



**HAL**  
open science

## **Micro-transducteur ultrasonique capacitif à membrane de nanotubes de carbone: Perspectives pour le suivi immergé de la durabilité des matériaux cimentaires**

Béregère Lebental, Anne Ghis, Frédéric Bourquin, Jean Marie Caussignac, Pascale Chenevier, Nicolas Chevalier, Elisabeth Delevoye, Jean-Marc Fabbri, Ariane Meguekam Sado, Sergio Nicoletti

### ► To cite this version:

Béregère Lebental, Anne Ghis, Frédéric Bourquin, Jean Marie Caussignac, Pascale Chenevier, et al.. Micro-transducteur ultrasonique capacitif à membrane de nanotubes de carbone: Perspectives pour le suivi immergé de la durabilité des matériaux cimentaires. 5ème Colloque Interdisciplinaire en Instrumentation, Jan 2010, France. 8p. hal-00860819

**HAL Id: hal-00860819**

**<https://hal.science/hal-00860819>**

Submitted on 11 Sep 2013

**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.

---

# Micro-transducteur ultrasonique capacitif à membrane de nanotubes de carbone

Perspectives pour le suivi immergé de la durabilité des matériaux cimentaires

**Bérengère Lebental\*\*\*\*\* — Anne Ghis\*\* — Frédéric Bourquin\* — Jean-Marie Caussignac\* — Pascale Chenevier\*\*\*\* — Nicolas Chevalier\*\* — Elisabeth Delevoye\*\* — Jean-Marc Fabbri\*\* — Ariane Meguekam Sado\*\* — Sergio Nicoletti\*\***

\* *Lab. Cent. Ponts et Chaussées (LCPC)*  
58 Bld. Lefebvre, 75732 Paris Cedex 15, France

\*\* *CEA-LETI, MINATEC*  
17 rue des Martyrs, 38054 Grenoble, Cedex 9, France

\*\*\* *Ecole Nat. Ponts et Chaussées (ENPC)*  
Av. Blaise Pascal, Cité Descartes, 77455 Marne-la-Vallée Cedex 2, France

\*\*\*\* *CEA-IRAMIS, CEA Saclay,*  
91191 Gif-sur-Yvette, France.

---

*RÉSUMÉ. Nous présentons des éléments de la conception, la réalisation et la caractérisation d'un micro-transducteur ultrasonique capacitif haute-fréquence dont la membrane vibrante est faite de nanotubes de carbone alignés. Le dispositif est conçu spécifiquement pour l'instrumentation immergée de la microporosité des matériaux cimentaires. La modélisation élasto-acoustique du dispositif valide préliminairement son intérêt applicatif pour la métrologie de la microporosité.*

*ABSTRACT. We present elements of the design, realisation and characterisation of an ultrasonic micro-transducer whose vibrating membrane is made of aligned carbon nanotubes. The device is specifically developed for embedded instrumentation of the microporosity of cementitious materials. The elasto-acoustical modelling of the device is a first step in the validation of its potential for microporosity metrology.*

*MOTS-CLÉS : contrôle non destructif, matériaux cimentaires, durabilité, porosité, nanotubes de carbone, transducteurs ultrasoniques, MEB, AFM, élasto-acoustique, microfluidique*

*KEYWORDS: non-destructive testing, cementitious materials, durability, porosity, carbon nanotubes, ultrasonic transducers, SEM, AFM, elasto-acoustics, microfluidics*

---

## **1. Introduction**

Le contrôle non destructif des ouvrages d'art à l'aide de capteurs in-situ immergés est une option prometteuse pour la prévention des risques liés au vieillissement des structures. Il rend possible leur diagnostic en continu et en volume. Dans ce contexte, nous développons un transducteur ultrasonique capacitif micro-usiné de dimension micrométrique ( $\mu$ -cMUT) à base de nanotubes de carbone. Il est destiné à être immergé dans des matériaux cimentaires pour étudier statistiquement leur microporosité et en déduire leurs propriétés de durabilité.

## **2. Concept d'instrumentation proposé**

### ***2.1. Contrôle non destructif de durabilité des matériaux cimentaires***

La question de la durabilité des matériaux cimentaires a pris une importance considérable en raison du vieillissement des infrastructures, du coût élevé de leur maintenance et des exigences accrues en sécurité de la part du public (Baroghel, 2005). La prévision et prévention des défauts de fonctionnement nécessitent de savoir estimer, tout au long du cycle de vie des ouvrages, leur durée de vie résiduelle.

Des études statistiques sur éprouvettes et sur prélèvements ont montré qu'il était possible d'évaluer la durée de vie des ouvrages à partir d'un petit nombre d'indicateurs dits « de durabilité », tels la porosité, la perméabilité aux gaz et à l'eau, les coefficients de diffusion des ions chlorure, (Baroghel, 2004). La mesure de ces indicateurs pour des ouvrages en service est possible par de nombreuses méthodes ex-situ performantes. Reposant sur le prélèvement d'échantillons, elles sont dommageables pour les structures et la limitation du nombre d'échantillons disponibles nuit à la représentativité des résultats (Lukschová, 2009).

Les méthodes in-situ, immergées ou non, d'évaluation de la santé des ouvrages ne mesurent pas les indicateurs de durabilité (Branco, 2005). Elles supposent en général que le matériau n'est hétérogène que jusqu'à des échelles centimétriques ou millimétriques. Les hétérogénéités d'échelle micrométrique, en particulier la porosité capillaire, sont homogénéisées. Or c'est justement la porosité capillaire qui détermine les propriétés de transport du matériau et donc les indicateurs de durabilité macroscopiques.

### ***2.2 Instrumentation des matériaux cimentaires par des microsystèmes***

Nous proposons donc un nouveau principe (Lebental, 2008) de suivi de la porosité capillaire sans hypothèse d'homogénéisation de la microstructure. La méthode est fondée sur la dissémination d'un grand nombre de microsystèmes capables de recueillir des informations physiques sur la microstructure.

Selon les exigences du cahier des charges, un microsystème doit inclure des éléments sensibles adaptés à la mesure de pores micrométriques. L'assemblage fonctionnel du microsystème doit associer aux éléments sensibles un dispositif d'alimentation en énergie et des moyens de communication. Le microsystème doit être protégé mécaniquement et chimiquement du milieu agressif par un enrobage.

Les éléments sensibles envisagés doivent être des transducteurs ultrasoniques dont les ondes émises à haute fréquence se propagent principalement dans la composante fluide de la microstructure. Les dimensions des éléments sensibles doivent leur permettre d'exciter acoustiquement les pores de façon individuelle. A partir de l'ensemble des mesures qu'ils fournissent, des informations statistiques sur la morphologie de la microporosité seront déduites.

### **3. Réalisation du transducteur ultrasonique**

#### ***3.1 Principe du $\mu$ -cMUT haute fréquence à nanotubes de carbone***

D'après ce concept d'instrumentation, le transducteur ultrasonique à réaliser doit avoir des dimensions caractéristiques de l'ordre de 1  $\mu$ m, fonctionner entre 100 MHz et 1 GHz (longueurs d'onde micrométriques dans l'eau) et être bien adapté à un fonctionnement en milieu fluide.

A notre connaissance, il n'existe pas de transducteur ultrasonique qui réponde à ce cahier des charges simultanément en termes de dimensions et de fréquences. La miniaturisation des cMUTs est un domaine très évolutif, mais les fréquences atteintes sont encore limitées à quelques Mégahertz (Logan, 2009). Certains transducteurs ultrasoniques piézoélectriques fonctionnent à des fréquences supérieures à 200 MHz, mais leur miniaturisation reste très difficile (Zhou, 2007).

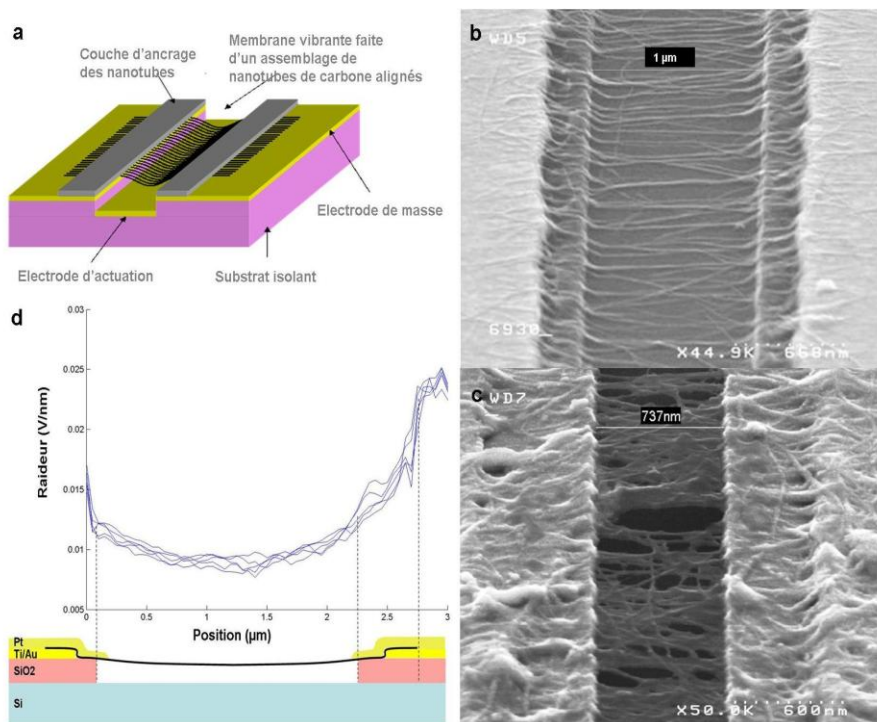
En revanche, de nombreux systèmes nano-électro-mécaniques (NEMS) présentent des dimensions micrométriques et submicrométriques tout en fonctionnant à des fréquences Gigahertz. Les résonateurs à nanotube de carbone unique (Cheng, 1998 ; Peng, 2006) en fournissent un exemple. Cependant, un nanotube seul ne peut pas remplir une fonction d'actuation.

Pour s'affranchir de cette limitation, nous proposons un nouveau dispositif cMUT (Lebental, 2008b) dont la conception repose sur l'emploi d'un grand nombre de nanotubes de carbone mono-paroi, densément alignés. Ces nanotubes forment la membrane vibrante du cMUT (figure 1a). Un tel dispositif permet de bénéficier des performances des résonateurs NEMS pour réaliser la fonction d'actionnement d'un transducteur ultrasonique.

### 3.2 Eléments de réalisation et caractérisation du $\mu$ -cMUT

La membrane vibrante du  $\mu$ -cMUT est réalisée en face avant d'une puce de test. Le procédé de réalisation comprend deux étapes principales, l'étape de dépôt des nanotubes en membrane et l'étape d'intégration des nanotubes à un dispositif opérationnel.

Dans un premier temps, des nanotubes en solution sont déposés entre les électrodes sur une couche sacrificielle de  $\text{SiO}_2$  par diélectrophorèse (figure 1b). La diélectrophorèse consiste à appliquer un champ électrique alternatif entre des électrodes, créant ainsi une force attractive sur des particules polarisables ; sur les nanotubes de carbone, la diélectrophorèse conduit à l'alignement des nanotubes le long des lignes de champ, qui sont perpendiculaires à l'axe des électrodes (Dimaki, 2004). Le choix de la fréquence, de l'intensité et du temps d'application du champ électrique permet de contrôler les caractéristiques (épaisseur, densité, organisation) de la membrane de nanotubes ainsi réalisée.



**Figure 1:** Réalisation du dispositif : a) Principe du  $\mu$ -cMUT à membrane de nanotubes de carbone alignés b) Dépôt de nanotubes de carbone mono-paroi alignés par diélectrophorèse. c) Membrane suspendue de nanotubes de carbone. d) Profil de raideur (V/nm) de la membrane.

Pour faire une membrane suspendue à partir des nanotubes ainsi déposés, une couche métallique est déposée localement sur les extrémités des nanotubes. Elle permet d'ancrer les nanotubes aux électrodes pour éviter leur glissement lors de la formation de la membrane suspendue, qui est obtenue par gravure sèche ou humide de la couche sacrificielle (figure 1c).

Les observations au microscope électronique à balayage (figure 1c) des échantillons indiquent que le procédé est opérationnel. La dimension latérale des membranes suspendues ainsi obtenues est comprise entre 300 nm et 2  $\mu$ m. Les images ont été complétées par des mesures mécaniques avec un microscope à force atomique en mode approche-retrait. Ces mesures fournissent le profil de raideur (en V/nm) de la membrane, qui se comporte mécaniquement comme une plaque. Les profils mesurés (figure 1d) sont caractéristiques des petites déformations d'une plaque suspendue doublement encastrée. L'analyse quantitative des données permettra de fournir le coefficient de rigidité de flexion de la membrane/plaque. La prochaine étape expérimentale consistera à activer électriquement les membranes suspendues à basse fréquence.

#### **4. Comportement acoustique en microfluidique**

##### ***4.1 Principe de la modélisation***

Nous avons également développé une modélisation élasto-acoustique du comportement de la membrane vibrante en service, c'est-à-dire en contact avec le fluide contenu dans un pore de dimension micrométrique. L'objectif est de déterminer l'amplitude des vibrations de la membrane en fonction des caractéristiques géométriques et physiques du pore.

Une telle modélisation, classique dans le domaine des cMUTs, est compliquée ici par la dimension micrométrique du domaine fluide : les termes dissipatifs négligés usuellement en acoustique doivent être pris en compte (Beltman, 1998). Nous avons donc développé une méthode de résolution spécifique du problème élasto-acoustique microfluidique.

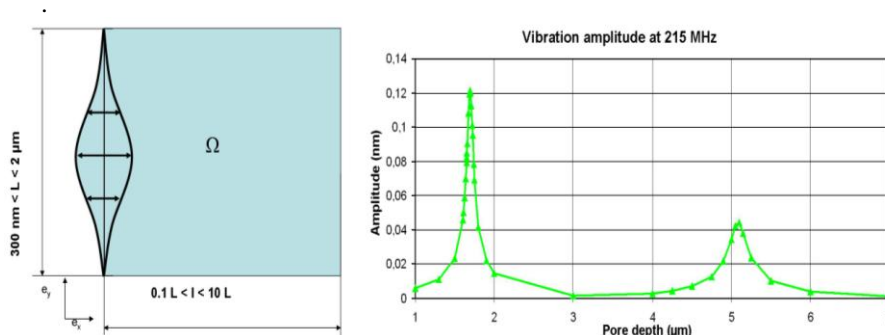
Dans un premier temps, le problème acoustique est condensé par éléments finis sur la structure élastique. Ensuite, le nouveau problème de structure élastique avec chargement fluide est résolu par discrétisation sur une base de Fourier adaptée pour respecter les conditions aux limites de plaque doublement encastrée (Lebental, non publié).

##### ***4.2 Résultats***

Les calculs réalisés pour un pore rectangulaire rempli d'eau à température et pression ambiante indiquent que, malgré les termes visqueux, le domaine est bien résonnant. Les fréquences de résonance sont décalées de quelques pourcents vers les

basses fréquences par rapport aux fréquences de résonance de l'acoustique non visqueuse.

L'amplitude des vibrations de la membrane en charge (figures 4a et 4b) dépend de la profondeur du pore. En raison de la périodicité de l'onde, plusieurs profondeurs de pore différentes peuvent conduire à la même amplitude de vibration. Des mesures à deux fréquences convenablement choisies pourraient permettre de déterminer sans ambiguïté la profondeur du pore sondé.



**Figure 1 :** Modélisation de la membrane en service. a) Géométrie. b) Amplitude de vibrations en fonction de la profondeur du pore à 215 MHz

Pour des membranes d'épaisseur inférieure à 5 nm, les amplitudes de vibration calculées sont quasi indépendantes, entre 10 MHz et 2 GHz, des propriétés physiques de la membrane. Ce comportement est un atout essentiel pour l'instrumentation, car les procédés de réalisation des dispositifs NEMS conduisent très souvent à une dispersion importante des propriétés physiques des dispositifs (Li, 2003). Il renforce aussi la pertinence du choix des nanotubes de carbone mono-paroi comme matériau de membrane, car l'emploi de ce matériau rend possible la réalisation de membranes ultraminesces.

Pour les matériaux cimentaires non saturés en eau, le cas de pores remplis d'air doit également être traité. Des résultats préliminaires indiquent que l'amplitude des vibrations de la membrane dans l'air serait de plusieurs ordres de grandeur supérieure à l'amplitude des vibrations dans l'eau, ouvrant la voie à une détection « tout ou rien » de la présence d'eau dans le pore étudié.

#### 4.3. Intérêt pour l'instrumentation

La détermination des paramètres géométriques observables des pores à partir de la seule information du déplacement moyen de la membrane est l'objectif à long terme de nos travaux. Pour la résolution du problème inverse, le comportement quasi-ondulatoire du milieu permettra probablement d'adapter les théorèmes d'observabilité développés en théorie du contrôle (Sylvester, 1987; Belishev, 2007).

De façon préliminaire, on a établi que les amplitudes de vibration dépendent d'une des dimensions caractéristiques du pore saturé. L'étude d'observabilité définira par exemple si et à quelle condition l'amplitude de vibrations du transducteur fournit bien une mesure de la dimension caractéristique du pore observé par le transducteur.

Si la conclusion est positive, la multiplication du nombre de transducteurs et donc de pores mesurés donnera alors in-situ et en temps réel un accès statistique à la courbe de porosimétrie de la porosité capillaire saturée, déjà largement utilisée en laboratoire pour la détermination de différents indicateurs de durabilité des matériaux cimentaires (Garboczi, 1996 ; Cui, 2001).

## 5. Conclusions et perspectives

Nous abordons la conception et la réalisation d'un dispositif cMUT dont la membrane est faite de nanotubes de carbone alignés. La lecture in-situ des amplitudes, le traitement du signal, l'intégration du capteur sont des questions technologiques qui doivent encore être abordées. Le capteur est conçu spécifiquement pour s'intégrer dans un système d'instrumentation capable d'être noyé au sein de matériaux cimentaires microporeux. Les résultats encourageants obtenus par la modélisation élasto-acoustique du dispositif nous ont permis de valider préliminairement à la fois le principe de mesure de la microporosité et l'application envisagée.

## Références

- Baroghel-Bouny V. et al., « Conception des bétons pour une durée de vie donnée des ouvrages – Maîtrise de la durabilité vis-à-vis de la corrosion des armatures et de l'alcali-réaction – État de l'art et guide pour la mise en oeuvre d'une approche performantielle et prédictive sur la base d'indicateurs de durabilité. », *Documents Scientifiques et Techniques de l'Association Française de Génie Civil*, AFGC, Bagneux, 252 p., juil. 2004.
- Baroghel-Bouny V., « Nouvelle approche de la durabilité du béton. Indicateurs et méthodes. », *Techniques de l'ingénieur* 2005, C2245
- Belishev M. I., « Recent progress in the boundary control method », *Inverse problems* 2007, 23 R1-R67
- Beltman W. M., « Viscothermal wave propagation including acousto-elastic interaction. Part i: theory », *J. Sound Vib.* 1999, pp. 555–586
- Branco F. A. et al., « Sensors needed for civil engineering infrastructures », *NSF-ESF Workshop « Smart structures and advanced sensors technologies »*, 26-29 Juin 2005, Santorini, Grèce.



- Cheng H. M. et al., « Large-scale and low-cost synthesis of single-walled carbon nanotubes by the catalytic pyrolysis of hydrocarbons », *Appl. Phys. Lett.* 1998, 72 pp. 3282
- Cui L. et al., « Permeability and pore structure of OPC paste », *Cement and Concrete Research* 2001, 31 pp. 277-282
- Dimaki M. et al., « Dielectrophoresis of carbon nanotubes using microelectrodes, a numerical study », *Nanotechnology* 2004, 15 pp 1095-1102
- Garboczi E. J. et al., « Modelling of the microstructure and transport properties of concrete », *Construction and Building Materials* 1996, 10 pp. 293-300
- Lebental B. et al., « Procédé et dispositif d'analyse acoustique de microporosités dans un matériau tel que le béton à l'aide d'une pluralité de transducteurs cMUTs incorporés dans le matériau », n° EN 08 57927, Brevet en cours d'évaluation.
- Lebental B. et al., « Cellule cMUT formée d'une membrane de nanotubes ou de nanofils et dispositif d'imagerie acoustique ultra haute fréquence comprenant une pluralité de telles cellules », n° EN 08 57928, Brevet en cours d'évaluation.
- Lebental B. et al., « Ecousto-elastic modeling of a vibrating plate interacting with water confined in domain of micrometric dimensions », non publié.
- Li X. et al., « Ultrathin single-crystalline-silicon cantilever resonators: Fabrication technology and significant specimen size effect on Young's modulus », *Appl. Phys. Lett.* 2003, 83 pp. 3081
- Logan A. et al., « Fabricating capacitive micromachined ultrasonic transducers with a novel silicon-nitride-based wafer bonding process », *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control* 2009, 56 pp. 1074-1084
- Lukschová Š. et al., « Petrographic identification of alkali-silica reactive aggregates in concrete from 20th century bridges », *Construction and Building Materials* 2003, 23 pp. 734-741
- Peng H. B. et al., « Ultrahigh frequency nanotube resonators », *Phys. Rev. Lett.* 2006, p. 087203
- Sylvester J. et al., « A global uniqueness theorem for an inverse boundary value problem », *Annals of mathematics* 1987, 125 pp. 153-169
- Zhou Q.F. et al., « Self-focused high frequency ultrasonic transducers based on ZnO piezoelectric films », *Appl. Phys. Lett.* 2007, p. 113502