

CFA '18 LE HAVRE ■ 23-27 avril 2018
14^{ème} Congrès Français d'Acoustique



Développement de capteurs acoustiques pour le suivi du séchage des bétons

S. Ndao^{a,b}, M. Duquennoy^c, C. Courtois^b, M. Ouaftouh^c, M. Rguiti^b, F. Rivart^a, C. Pelegris^d, M. Gonon^e, G. Martic^f, F. Jenot^c et S. Humblet^g

^aUniv. Valenciennes, CNRS, Univ. Lille, ISEN, Centrale Lille, UMR 8520 - IEMN, DOAE, Univ. Valenciennes, Le Mont Houy, 59313 Valenciennes Cedex 9, France

^bLMCPA, Campus universitaire de Maubeuge, Boulevard Charles De Gaulle, 59600 Maubeuge, France

^cUniv. Valenciennes, CNRS, Univ. Lille, YNCREA, Centrale Lille, UMR 8520 - IEMN, DOAE, F-59313 Valenciennes, France

^dLTi, UPJV, Campus Universitaire de St Quentin, 02100 Saint Quentin, France

^eUniversité de Mons, 20, place du Parc, B7000 Mons, Belgique

^fCentre de Recherche de l'Industrie Belge de la Céramique, Av. du Gouverneur E.Cornez 4, 7000 Mons, Belgique

^gSIRRIS, BluePoint Bruxelles, Bd A. Reyerslaan 80, BE-1030 Bruxelles, Belgique
saliou.ndao@univ-valenciennes.fr

Exploités depuis des années pour la réalisation de composants électroniques, les ondes acoustiques de surface sont désormais également utilisées dans le monde de la mesure industrielle avec la possibilité de les exploiter dans des capteurs de température, de gaz, etc. Même si l'offre en produits finis est encore très restreinte, leur sensibilité, leur complémentarité à d'autres types de capteurs (capacitifs, résistifs, etc.) et la possibilité de réaliser des capteurs embarqués et interrogeables à distance, leur confèrent de très bons atouts pour les années à venir. Dans le cadre d'un projet européen *CUBISM*, nous développons des capteurs d'humidité basés sur la technologie IDT (Inter Digital Transducer) exploitant les ondes acoustiques de surface. Ces capteurs sont destinés à fonctionner en milieu sévère puisqu'ils devront être capables de subir de fortes températures jusqu'à 500°C et de fortes pressions. Ces capteurs serviront à optimiser le suivi du séchage du béton réfractaire.

Parmi les différents verrous technologiques à résoudre, nous avons à étudier et à sélectionner différents revêtements sensibles à l'humidité et compatibles avec les conditions de mesures. Pour valider le principe de fonctionnement de ces capteurs, nous avons, dans un premier temps, déposé une couche polymérique d'alcool polyvinylique sur le parcours des ondes acoustiques de surface entre les électrodes permettant la génération et la détection de ces dernières. Le déphasage du signal du capteur IDT par rapport à une référence identique mais sans couche polymérique sensible à l'humidité, a été suivi en fonction de l'humidité relative, RH. Les résultats ont montré une sensibilité tout à fait satisfaisante avec 0,15ns/%RH pour une plage de taux d'humidité relative allant de 11,28% à 82,32% et avec une stabilité en température. Les mesures montrent une hystérésis inférieure à 1% en valeur absolue à 40°C et que cette hystérésis diminue en fonction de la température.

1 Introduction

La surveillance et le contrôle de l'humidité est un facteur important dans le contrôle de différents environnements. En raison des propriétés uniques de l'eau, l'humidité influence grandement les organismes vivants et les matériaux [Amin 2004]. Par conséquent, la mesure et le contrôle de l'humidité sont essentiels à de nombreux procédés de fabrication tels que les industries du textile, de la transformation des aliments, du papier, des semi-conducteurs et de la pétrochimie. Les capteurs d'humidité ont fait l'objet de nombreuses recherches et plusieurs types de matériaux ont été utilisés pour la détection de l'humidité. Des oxydes métalliques, des polymères ainsi que d'autres matériaux composites sont utilisés comme couches sensibles à l'humidité [Bai and Shi 2007; Blank et al. 2016].

Les capteurs d'humidité sont généralement développés en utilisant trois approches basées sur des mesures de résistance ou d'impédance électrique, de variation de déphasage ou d'amplitude des ondes acoustiques de surface ou de résonance acoustique et de capacité. La capacité d'une membrane polymère poreuse pour détecter l'humidité est basée sur l'adsorption d'eau. La présence d'une couche adsorbant l'humidité à la surface réduit l'impédance totale du capteur due à l'augmentation de la conductivité ionique, et augmente la capacité due à la haute constante diélectrique de l'eau. Elle atténue l'amplitude et procure un retard sur le temps de vol des ondes acoustiques de surface en raison de la modification des propriétés élastiques de la surface. En général, les polymères hydrophiles microporeux sont les meilleurs matériaux pour des applications dans des capteurs d'humidité de type résistance ou impédance [Casalbore-Miceli 2005; Choi 2015]. L'alcool polyvinylique (PVA) qui possède un groupement OH sur chaque atome de carbone de sa chaîne squelettique est largement utilisé comme couche hygrosopique notamment en résonance acoustique. Penza et Cassano [Penza 2000] ont déposé une couche de PVA sur un substrat de quartz et ont pu détecter une gamme de 3 à 60% d'humidité relative. Choi et al. [Choi 2015] ont modifié le PVA avec le pedot /pss qui est un composite de polymère constitué de poly-3,4-éthylènedioxythiophène (pedot) et de polystyrènesulfonate de sodium (pss). Ils ont pu détecter une gamme d'humidité relative comprise entre 0 et 80% en améliorant ainsi la conductivité électrique du film de PVA.

Etant donné, que les capteurs IDT exploitant les ondes acoustiques de surface ont un mécanisme de détection de l'humidité indépendant de la conductivité électrique ou de la polarisation de l'eau comme pour les capteurs résistif et capacitif respectivement, nous avons pu tester un film d'alcool polyvinylique seul et envisager des plages d'humidité relatives, RH, bien plus importantes situées entre 11,28% et 82,32%.

2 Expérimentation

La solution d'alcool polyvinylique (PVA) a été préparée en dissolvant 3g de PVA dans 33ml d'eau distillée. Cette solution est maintenue sous agitation à une température de 60°C pendant 2h. La solution est ensuite devenue dense et laiteuse.

Le capteur est constitué de deux transducteurs interdigités qui font face (émetteur-récepteur). Ces transducteurs sont constitués d'un substrat piézoélectrique de niobate de lithium et d'électrodes interdigitées en or. La largeur de chaque doigt d'électrode et l'écart entre les doigts est de l'ordre de 30 µm. La fréquence centrale de fonctionnement des deux transducteurs (émetteur-récepteur) est aux alentours de 28 MHz. La couche polymérique de PVA est déposée sur la surface des électrodes ainsi que sur la surface les séparant par "*dip-coating*". Après le dépôt, la couche a été séchée pendant 1h environ sous une température de 120°C.

3 Caractérisation de la couche de PVA

L'épaisseur du film de PVA déposé ainsi que sa rugosité apparente ont été mesurées en utilisant la microscopie confocale. Cette dernière nous a permis de mesurer une épaisseur de 2,38 µm plus ou moins 4,2 µm qui correspond à la rugosité apparente (voir figure 1). Cette épaisseur est également mesurée à la microscopie électronique à balayage en regardant sur la tranche (voir figure 2). Les résultats obtenus montrent une bonne corrélation entre les deux techniques (voir tableau 1).

Tableau 1 : Epaisseur et rugosité du film déposé

Technique	Epaisseur (µm)	Rugosité apparente (nm)
Confocale	2,38	4,2
MEB	2,97	

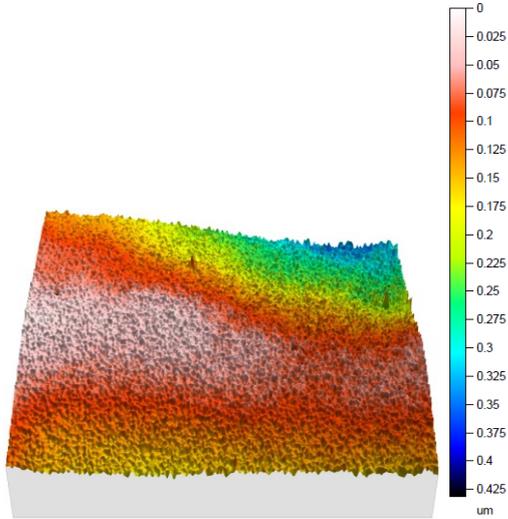
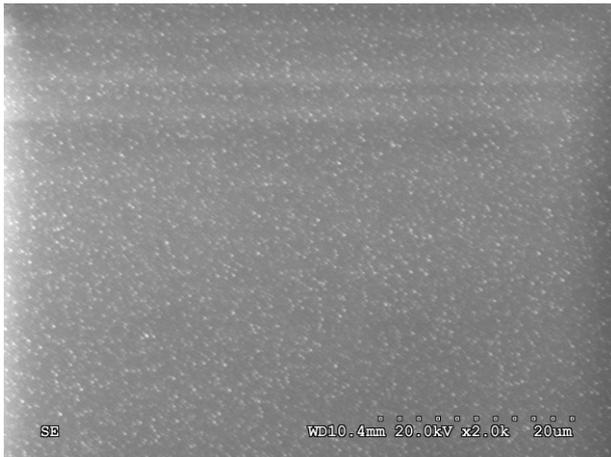
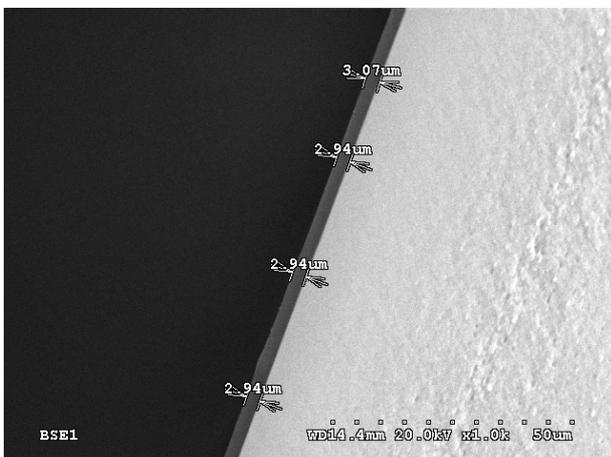


Figure 1 : Etat de surface observé au confocale



(a) Etat de surface



(b) épaisseur

Figures 2 : (a) Etat de surface et (b) épaisseur obtenues au MEB

4 Système de mesure de l'humidité

Le système de détection de l'humidité relative est constitué de deux capteurs SAW : un capteur sur lequel est déposée une couche sensible à l'humidité et un autre sur lequel est déposée une couche imperméabilisante de téflon. Ce système de mesure est utilisé pour s'affranchir des effets de la température lorsque cette dernière n'est pas maîtrisée. Une sonde d'un capteur capacitif est également plongée dans le milieu de mesure comme témoin. Ces capteurs sont placés simultanément dans différents erlenmeyers contenant différentes solutions salines saturées. Ainsi ces erlenmeyers sont placés dans une enceinte climatique maintenue successivement à 20°, 30° et 40°C, ce qui permet d'avoir une gamme d'humidité relative comprise entre 3,83% à 97,59% (voir tableau 2).

Tableau 2 : Solutions saturées utilisées et les humidités relatives correspondantes à 20°C

Sel	RH(%)	Température (°C)
CsF	3,83	20
LiBr	6,61	20
KOH	9,32	20
LiCl	11,31	20
C2H3KO2	23,11	20
MgCl2	33,07	20
K2CO3	43,16	20
Mg(NO3)2	54,38	20
NaBr	59,14	20
KI	69,9	20
NaCl	75,47	20
KCl	85,11	20
K2SO4	97,59	20



Figure 3 : Solutions saturées placées dans l'enceinte climatique

La chaîne électronique est constituée d'un générateur à partir duquel une excitation de type burst est appliquée aux capteurs SAW. Cette excitation est constituée de 25 sinusoides avec une fréquence de 28,4MHz et une amplitude de 10Vpp. La réception du signal des deux capteurs SAW est ensuite visualisée sur un oscilloscope. La

synchronisation des deux signaux permet ensuite de suivre le décalage du signal du capteur par rapport à la référence.

5 Résultats et discussions

5.1 Répétabilité

Afin d'étudier la répétabilité des mesures, trois cycles en monté et descente sur trois taux d'humidité relatives (3,83%, 54,38% et 75,47%) ont été réalisés. Les temps de mesure sont maintenus à 1h 30mn pour chaque taux d'humidité relative pour garantir à la fois la stabilité du niveau de l'humidité relative dans le milieu et par conséquent la valeur du décalage suivi.

Nous avons observé des décalages significatifs pour les temps de vol en fonction du % de RH avec 1,5 ns entre 3,83% et 54,38% et environ 3,5 ns entre les taux de 54 et 75%.

Nous avons estimé la précision des mesures avec le calcul de l'écart type avec la formule suivante :

$$\sigma_{n-1} = \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^3 (x_i - \bar{x})^2}}{n-1} \quad (1)$$

Avec :

x_i : la i ème valeur mesurée ;

n : le nombre de fois de mesure de la valeur ;

\bar{x} : la moyenne des valeurs mesurées.

Nous avons aussi estimé l'écart type relatif (σ_r) qui est le paramètre le plus efficace pour exprimer la précision et la reproductibilité de la mesure [Zhang 2015].

$$\sigma_r = \frac{\sigma_{n-1}}{\bar{x}} \quad (2)$$

Tableau 3 : Paramètres de répétabilité de la mesure

RH(%)	\bar{x} (ns)	σ_{n-1} (ns)	σ_r (%)
3,83	-9,65	0,09	0,99
54,38	-8,02	0,05	0,7
75,47	-4,65	0,03	0,6

5.2 La sensibilité de la couche

Les mesures réalisées à 20°, 30° et 40°C montrent que le capteur est sensible à l'humidité dans la plage de 11,28% à 82,32% d'humidité relative. Cette sensibilité est définie par :

$$S = \frac{(\Delta t_{RHmax} - \Delta t_{RHmin}) * 100}{RH_{max} - RH_{min}} \quad (3)$$

Tableau 4 : Sensibilité en fonction de la température de mesure

T°C	20	30	40
Plage RH(%)	11,31-85,11	11,28-83,62	11,28-82,32
S (ns/%RH)	0,13	0,15	0,15

La sensibilité évolue légèrement en fonction de la diminution de la plage de mesure. Elle se stabilise dans la plage de 11,28 à 82,32% d'humidité relative. Le capteur ainsi réalisé n'est sensible que dans cette plage d'humidité relative.

5.3 L'hystérésis

Pour quantifier l'hystérésis en humidité relative, un cycle de mesure a été réalisé sur toute la gamme de sensibilité (11,28% à 82,32% de RH). Dans ce cycle, les capteurs sont placés séquentiellement dans les erlenmeyers scellés contenant différentes solutions salines saturées avec un intervalle de temps de 1h30mn. L'hystérésis (h) est définie par :

$$h = \pm \frac{\Delta(\Delta t_{RH}) * 100}{\Delta t_{RHmax} - \Delta t_{RHmin}} \quad (4)$$

Avec :

$\Delta(\Delta t_{RH})$: Variation du retard pour une humidité relative donnée à la monté et à la descente ;

Δt_{RHmax} : Variation maximale du retard correspondant au plus haut taux de RH ;

Δt_{RHmin} : Variation minimale du retard correspondant au plus faible RH.

Tableau 5 : Hystérésis des points de mesure

Humidité relative(%)	Hystérésis à différentes températures (%)		
	20°C	30°C	40°C
11,31	-2,08	-1,4	-0,94
23,11	-0,77	-2,18	-
33,07	-1,75	-2,19	-1,99
43,16	-1,60	-2,53	-
54,38	-0,80	-1,84	-0,00
59,14	-0,83	-0,06	-0,73
69,9	2,64	1,54	-0,71
75,47	6,41	1,86	0,42

Une diminution de l'hystérésis est observée avec l'augmentation de la température. Cette augmentation de la température offre l'énergie nécessaire pour surmonter les interactions capillaires et faciliter ainsi la désorption et par conséquent une diminution de l'hystérésis [Kawalec 2008].

6 Conclusion

Nous avons développé un capteur d'humidité basé sur des ondes acoustiques de surface avec une sensibilité de 0,15ns/%RH dans la plage de 11,28% à 82,32% de RH. Ce capteur montre une bonne stabilité sur une large plage de température ambiante (20° à 40°C). Le capteur présente également une bonne répétabilité et une hystérésis inférieure à 1% en valeur absolue à 40°C. Cette hystérésis diminue avec l'augmentation de la température. Ainsi sur la base cette approche, nous développons des capteurs d'humidité hautes température (500°C) en remplaçant le film polymérique par l'oxyde de silice.

Remerciements

Les auteurs remercient pour leurs soutiens, la région des Hauts de France et l'Union Européenne (fonds FEDER) via le programme interreg V "CUBISM".

Références

- [1] Amin, M.N., Hossain, M.A., and Roy, K.C. 2004. Effects of moisture content on some physical properties of lentil seeds. *Journal of Food Engineering* 65, 1, 83–87.
- [2] Bai, H. and Shi, G. 2007. Gas sensors based on conducting polymers. *Sensors* 7, 3, 267–307.
- [3] Blank, T.A., Eksperiandova, L.P., and Belikov, K.N. 2016. Recent trends of ceramic humidity sensors development: A review. *Sensors and Actuators B: Chemical* 228, 416–442.
- [4] Casalbore-Miceli, G., Camaioni, N., Li, Y., Martelli, A., Yang, M.-J., and Zanelli, A. 2005. Water sorption in polymer electrolytes: kinetics of the conductance variation. *Sensors and Actuators B: Chemical* 105, 2, 351–359.
- [5] Choi, K.H., Sajid, M., Aziz, S., and Yang, B.-S. 2015. Wide range high speed relative humidity sensor based on PEDOT:PSS–PVA composite on an IDT printed on piezoelectric substrate. *Sensors and Actuators A: Physical* 228, 40–49.
- [6] Kawalec, A., Jasek, K., and Pasternak, M. 2008. Measurements results of SAW humidity sensor with nafion layer. *The European Physical Journal Special Topics* 154, 1, 123–126.
- [7] Penza, M. and Cassano, G. 2000. Relative humidity sensing by PVA-coated dual resonator SAW oscillator. *Sensors and Actuators B: Chemical* 68, 1, 300–306.
- [8] Zhang, J. 2015. Capacitive humidity sensors based on zinc oxide nanorods grown on silicon nanowires arrays at room temperature. *Sensors and Actuators A: Physical* 235, 234–239.