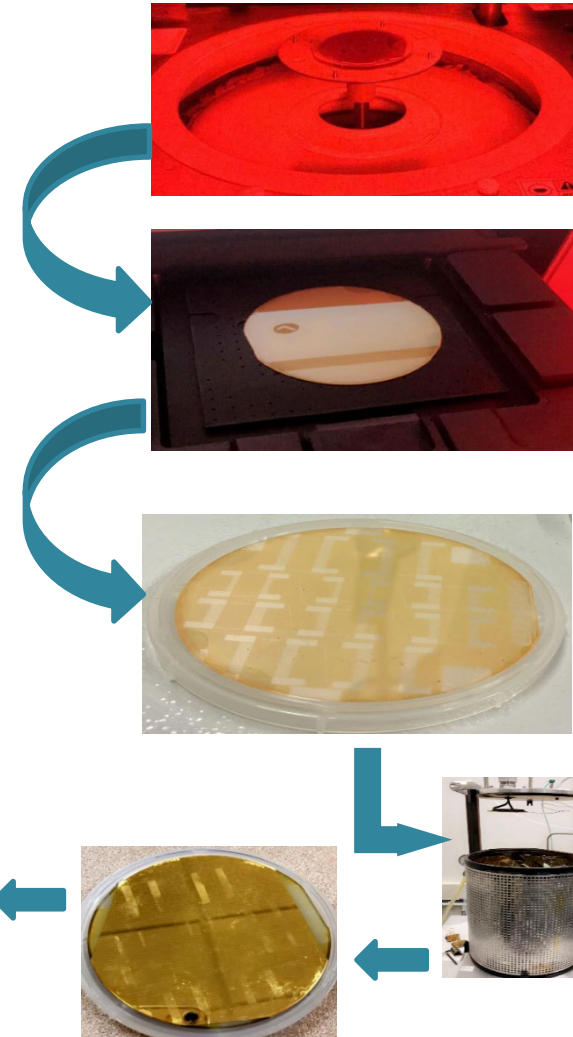
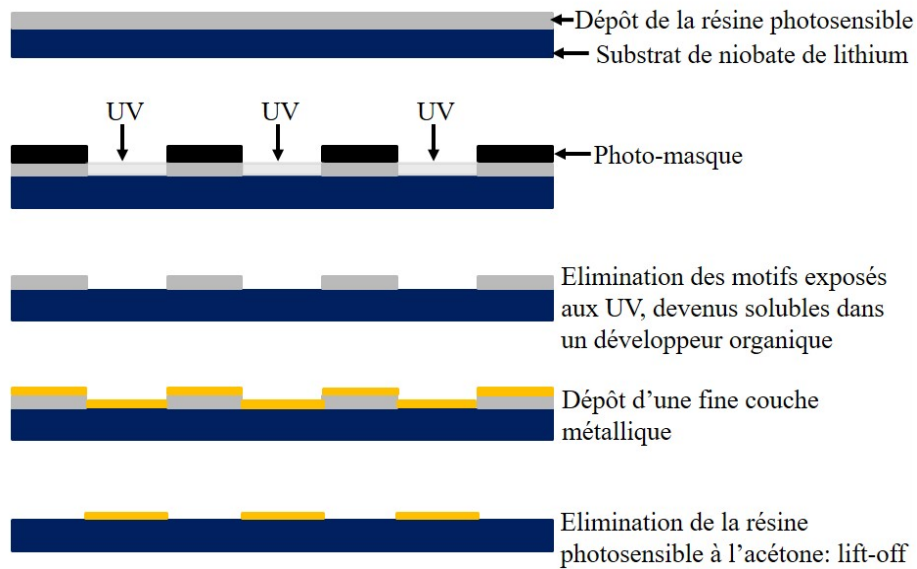


Largeur des IDTs (wa)

F (MHz)	Nbre de paires	wa (mm)	Modélisation (Ω)
30	10	7	112
30	20	7	152
30	20	11	97
30	20	15	71

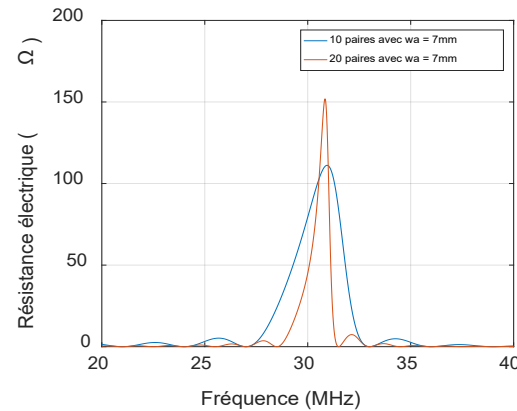
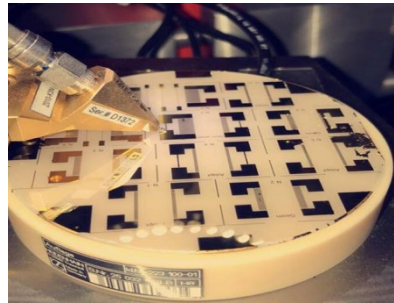
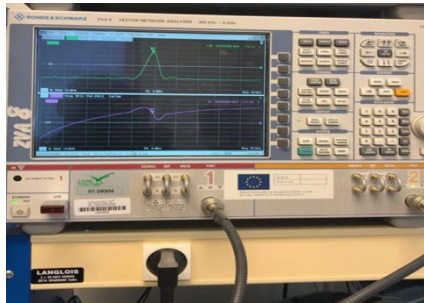
2.4. Réalisation et caractérisation acoustoélectrique

Lithographie optique

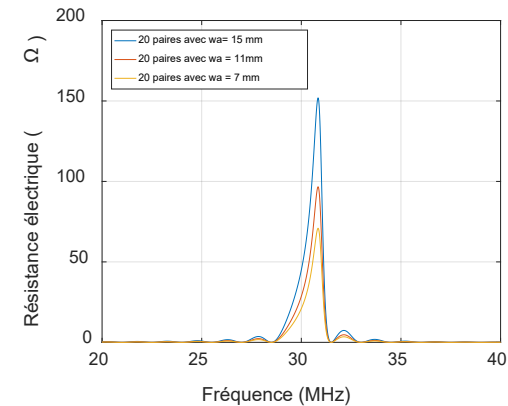


2.4. Réalisation et caractérisation acoustoélectrique

❖ Mesure électrique



Nbre. de paires d'IDTs



Largeur des IDTs (wa)

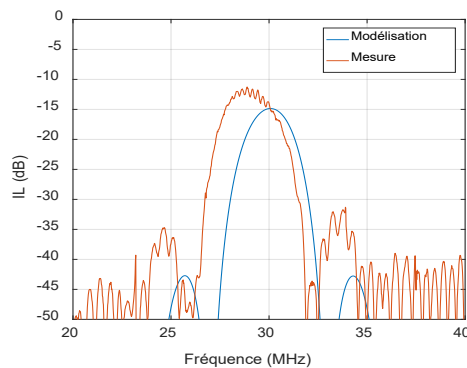
❖ Comparaison: Mesure & Modélisation

F (MHz)	Nbre de paires	wa (mm)	Modélisation (Ω)	Mesure (Ω)
30	10	7	112	119
30	20	7	152	153
30	20	11	97	98
30	20	15	71	65

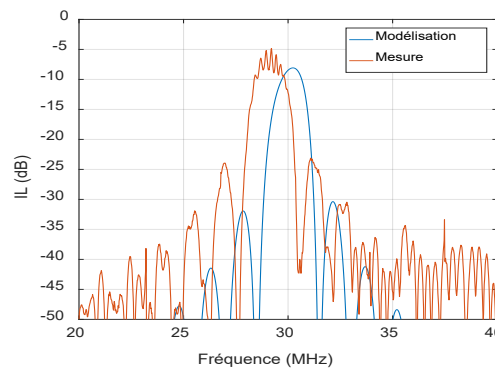
La modélisation est en adéquation avec la mesure

2.4. Réalisation et caractérisation acoustoélectrique

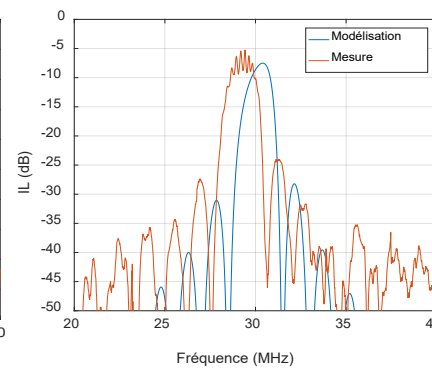
Modélisation et Mesure (S_{21}) des pertes d'insertion



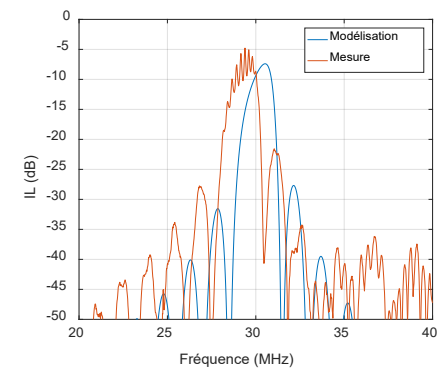
10 paires; $w_a = 7$ mm



20 paires; $w_a = 7$ mm



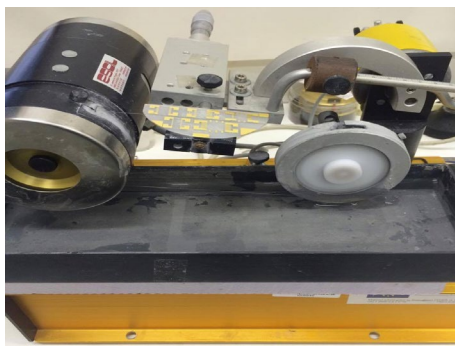
20 paires; $w_a = 11$ mm



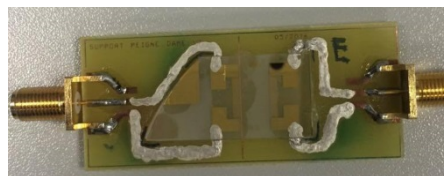
20 paires; $w_a = 15$ mm

2.4. Réalisation et caractérisation acoustoélectrique

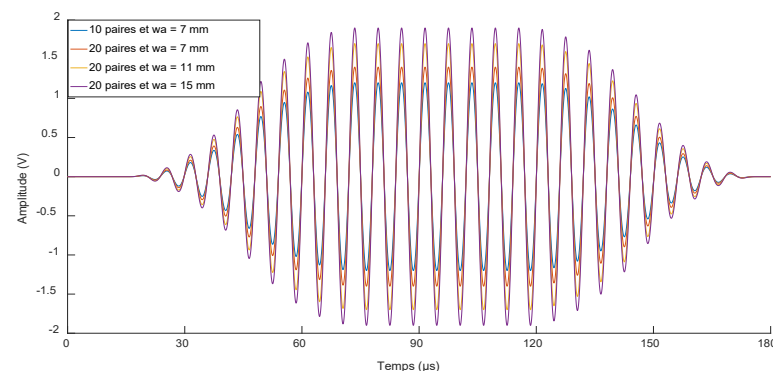
Découpe et Montage et Mesure niveau amplitude



Découpe wafer



Capteur SAW



Mesure des niveaux d'amplitude

Configuration	Excitation crête ($\pm V$)	Amplitude crête imposée ($\pm V$)	Amplitude crête de sortie ($\pm V$)
10 paires et wa = 7 mm	5	3,52	1,20
20 paires et wa = 7 mm	5	3,77	1,40
20 paires et wa = 11 mm	5	3,31	1,70
20 paires et wa = 15 mm	5	2,83	1,90

Excellent rapport signal/bruit



Dépôt de couche

3 Fonctionnalisation des capteurs SAW basse température

3.1. Elaboration des couches de PVA seules et dopées

3.2. Caractérisation des couches réalisées

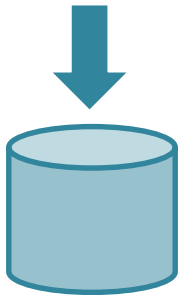
3.3. Système de détection de l'humidité

3.4. Résultats de mesure de RH à 30°C

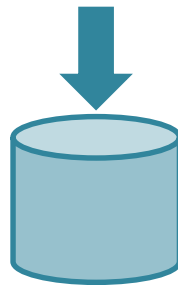
3.1. Elaboration des couches de PVA seules et dopées

Quatre formulations de solutions de dip coating contenant en masse:

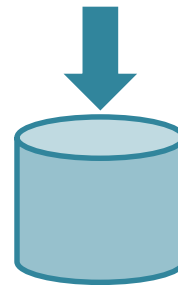
2,5% PVA



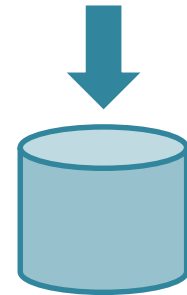
5% PVA



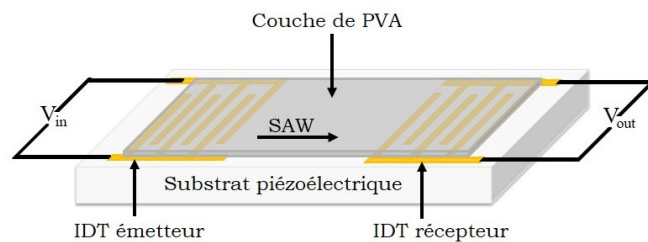
5% PVA + 0,45%
PEDOT:PSS



10% PVA



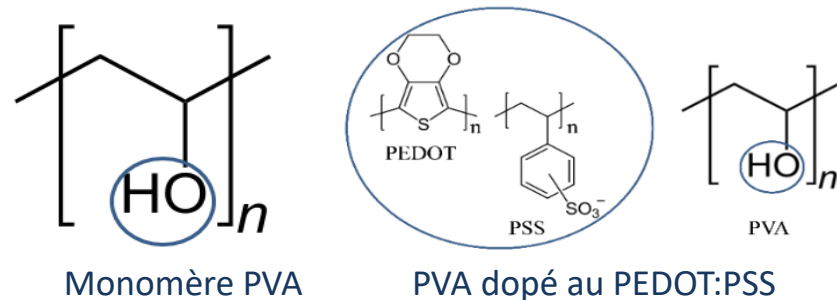
- ❖ Dépôt par dip coating entre les IDTs émetteurs et récepteurs et sur les électrodes:



Dépôt par dip coating et séchage à 120°C/1h



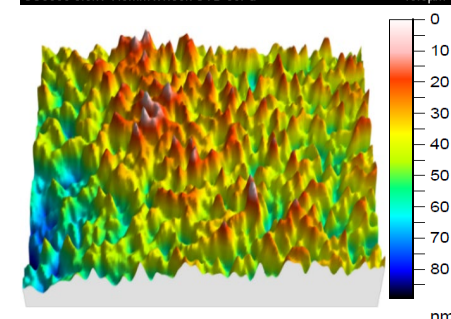
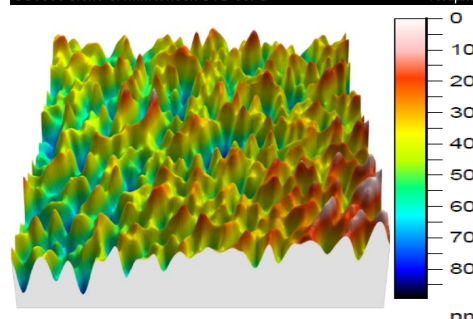
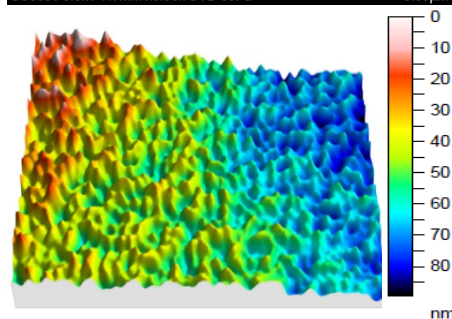
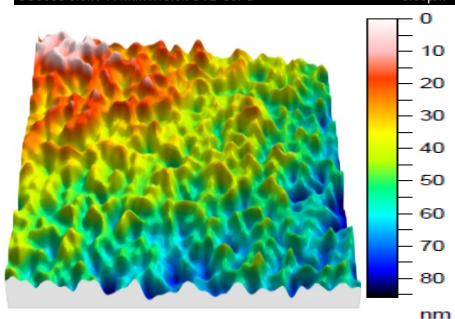
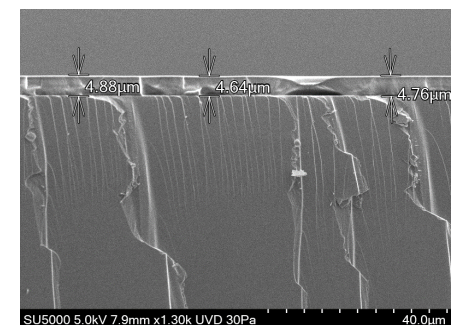
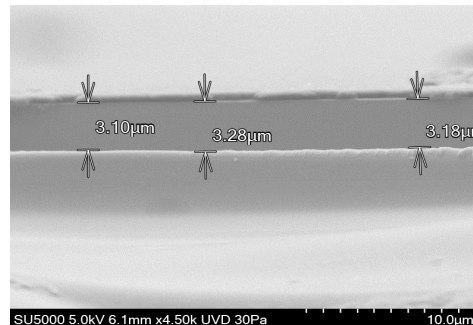
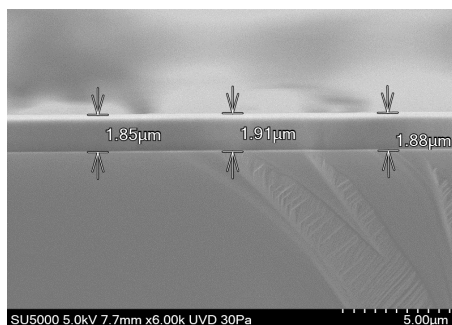
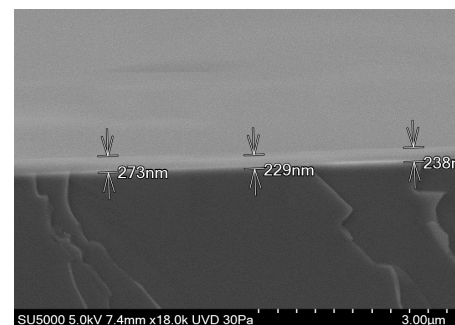
Pas de liaisons chimiques entre PEDOT:PSS et le PVA mais interaction



PEDOT:PSS inhibe les groupements hydroxyles du PVA et augmente la conductivité électrique

3.2. Caractérisation des couches réalisées

Epaisseur & Etat de surface



3.3. Système de détection de l'humidité

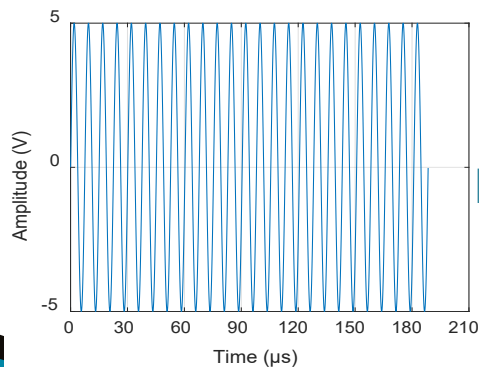
- ❖ La chaine de mesure est constituée de:



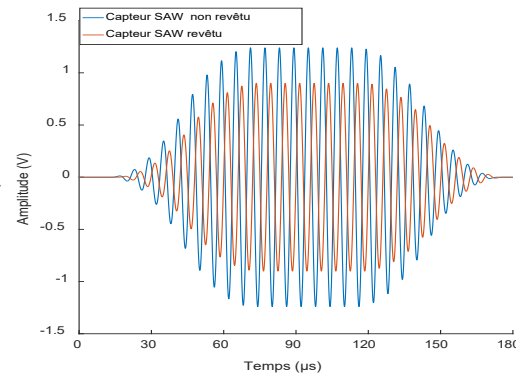
Chaine de mesure électronique



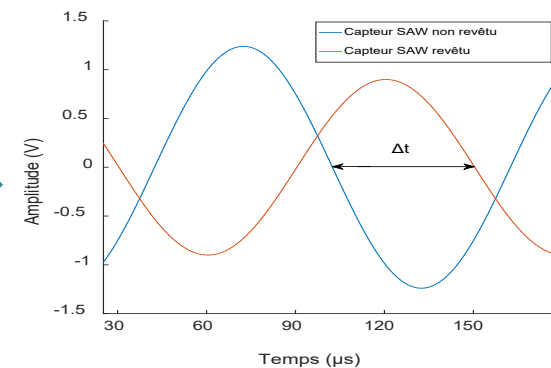
- ❖ Paramètres des ondes SAW suivis en fonction de RH:



Burst d'excitation



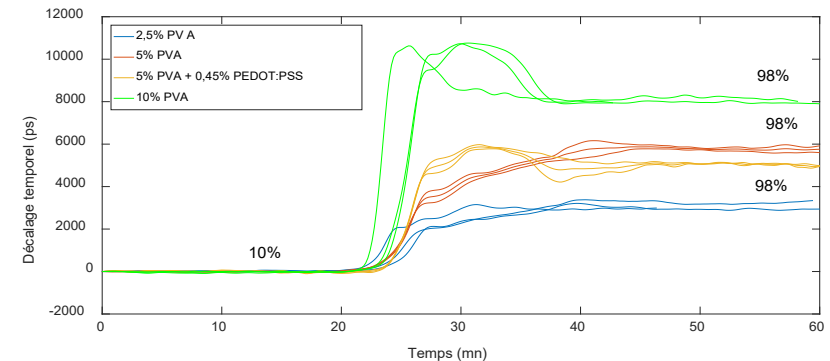
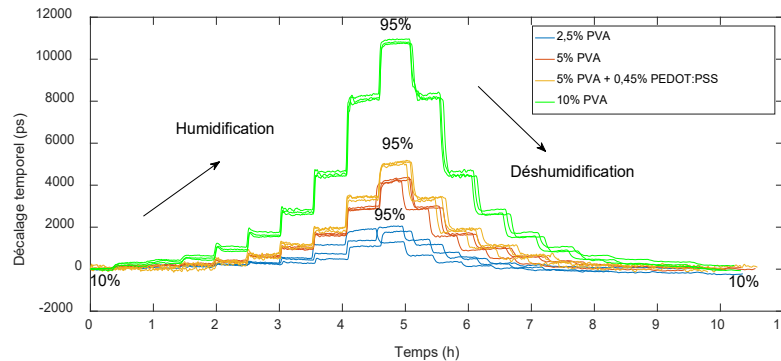
Signaux de sortie



Paramètres suivis en fct. de RH

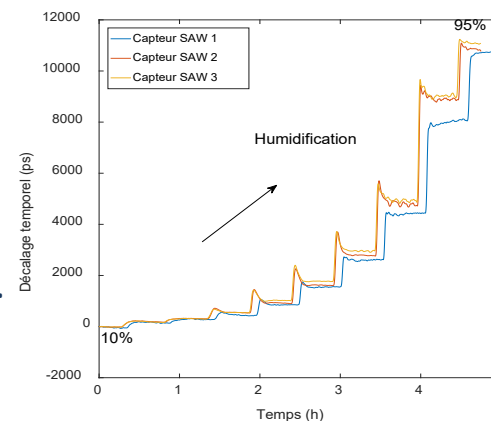
3.4. Résultats de mesure de RH

Plage de sensibilité; Répétabilité; Reproductibilité et Hystérésis

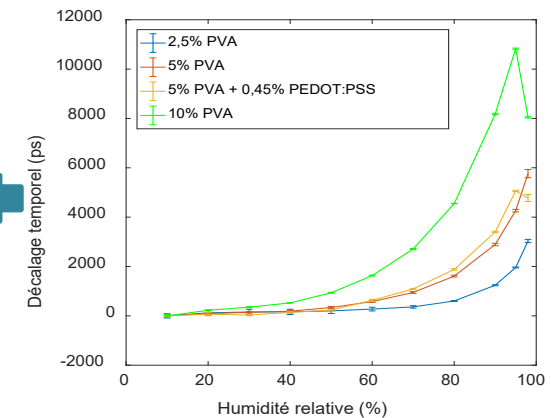


Sensibilité à RH en fct. du % en PVA

- ❖ Plage de sensibilité 10% PVA: 10% à 95% de RH à 30°C
- ❖ L'écart type moyen sur un capteur: 22ps.
- ❖ Hystérésis moyenne: -0,01%.
- ❖ L'écart type moyen sur trois capteurs: 93ps.



Reproductibilité

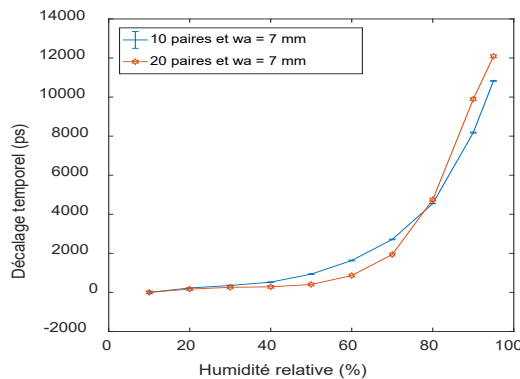
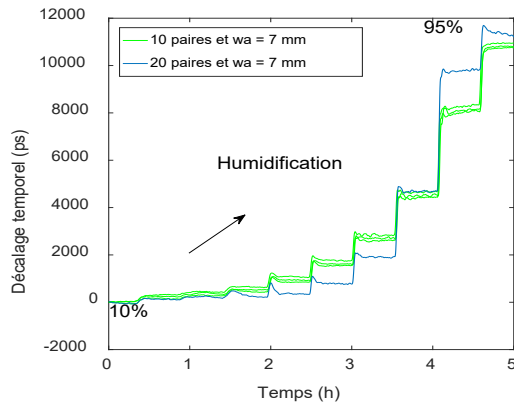


Plage de sensibilité

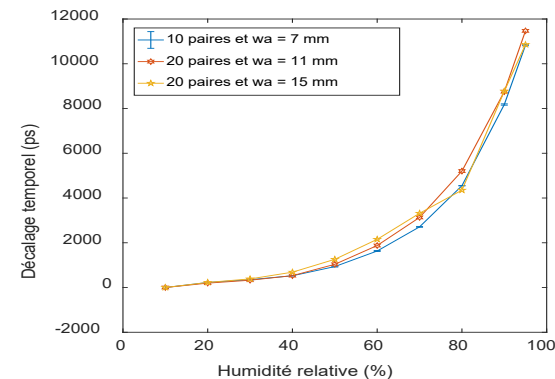
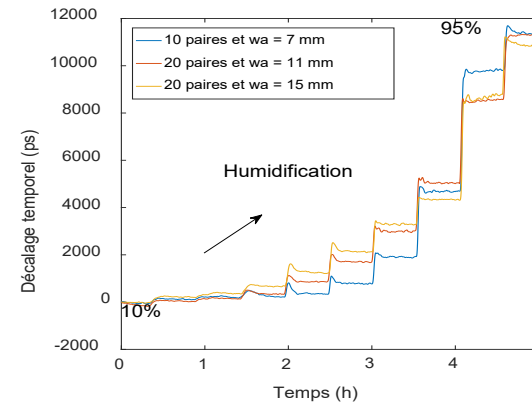
3.4. Résultats de mesure de RH à 30°C

Influence du niveau de l'amplitude de sorti du capteur

❖ Variation du nombre de paires d'électrodes:



❖ Variation de la largeur de recouvrement:



Le niveau d'amplitude n'a pas d'influence sur la sensibilité vis-à-vis de RH:
la configuration avec 10 paires et wa = 7 mm est retenue.

4

Fonctionnalisation des capteurs SAW haute température

4.1.

Elaboration Sol-Gel et dépôt des couches de silice

4.2.

Caractérisation des couches réalisées

4.3.

Résultats de mesure de RH à 30°C

4.1. Elaboration Sol-Gel et dépôt des couches de silice

Sol préparé en milieu basique (NH_3) $\Rightarrow$ Gel sous forme de particules colloïdales

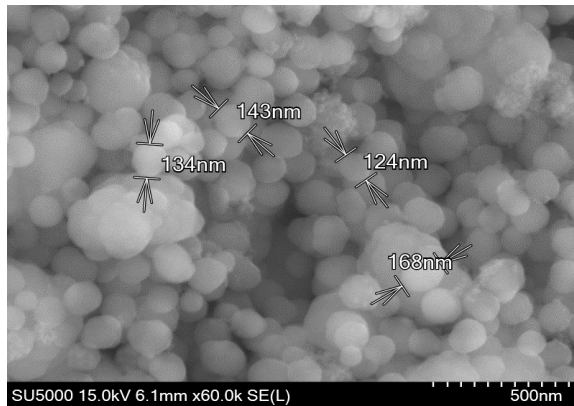
❖ Composition du **Sol**:

Réactifs	H_2O	NH_3	TEOS
----------	----------------------	---------------	------

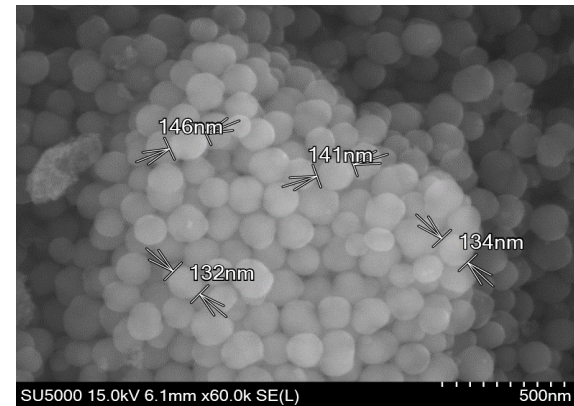
❖ Dépôt par dip coating du **Gel**

4.2. Caractérisation des couches réalisées

Observation MEB-FEG (poudres)



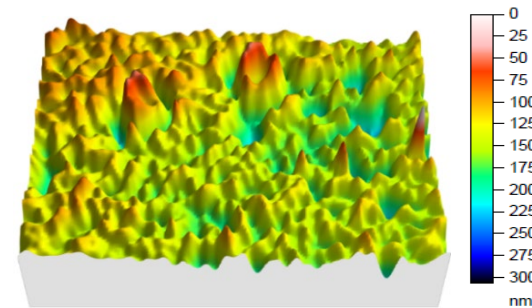
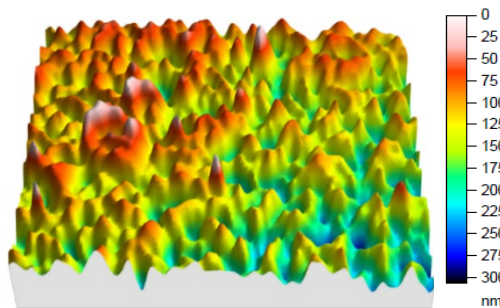
Poudre silice 500°C/4h



Poudre silice 3*500°C/4h

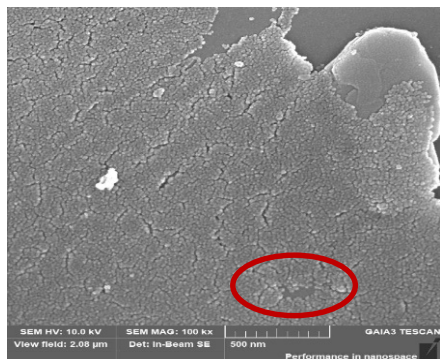
Particules de silice sphérique et de taille uniforme (150 nm)

Microscopie confocale (dépôts)

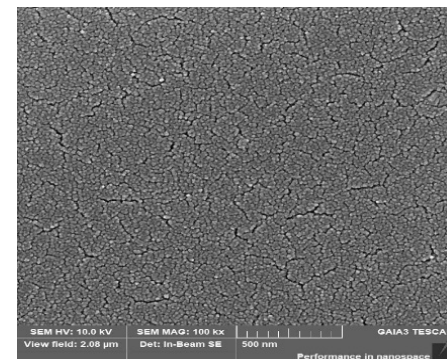
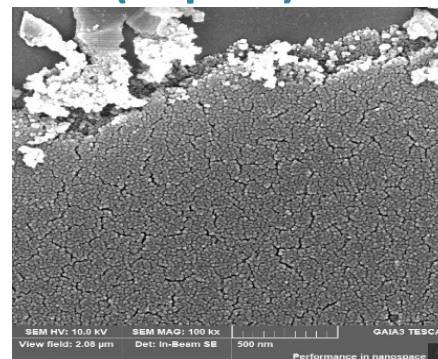
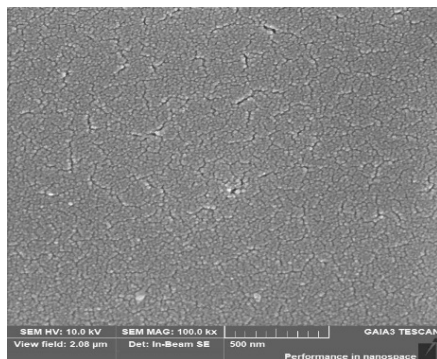


4.2. Caractérisation des couches réalisées

Observation MEB-FIB (dépôts)



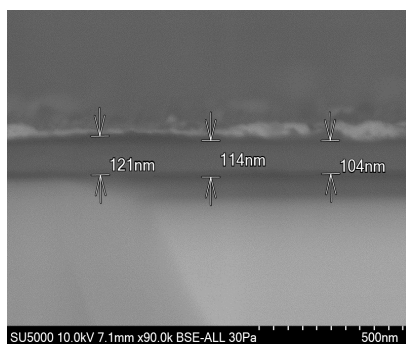
Monocouche



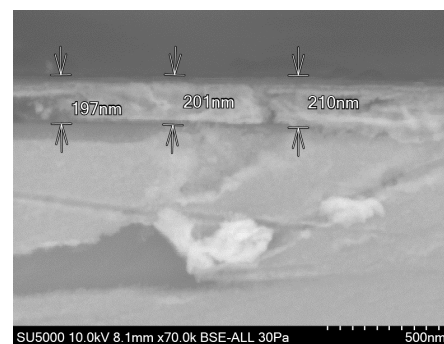
Tricouche

Dépôt avec manque sur monocouche mais sans manque sur tricouche

Microscopie confocale (dépôts)



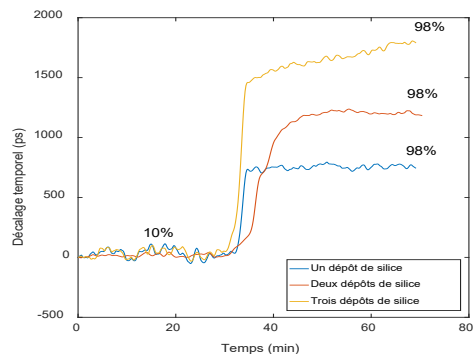
Monocouche



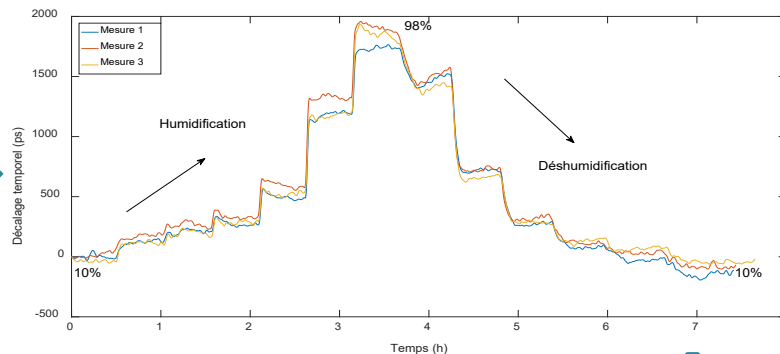
Tricouche

4.3. Résultats de mesure de RH à 30°C

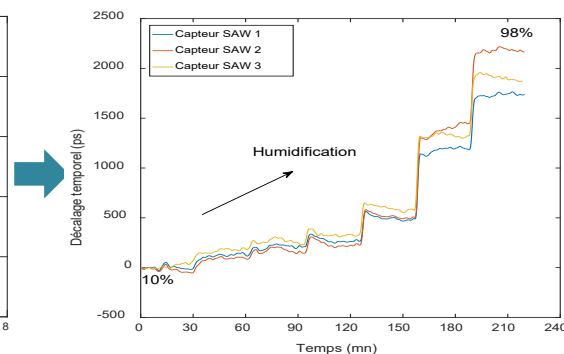
Sensibilité vis-à-vis de RH, Répétabilité, Hystérésis et Reproductibilité



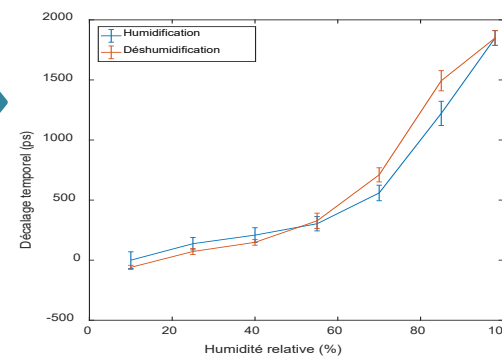
Réponse à RH de 10 à 98% en fonction du nbre. de dépôts



Répétabilité de mesure pour tricouche



Reproductibilité



Hystérésis

- ❖ La réponse des capteurs SAW montre un effet relativement cumulatif en fonction du nombre de dépôt.
- ❖ L'écart type moyen pour tricouche sur un capteur: 67 ps
- ❖ L'hystérésis moyenne: 2,33%.
- ❖ L'écart type moyen pour tricouche sur 3 capteurs: 70 ps.

5

Mesure in situ dans les bétons génie civil et réfractaire

5.1. Choix du substrat de LiNbO_3 XY 128° (haute température)

5.2. Effets de la température sur substrat de LiNbO_3 XY 128°

5.3. Méthode de correction des effets de la température

5.4. Résultats de mesure in situ capteur SAW basse température

5.5. Résultats de mesure in situ capteur SAW haute température

5.1. Choix du substrat de LiNbO_3 XY 128° (haute température)

Limites du substrat de LiNbO_3 XY 128° à haute température

- ❖ Décomposition chimique à partir de 300°C

Cette décomposition suit une loi d'Arrhenius

- ❖ Effet pyroélectrique aux alentours de 400°C

Variation de la polarisation spontanée due à l'apparition de charges de surface sous l'effet de la température

Ce substrat est utilisé pour des raisons expérimentales et de coût



Remplacement du substrat par une vitrocéramique ou la langasite

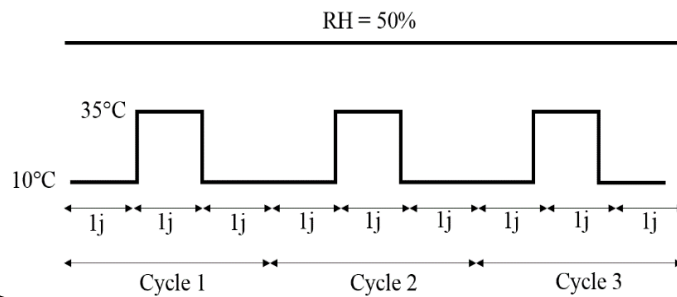
5.4. Résultats de mesure in situ capteur SAW basse température

Protocole de mesure: UPJV

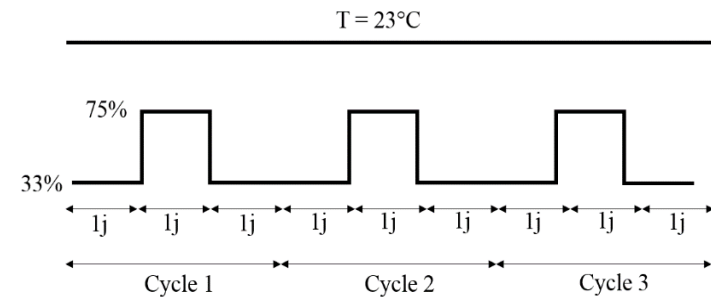
- ❖ Insertion des capteurs SAW et Almémé dans un bloc de béton de lin:



- ❖ Mesure en T à RH constante (50%)



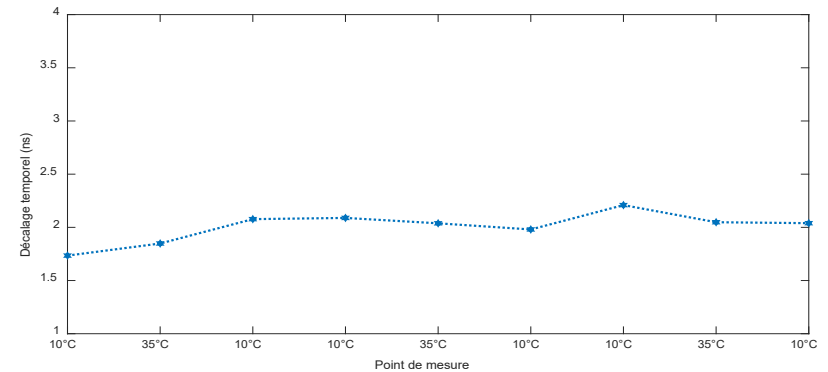
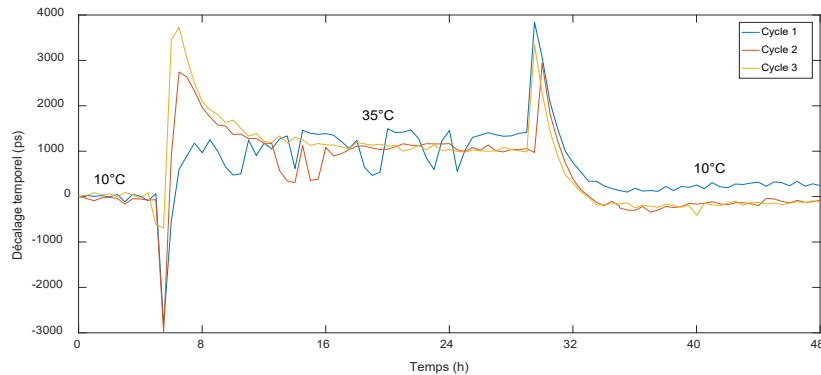
- ❖ Mesure en RH à T constante (23°C)



5.4. Résultats de mesure in situ capteur SAW basse température

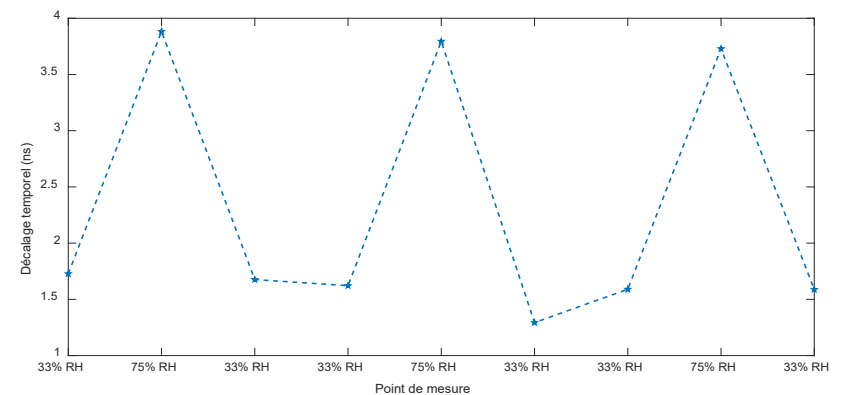
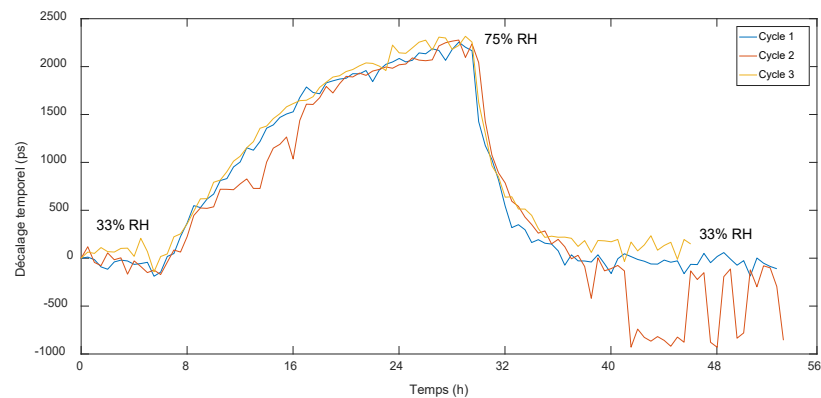
Résultats de mesure

❖ Mesure en T à RH constante (50%)



La valeur mesurée reste constante à l'image de la consigne

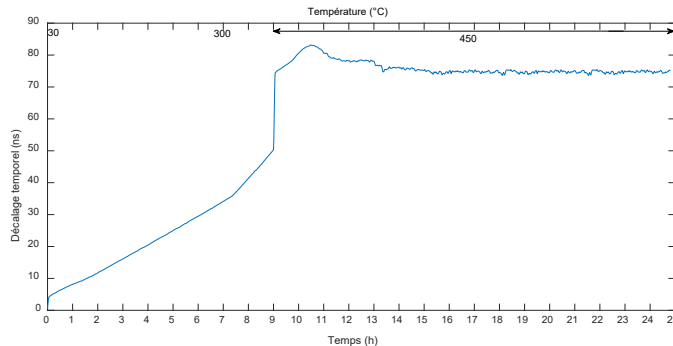
❖ Mesure en RH à T constante (23°C)



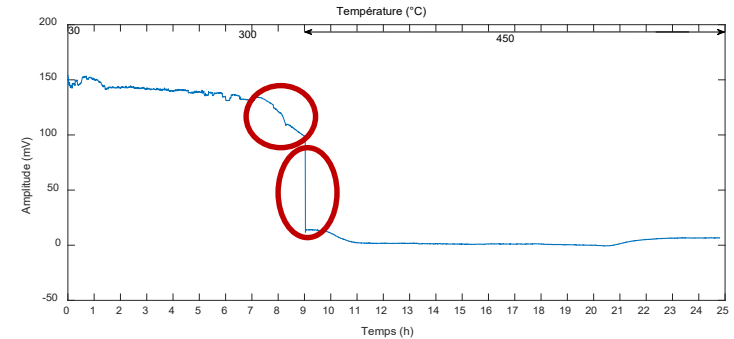
Le capteur SAW suit les fluctuations de RH

5.4. Comportement du LiNbO_3 à haute température (de 30 à 450°C)

Résultats de mesure jusqu'à 450°C



Temps de vol



Amplitude

- ❖ Augmentation du temps de vol ➡ «Freinage» des ondes SAW quand $T^\circ \nearrow$
- ❖ Chute de l'amplitude à partir de 300°C ➡ Décomposition chimique du LiNbO_3
- ❖ Chute drastique à 450°C ➡ Effet pyroélectrique ➡ Etat transitoire

5.5. Résultats de mesure in situ capteur SAW haute température

Protocole de mesure

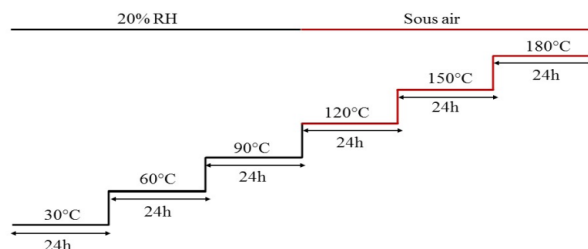
- ❖ Encapsulation & placement du capteur SAW dans un bloc de béton réfractaire: **CRIBC**



Fibres de polypropylène

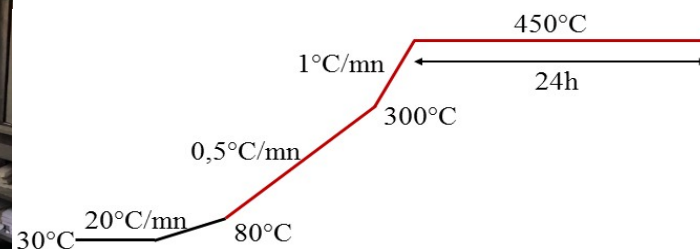


- ❖ Première phase du séchage: 30°C à 180°C



IEMN/DOAE; Valenciennes

- ❖ Deuxième phase du séchage: 30°C à 450°C

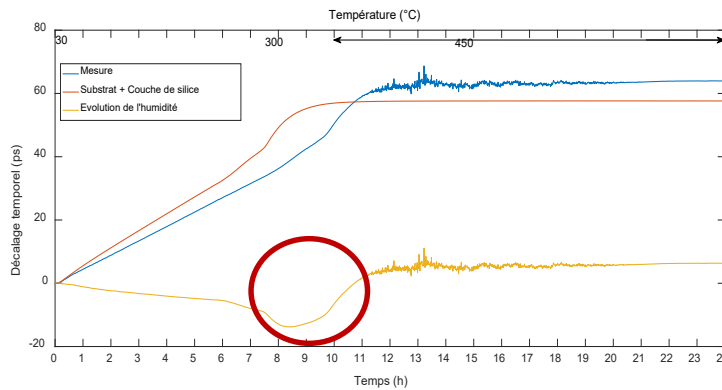


CRIBC; Mons

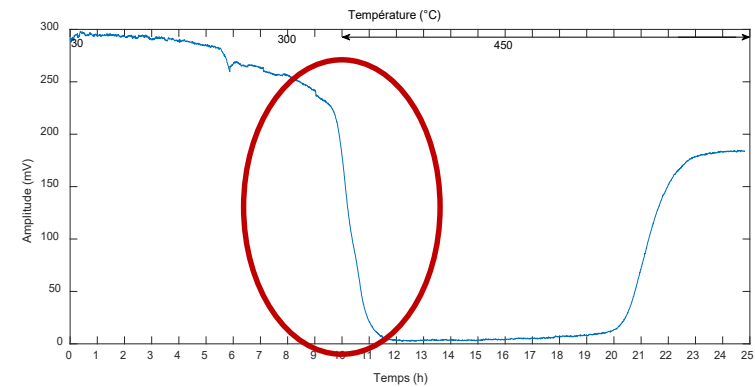
5.5. Résultats de mesure in situ capteur SAW haute température

Résultats de mesure

❖ Deuxième phase du séchage: 30°C à 450°C



Temps de vol



Amplitude

❖ Trois étapes peuvent être distinguées:

- De 30°C à 300°C: chute de RH au cœur du bloc de béton
- De 300°C à 450°C: LiNbO_3 subit des dommages
- Au-delà de 450°C: le bloc de béton franchi un seuil de séchage

6

Conclusion et Perspectives

6.1.

Conclusion

6.2.

Perspectives

Conclusion

- ❖ Des capteurs SAW 30 MHz ont été modélisés, réalisés et optimisés;
- ❖ Le capteur réalisé avec 10% en masse de PVA a montré une sensibilité dans la plage de 10 à 95% RH à 30°C avec une hystérésis moyenne inférieure à 0,5% ainsi qu'une bonne répétabilité et reproductibilité de mesure.
- ❖ La réponse des capteurs SAW avec couche de PVA provient majoritairement de l'effet viscoelastic loading.
- ❖ Les mesures in situ réalisées dans le béton de lin sont tout à fait concluantes avec une méthode de correction des effets de la température efficace
- ❖ La sensibilité du capteur SAW fonctionnalisé avec 3 dépôts de silice est exploitable et le protocole est reproductible.
- ❖ Les mesures réalisées jusqu'à 450°C ont mis en évidence la phase d'ébullition de l'eau au cœur du bloc de béton ainsi que les limites du substrat de LiNbO3 utilisé
- ❖ Ces mesures réalisées au cœur du bloc de béton ont permis également de déceler un seuil de séchage dans le béton.

Soutenance de thèse: 13/02/2020

Laboratoires: IEMN-DOAE & LMCPA

Développement de capteurs interdigités à ondes acoustiques de surface pour l'estimation de l'humidité dans les structures en béton

Co-directeurs de thèse:

Soutenu par:

Saliou NDAO

Christian COURTOIS (LMCPA)
Marc DUQUENNOY (IEMN-DOAE)

Co-encadrant de thèse:

Mohammadi OUAFTOUH (IEMN-DOAE)