

DEMANDE D'ALLOCATION DE RECHERCHE DE L'ED SISEO
Année universitaire 2017-2018
SUJET DE THESE

<p>1. LABORATOIRE</p> <p>Nom ou sigle : SYMME Statut : Equipe d'accueil</p>	<p>2. DIRECTION DE THÈSE</p> <p>Directeur de thèse (HDR) : Christine Barthod (MCF63 HDR) Codirecteur éventuel : Thomas Mazingue (MCF28) Camilo Hernandez (MCF63)</p>
<p>Domaine de compétences de l'ED SISEO :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Environnement x - Organisations <input type="checkbox"/> - Systèmes x 	<p>Collaborations éventuelles :</p> <ul style="list-style-type: none"> - IRCELYON (Univ Lyon I) - IJL (Univ Lorraine) - COMELEC (LA Chaux de Fonds, CH) - UQTR (Canada)

3. SUJET DE THÈSE

Titre : Conception et réalisation d'un capteur de H2 autonome à base de dispositifs RF et catalyse.

4. RESUME

Le laboratoire SYMME travaille depuis plusieurs années sur des systèmes de détection de gaz explosifs ou toxiques (H₂ et CO) par des moyens passifs. Notre approche est liée à une collaboration étroite avec l'IRCELYON [1] concernant l'activité catalytique de nanomatériaux. Le principe de fonctionnement du système de détection est de mesurer la variation de température issue de la conversion spécifique d'un gaz particulier par le catalyseur, le but étant de relier cette élévation de température à la concentration de gaz en présence à l'aide d'un transducteur. Des précédents projets ont permis d'identifier la synthèse et le dépôt de matériaux catalytiques sensibles conduisant aux propriétés requises pour une application capteur. Plusieurs types de transducteurs innovants ont été développés (projet ANR PEPS et GRAVIT CAPCO). Un banc de test évolutif a été réalisé pour caractériser les poudres synthétisées et les capteurs réalisés.

Depuis 2014, un transducteur [SAW](#) (Surface Acoustic Waves pour "ondes élastiques de surface") est à l'étude dans le cadre de la thèse ADR de Leonardo PEREZ (2014-2017) et des projets AAP Générique USMB SAGA et CARGO. Ce dispositif filaire fonctionne entre 30 et 100 MHz. Il se présente sous la forme d'une ligne à retard, sur laquelle est déposé le matériau actif catalytique. Le principe de détection avec un SAW a été prouvé avec un temps de réponse très court (5 s) et une limite de détection est située vers 800 ppm. L'analyse de la dérivée temporelle du signal donne des pics dont la hauteur est quasi linéaire avec la concentration dans la gamme 800-4000 ppm de H₂ dans l'air sec.

Le projet de thèse s'inscrit dans une démarche de continuité de la thèse de Leonardo PEREZ (soutenance prévue en septembre 2017). Il s'agit de développer un capteur basé sur le même principe de détection (SAW + catalyse), mais avec une utilisation du dispositif SAW RF pour proposer un capteur autonome sans fil (interrogation à distance). Le candidat aura un profil instrumentation et matériaux. Il aura à disposition le banc de test qui est opérationnel et des moyens de caractérisation des matériaux (XRD, MEB, ...). Il sera épaulé des membres du laboratoire SYMME ayant des compétences en électronique et instrumentation et en matériaux fonctionnels. Il sera amené à travailler en collaboration avec divers partenaires académiques (IRCELYON, IJL [2], UQTR [3]) et industriels (COMELEC [4]). Le but est de réaliser un démonstrateur de principe à l'issue des 3 ans, ce qui donnera l'impulsion à SYMME pour proposer des solutions à la filière hydrogène, vecteur énergétique prometteur. Ce projet s'inscrit pleinement dans les axes Systèmes et Environnement de l'école Doctorale SISEO, et dans la thématique Mécatronique et Physique de l'Université Savoie Mont Blanc.

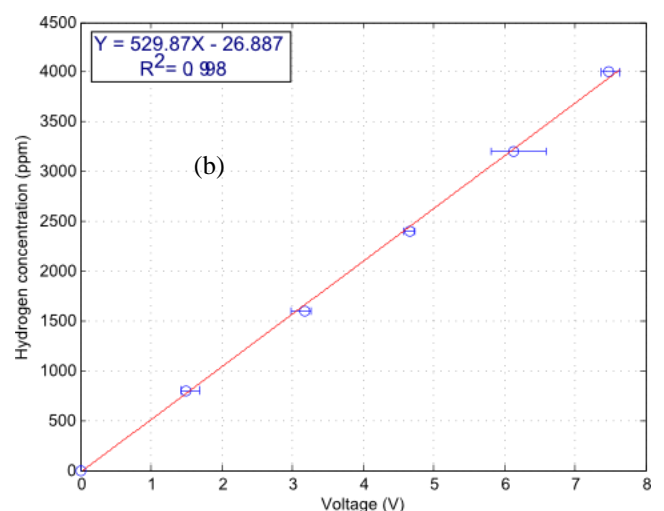
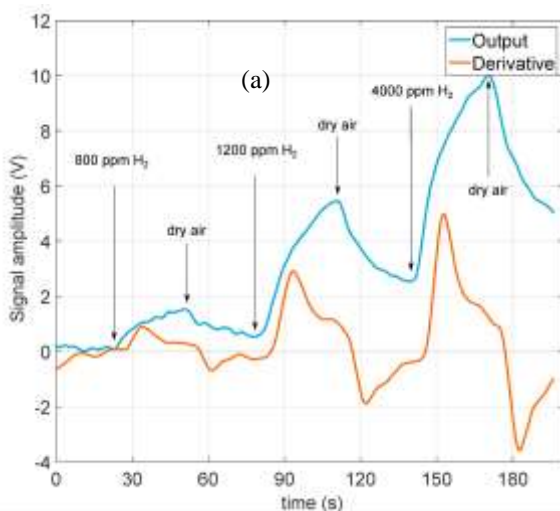
5. PROJET DE RECHERCHE DETAILLE

Contexte

Le durcissement des normes concernant les émissions d'agents polluants (seuil et vitesse de détection) nécessite l'émergence d'une nouvelle génération de capteurs de gaz. Le laboratoire SYMME s'insère dans cette problématique depuis plusieurs années avec l'IRCELYON à travers différents projets. Ces derniers visent à intégrer des nanoparticules catalytiques à base d'or ou de platine dans un dispositif électronique (financement GRAVIT CAPCO 2009), photonique (financement ANR PEPS 2010), ou encore piézoélectrique (AAPG USMB SAGA 2015 et CARGO 2017) pour la détection du monoxyde carbone (CO) et de l'hydrogène (H₂). Ces gaz représentent des enjeux majeurs : intoxications aux conséquences graves pour le CO, détection de fuites de H₂ dans les systèmes de stockage de piles à combustibles. Les contraintes liées à l'utilisation du H₂ nous ont amenés à étudier des systèmes de transduction passifs, c'est-à-dire ne nécessitant pas d'apport d'énergie ou de courant électrique sur le lieu de mesure.

Tous les projets cités ci-dessus reposent sur l'idée suivante : mesurer le dégagement de chaleur issu de la conversion spécifique du CO et du H₂ par différentes poudres de nanomatériaux (Au/ZrO₂, Au/CeO₂, Pd/Pt) et relier cette élévation de température à la concentration des gaz en présence. L'avantage de l'utilisation de ces matériaux est leur régénération en fin de réaction à température ambiante, ce qui induit une réversibilité sans apport d'énergie, propriété qui n'existe pas dans les capteurs de gaz actuels.

Ainsi, au cours des précédents projets, nous avons pu identifier les voies de synthèse et de dépôt des catalyseurs pour leur utilisation en tant que matériau sensible dans un capteur [5]. Leur intégration sur des transducteurs photoniques a été démontrée [6]. Mais le phénomène de diffusion de la chaleur produite lors de la réaction catalytique au travers des couches optiques est très lent. Les temps de réponse observés sont très grands (plusieurs minutes) et ne sont pas adaptés à la détection du H₂. La thèse ADR entamée en 2014 par Leonardo Perez avait pour but de substituer le composant photonique par un transducteur de type SAW (Surface Acoustic Waves – ondes élastiques de surface). Ce dispositif est extrêmement sensible à toute perturbation physique intervenant proche de sa surface. L'approche théorique d'un tel capteur a été validée [7] et le principe physique a été démontré en collaboration avec IJL et IRCELYON. Les figures ci-dessous montrent que le temps de réponse du capteur est de l'ordre de 5 s, que la réponse est linéaire pour une gamme de concentration de 800 à 4000 ppm, et que les mesures sont répétables.



(a) Réponse du capteur à différentes concentrations de H₂ et (b) Linéarité de la réponse

La littérature montre qu'aucun article concernant un capteur reposant sur l'utilisation de catalyseurs et de SAW n'a été publié à ce jour. Ces résultats innovants sont toutefois obtenus avec un dispositif filaire. Le signal est donc transporté en

entrée et en sortie du transducteur par un courant électrique. Or, les transducteurs SAW sont des composants passifs, pouvant être interrogés à distance sans électronique ni source d'énergie embarquée.

Description et objectif du travail

L'objectif de la thèse proposée est donc de développer un transducteur passif et autonome fonctionnant sur le même principe de détection (SAW + catalyse), mais avec une interrogation RF. La finalité, à l'issue des 3 ans de financement, est de réaliser un démonstrateur de principe utilisant une nanopoudre catalytique comme matériau sensible sur un transducteur RF. Le travail de thèse se situe dans le cadre d'une recherche finalisée multidisciplinaire. Il s'effectuera au laboratoire SYMME, en accord avec ses thématiques de recherche. Par ailleurs, le projet entre dans les axes Systèmes et Environnement de l'Ecole doctorale SISEO de l'Université Savoie Mont Blanc.

Le projet doctoral est axé sur le développement d'un capteur de gaz SAW sans fil, autonome, et pouvant éventuellement fonctionner en réseau. Les performances attendues sont donc :

- abaissement du temps de réponse,
- réversibilité, durabilité et fiabilité à température ambiante,
- possibilité de développer un transducteur passif et autonome.

Ce sujet constitue un défi scientifique car l'état de l'art actuel montre que la sensibilité des capteurs SAW de température sans fil est de l'ordre du K [8]. Ceci pourrait limiter les performances attendues en termes de seuil de détection. De plus, l'instrumentation à prévoir en amont et aval du transducteur doit tenir compte de contraintes fortes : simplicité de l'électronique et de sa mise en œuvre (raison de coût du capteur), signaux RF à très faibles rapports signal/bruit. Enfin, en fonction des dimensions du dispositif, la méthode d'intégration du matériau devra être revue et adaptée.

D'autres voies en termes de composants sont aussi à explorer. La collaboration naissante avec l'UQTR a ouvert des voies de recherche sur des capteurs de H₂ à base de résonateurs RF. Il est possible de les implémenter avec des matériaux sensibles et de développer l'instrumentation nécessaire à leur fonctionnement. Des résultats préliminaires montrent des phénomènes de couplages multi-physiques qu'il reste à interpréter (interaction avec le H₂ – transferts thermiques – propriétés diélectriques RF).

La thèse sera donc principalement axée sur l'instrumentation et comportera aussi une partie physique des matériaux. Les tâches suivantes ont été identifiées :

Partie Instrumentation

- Implémentation du banc
- Conception de l'instrumentation RF
- Réalisation des démonstrateurs de principe (collaboration IJL et UQTR)
- Métrologie : mesure des performances du démonstrateur

Partie physique des matériaux

- Intégration de la poudre : optimisation de la méthode de dépôt utilisée (collaboration IRCELYON et COMELEC)
- Optimisation dispositif SAW : choix du substrat piézoélectrique, du métal constituant les électrodes, leur design (collaboration IJL et UQTR)
- Interprétation des phénomènes liés aux couplages multi-physiques.

Le doctorant aura à disposition le banc instrumenté pour les tests de sensibilité aux gaz. Ces moyens de caractérisation sont opérationnels et peuvent mener rapidement à un nombre important de publications tant dans le domaine des matériaux que dans celui des capteurs de gaz.

Enjeux

Ces travaux font directement suite aux projets ANR PEPS (2010-2013) et CAPCO (2010) qui eux même s'appuyaient sur la valorisation du brevet sur les poudres intermétalliques à base d'or, déposé conjointement par SYMME et IRCELYON [9]. Aujourd'hui, la thématique capteurs de gaz est bien établie au laboratoire SYMME qui s'est équipé d'un banc de test pour valoriser son savoir-faire en matériaux et systèmes. L'optimisation du banc permettra à terme de caractériser de

nombreux types de matériaux sensibles à différents gaz, et de tester des capteurs issus de différentes technologies. De plus, les compétences développées sur les capteurs SAW au travers des projets soutenus par l'USMB (SAGA 2015 et CARGO 2017) renforcent cette thématique qui s'insère idéalement dans les activités de SYMME pour proposer des solutions innovantes dans la détection de gaz. Des retombées scientifiques sont donc attendues dans le domaine des capteurs de gaz, mais aussi des matériaux ainsi qu'en instrumentation. Les enjeux économiques sont considérables : l'émergence d'un capteur de H₂ à haute performance sans fil et autonome répondrait à des problématiques industrielles sans solution à l'heure actuelle.

Enfin, le projet doctoral permettra à la personne recrutée de développer ses compétences scientifiques, techniques et de gestion de projet, lui assurant à terme une bonne insertion professionnelle.

6. CANDIDAT RECHERCHE :

La personne candidate aura idéalement des compétences en instrumentation et électronique RF. Elle devra être familière avec la programmation LabVIEW et posséder des notions en conception mécanique, de manière à optimiser le banc de mesure mis en place au laboratoire SYMME, et à développer le transducteur RF qui permettra d'exploiter le signal issu de la poudre catalytique. Une ouverture vers la synthèse et la caractérisation de matériaux sera appréciée. Ayant un gout prononcé pour l'expérimentation et une culture scientifique large, la personne recrutée sera capable de travailler de manière autonome dans une équipe aux compétences variées et possèdera un bon esprit de synthèse.

7. FINANCEMENT DE LA THESE : *Le contrat doctoral fixe une rémunération minimale, indexée sur l'évolution des rémunérations de la fonction publique : depuis le 1er février 2017, elle s'élève à **1768,55 euros bruts mensuels** pour une activité de recherche seule. Un avenant attributif d'une mission complémentaire d'enseignement est possible pour une durée de 2 ans. Sous réserve de la publication de l'arrêté fixant le taux de rémunération des heures complémentaires, la rémunération mensuelle sera de 220,80 euros bruts pour 64 heures ETD par année universitaire.*

8. CONTACT :

Nom prénom : MAZINGUE Thomas

Tél : 04 50 09 65 68

Email : thomas.mazingue@univ-smb.fr

[1] IRCELYON : Institut de Recherche sur la Catalyse et l'Environnement de Lyon (<http://www.ircelyon.univ-lyon1.fr/>)

[2] IJL : Institut Jean Lamour : <http://ijl.univ-lorraine.fr/>

[3] UQTR : Université du Québec à Trois-Rivières, [Laboratoire de MicroSystèmes et Télécommunications](http://www.uqtr.ca/fr/les-recherches/le-laboratoire-de-microsystemes-et-telecommunications)

[4] COMELEC : <http://www.comelec.ch/fr/index.php>

[5] T. Mazingue et al., J. Sens. Sens. Syst., **3**, 273 (2014)

[6] T. Mazingue et al., Sens & Act B, **222**, 133 (2016)

[7] L. Perez et al. Sens & Act A, **251**, 35 (2016)

[8] A. Stelzer et al., Measurement, **41**, 579, 2008

[9] Brevet mondial WO/2007/080275, Production of a material comprising a mixture of noble metal nanoparticles and rare-earth oxide nanoparticles, Lomello-Tafin M, Rousset J.-L., Moreau J.-M., Ait Chaou A., Morfin F.