Etude et réalisation par lithographie électronique de dispositifs à ondes acoustiques de surface à structure multicouche : des filtres pour la bande X aux capteurs de liquide

Philippe Kirsch

▶ **To cite this version:**

Philippe Kirsch. Etude et réalisation par lithographie électronique de dispositifs à ondes acoustiques de surface à structure multicouche : des filtres pour la bande X aux capteurs de liquide. Autre. Université Henri Poincaré - Nancy 1, 2007. Français. NNT : 2007NAN10125 . tel-01748250

HAL Id: tel-01748250
https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01748250

Submitted on 29 Mar 2018

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.

AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4
Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10
http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php
http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm

Faculté des Sciences et Techniques
U.F.R. Sciences et Techniques de la Matière et des Procédés
Ecole Doctorale EMMA

Thèse

présentée pour l'obtention du titre de

Docteur de l'Université Henri Poincaré, Nancy I

Spécialité : Plasmas, Optique, Opto-Électronique et Micro-Nanosystèmes

par

Philippe Jean Charles Kirsch
Ingénieur diplômé en microtechnique
Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne

Étude et réalisation par lithographie électronique de dispositifs à ondes acoustiques de surface à structure multicouche : Des filtres pour la bande X aux capteurs de liquide

Soutenue publiquement le 13 novembre 2007 devant la comission d'examen

Rapporteurs :	Dr. R. Jiménez-Riobóo	Chercheur, ICMM, CSIC, Madrid (E)
	Prof. Dr. R. Pelster	Professeur, UdS, Sarrebruck (D)
Examinateurs :	Prof. Dr. B. Agius	Professeur, Université Paris-Sud (F)
	Prof. Dr. H.-N. Migeon	Professeur, CRPGL, Belvaux (L)
	Prof. Dr. P. Alnot	Professeur, UHP, Nancy (F) (directeur de thèse)
	Dr. M.B. Assouar	Chargé de Recherches CNRS, UHP, Nancy (F) (co-directeur de thèse)

Laboratoire de Physique des Milieux Ionisés et Applications
Faculté des Sciences et Techniques, UHP, BP239 - 54506 Vandoeuvre-lés-Nancy Cedex

It's better to burn out than to fade away.

Kurt D. Cobain
American grunge rock musician, guitarist, singer and songwriter (1967 - 1994)

Remerciements

Cette thèse a été effectuée au Laboratoire de Physique des Milieux Ionisés et Applications de l'Université Henri Poincaré de Nancy, en collaboration avec le Centre de Recherche Publique Gabriel Lippmann.

Je remercie Monsieur Bernard Weber, directeur de recherche au CNRS, et Monsieur Jamal Bougdira, Professeur à l'Université Henri Poincaré, ancien directeur et directeur actuel du LPMIA pour m'avoir accueilli au sein de leur laboratoire en tant que doctorant.

Je remercie sincèrement Monsieur Patrick Alnot, Professeur à l'Université Henri Poincaré, et Monsieur Badreddine Assouar, Chargé de recherches CNRS, d'avoir accepté d'encadrer cette thèse et de m'avoir accompagné et conseillé au cours de ce travail. J'aimerai plus particulièrement remercier Dr. Badreddine Assouar pour son assistance soutenue aussi bien au niveau organisationnel que personnel lors de ces trois ans.

Je remercie Monsieur Herni-Noël Migeon, directeur du laboratoire Science et Analyse des Matériaux au Centre de Recherche Publique Gabriel Lippmann, pour m'avoir accueilli en tant que stagiaire au sein de son laboratoire. J'aimerai également remercier le Ministère de la Culture, de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche du Grand-Duché de Luxembourg pour m'avoir accordé une Bourse Formation-Recherche permettant de réaliser ce travail.

Je remercie Monsieur Rafaël Jiménez-Riobóo, chercheur à l'institut des Sciences des Matériaux à Madrid, et Monsieur Rolf Pelster, Professeur à l'Université de la Sarre, pour avoir accepté d'être rapporteurs de ce mémoire.

Je remercie Monsieur Bernard Agius, Professeur à l'Université Paris-Sud, pour avoir accepté de présider le jury de thèse.

Je remercie Monsieur Coriolan Tiusan, chercheur CNRS au Laboratoire de Physique des Matériaux, pour son aide lors des analyses AFM effectuées.

J'aimerai aussi remercier Mohammed Belmahi, Denis Beyssen, Jean-Luc Briançon, Omar Elmazria, Julien Eschbach, Michel Fabry, Tarek Lamara, Robert Hugon, Sophie Klein, Laurent LeBrizoual, Felicidade Moreira, Jean-François Pautex, Pascal Nicolay, Didier Rouxel, Fred Sarry, Nathalie Turki, Brice Vincent, Henri-Noel Migeon, Marc Botreau, Jean-Nicolas Audinot, David Duday pour toutes les discussions que nous avons eues, qui m'ont aidé à trouver mon chemin.

Je remercie aussi Dominique Mulot, pour avoir réalisé toutes les pièces mécaniques conçues et nécessaires à la réalisation de ce travail.

J'aimerai également remercier Prof. Dr. Sergei Zghoon pour être venu juste au bon moment pour discuter et m'aider à comprendre...

J'aimerai enfin remercier tous les gens qui m'ont aidé et soutenu lors ces trois ans intéressants, parfois aussi difficiles. J'aimerai donc remercier mes parents Claudine et Léon, ma soeur Françoise et Margot pour tout le soutient qu'ils on pu me donner, ainsi que Tom, Christian, Patrick et Sophie, Bob et Marc.

Philippe Kirsch, Novembre 2007

Table des matières

Introduction (Français) **1**

Introduction (English) **5**

1 Dispositifs SAW : Un tour d'horizon **11**
1.1 Le contexte de la thèse 13
1.2 Les intérêts industriels 15
1.3 Historique 18
1.4 Piézoélectricité et ondes acoustiques de surface 23
1.5 Matériaux piézoélectriques 36
1.6 Types d'ondes SAW et applications 39
1.7 Conclusion 47

2 Procédés de réalisation **55**
2.1 Introduction 57
2.2 Les procédés des micro- et nanotechnologies 58
2.3 Le procédé de réalisation de structures IDT par lithographie électronique . 100
2.4 Les méthodes d'analyse utilisées en technologie intégrée 108
2.5 μ-Canaux 113
2.6 Conclusion 114

3 Dispositifs SAW pour la bande X **121**
3.1 Introduction 122
3.2 Dispositifs à base de matériaux massifs isolants 124
3.3 Dispositifs SAW à structure multicouche AlN/diamant pour la bande X . . 135
3.4 Discussion 161

4 Capteurs de liquide à ondes de Love **167**
4.1 Introduction 169
4.2 Le capteur de liquide *Liquichip* 183
4.3 Caractérisation de la structure $LiTaO_3/SiO2$ 200
4.4 Caractérisation des capteurs réalisés 207

4.5 Conclusion 231

Conclusion générale et perspectives **241**

General conclusion and perspectives **245**

Annexes

A Formats des fichiers **251**
A.1 CIF 251
A.2 DXF 251
A.3 PG3600 252

B Quelques autres types de capteurs **255**
B.1 Les capteurs optiques 255
B.2 Les capteurs de grandeurs mécaniques 256
B.3 Les capteurs thermiques 257
B.4 Les capteurs de débit 257
B.5 Les capteurs magnétiques 257
B.6 Les capteurs électro-chimiques 257

C Le masque optique utilisé pour le capteur *Liquichip* **261**

D Plans du système de réceptacle **263**
D.1 Base du système de réceptacle 263
D.2 Applicateur de pression 264
D.3 Couvercle de protection mécanique 265
D.4 Connecteur hydraulique 266
D.5 Support pour la base 267
D.6 Platine électronique 268

Table des figures **276**

Liste des tableaux **278**

Publications **279**

Curriculum vitae **281**

Autorisation d'impression **283**

Introduction (Français)

Depuis toujours, l'homme a su inventer des outils et des ustensiles, suite à un besoin découlant de son style et son rythme de vie en évolution permanente, en s'inspirant souvent auprès de la nature, qui a su développer un nombre incroyable de solutions efficaces et ingénieuses pour tous ses êtres.

Nombreux sont les essais de l'homme de créer la vie, qu'elle soit biologique ou artificielle, et ce toujours dans un but pour s'aider soi-même, se simplifier la vie, déléguer des tâches monotones ou dangereuses. Dans ce contexte, nous aimerions simplement citer deux exemples assez récents, parmi tant d'autres pour illustrer cette quête éternelle de l'homme. Le premier exemple a vu le jour le 22 février 1997 : Dolly le mouton. C'est le premier être vivant cloné par l'homme à partir d'une cellule adulte [1]. La recherche en génétique tente de comprendre le génome humain et animal pour par exemple croître des organes à partir du code génétique d'une personne atteinte d'une maladie grave ayant besoin d'une greffe d'organe.

Une autre façon de se simplifier la vie, en copiant la nature, est la fabrication de robots permettant d'exécuter des tâches monotones ou se déroulant dans des environnements dangereux (chaleur, vide, produits chimiques, etc.). Depuis longtemps, l'homme essaie de fabriquer des robots, à son image, qui sont plus ou moins performants. Le deuxième exemple que nous aimerions citer est le robot humanoïde ASIMO [2]. Avec les développements des dernières années, on peut s'imaginer que l'on puisse se faire assister, par exemple pour les travaux quotidiens du ménage, par un tel robot humanoïde. Afin de pouvoir réaliser un tel robot, il faut le doter de certaines aptitudes pour pouvoir interagir avec le monde qui l'entoure. Il faut qu'il puisse récolter des informations sur son entourage, il a donc besoin de sens comparables à ceux de l'homme. En considérant les cinq sens de l'homme, on constate qu'il existe des caméras dont les performances dépassent de loin celles des yeux humains, de même que pour des microphones, que l'on peut considérer comme oreilles artificielles. Pour imiter le toucher, il y également un nombre élevé de capteurs de pression, de contraintes mécaniques pour quantifier différents types de contraintes, des capteurs de température, etc. Seuls le goût et l'odorat sont les deux sens, qui, malgré de nombreux efforts ces dernières années, ne sont qu'accessibles de façon très limité à l'aide de capteurs ayant un temps de réponse acceptable, une réponse fiable et reproductible sur une période de fonctionnement plus ou moins longue et un champ d'ap-

plication pas trop limité. Il est intéressant de constater que, de même que chez l'homme, où le goût et l'odorat son étroitement liés, nombre de capteurs destinés à réagir avec des liquides (goût) ou des gazes (odorat) sont basés sur le même principe de fonctionnement qui font intervenir des ondes acoustiques de surface.

Même si cette rêverie du « robot-à-tout-faire » est encore loin d'aboutir, il y a bon nombre d'applications utiles et pratiques pour un capteur de liquide tel qu'il à été évoqué ci-dessus. Le contrôle de qualité dans l'industrie alimentaire, des applications dans l'industrie automobile (détermination de la qualité du carburant, mesure de la concentration en antigel du réservoir lave-vitres, etc.), dans l'industrie chimique (vérification des concentrations sur une chaîne de synthèse in situ et en temps réel) et finalement les applications possibles dans le domaine du biomédical (capteurs biologiques en milieu liquide, systèmes "Lab-on-Chip" et laboratoires d'analyse intégrés ($\mu - TAS$, Micro-Total-Analysis-System) sont les incitations à développer un capteur qui puisse, du moins en partie, convenir à ces besoins.

Et pour revenir un peu en arrière, pour un bref moment... Considérons les deux exemples que nous venons de citer ci-dessus. Dolly, le mouton et ASIMO le robot répondent certes à des besoins concrets et matériels, mais il ne faut pas oublier un autre aspect qui est certainement aussi vital que ceux cités ci-dessus : le contact social et la communication. Le mouton, animal domestique depuis longtemps, a servi dans ce cas de figure comme candidat pour tester le clonage. ASIMO, qui est censé s'occuper de certaines tâches domestiques, aura peut-être aussi un rôle complètement différent : « animal » de compagnie et assistant pour personnes âgées, handicapés, etc. Il devra donc être en mesure de communiquer. Nous nous sommes laissés emporter vers un futur plus ou moins lointain, néanmoins le besoin de communication est né avec l'homme. Ayant à la main des technologies pour développer le capteur dont nous venons de parler au paragraphe précédent, nous pouvons utiliser ces mêmes technologies pour participer à l'évolution de composants très importants dans le domaine des télécommunications actuelles : les filtres électriques passe-bande à ondes acoustiques de surface.

Nous allons d'abord nous concentrer sur la réalisation de filtres électriques passe-bande pour la bande X réalisés à l'aide de structures multicouches en utilisant la lithographie électronique, puis nous allons utiliser les mêmes technologies pour développer et réaliser un capteur de liquide à ondes de Love.

Dans cette thèse, nous allons donc aborder le problème de la réalisation d'un tel capteur de liquide d'abord avec une approche « *top-down* » dans les deux premiers chapitres afin de faire une sélection des principes de fonctionnement de capteurs qui est le mieux adaptée à la détection en milieu liquide et des technologies existantes parmi lesquelles il faudra choisir celles qui sont accessibles et permettant de réaliser le but proposé. Dans une deuxième étape, nous allons plutôt adopter une approche « *bottom-up* » pour réaliser et analyser, étape par étape, le capteur de liquide visé.

Les premier chapitre tentera de définir le contexte de la thèse (section 1.1), et de donner un aperçu des intérêts industriels (section 1.2), de l'évolution des dispositifs à ondes acoustiques de surface au cours des dernières décennies (section 1.3). Un aperçu général de l'effet piézoélectrique (section 1.4), de quelques matériaux piézoélectriques (section 1.5), des structures SAW (Surface Acoustic Waves, ondes acoustiques de surface) ainsi que des différents types d'ondes qui existent (section 1.6) sera donné, pour terminer sur une conclusion générale concernant les sujets traités (section 1.7).

Le deuxième chapitre présentera les différentes techniques et technologies de fabrication utilisés pour réaliser des systèmes intégrés, avec un point fort sur la lithographie électronique. L'introduction (section 2.1) tentera de donner un rapide aperçu du chapitre. La section 2.2 présentera les technologies et procédés de fabrication et de réalisation utilisés en technologie intégrée, c.-à-d. en micro- et nanotechnologie, de façon générale, en faisant un tour d'horizon des techniques les plus couramment utilisées. La section 2.3 présentera les procédés de réalisation utilisés au cours de cette thèse plus en détail avec un point fort sur la lithographie électronique. Comme il faut vérifier que les réalisations faites correspondent bien au cahier des charges initial, la section 2.4 donnera un bref aperçu des méthodes de mesure et de caractérisation utilisées au cours de cette thèse pour caractériser les échantillons et dispositifs réalisés. Nous allons également parler des premiers essais que nous avons entrepris pour réaliser des μ-canaux (section 2.5), pour terminer par la conclusion du chapitre à la section 2.6.

Le troisième chapitre se consacrera à la première partie des réalisations concrètes réalisées au cours de cette thèse, à savoir les filtres électriques à base d'ondes acoustiques de surface pour la bande X. Pendant que l'introduction (section 3.1) donnera quelques brefs rappels de la théorie des ondes acoustiques de surface et des méthodes de génération présentées en détail au chapitre 1, ainsi que quelques définitions et conventions définies et utilisées au cours de cette thèse, la section 3.2 entrera dans le vif de la matière en présentant les dispositifs réalisés sur matériaux massifs tels que le tantalate de lithium ($LiTaO_3$) et le niobate de lithium ($LiNbO_3$), en commençant par le détail du procédé de réalisation utilisé et les difficultés rencontrées. La section 3.3 se consacrera aux réalisations faites sur des structures multicouches à base de nitrure d'aluminium sur diamant ($AlN/Diamant$) en expliquant les propriétés du diamant polycristallin auto-porté, du nitrure d'aluminium et les propriétés résultant de la combinaison des deux matériaux en structure multicouche, ainsi que les procédés de réalisation du diamant polycristallin auto-porté et du nitrure d'aluminium. Nous allons ensuite présenter les dispositifs à ondes acoustiques de surface réalisés sur cette structure multicouche et leur caractérisation fréquentielle, leur facteur de couplage électromécanique ainsi que leur stabilité en température. Nous terminerons ce chapitre par une discussion générale traitant les résultats obtenus et les observations faites (section 3.4).

Le quatrième chapitre se consacrera entièrement aux capteurs de liquide à ondes de Love. La section 4.1 présentera de façon générale les capteurs intégrés et leur évolution, les différents types de capteurs, les caractéristiques importantes d'un capteur et un résumé des capteurs utilisant l'acoustique. Nous allons ensuite aborder les capteurs de liquide à ondes de Love, pour présenter leur structure, les différents mécanismes de détection coexistants et un petit inventaire des capteurs de liquide à ondes de cisaillement trouvés dans la littérature. Nous terminerons cette première section par l'explication de la volonté de travailler à très haute fréquence et l'explication du choix de la structure $LiTaO_3/SiO_2$ finalement retenue. La section 4.2 présentera la conception et le développement du capteur de liquide à ondes de Love dénommé *Liquichip* en partant de réalisations trouvées dans la littérature pour pouvoir déterminer des ordres de grandeur pour les paramètres importants du capteur. Nous allons ensuite décrire les défis à relever pour rendre la réalisation d'un capteur de liquide intégré fonctionnant à très haute fréquence possible, et les solutions adoptés. Nous procéderons à la description détaillée du procédé de réalisation et à la description détaillée de l'assemblage du système *Liquichip* complet. Nous présenterons les premières caractérisations effectuées sur la structure $LiTaO_3/SiO_2$ à la section 4.3 et la génération des ondes de Love, en comparant également des dispositifs réalisés au chapitre 3 à ceux réalisés dans le contexte du capteur *Liquichip* pour souligner les différences au niveau de leur réponse fréquentielle. A la section 4.4, nous expliquerons le banc de mesure réalisé afin de pouvoir réaliser des mesures à l'aide du capteur réalisé en régime dynamique et nous présenterons les premiers résultats de mesure obtenus pour quelques liquides de nature différente. Nous aborderons les difficultés rencontrées lors des premières mesures pour proposer des solutions permettant de se défaire de ces difficultés. Une solution présentée est l'utilisation de traitement du signal numérique, qui sera appliquée aux résultats finaux engregistrés et illustrés par la suite. Nous terminerons le chapitre 4 par une discussion générale des avantages et difficultés que présente le système *Liquichip* et que nous avons pu identifier lors de son utilisation et de sa caractérisation (section 4.5).

La dernière partie de cette thèse, intitulée *Conclusion générale et perspectives*, donnera un résumé de tous les résultats importants, intéressants et surtout innovants obtenus au cours de cette thèse. Nous tenterons également de tracer une éventuelle suite à ce projet en discutant les limitations du système réalisé afin de le rendre plus performant.

Cette thèse s'est déroulée dans un cadre européen (financements, coopérations, stages, etc.), c'est pourquoi nous avons également désiré faire les démarches nécessaires pour que cette thèse réponde aux critères pour obtenir sa reconnaissance en tant que doctorat européen. C'est pour cette raison que nous avons pris la liberté de rajouter une version anglaise de l'introduction et de la conclusion générale à ce manuscrit. Les versions anglaises suivent directement les versions françaises de l'introduction et de la conclusion générale.

Introduction (English)

Since the beginning of mankind, man has always known to invent the tools he needed to cover a need or to fulfill a certain task arising from his way of life and lifestyle, which also has been in constant motion and evolution. He would most of the time find his inspiration in nature, which has developed a shear unlimited number of efficient and elegant solutions for all its beings.

Countless have been the tries of mankind to create, or recreate life in whatever form, be it biological or artificial. The driving force behind these efforts was always the will for self-improvement, to make life easier, or simply to get rid of monotonous or dangerous tasks. Within this precise context, we would like to cite just two examples illustrating this eternal quest for creation by mentioning two quite recent achievements. The first one happened on February 22^{nd} 1997 : The birth of Dolly the sheep [1]. Dolly was the first living animal that had been cloned from an adult cell by man. Genetic research struggles to understand the genome of all living creatures in order to get some fair use out of it like growing an organ from the genetic code of a person in need of a transplant because of an accident or a severe illness.

Another way of making life easier, by copying nature, would be the creation of a robot who can take over monotonous tasks, tasks to be fulfilled in dangerous environmental situations (heat, vacuum, chemical substances, etc.). Mankind has been working on the creation of robots, which would be as similar to humans as possible, with varying performances in various domains, already for a long time. The second example we would like to cite is the humanoid robot ASIMO [2]. Considering technological improvements during the last few years, one could imagine to get help from such a robot with the daily household keeping business. In order to build such a robot, it needs a certain amount of skills to successfully interact with its surrounding. Considering the five senses of the human being, we can say that some of these senses have been successfully been reproduced by technical inventions. Nowadays, there are cameras widely exceeding the performances of the human eye. We find the same situation for microphones, which can be considered as artificial ears. In order to imitate the touch, we find a huge amount of highly developed pressure sensors, mechanic gauges, temperature sensors, etc. The only senses that still lack technological equivalents, nonetheless all efforts in research and development, are the taste and the smell. The sensors available for these purposes often lack fast response times

and a reproducible and reliable operation within a merely large application field over a reasonably long period of time. An interesting observation to be made is that the tight interaction between the taste and the smell of humans also exists with the sensors that have been developed for these applications ; both of these kinds of sensors rely on surface acoustic waves.

Even if this dream of a « robot-does-it-all » is yet to come, there are quite a few good and interesting applications for such a liquid sensor as it was just described above. Quality control in the food industry, applications in the automotive industry (quality control of the gas, measurement of the antifreeze concentration, etc.) and security applications in the chemical industry, as well as possible applications in biomedical fields such as Lab-on-Chip devices or integrated Total-Analysis-Systems seem to be promising goals to get involved into development of such sensors.

Just to head back a little, to what we just said before... Let's reconsider the two examples we just mentioned above. Dolly the sheep and ASIMO the robot clearly respond to immediate and concrete needs, but there is yet another dimension to all this, which may be even more vital than what we just discussed before : social relations and communication. Sheep have been domestic animals for quite a long time, so it should be no wonder that it served as a test candidate for cloning. Take ASIMO ; one of his intended uses certainly relates to household matters, but it is nevertheless imaginable that it could have a completely different action range : it could be a domestic « animal » for elderly or disabled people. It would be required to communicate in an adequate way. Well, we pushed the idea quite far, all of this is still to come in some time, but the need to communicate was born with humanity. As we have at our hands the technology to develop the above mentioned sensor, we might as well use it to participate in the development of new components of high importance for the upcoming generations of telecommunication : electric band-pass filters based on surface acoustic wave devices.

First we will concentrate on the realiztion of electric band-pass filters for the X band realized on layered structures using electron beam lithography. Then we will use the same technologies and the knowledge and experience acquired to develop and realize a liquid sensor based on Love waves.

In this thesis we will approach the realization of such a sensor starting with a « *top-down* » approach during the first two chapters, in order to make a selection of sensor operation principles best suited for liquid sensing applications, but also to choose the adequate realization technologies an processes in order to fulfill our goal. During the second step, we will then adopt a so-called « *bottom-up* » approach in order to realize and analyze, step by step, the targeted liquid sensor.

The first chapter will define the context of this thesis (section 1.1) and it will present the economic and industrial importance of the subject (section 1.2). Furthermore, we will present the historical discoveries that made surface acoustic wave devices possible and

their evolution during the last decades (section 1.3). We will present piezo-electricity in general (section 1.4), as well as some commonly used piezoelectric materials (section 1.5). We will talk about surface acoustic wave devices more in detail (section 1.6) as well as about the different types of surface acoustic waves and their possible applications, to finish with a small chapter conclusion (section 1.7).

The second chapter will give a general overview of commonly used realization processes and technologies used in micro-fabrication, where an important part to be covered will be electron beam lithography. The chapter introduction (section 2.1) will give a quick overview of the chapter structure. Section 2.2 will present the technology and fabrication processes commonly used in integrated technologies. Section 2.3 will give a more detailed overview of all those fabrication technologies used during this thesis, considering electron beam lithography to be an essential element. Section 2.4 will give a brief overview of all the measurement techniques and characterization technologies used during this thesis to verify that we obtain what we have been looking for. We will hen present our first results about realization attempts of μ-channels (section 2.5). Again, we will finish with a short chapter conclusion (section 2.6).

The third chapter will present the first results obtained during the work of this thesis : the realization of electric band-pass filters based on surface acoustic waves for the X band. While section 3.1 will give an introductory repetition of acoustic wave theory and surface acoustic wave generation presented in chapter 1, section 3.2 will proceed with the presentation of fully functional electric band-pass filters realized on lithium tantalate and lithium niobate substrates, by explaining, at the beginning, the newly developed realization process necessary to overcome local charge accumulation phenomena during electron beam exposure because of the highly resistive materials used. Section 3.3 will present the realized devices using diamond substrates and aluminum nitride transducer layers to achieve higher filter frequencies with detailed information about material realization processes and properties of all involved materials. We will take an indepth look at their temperature behaviour and the electromechanical coupling coefficient. All obtained results will be discussed in the chapter discussion (section 3.4).

The fourth chapter will be entirely dedicated to liquid sensors based Love waves. Section 4.1 will give a short overview of integrated sensors and their evolution, the different types of sensors that can be found, some general important characteristics of a sensor and a short resume about sensors using acoustics. We will then head on to liquid sensors using Love waves in order to present their general structure, the different detection principles and a short overview of shear wave sensors found in the literature. We will finish this section by explaining why we want to operate our sensors at very high frequencies and why we finally chose to use a structure combining lithium tantalate and silicon oxide for the realization of our devices. Section 4.2 will present the development of the liquid sensor using Love waves called *Liquichip* based on existing sensors found in the literature. We will talk about

the challenges to overcome in order to realize this integrated liquid sensor operating at very high frequencies. We will detail the realization process as well as the assembly of the entire *Liquichip* system. We will present the first characterizations carried out on the $LiTaO_3/SiO_2$ structure and the generation of Love waves in section 4.3. We will then compare those realized devices to the ones realized in chapter 3 with identical wavelengths to stress out the differences in frequency response due to interdigital transducer design differences. Section 4.4 will present the test bench that has been developed in order to realize dynamic sensor characterization measurements along with the obtained results with liquids of different kinds. We will also talk about the difficulties encountered during measurements in order to propose a digital signal processing solution to overcome some of those difficulties. Final results processed with this signal processing will be presented. Section 4.5 will end this chapter by presenting the advantages and difficulties encountered during the use and characterization of the *Liquichip* sensor.

The very last part of this thesis will consist of a general discussion an perspectives section, which will resume the most important, interesting and innovative results that have been obtained during this thesis and we will try to show some eventual possibilities to take this project further by getting rid of the systems' limitations and imperfections.

Bibliographie

[1] K.H.S. Campbell, J. McWhir, W.A. Ritchie, and A. Wilmut. Sheep cloned by nuclear transfer from a cultured cell line. *Nature*, 380 :64–66, 1996.

[2] Asimo, the honda humanoid robot, 1993. http ://world.honda.com/ASIMO/.

Chapitre 1

Les dispositifs à ondes acoustiques de surface : Un tour d'horizon

Sommaire

1.1 Le contexte de la thèse 13
1.2 Les intérêts industriels 15
1.3 Historique 18
1.4 Piézoélectricité et ondes acoustiques de surface 23
1.4.1 Introduction 23
1.4.2 Contraintes et déformations 23
1.4.3 Généralités sur la piézoélectricité 25
1.4.4 Approche théorique de la propagation des ondes 28
1.4.5 Génération et détection des ondes acoustiques de surface 30
1.4.5.1 Principe de fonctionnement des transducteurs interdigités 31
1.4.5.2 Réponse fréquentielle d'un transducteur interdigité . . 32
1.4.5.3 Dégradation de la réponse fréquentielle due aux effets de second ordre 33
1.4.5.4 Les différents types des transducteurs interdigités . . 34
1.5 Matériaux piézoélectriques 36
1.5.1 Le niobate de lithium ($LiNbO_3$) 37
1.5.2 Le tantalate de lithium ($LiTaO_3$) 37
1.5.3 Le nitrure d'aluminium (AlN) 38
1.6 Types d'ondes SAW et applications 39
1.6.1 Les ondes de Rayleigh 42
1.6.2 Les ondes de Sezawa 42
1.6.3 Les ondes de Lamb 42
1.6.4 Les ondes SH 43
1.6.5 Les ondes STW 43
1.6.6 Les ondes de Bleustein-Gulyaev 44
1.6.7 Les ondes de Love 44
1.6.8 Les ondes PSAW et HVPSAW 45

1.6.9 Les ondes « Leaky » 45
1.6.10 Les ondes SSBW 46
1.7 Conclusion 47

1.1 Le contexte de la thèse

De nos jours, tout appareil électrique, électronique ou mécatronique, moyennement complexe, dispose d'au moins un capteur pour pouvoir accomplir convenablement les fonctions pour lesquelles il a été conçu. Sont utilisés des capteurs de complexités très différentes, un capteur de température à thermocouple étant un capteur de construction relativement simple vis-à-vis d'un capteur optique CCD pour caméscope. En faisant donc le tour de tous les capteurs, simples et complexes existants, on remarque que les capteurs servant à différentier des liquides de nature chimique différente font bel et bien l'objet de nombre de recherches depuis quelques années, mais ils ne commencent qu'à être utilisés dans des applications industrielles ou commerciales.

C'est dans ce contexte que l'opportunité de faire une thèse au *Laboratoire des Plasmas, Milieux Ionisés et Applications* de l'Université Henri Poincaré s'est présentée. Les thématiques de recherche ayant été toutes les applications diverses et possibles de dispositifs à ondes acoustiques de surface utilisés aussi bien en tant que filtres électriques qu'en tant que capteurs de différentes grandeurs physiques, j'ai trouvé un laboratoire d'accueil doté d'une connaissance et d'une expérience certaine dans le domaine des dispositifs à ondes acoustiques de surface qui est en plus équipé des installations nécessaires pour développer la thématique visée au sein de sa salle blanche.

Avant de commencer ma thèse, j'ai essayé d'obtenir des avis d'industriels sur des applications possibles qui pourraient découler des résultats du sujet de thèse choisi. J'ai donc pris contact avec les responsables de la recherche et du développement, ainsi qu'avec les responsables du marketing de IEE S.A. [1] et de ELTH S.A. [2], deux entreprises fabricant des capteurs de différents types au Luxembourg. Après avoir exposé le sujet de la thèse afin de savoir s'ils pouvaient s'imaginer utiliser un tel capteur qui puisse déterminer la présence ou non de liquides de nature différente et éventuellement donner une information sur leur concentration, les quatre responsables des deux entreprises m'ont confirmé un intérêt certain pour ce type de capteur. Comme ces deux entreprises sont toutes les deux fournisseurs pour des fabricants automobiles, les applications possibles qu'ils en ont vues étaient surtout dans le domaine de l'automobile. Pour eux, il serait intéressant, voire important, d'avoir un capteur permettant de mesurer la quantité d'eau présente dans le diesel des camions afin de modifier l'allumage en conséquence. Il serait également intéressant de pouvoir déterminer la concentration d'antigel dans le réservoir lave-glace pour en déduire la température de congélation, puis en informer le conducteur. On pourrait aussi s'imaginer des capteurs vérifiant la qualité des différents autres liquides nécessaires au bon fonctionnement d'un véhicule tel que le liquide de refroidissement du moteur, le liquide de la climatisation, celui utilisé pour les freins ou encore la direction assistée.

En transposant ces idées dans d'autres domaines tels la médecine et l'industrie alimentaire, on se rend compte qu'un tel capteur, même avec des performances quelque peu limitées, pourrait avoir un impact colossal et pourrait révolutionner p.ex. les analyses biomédicales ou le contrôle de qualité dans l'agro-alimentaire...

Après ces discussions, il a donc fallu définir plus précisément la mise en oeuvre du capteur visé à l'aide des installations disponibles et des procédés maîtrisés au laboratoire, en y rajoutant également un ou plusieurs aspects innovants. Les choix ayant été faits sont l'utilisation de la lithographie électronique pour obtenir de très hautes résolutions et donc des sensibilités plus élevées qu'avec les capteurs actuels en développement, l'utilisation d'un procédé de réalisation simple et le plus standard possible afin de minimiser les frais de production pour une fabrication industrielle éventuelle, l'utilisation de matériaux chimiquement inertes vis-à-vis des liquides utilisés, et un système entièrement intégré, aussi bien en ce qui est de la partie détection que de la partie écoulement du liquide.

Le principe de détection utilisant des ondes acoustiques de surface (Surface Acoustic Waves, SAW) est une technologie utilisée et maîtrisée depuis presque dix ans au sein du laboratoire, alors que la lithographie électronique présentera un apport nouveau par rapport à ce qui se fait actuellement au laboratoire ; l'intégration de micro-canaux permettant de réaliser des écoulements de quelques micro-litres, voire nano-litres par minute, sera testée pour la première fois au laboratoire.

1.2 Les intérêts industriels

Il est difficile d'estimer globalement le nombre total d'appareils utilisant des dispositifs SAW, et donc d'en déduire un ordre de grandeur du chiffre d'affaires réalisé avec ces dispositifs, car même si le principe de fonctionnement reste toujours le même, les applications sont très diverses. Nous allons donc essayer de donner quelques exemples concrets dans des domaines bien précis, pour mieux donner une idée des intérêts industriels des dispositifs SAW.

Un rapport de la *Quartz Industries Association of Japan (QIAJ)* estimait qu'en 1994, le revenu réalisé par des dispositifs à quartz fabriqués uniquement au Japon dépassait les 200 milliards de yen. Avec l'apparition des moyens de communication portables et sans fil pour le grand public, le nombre de fabricants de dispositifs SAW a dépassé celui des fabricants de dispositifs à quartz peu de temps après. La fabrication mondiale a été estimée à 800 millions d'unité par année en 1997 [3]. Le tableau 1.1 donne une liste non exhaustive des fabricants mondiaux de dispositifs SAW, classés par pays.

Pays	**Nom**
Canada	Mitel, Zarlink
Chine	Beijing Chang Feng, Beijing Vanlong, BVranchy Technology, Chongqing 26th Institute, Jiangxi Jinghua, Nanjing Electronic Devices Institute, Jiaxing Acoustic Electric Industrial, Nanjing Hua Lian Xing Electronics, Tai-Saw Technology, Taitien Electric, TXC. Siward Crystal Technology
Corée	Daewoo, LG, Samsung, Shoulder Electronics
Etats Unis	Agilent, Anderson Labs, Cisco, COM DEV, CTS, Dynex Technologies, HEC, ILSI, Micro Networks, Motorola, NORTEL, Phonon, Raltron Electronics, Raytheon, RF Monolithics, Sawtek, SNR, Texas Instruments, Tiger Electronics, Triquent Semiconductor, TRW, Vectron Technologies, Zenith
Europe	Alcatel, C-MAC, EPCOS, GEC-Plessey Semiconductor, Infineon, Micronas Semiconductor, Racal, Siemens, Siemens-Matsushita, TELEFILTER, TEMEX, Thales Microconics
Japon	AVX, Clarion, Epson, Fuji, Fujitsu, Hitachi, Hokuriko, Japan Energy, Japan Radio, JVC, Kinseki, Kyocera, Matsushita, Mitsubishi Electronics, Murata Manufacturing, NDK, NEC, Nikko Kyodo, OKI, Panasonic, Sanyo, Shosin, Sumitomo Electric Industries, Taiyo Yuden, Toko, Tokyo Denpa, Toshiba, Toyocom
Russie	ONIIP, MRRI, Institute of Semiconductor Physics

Tab. 1.1 – Fabricants de dispositifs SAW regroupés par pays [3, 4].

La plus importante part de marché est tenue par les filtres électriques à base d'ondes acoustiques de surface, c'est pourquoi seuls ces filtres sont considérés dans les chiffres donnés ci-dessous quant à la fabrication en 2003 ([5]) :

- 2 milliards de pièces par an de filtres pour les moyennes fréquences utilisées dans des appareils de télévision de différents standards.
- quelques milliards de pièces par an de filtres pour appareils audio, dont la plus grande partie pour des radios de voiture FM, des synthétiseurs de fréquence, etc.
- plus que 2 milliards de pièces par an pour des filtres RF jusqu'à 2,5GHz avec des largeurs de bande passante de 25MHz (GSM), 34MHz (EGSM) et 75MHz (TCM).
- plus que 2 milliards de pièces par an de filtres FIR (Finite Impulse Response, filtres à réponse impulsionelle finie) pour des fréquences de 70 à 450MHz avec des largeurs de bande passante de 300kHz (GSM), 1,25MHz (CDMA) et 5MHz (WCDMA).

L'estimation mondiale des filtres électriques à ondes acoustiques de surface utilisés s'élève à plus de dix milliards de pièces, dans le domaine du grand public et sans tenir compte des autres applications où des dispositifs à base d'ondes acoustiques de surface interviennent.

Pour en revenir à l'industrie automobile, citée à la section précédente, les estimations de vente au niveau mondial dépasseraient les 30 millions d'unités pour 2007, avec une saturation pour l'Europe et les États-Unis, la Chine présentant le marché qui présente la plus forte expansion [6]. Dans le domaine des biocapteurs, le marché annuel mondial est estimé à 7,1 milliards de dollars pour 2004, avec une croissance prévue d'environ 10 % par an jusqu'en 2008 [7]. La part de marché du marché américain dans ce domaine s'élève à environ 1,8 milliards de dollars pour 2006 [8]. Le graphique suivant illustre l'évolution des revenus de la télécommunication mobile par année en milliards de dollars américains (figure 1.1) [9].

Il est toujours difficile de faire des projections dans le futur, mais vu l'importance des dispositifs SAW au jour actuel et le potentiel que ces dispositifs ont dans bon nombre d'autres domaines, ils seront vraisemblablement encore utilisés pendant bon nombre d'années. On peut néanmoins essayer de tracer quelques directions de développements possibles [5]. Un premier nouveau domaine d'application à large échelle pourrait être la reconnaissance de signaux codés en tant que marques de reconnaissance, comparables aux tags RFID (Radio-Frequency IDentification, identification par radiofréquence). Un deuxième champ d'application se situe dans le domaine des capteurs et actionneurs intégrés. Un troisième domaine d'application possible serait la combinaison de semiconducteurs et de matériaux piézoélectriques en multicouches utilisant les différents effets électroacoustiques pour réaliser des amplificateurs SAW [10], des transistors à injection acoustique (AIT, Acoustic Injection Transistor) [11], des dispositifs ACCD (Acoustic Charge Coupled Device) [12], des dispositifs permettant d'effectuer des convolutions et des corrélations en utilisant l'effet acoustoélectrique transverse et même des mémoires acoustiques [13].

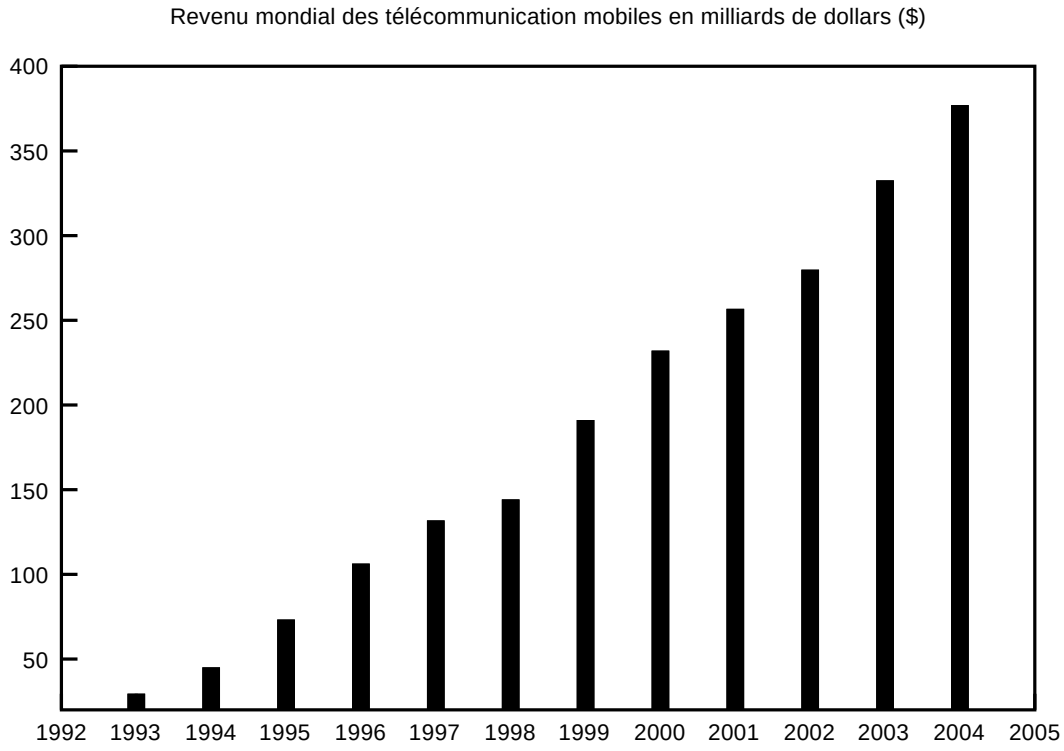


FIG. 1.1 – Revenu mondial des télécommunications mobiles en milliards de dollars américains [9].

1.3 Les dispositifs à ondes acoustiques de surface durant les dernières décennies

On peut entamer un historique sur les dispositifs à ondes acoustiques de surface en citant deux évènements importants : La découverte même des ondes acoustiques de surface par Lord Rayleigh en 1885 [14] et le début des recherches à grande échelle en 1965, avec la réalisation du premier dispositif à ondes acoustiques de surface, issu du besoin de comprimer les impulsions de radar pour améliorer les performances des radars existants. Depuis lors, les dispositifs SAW (Surface Acoustic Waves) ont connu un essor incroyable grâce au fait que le chemin de propagation des ondes est directement accessible, par opposition aux ondes acoustiques de volume, à des interactions entre l'onde qui se propage et des grandeurs physiques externes pouvant la modifier. De nos jours, on trouve des dispositifs SAW dans des applications professionnelles de radar, des télévisions, des téléphones mobiles et toutes sortes de capteurs (sismologiques, acousto-optiques, etc.). Suite aux travaux de Lord Rayleigh, d'autres géophysiciens, ayant des intérêts dans le domaine de la sismologie, se sont intéressés de plus près à ses travaux. Les travaux de Augustus Edward Hough Love comportent une partie traitant les ondes de cisaillement se propageant en surface, dont la polarisation est normale à la direction de propagation et dans le plan de la surface [15]. Cette onde, appelée onde de Love, ne peut exister que lorsqu'il y a présence d'une couche mince sur la surface considérée au préalable, dont la vitesse de propagation des ondes acoustiques est inférieure à l'intérieur de celle-ci à celle de la couche sous-jacente. Love a également montré que les ondes de Rayleigh pouvaient exister dans des structures multicouches. Des travaux effectués au *Earthquake Research Institute* à Tokyo pendant les années vingt ont montré l'existence de modes supérieurs [16]. Le premier mode supérieur des ondes ondes de Rayleigh, encore appelé mode de Sezawa [17, 18], a été utilisé pour différentes applications utilisant des dispositifs SAW.

Comme déjà mentionné avant, la recherche a eu de nouvelles impulsions quant au développement de nouveaux dispositifs SAW après la deuxième guerre mondiale, afin d'améliorer les performances des radars existants par compression des impulsions, sujet sur lequel, Klauder et al. ont réalisés de travaux importants [19]. Jusqu'à l'invention du transducteur interdigité , en 1965 par White et al. [20], on utilisait, entre autres, des prismes a section triangulaire pour générer des ondes acoustiques de surface. Les ondes acoustiques de surface étaient en fait générées par la conversion d'ondes acoustiques de volume générées dans le prisme, posé sur la surface à laquelle on voulait exciter des ondes acoustiques de surface. White a réalisé une synthèse des différentes méthodes existantes en 1970 et a relevé 24 principes de génération [21]. Les transducteurs interdigités proposés par White et al. avaient une période constante ; quelques années plus tard, en 1969, Tancrell et al. [22] ont publié les premiers résultats sur des dispositifs à ondes acoustiques

de surface dispersifs utilisant des transducteurs interdigités dispersifs. Ils ont également présenté l'idée de varier la distance d'interpénétration des transducteurs interdigités, technique appelée *apodisation* , pour introduire une certaine pondération sachant qu'un telle pondération permettrait de modifier, voire améliorer, la réponse fréquentielle du dispositif [19] ; hypothèse vérifiée expérimentalement par Hartemann et al. [23]. Une solution pour réduire les réflexions des ondes aux bords des électrodes interdigitées fût proposée par Tancrell et al. avec des transducteurs interdigités biaisés [24] .

En 1969, on disposait donc de cristaux piézoélectriques adaptés, de la lithographie optique et du transducteur interdigité, ce qui a permis à ce moment de prédire un futur glorieux aux dispositifs SAW. Les matériaux, tels que le quartz et le niobate de lithium, étaient désormais disponibles en quantité et en qualité suffisante, car ils avaient été étudiés pour des applications utilisant des ondes acoustiques de volume. La lithographie optique était une technique de fabrication établie, et c'est elle qui a permis d'abord la réalisation, puis la miniaturisation, des transducteurs interdigités pour réaliser des dispositifs intégrés. Tous les progrès et avancées jusqu'à ce moment ont été décrits par Court [25] et Bahr [26]. Divers aspects et moyens d'amélioration des performances des dispositifs à ondes acoustiques de surface ont été analysés, comme par exemple l'utilisation de guides d'ondes par Ash et al. [27]. Un autre fait intéressant, concernant l'année 1969, est la découverte quasi simultanée d'un nouveau type d'ondes acoustiques de surface par Gulyaev [28], Bleustein [29] et Shimizu [30].

Durant les années suivantes, une grande partie des efforts s'est concentrée sur l'élaboration et la caractérisation de matériaux utilisables pour réaliser des dispositifs SAW avec des performances toujours meilleures. Les matériaux piézoélectriques en question devaient donc donner lieu à des ondes acoustiques de surface avec un couplage électromécanique adéquat, présenter peu de diffraction, avoir un coefficient de variation en température faible, avoir de faibles pertes et atténuations, peu d'effets non-linéaires, présenter des ondes acoustiques de surface dont les propriétés ne dépendent que très peu des transducteurs interdigités utilisés et présenter une excitation minimale des ondes acoustiques de volume non désirées. Les premières études ont permis de conclure qu'il était possible de choisir un matériau adapté répondant à la majorité des exigences énumérées ci-dessus.

Campbell et al. ont explicité la méthode numérique pour déterminer des solutions des équations décrivant l'interaction des aspects mécaniques et piézoélectriques d'un matériau pour trouver les conditions d'existence d'ondes acoustiques de surface à partir des constantes élastiques d'un matériau [31]. Le coefficient de température-fréquence, facteur important surtout pour les résonateurs et oscillateurs, peut être déterminé numériquement ; il a été montré par Dias et al. qu'il est possible d'ajuster le coefficient de température-fréquence pour avoir un coefficient de température-fréquence SAW égal à zéro pour un matériau donnée en adaptant l'angle de la coupe cristallographique [32].

Il a été possible de trouver bon nombre de réponses à des questions concernant les vitesses de propagation, le coefficient de température-fréquence SAW, etc. par des calculs numériques. Farnell [33, 34] et Slobobnik [35, 36, 37] et d'autres encore ont publié de vastes tableaux de données concernant les vitesses de propagations calculées pour bon nombre de matériaux différents, confirmés par des réalisations pratiques. Les matériaux les plus utilisés à cette époque étaient le niobate de lithium en coupe Y-Z et en coupe $128°YX$, le tantalate de lithium en coupe $X-112°Y$ et l'oxyde de zinc pour les filtres utilisés dans les appareils de télévision [38].

Plusieurs méthodes de conception ont été élaborées pour les dispositifs SAW fonctionnant en tant que filtres électriques, pour obtenir une géométrie d'électrodes optimisée pour l'application visée. On peut citer l'algorithme *Remez* [39, 40] qui permet de déterminer la géométrie des électrodes en fonction d'une tolérance donnée pour la réponse fréquentielle ainsi que pour l'amplitude. Cet algorithme présente, en plus, l'avantage de ne pas seulement permettre l'élaboration de réponse fréquentielles compliquées, mais il permet aussi de minimiser les effets de second ordre. Marshall et Paige [41] ont introduit le MSC (Multi-Strip Coupler) qui est constitué d'un réseau d'électrodes non connectées parallèle aux fronts d'onde des ondes acoustiques de surface. Le deux transducteurs d'une ligne de retard sont placés sur deux chemins de propagation parallèles et le MSC permet de transférer les ondes acoustiques d'un chemin de propagation à l'autre et vice-versa. Ceci permet d'éliminer les ondes de volume, cogénérées dans des coupes spécifiques de certains matériaux, car ne sont transmises que les ondes de surface. Une autre innovation intéressante fût introduite par Hartmann en 1982 [42] : le SPUDT (Single Phase Uni-Directional Transducer, transducteur unidirectionnel à phase unique) . Dans un SPUDT, une asymétrie est créée en utilisant des électrodes dédoublées et des taux de métallisation variables, ceci favorise la génération et l'émission des ondes acoustiques dans une seule direction lorsqu'une tension alternative est appliquée aux électrodes. Suite au SPUDT, il y a eu encore d'autres développements visant le même but, mais avec des géométries un peu différentes comme le DART (Distributed Acoustic Reflection Transducer) [43] et le FEUDT (Floating Electrode UniDirectional Transducer) [44, 45] (figure 1.6).

Alors que la majorité des dispositifs SAW utilisés jusqu'à la moitié des années soixante-dix était basée sur l'excitation des ondes de Rayleigh, l'existence et l'utilisation d'ondes de cisaillement a été évoquée pour la première fois vers 1970. L'existence de ces ondes, encore appelées transverses, a été démontrée en pratique par Auld et al. (1976) [46], Lewis (1977) [47] et Avramov (1993, 1996) [48, 49]. Il existe différents types d'ondes transverses (de cisaillement) qui seront explicités plus en détail à la section 1.6. Les recherches autour des ces ondes transverses se sont développés par la suite et continuent encore de nos jours, car les ondes transverses présentent certains avantages par rapport aux ondes de Rayleigh comme p.ex. des vitesses de phase plus élevées, un meilleur couplage électromécanique, la possibilité de réaliser des dispositifs capables de gérer des puissances

électriques plus importantes, etc. Les matériaux ayant permis de générer les différents types d'ondes transverses étaient le quartz [50, 51], le tantalate de lithium [52] et le niobate de lithium [53] selon la coupe Y, avec la direction de propagation des ondes selon X. En 1998, Sato et al. [54] a encore découvert d'autres modes de propagation transverses présentant des vitesses de phase jusqu'à $7000 m/s$. Dans le cas des ondes de Rayleigh, des augmentations en fréquence de fonctionnement, donc en vitesse de phase, ont pu être atteintes en utilisant des structures multicouches comportant une couche de diamant, le diamant présentant actuellement le vitesse de phase la plus élevée connue, et une couche de matériau piézoélectrique, comme l'oxyde de zinc [55, 56] ou le nitrure d'aluminium [57, 58]. De multiples améliorations ont été réalisées en fonction des applications, afin de diminuer les pertes d'insertion, d'augmenter le taux de réjection et d'élargir ou d'amincir la bande passante. En prenant l'exemple du problème de la migration de l'aluminium des électrodes (diffusion) dans le cas des dispositifs RF travaillant à des puissances autour de 1W, des recherches au cours des années quatre-vingts ont permis une forte amélioration de ce problème en mélangeant une faible proportion de cuivre à l'aluminium [59].

Dans le domaine de la modélisation et de l'analyse, il y a également eu des progrès, surtout en ce qui des simulations numériques, suite à l'évolution de l'informatique et surtout des performances des ordinateurs. Huang et Paige [60] ont développé une méthode d'analyse électrostatique 2-D utilisant des fonctions de Green. Ces concepts ont été utilisés par Visintini et al [61, 62] pour analyser des filtres large-bande sophistiqués pour des applications de transmission radio numérique.

Revenons au cas unidimensionnel. Une méthode permettant d'intégrer les réflexions internes dans l'analyse du transducteur est la méthode appelée COM (Coupling-Of-Modes, couplage des modes) . Cette méthode complète bien les travaux précédents et tient compte de la propagation des ondes dans les deux directions. Cette méthode a été développée lors de recherches concernant les micro-ondes dans les années cinquante, mais elle n'a été appliquée aux ondes acoustiques de surface qu'en 1976 par Suzuki et al [63]. Les modifications et extensions du modèle, pour intégrer les termes de transduction, ont été apportées par Koyamada et al [64] ; la justification physique a été donnée par Akçakaya [65]. Un des avantages de la méthode COM est la possibilité d'obtenir des expressions algébriques pour toutes les propriétés de diffraction requises (conversion, réflexion, admittance), même pour un transducteur « apodizé » [66]. L'analyse ne dépend que de quelques paramètres régissant la transduction, la réflexion, la vitesse de phase et l'atténuation. Pour des transducteurs plus complexes tels que les DARTs p.ex., il est possible de déduire ces paramètres de mesures expérimentales sans avoir recours à la physique très complexe sous-jacente [67].

D'autres analyses de transducteurs encore on été réalisées par Koshida et al. [68, 69], qui a analysé les coefficients de réflexion au bord d'une électrode en utilisant la méthode des éléments finis , et Hashimoto et al. [70] qui a analysé la problématique très complexe des électrodes irrégulières avec la méthode BEM (Boundary-Element-Method, méthode

tenant compte de éléments et de leur frontières) incluant le modèle électrostatique et les fonctions de Green cités ci-dessus, pour analyser un FEUDT à électrodes flottantes.

Durant la période de 1970 à 1985 environ, la technologie des dispositifs SAW s'est établie avec les différents éléments de base nécessaires à son essor tels que les matériaux adaptés, l'étude et la connaissance des effets de propagation, l'analyse et la compréhension des transducteurs et des réseaux d'électrodes et les différentes méthodes de conception. A l'aide de ces outils, une vaste quantité de dispositifs servant à toutes sortes d'applications diverses a été développée. La plupart des initiatives, à part pour les filtres de télévision, a été démarrée par des applications militaires et professionnelles telles que les radars et la communication. Après 1985, la recherche et les développements qui s'en sont suivis étaient plutôt le résultat d'une demande des consommateurs, un des exemples les plus marquants étant certainement celui des téléphones mobiles.

Le succès, jusqu'à nos jours, des dispositifs SAW est dû à différents facteurs clé :

- La réalisation de matériaux cristallins piézoélectriques avec différentes coupes sur lesquels la propagation des ondes acoustiques de surface est quasi parfaite et qui ont en même temps un bon coefficient de couplage électromécanique et une bonne stabilité en température.
- De délais assez longs peuvent être obtenus avec des dispositifs de dimensions très faibles, nécessaires pour la réalisation d'encodages p.ex.
- Une grande flexibilité et souplesse au niveau de la conception grâce à la lithographie optique bien maîtrisée depuis quelques décennies. La lithographie optique elle-même a vu une évolution dans différentes directions avec des variantes technologiques afin de pouvoir diminuer la taille des structures et d'augmenter la résolution.
- Une précision et une reproductibilité garantie grâce à la photolithographie assurant la réalisation de produits de haute technologie et de haute qualité.
- Des conceptions complexes, répondant à plusieurs besoins technologiques en même temps, sont réalisables grâce aux méthodes de conception développées, assistées par la simulation numérique et la conception assistée par ordinateur.
- Des procédés de fabrication très simples, ne nécessitant qu'une seule étape de lithographie optique, permettent une production bon marché d'un nombre de pièces élevé.

Il y a eu par ailleurs d'importants travaux sur les ondes acoustiques de volume (BAW, bulk acoustic waves), mais les ondes acoustiques de volume ne seront pas traitées dans le cadre de cette thèse.

1.4 Piézoélectricité et ondes acoustiques de surface

1.4.1 Introduction

La plupart des capteurs acoustiques présentés à la section 4.1.1.2 sont basés sur soit des monocristaux piézoélectriques, soit sur des couches minces piézoélectriques. Cette section donnera une brève introduction sur les contraintes et déformations mécaniques (section 1.4.2), les sections suivantes donneront quelques généralités sur la piézoélectricité (section 1.4.3), sur les ondes acoustiques de surface (section 1.4.4) et leur génération et leur détection (section 1.4.5).

Pour la suite, on considère un système de coordonnées cartésiennes et des coordonnées indexés (x_1, x_2, x_3) tel qu'il est illustré à la figure 1.2.

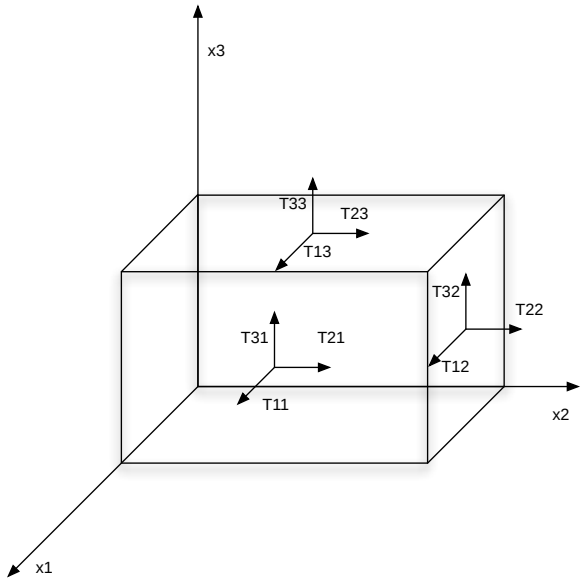


FIG. 1.2 – Système de coordonnées cartésiennes avec représentation des contraintes T_{ij}

1.4.2 Contraintes et déformations

Lorsqu'un solide est soumis à une contrainte, les atomes qui le constituent sont déplacés. En mécanique des milieux continus, la notion de contrainte résulte de la considération des forces intérieures qui naissent dans un objet lorsqu'on le déforme. Une contrainte est une force divisée par une surface, et donc homogène à une pression. $u_i(x_i)$ représente le déplacement d'un point selon l'axe x_i par rapport à sa position initiale. La relation entre le déplacement u_i et la déformation S_{ij} est donnée par :

$$S_{ij} = \frac{1}{2}\left(\frac{\delta u_i}{\delta x_j} + \frac{\delta u_j}{\delta x_i}\right) \; avec \, \{i,j\} \in \{1,2,3\} \tag{1.1}$$

S_{ij} est appelé le tenseur des déformations , il n'a pas d'unité et il est de rang 2. Dans le cas des faibles déformations, on peut négliger les effets d'ordres supérieurs. Le tenseur des déformations est relié au tenseur des contraintes T_{ij} par la loi de Hooke[1] :

$$T_{ij} = \sum_{k=1}^{3} \sum_{l=1}^{3} c_{ijkl} S_{kl} \tag{1.2}$$

Le tenseur des contraintes est représenté sur la figure 1.2. En utilisant la notation d'Einstein[2] , nous pouvons écrire :

$$T_{ij} = c_{ijkl} S_{kl} \; avec \; \{i, j\} \in \{1, 2, 3\} \tag{1.3}$$

Ou encore, exprimée en fonction du tenseur des contraintes :

$$S_{ij} = s_{ijkl} T_{kl} \; avec \; \{i, j\} \in \{1, 2, 3\} \tag{1.4}$$

c_{ijkl} représente les composantes du tenseur des coefficients élastiques exprimés en $[N/m^2]$ ou en $[Pa]$. s_{ijkl} représente les composantes du tenseur des compléances, exprimées en $[m^2/N]$. Ces deux tenseurs sont de rang 4 et comportent aussi bien des coefficients élastiques longitudinaux que de cisaillement, en tout il y a $3^4 = 81$ composantes. Cependant, grâce à la symétrie des tenseurs de contrainte et de déformation ($T_{ij} = T_{ji}$ et $S_{ij} = S_{ji}$), il n'y a que 36 coefficients indépendants (constantes élastiques), qui peuvent être regroupés dans une matrice carrée de dimensions 6x6. De plus, on peut réduire l'utilisation des indices de la manière suivante :

$$(ij) \rightarrow \alpha \; et \; (kl) \rightarrow \beta \tag{1.5}$$

Il s'en suivent donc les réductions suivantes : (11) $\rightarrow$ (1), (22) $\rightarrow$ (2), (33) $\rightarrow$ (3), (23) = (32) $\rightarrow$ (4), (13) = (31) $\rightarrow$ (5) et (12) = (21) $\rightarrow$ (6). Pour le tenseur des constantes élastiques, la notation réduite correspondant à la matrice des constantes élastiques est simple :

$$c_{ijkl} \equiv c_{\alpha\beta} \; avec \; \{\alpha, \beta\} \in \{1, 2, 3, 4, 5, 6\} \tag{1.6}$$

[1]la loi de Hooke est une loi de comportement des solides soumis à une déformation élastique de faible amplitude. Elle a été énoncée par Robert Hooke en 1678, par la phrase en latin *« ut tensio sic vis »* ce qui signifie « telle extension, telle force », ou bien en termes plus modernes « l'allongement est proportionnel à la force ».

[2]La convention d'Einstein est un raccourci de notation utile pour la manipulation des équations concernant des coordonnées. Selon cette convention, quand l'indice d'une variable apparaît deux fois dans un terme, on sous-entend la sommation sur toutes les valeurs que peut prendre cet indice.

En introduisant le symbole de Kronecker[3] $\delta_{\alpha\beta}$, on a :

$$c_{\alpha\gamma} \cdot s_{\gamma\beta} = \delta_{\alpha\beta} \tag{1.7}$$

On peut donc réécrire les équations 1.3 et 1.4, avec les réductions de notation apportées, de la manière suivante :

$$T_\alpha = c_{\alpha\beta} S_\beta \tag{1.8}$$

$$S_\alpha = s_{\alpha\beta} T_\beta \tag{1.9}$$

Suivant la symétrie du cristal considéré, certains coefficients des matrices $c_{\alpha\beta}$ et $s_{\alpha\beta}$ deviennent zéro ou dépendants, ce qui permet de réduire d'avantage le nombre de coefficients (constantes élastiques) indépendants. Dans le cas d'un matériau isotropique, il n'y a plus que deux coefficients indépendants : c_{11} et c_{12}. La matrice des constantes élastiques a alors l'aspect suivant :

$$c_{\alpha\beta} = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{11} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{12} & c_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} \end{pmatrix} \quad avec\ c_{12} = c_{11} - 2 \cdot c_{44} \tag{1.10}$$

Le tenseur des constantes élastiques d'un matériau anisotropique est donné par l'expression 1.16.

1.4.3 Généralités sur la piézoélectricité

La piézoélectricité a été découverte à la fin du XIXe siècle, plus précisément en 1881 par Pierre et Jacques Curie. Ils ont constaté qu'une contrainte appliquée à un cristal de quartz générait une charge à la surface du cristal. Ils ont également découvert nombre d'autres matériaux (tourmaline, topaze, sel Rochelle) présentant le même effet ; ils ont constaté en même temps que la charge générée était grossièrement proportionnelle à la contrainte appliquée [71]. Cet effet a été appelé *effet piézoélectrique direct*, le mot piézo étant dérivé du grec *piezein*, qui signifie presser ou comprimer. Ces matériaux piézoélectriques présentent également l'effet inverse : le cristal se déforme mécaniquement sous l'application d'une tension à ses faces. Cet effet inverse est appelé *effet piézoélectrique inverse*. L'effet piézoélectrique inverse fût déduit mathématiquement à partir des principes thermodynamiques fondamentaux par Lippmann en 1881 [72].

[3] Le symbole de Kronecker $\delta_{\alpha\beta}$ est défini de la manière suivante : $\delta_{\alpha\beta} = 1$ si $\alpha = \beta$ et $\delta_{\alpha\beta} = 0$ sinon.

Un modèle très simplifié de la piézo-électricité relie le mouvement en directions opposées des anions et des cations du cristal soit à un champ électrique (effet inverse), soit à une contrainte mécanique (effet direct) [73]. Les forces appliquées (mécaniques ou électrostatiques) déforment le cristal non-centrosymétrique . Tous les matériaux sont anisotropes, car une force appliquée à un cristal isotrope ne permet pas la génération d'une polarisation électrique.

Une façon un peu plus complète de décrire l'effet piézoélectrique est l'utilisation des équations piézoélectriques décrivant le couplage entre les contraintes électriques et mécaniques dans un matériau piézoélectrique, la loi de Hooke à elle seule (équations 1.3 et 1.4) ne permettant pas de le faire. Polarisations et contraintes sont des propriétés vectorielles et tensorielles respectivement, et les éléments de chacune peuvent être reliés par l'effet piézoélectrique. L'effet piézoélectrique étant un phénomène relativement compliqué, on peut avoir besoin de recourir jusqu'à 18 constantes pour le décrire. Une façon d'écrire ce couplage électromécanique est la suivante [74] :

$$T_{ij} = c^E_{ijkl} S_{kl} - e_{kij} E_k \tag{1.11}$$

$$D_i = e_{ikl} S_{kl} + \varepsilon^S_{ij} E_j \tag{1.12}$$

Dans ces équations, T_{ij} est la contrainte, S_{kl} la déformation, D_i le déplacement électrique et E_j le champ électrique dérivé du potentiel électrique φ :

$$E_j = -\frac{\delta \varphi}{\delta x_j} \tag{1.13}$$

Ces tenseurs, comportant 9 et 3 composantes respectivement, sont reliés par le tenseur des constantes élastiques c^E_{ijkl}, le tenseur piézoélectrique e_{kij}, de rang 3, et le tenseur de permittivité ε^S_{ij}, de rang 2. Les unités correspondantes sont respectivement $[N/m^2]$, $[C/m^2]$ et $[F/m]$. Les indices {i,j,k,l} varient de 1 à 3 (nous avons utilisé la notation d'Einstein). Ces deux équations sont donc une façon d'exprimer l'effet piézoélectrique direct et inverse. Il y a également un couple d'équations exprimant la déformation et le déplacement électrique en fonction de la contrainte mécanique et du champ électrique :

$$S_{ij} = s^E_{ijkl} T_{kl} + d_{kij} E_k \tag{1.14}$$

$$D_i = d_{ikl} T_{kl} + \varepsilon^T_{ij} E_j \tag{1.15}$$

Ou s^E_{ijkl}, d_{ikl} et ε^T_{ij} représentent respectivement la compléance à champ électrique constant E, le tenseur des constantes piézoélectriques et le tenseur des constantes de permittivité à contrainte constante T. Pour des matériaux non-piézoélectriques, les deux

tenseurs d_{ikl} et e_{kij} sont égaux à zéro et les tenseurs ε_{ij}^{S} et ε_{ij}^{T} sont égaux. Les équations 1.11 et 1.14 se réduisent aux équations 1.3 et 1.4.

En appliquant la notation des indices réduite, on peut également écrire les deux tenseurs sous forme matricielle. Les expressions ci-dessous correspondent à une symétrie hexagonale :

$$c_{\alpha\beta}^{E} = \begin{pmatrix} c_{11}^{E} & c_{12}^{E} & c_{13}^{E} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12}^{E} & c_{11}^{E} & c_{13}^{E} & 0 & 0 & 0 \\ c_{13}^{E} & c_{13}^{E} & c_{33}^{E} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{55}^{E} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{55}^{E} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{2}(c_{11}^{E} - c_{12}^{E}) \end{pmatrix} \tag{1.16}$$

$$e_{i\alpha} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & e_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & e_{15} & 0 & 0 \\ e_{31} & e_{31} & e_{33} & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \tag{1.17}$$

$$\varepsilon_{ij}^{S} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11}^{S} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{11}^{S} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33}^{S} \end{pmatrix} \tag{1.18}$$

Finalement, on peut donc réécrire les équations 1.11 et 1.12 sous forme matricielle à l'aide de vecteurs composés :

$$\begin{pmatrix} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ T_4 \\ T_5 \\ T_6 \\ D_1 \\ D_2 \\ D_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \begin{bmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & c_{14} & c_{15} & c_{16} \\ c_{12} & c_{22} & c_{23} & c_{24} & c_{25} & c_{26} \\ c_{13} & c_{23} & c_{33} & c_{34} & c_{35} & c_{36} \\ c_{14} & c_{24} & c_{34} & c_{44} & c_{45} & c_{46} \\ c_{15} & c_{25} & c_{35} & c_{45} & c_{55} & c_{56} \\ c_{16} & c_{26} & c_{36} & c_{46} & c_{56} & c_{66} \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} e_{11} & e_{21} & c_{31} \\ e_{12} & e_{22} & c_{32} \\ e_{13} & e_{23} & c_{23} \\ e_{14} & e_{24} & c_{24} \\ e_{15} & e_{25} & c_{25} \\ e_{16} & e_{26} & c_{36} \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} e_{11} & e_{12} & e_{13} & e_{14} & e_{15} & e_{16} \\ e_{21} & e_{22} & e_{23} & e_{24} & e_{25} & e_{26} \\ e_{31} & e_{32} & e_{22} & e_{34} & e_{35} & e_{36} \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{12} & \varepsilon_{22} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{13} & \varepsilon_{32} & \varepsilon_{33} \end{bmatrix} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \\ S_4 \\ S_5 \\ S_6 \\ -E_1 \\ -E_2 \\ -E_3 \end{pmatrix} \tag{1.19}$$

Il y a beaucoup d'applications utiles de l'effet piézoélectrique, qui se situent surtout dans le domaine des capteurs et du réglage de fréquence. Parmi ces applications, on trouve des moteurs, des accéléromètres, des générateurs et capteurs de son, des générateurs d'étincelles pour briquets, des unités de positionnement ultra-précises et des outils pour la microchirurgie [73].

1.4.4 Approche théorique de la propagation des ondes

Les ondes élastiques résultent des déplacements des atomes dans un milieu matériel, par opposition aux ondes électromagnétiques, qui se propagent dans le vide. Dans le cas des ondes élastiques dans les solides, on peut avoir les deux cas de figure suivants [75, 76] :

- solide homogène illimité. Dans ce cas, les ondes élastiques se propagent dans le volume (BAW, bulk acoustic waves) et ce sont des ondes planes. Au cours de leur propagation, ces ondes ne rencontrent aucune frontière car l'étendue du faisceau d'onde est inférieure aux dimensions latérales du solide dans lequel elles se propagent.
- solide limité. Dans ce cas, les ondes sont guidées. On distingue les différents cas de figure pour le cas des ondes guidées :
  - Guidage par une surface libre du milieu solide. Dans ce cas, on est en présence d'ondes de surface (SAW, surface acoustic waves)
  - Guidage par deux surfaces libres et parallèles. Dans ce cas, les ondes se propagent dans une plaque et son alternativement réfléchies aux deux surfaces de la plaque.
  - Guidage dans une structure multicouche.

On s'intéressera uniquement aux ondes guidées par des surfaces libres ou par des structures multicouche dans le cadre de cette thèse. Les différents types d'ondes et modes de propagation seront traités plus en détail à la section §1.6.

Pour les développements qui suivent, on supposera qu'il n'y a pas de charges mobiles et on ne considère que des effets électrostatiques dans le volume du solide considéré. Ceci est justifié car les dimensions de la structure analysée sont largement inférieures aux longueurs d'ondes électromagnétiques sachant que les domaines de fréquences considérés s'étendent d'une centaine de MHz à quelques GHz.

Considérons donc un volume V d'un solide. La relation fondamentale de la dynamique appliquée à ce volume V, dans le cas d'un champ statique, peut être écrite, en supposant que les forces s'exerçant sur son volume proviennent d'un champ de pesanteur, par l'équation suivante [76] :

$$\sum_j \frac{\delta T_{ij}}{\delta x_j} + \rho g_i = 0 \tag{1.20}$$

où T_{ij} représente les contraintes, ρ la masse volumique du solide et g_i le champ de pesanteur. En régime dynamique, la relation fondamentale dynamique est donnée par :

$$\sum_j \frac{\delta T_{ij}}{\delta x_j} + f_i = \rho \frac{\delta^2 u_i}{\delta t^2} \; avec \; \{i,j\} \in \{1,2,3\} \tag{1.21}$$

où $\frac{\delta^2 u_i}{\delta t^2}$ est l'accélération du champ élastique et f_i la densité de force par unité de volume. L'équation 1.21 est l'équation fondamentale de l'élastodynamique des milieux solides, ou encore l'équation de mouvement de Newton sans pertes acoustiques. En négli-

geant maintenant les forces qui s'exercent sur le volume V considéré, on a la loi de Newton sous la forme suivante :

$$\rho \frac{\delta^2 u_i}{\delta t^2} = \frac{\delta T_{ij}}{\delta x_j} \tag{1.22}$$

En supposant, comme nous l'avons déjà fait au début de ce paragraphe, qu'il n'y a pas de charges libres dans le volume considéré et que nous ne sommes qu'en présence d'effets électrostatiques, on a la formule de Gauss sous la forme suivante :

$$\frac{\delta D_j}{\delta x_j} = 0 \tag{1.23}$$

Les équations 1.13 et 1.23 correspondent aux équations de Maxwell pour le cas quasi-statique en l'absence de charges libres :

$$\begin{cases} \nabla \vec{D} = 0 \\ \vec{E} = -\nabla \varphi \end{cases} \tag{1.24}$$

En remplaçant les expressions des contraintes et des déplacements électriques par les expressions des équations 1.11 et 1.12 et en considérant l'équation 1.13, les équations 1.22 et 1.23 deviennent :

$$\rho \frac{\delta^2 u_i}{\delta t^2} = c^E_{ijkl} \frac{\delta S_{kl}}{\delta x_j} + e_{ijkl} \frac{\delta^2 \varphi}{\delta x_j \delta x_k} \tag{1.25}$$

$$e_{jkl} \frac{\delta S_{kl}}{\delta x_j} = \varepsilon^S_{jk} \frac{\delta^2 \varphi}{\delta x_j \delta x_k} \tag{1.26}$$

On peut donc maintenant réécrire ces deux équations en fonction du déplacement mécanique u :

$$\rho \frac{\delta^2 u_i}{\delta t^2} = c^E_{ijkl} \frac{\delta^2 u_l}{\delta x_j \delta x_k} + e_{ijkl} \frac{\delta^2 \varphi}{\delta x_j \delta x_k} \tag{1.27}$$

$$e_{jkl} \frac{\delta^2 u_l}{\delta x_j \delta x_k} = \varepsilon^S_{jk} \frac{\delta^2 \varphi}{\delta x_j \delta x_k} \tag{1.28}$$

Les équations 1.27 et 1.28 donnent les expressions qui relient le potentiel électrique φ au déplacement mécanique $u_i(x_i)$. En l'absence de piézo-électricité ($e_{ijkl} = 0$), les deux équations se séparent et il n'y plus d'interaction électro-acoustique. La solution de ces équations est une onde plane se propageant dans la direction définie par le vecteur unitaire $\vec{n}$ de composante n_i perpendiculaire aux plans d'onde d'équation $\vec{n}.\vec{x} = cte$. En considérant une telle onde plane de direction parallèle à $\vec{n}$, la combinaison des équations 1.27 et 1.28 donne lieu à une équation de valeurs propres de la forme :

$$\overline{\Gamma_{il}} u_i = \rho v_{ac}^2 u_l \tag{1.29}$$

où v_{ac} est la vitesse de phase de l'onde acoustique dans le milieu piézoélectrique et $\overline{\Gamma_{il}}$ un tenseur dépendant de la direction de propagation définie par n_i, des constantes élastiques, des constantes piézoélectrique et de la permittivité électrique du matériau considéré. En peut encore écrire l'équation 1.29 de la façon suivante :

$$\overline{\Gamma_{il}} = \Gamma_{il} + \frac{\gamma_i \gamma_l}{\varepsilon_{ik} n_i n_k} \tag{1.30}$$

avec $\gamma_i = e_{ikl} n_l n_k$ et $\Gamma_{il} = c_{ijkl} n_j n_k$. Γ_{il} est appelé le tenseur de Christoffel [77] . Les solutions de l'équation 1.29 ont des vitesses de phase égales aux valeurs propres du tenseur de Christoffel et les vecteurs de polarisation sont égaux aux vecteurs propres du tenseur de Christoffel. Dans le cas général d'un cristal triclinique avec une direction de propagation arbitraire, il y a coexistence de 3 ondes planes avec des polarisations orthogonales : une onde quasi-longitudinale, une quasi-onde de cisaillement rapide et une quasi-onde de cisaillement lente, dont les directions de propagation sont approximativement parallèles, respectivement orthogonales à la direction de propagation.

Dans un milieu isotropique, où il n'y a que deux constantes élastiques indépendantes (c_{11} et c_{44}), il y a 3 vitesses acoustiques correspondant à 3 ondes planes. Ces 3 vitesses acoustiques sont indépendantes des directions de propagation. Le mode longitudinal correspond à la valeur propre c_{11} et sa vitesse de phase et donnée par $v_{ac} = \sqrt{c_{1111}/\rho} = \sqrt{c_{11}/\rho}$. Il y a également deux modes de cisaillement dont les vitesses acoustiques sont égales pour toutes les directions de propagation ; on parle dans ce cas d'une dégénérescence des modes de cisaillement. La vitesse de phase acoustique de ce mode de cisaillement est donnée par $v_{ac} = \sqrt{c_{44}/\rho} = \sqrt{c_{2323}/\rho}$.

1.4.5 Génération et détection des ondes acoustiques de surface

Le principe de la génération et de la détection des ondes acoustiques de surface à l'aide d'électrodes interdigitées (IDT, InterDigital Transducers) déposées à la surface d'un cristal piézoélectrique fut découvert en premier par White et al. à l'Univerité de Californie en 1965 [78]. Ces électrodes sont réalisées à l'aide de différentes techniques parmi lesquelles on trouve la photolithographie (section 2.2.1) et la lithographie électronique (section 2.2.2). Ces électrodes sont très utilisées pour réaliser des dispositifs à ondes acoustiques de surface ; il existe différentes configurations et géométries d'électrodes permettant d'adapter la réponse du dispositif réalisé à l'application choisie.

1.4.5.1 Principe de fonctionnement des transducteurs interdigités

Les ondes acoustiques de surface sont générées et détectées par des électrodes interdigitées déposées à la surface de solides piézoélectriques, comme illustré à la figure 1.3. Le transducteur interdigité comporte deux électrodes en forme de peigne qui s'interpénètrent. L'application d'une tension électrique alternative aux deux électrodes crée un champ électrique périodique qui engendre des compressions et des dilatations au voisinage de la surface par l'effet piézoélectrique inverse. Lorsqu'un champ électrique alternatif est appliqué aux IDTs, un champ de déformation est généré dans le cristal piézoélectrique et ce dernier engendre à son tour les ondes acoustiques de surface permanentes. Ces ondes sont émises de chaque côté du transducteur. Le front d'onde est parallèle aux doigts de l'IDT.

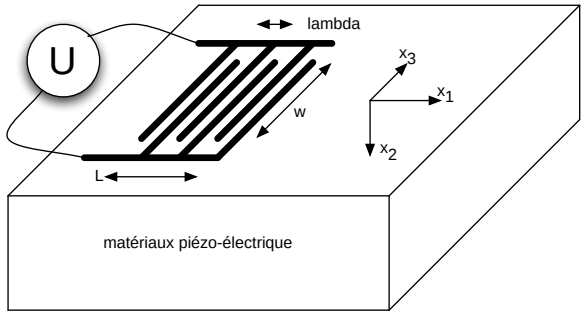


FIG. 1.3 – Excitation des ondes acoustiques de surface à l'aide d'électrodes interdigitées déposées à la surface d'un matériau piézoélectrique.

Les transducteurs interdigités ne fonctionnent de manière efficace que lorsque la longueur d'onde λ des ondes acoustiques de surface est égale à la période du transducteur d. Cela se produit lorsque le transducteur est excité à la fréquence de synchronisme définie par :

$$f_0 = \frac{V_R}{d} = \frac{V_R}{\lambda} \tag{1.31}$$

où V_R est la vitesse de propagation des ondes de Rayleigh. Une coupe transversale d'un transducteur IDT avec la représentation des lignes de champ électriques est donnée à la figure 1.4.

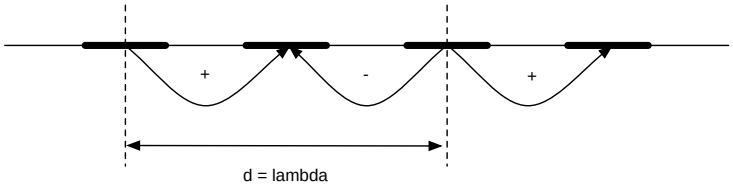


FIG. 1.4 – Vue en coupe transversale d'une partie d'un IDT avec représentation des lignes du champ électrique généré à l'intérieur du matériau piézoélectrique.

Sachant comment exciter des ondes acoustiques de surface, il est maintenant intéressant de connaître la réponse fréquentielle d'un IDT et quels sont les paramètres qui peuvent influencer cette réponse.

1.4.5.2 Réponse fréquentielle d'un transducteur interdigité

Dans un IDT, on peut considérer chaque paire de doigts du transducteur comme une source discrète de génération d'ondes à la surface du matériau piézoélectrique utilisé. Une simple fonction de transfert relie la tension alternative U appliquée aux doigts du transducteur et le potentiel électrique associé aux ondes irradiés dans chaque direction :

$$\phi^{\pm} = \mu_S \cdot U \tag{1.32}$$

où μ_S est une constante dépendant du substrat et ϕ^+ et ϕ^- le potentiel associé à l'onde se propageant à droite et à gauche respectivement. La constante μ_S peut être considérée comme étant indépendante de la fréquence ; la réponse fréquentielle du transducteur résulte principalement des interférences entre les contributions de chaque paire de doigts et elle est insensible à la réponse fréquentielle des éléments individuels. Quand un champ électrique est appliqué au transducteur, le potentiel électrique associé à l'onde se propageant à droite ϕ^+ évalué à sa position x est la somme des contributions de chaque doigt :

$$\phi^+(x) = \mu_S \sum_{n=0}^{N_f-1} U_n e^{jk(x-x_n)} \tag{1.33}$$

où x_n est la position du n^{ieme} doigt excité avec une tension U_n et N_f le nombre total des doigts. L'équation 1.33 est en fait la transformée de Fourier de la somme des contributions discrètes de chaque doigt U_n permettant la détermination directe de la réponse fréquentielle du transducteur [79]. Si les N_f doigts sont identiques, espacés périodiquement de période $d = \lambda$ et excités avec des tensions alternatives $U_{n=(-1)^n U_0}$, l'équation 1.33 devient :

$$\phi^+(0) = \mu_S U_0 \sum_{n=0}^{N_f-1} (-1)^n e^{-jnk\frac{d}{2})} \tag{1.34}$$

La somme exprimée par l'équation 1.34 est une série géométrique dont les éléments sont égaux à l'unité et qui s'additionnent de manière constructive lorsque $\frac{kd}{2} = m\pi$, m étant un entier impair. C'est cette condition qui définit la relation entre la longueur d'onde λ et la période du transducteur d pour avoir une condition cohérente. L'IDT excite les harmoniques impaires et les multiples impairs de la fréquence de synchronisme $f_m = m \cdot f_0$. Loi de la fréquence de synchronisme, l'addition des composantes des doigts individuels

devient incohérente. La réponse fréquentielle d'un IDT peut encore s'écrire de la manière suivante :

$$\left|\phi^{+}(f)\right| = |sinc(X)| = \left|\frac{sin(X)}{X}\right| \; avec \; X = \frac{N\pi(f - f_0)}{f_0} \tag{1.35}$$

où f_0 est la fréquence du synchronisme, N le nombre de paires de doigts ($N = \frac{N_f}{2}$). Le potentiel de l'onde en fonction du paramètre X est représenté à la figure 1.5.

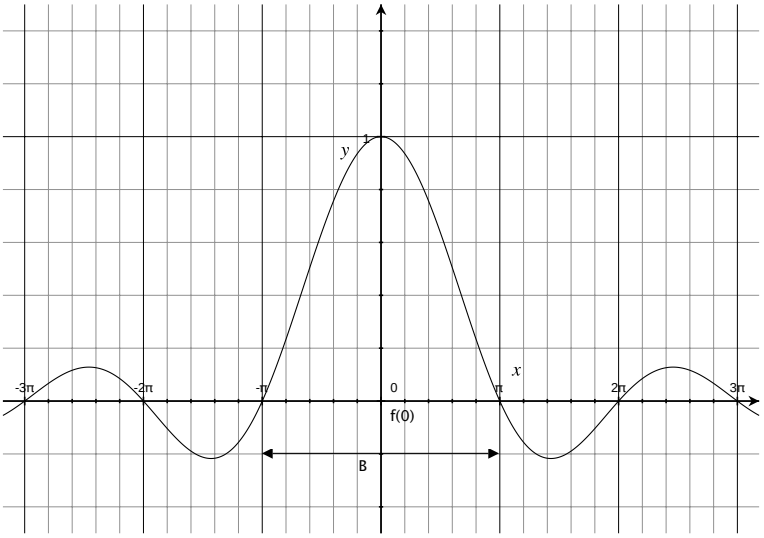


FIG. 1.5 – Réponse du transducteur IDT en sinus cardinal

1.4.5.3 Dégradation de la réponse fréquentielle due aux effets de second ordre

La réponse fréquentielle présentée au paragraphe précédent à la figure 1.5 suppose des conditions idéales de fonctionnement pour le dispositif à ondes acoustiques de surface. Or, en réalité, il y a toujours des imperfections venant du procédé de réalisation, des imperfections dans les matériaux utilisés ainsi que des imperfections dans les appareils électriques utilisés comme par exemple les générateurs de fonctions. Les effets de second ordre qui contribuent à la dégradation de la réponse fréquentielle d'un transducteur interdigité sont [80] :

1. la diaphonie électromagnétique
2. les interférences dues aux multiples réflexions des ondes acoustiques de surface entre les deux transducteurs interdigités d'entrée et de sortie (TTI, Triple-Transit-Interference)
3. les réflexions aux bords des doigts des électrodes mêmes
4. les interférences avec les ondes acoustiques de volume
5. l'adaptation en impédance et en fréquence du transducteur qui est difficile à réaliser

6. la diffraction
7. l'excitation d'harmoniques d'ordres supérieurs
8. des boucles de masse

1.4.5.4 Les différents types des transducteurs interdigités

Il existe beaucoup de géométries différentes de transducteurs interdigités selon les caractéristiques requises par l'application. On peut avoir des géométries optimisées pour des lignes à retard ou des réflecteurs, la génération d'harmoniques, la suppression d'harmoniques, la compensation de la dérive en fonction de la température (TCF, Temperature Coefficient Frequency) [81].

1.4.5.4.1 Les transducteurs bidirectionnels Les premiers transducteurs interdigités qui ont été développés étaient des traducteurs bidirectionnels . Ils sont composés d'un transducteur d'entrée et d'un transducteur de sortie espacés d'un multiple entier de longueurs d'ondes. La largeur des doigts est définie telle que la largeur d'un doigt a_{doigt} plus la largeur de l'interstice entre deux doigts $b_{interstice}$ soit égale à une demie longueur d'onde : $a_{doigt} + b_{interstice} = \lambda/2$. Comme ces transducteurs sont bidirectionnels, il n'y a qu'une moitié de la puissance émise par le transducteur émetteur qui peut être récupérée par le transducteur récepteur, ce qui équivaut à une perte de $6dB$ pour un couple de transducteurs émetteur-récepteur classique.

1.4.5.4.2 Les transducteurs unidirectionnels Pour remédier à ces pertes, mais aussi pour d'autres raisons, il y eu des efforts pour développer des transducteurs unidirectionnels , dont le premier à vu le jour en 1976 [82], appelés SPUDT (Single Phase Uni-Directional Transducer). L'idée de base était qu'un transducteur bidirectionnel, auquel on associe un réflecteur d'un côté, n'émettra de l'énergie que du côté opposé. Les travaux de recherche ont permis l'élaboration de transducteurs interdigités qui ont un réflecteur intégré à l'intérieur même du transducteur, permettant d'éliminer aussi bien les réflexions internes entre les doigts d'un transducteur qu'entre deux transducteurs, en respectant les contraintes pour l'amplitude et la conservation de la phase. Ceci se fait en pratique généralement en utilisant trois ou quatre électrodes (doigts) par longueur d'onde au lieu de deux. La figure 1.6 donne quelques exemples de transducteurs unidirectionnels.

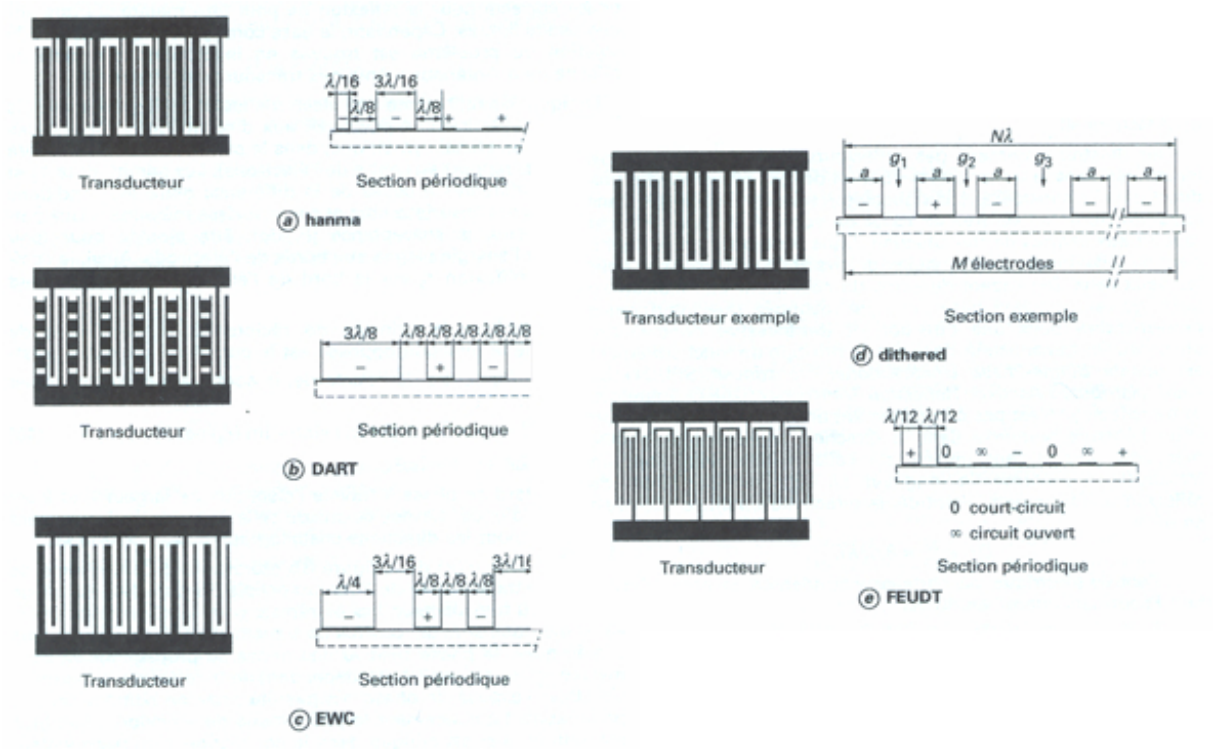


FIG. 1.6 – Géométries de quelques transducteurs unidirectionnels utilisant des géométries asymétriques suivant l'axe de propagation.

1.5 Matériaux piézoélectriques

Les matériaux cristallins sont subdivisés en 32 classes selon le nombre de d'axes de rotation et de plans de symétrie laissant la structure cristalline inchangée. Parmi ces 32 classes, il n'y en a que 20 qui sont piézoélectriques. Toutes ces 20 classes sont non-centrosymétriques . Parmi ces 20 classes, il n'y en a 10 qui sont polaires est qui présentent également l'effet pyroélectrique[4] . Un matériau pyroélectrique génère des charges de surface s'il est soumis à un gradient de température. Les 10 classes de matériaux pyroélectriques peuvent encore être subdivisées en matériaux ferroélectriques et en matériaux non-ferroélectriques. Les matériaux ferroélectriques présent un moment dipolaire spontané qui peut être inversé par l'application d'un champ électrique. De manière générale, ces matériaux ont un coefficient de couplage électromécanique élevé, mais ils sont moins stables. Un exemple de classe ferroélectrique est la structure pérovskite, un matériau appartenant à cette classe est p.ex. le Titano-Zirconiate de Plomb (PZT, $Pb(Zr_x, Ti_{1-x})O_3$). La structure wurzite (figure 1.7) appartient aux classes non-ferroélectriques (6mm) ; des exemples de matériaux ayant une structure wurzite sont l'oxyde de zinc (ZnO) et le nitrure d'aluminium (AlN). Parmi tous les matériaux piézoélectriques existants, seuls quelques-uns se retrouvent dans des applications techniques largement utilisées. Le matériau piézoélectrique, sous forme de monocristal, par opposition aux couches minces, le plus utilisé dans les domaines des capteurs et du réglage de fréquence, est le quartz, principalement à cause de sa stabilité en température, de sa précision et de son faible coût [83]. Dans ces deux domaines d'application, l'oxyde de silicium (SiO_2) joue le même rôle prépondérant que le silicium dans l'industrie des semiconducteurs. Selon les propriétés requises, on a recours à différentes coupes cristallographiques . Lorsqu'on utilise le quartz pour générer des ondes de volume avec des modes de cisaillement pour la détection en milieu liquide p.ex., on utilise la coupe AT. D'autres matériaux massifs utilisées actuellement sont le niobate de lithium ($LiNbO_3$), le tantalate de lithium ($LiTaO_3$), le niobate de potassium ($KNbO_3$) ou encore l'orthophosphate de gallium ($GaPO_4$). Certains polymères ont des propriétés piézoélectriques, et jusqu'à une certaine limite même des matériaux comme le caoutchouc, la laine et le bois. Le polymère poly-vinylidine difluoride (PVDF) possède des propriétés piézoélectriques beaucoup plus développées que le quartz. Néanmoins, parmi tous les matériaux piézoélectriques existants, seul certains offrent la possibilité d'être déposés en couche mince tout en gardant leurs propriétés intéressantes. Pour les micro- et nanosystèmes réalisés lors de nos travaux, trois matériaux piézoélectriques ont été utilisés et seront présentés plus en détail : le niobate de lithium, le tantalate de lithium et le nitrure d'aluminium.

[4]Tous les matériaux développent une polarisation diélectrique sous l'influence d'un champ électrique. Les matériaux polaires présentent une séparation naturelle des charges et un axe de polarisation, même en l'absence d'un champ électrique.

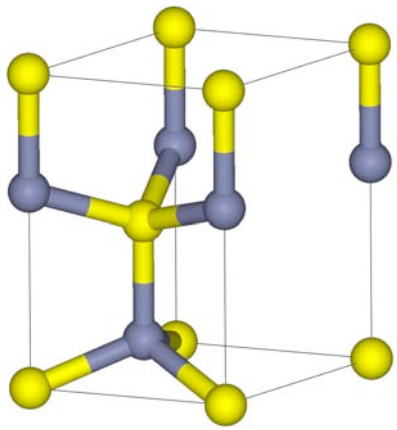


FIG. 1.7 – Maille élémentaire de la wurzite.

1.5.1 Le niobate de lithium ($LiNbO_3$)

Le niobate de lithium est un cristal transparent à structure trigonale (figure 1.8). Il est transparent à des longueurs d'onde comprises entre 350nm et 5500nm et a une bande interdite de $4eV$. Son point de fusion se situe à $1257°C$ et il a une densité de $4,65g/cm^3$. Le niobate de lithium n'a pas de centre d'inversion symétrique et il présente l'effet Pockel[5] . Les cristaux crus par la méthode de Czochralski [84] ont des propriétés électrooptiques, piézoélectriques, photo-élastiques et optiques non-linéaires uniques ; ils sont fortement biréfringents. Ils sont utilisés entre autres pour le doublage de fréquences laser, dans l'optique non-linéaire des cellules de Pockel, pour des guides d'onde optiques, etc. Le niobate de lithium est beaucoup utilisé dans les télécommunications comme p.ex. dans les téléphones mobiles et les modulateurs optiques. Le niobate de lithium est de surcroît un des matériaux de choix pour réaliser des structures à ondes acoustiques de surface. Le niobate de lithium sera traité plus en détail au chapitre 3.

1.5.2 Le tantalate de lithium ($LiTaO_3$)

Le tantalate de lithium est un cristal transparent à structure trigonale. Il est transparent à des longueurs d'onde comprises entre 400nm et 4500nm, son point de fusion se situe à $1650°C$ et il a une densité de $7,46g/cm^3$. Le tantalate de lithium est beaucoup utilisé dans les télécommunications comme par exemple dans les téléphones mobiles et les modulateurs optiques. Le tantalate de lithium est également un des matériaux de choix

[5]L'effet Pockel, encore appelé effet électro-optique de Pockel, crée la biréfringence dans un élément optique sous l'influence d'un champ électrique constant ou variable appliqué. L'effet Pockel se différencie de l'effet Kerr par le fait que la biréfringence est proportionnelle au champ électrique, alors qu'elle est proportionnelle au carré du champ électrique dans le cas de l'effet Kerr. L'effet Pockel ne se produit que dans des cristaux n'ayant pas de centre d'inversion symétrique.

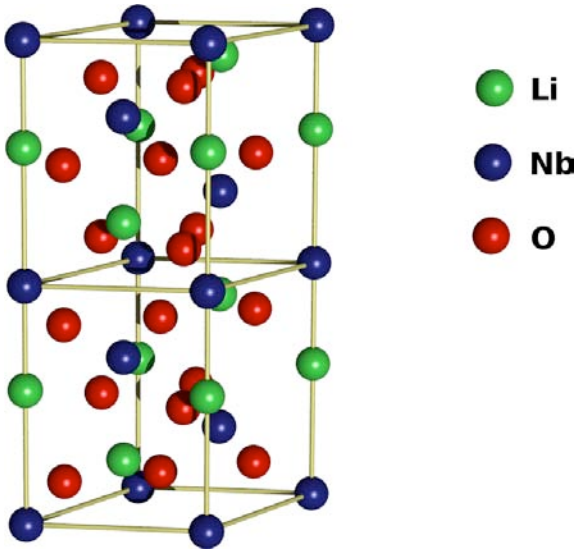


FIG. 1.8 – Structure trigonale du niobate de lithium.

pour réaliser des structures à ondes acoustiques de surface. Le tantalate de lithium sera traité plus en détail aux chapitres 3 et 4.

1.5.3 Le nitrure d'aluminium (AlN)

Le nitrure d'aluminium possède une structure cristalline du type wurzite hexagonale à symétrie 6mm. Cette structure peut être imaginée comme deux structures hexagonales (aluminium et azote) qui s'interpénètrent et espacées de $(3/8)c$ l'une par rapport à l'autre, sachant que l'axe c est l'axe de symétrie principal du cristal. Les constantes élastiques et piézoélectriques sont données dans le tableau 1.2. Les couches minces d'AlN ont des vitesses de phase acoustiques élevées, une faible atténuation acoustique, un couplage électromécanique élevé et sont compatibles avec les procédés CMOS (Complementary Metal-Oxide-Semiconductor) [85]. Le nitrure d'aluminium sera traité plus en détail au chapitre 3.

Paramètre	**Unité**	$QuartzAT$	PZT	$LiNbO_3$	$LiTaO_3$	AlN
ε	-	4,54	350	-	47	8,5
ρ	kg/m^3	2650	7480	4650	7460	3260
bande interdite	eV	-	-	4,0	-	6,2
K^2_{LM}	%	-	0,45	-	-	0,25
K^2_{SM}	%	0,07	-	17,2	5,0	0,16
v_{LM}	m/s	5968	4500	-	-	11374
v_{SM}	m/s	3310	2200	4792	4160	6094

TAB. 1.2 – Propriétés de quelques matériaux piézoélectriques

1.6 Les différents types d'ondes acoustiques de surface et leurs applications possibles

Dans cette étude, on s'intéressera plus particulièrement aux différents types d'ondes de surface et leurs applications possibles.

Par définition, les ondes élastiques ou acoustiques de surface sont des ondes qui se propagent parallèlement à la surface d'un solide, le vecteur d'onde et le vecteur du flux d'énergie étant parallèles à la surface ou formant un faible angle avec le plan de la surface considérée. L'amplitude de ces ondes de surface, se situant dans le même ordre de grandeur que la longueur d'onde, décroît progressivement en s'éloignant de la surface vers l'intérieur du solide. Il existe plusieurs modes de propagation qui peuvent être déduits de la résolution des équations de la section 1.4. Comme nous allons aussi nous intéresser à la réalisation d'un capteur à ondes de surface, dont la sensibilité dépend directement et uniquement des phénomènes se produisant à l'interface du substrat et de la couche de liquide qui est en contact direct avec ce substrat, nous nous permettons de simplifier la description des différents types d'ondes acoustiques de surface et les différents modes selon la démarche suivante : Nous ne considérerons que la projection du vecteur d'onde de l'onde en question sur le plan formé par la surface. Comme nous travaillerons uniquement en surface, nous n'aurons pas accès aux phénomènes se déroulant dans le substrat. Nous n'allons également ne tenir compte que de la projection des phénomènes se produisant dans le substrat (réflexions, pertes, etc.) sur la surface du substrat. La figure 1.9 illustre cette projection pour quelques exemples de types d'ondes acoustiques de surface, dont le vecteur d'onde est projeté dans le plan de la surface du substrat, la figure 1.9 étant la représentation d'une coupe transversale du substrat.

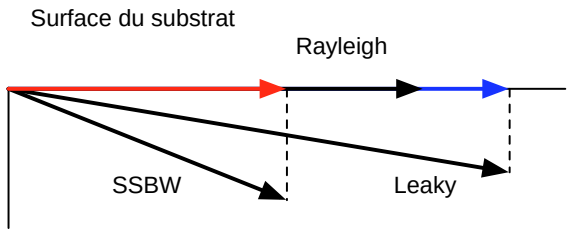


FIG. 1.9 – Simplification apportée pour la caractérisation et la comparaison des différentes ondes de surface

Il est difficile de classer les différents types d'ondes en groupes ou catégories, car l'appréciation de l'importance d'une caractéristique d'un type d'onde donné est souvent influencée par la façon dont on essaye de la cerner, dans certains cas même par l'application visée. Nous allons traiter, par la suite, les différents types d'ondes acoustiques de surface, sous l'angle de vue proposé dans cette section, avec leurs dénominations trouvées dans

la littérature. En parlant d'ondes acoustiques de surface, il faut faire la différence entre les différents termes caractérisant une onde donnée. Le tableau 1.3 tente de donner un aperçu de toutes les ondes connues et rencontrées dans la littérature. Il est spécifié dans le tableau s'il s'agit d'une de surface pure (S) ou d'une pseudo onde de surface (P), ainsi que les conditions d'existence ou de dégénération.

Nom	**Type**	**Conditions d'existence**
Rayleigh	S	Existe dans des matériaux massifs et des multicouches
Sezawa	S	N'existe que dans les multicouches ; l'onde de Sezawa correspond au deuxième mode de l'onde Rayleigh dans une structure multicouche
Lamb	Plaque (S)	Cas particulier ; il s'agit de deux ondes de Rayleigh présentes dans une membrane (Mode plaque)
SH	S	Matériaux massifs et multicouches
STW	S	Matériaux massifs et multicouches
Bleustein-Gulyaev	S	Matériaux piézoélectriques massifs et multicouches
Love	S	N'existe que dans les structures multicouches, à condition que la vitesse acoustique de la couche guidante soit inférieure à celle du substrat ($v_{cg} < v_s$)
Leaky SAW	P	Mono- et multicouches
PSAW et HVP-SAW	P	Matériaux multicouches
Surface Skimming Bulk Wave	P	Matériaux massifs

Tab. 1.3 – Les différents types d'ondes et de pseudo ondes de surface

Le *type d'onde* dénomme *une famille d'ondes* qui sont solution de l'équation d'onde pour un cas de figure précis. Pour le cas des substrats massifs, il n'existe qu'une seule solution à l'équation d'onde pour une configuration donnée. Dans le cas des structures multicouches, il peut y avoir plusieurs solutions de l'équation d'onde pour une configuration donnée, on associe à chaque solution *un mode de propagation* , le mode 0 correspondant à la solution de l'équation d'onde ayant la vitesse de phase la plus faible. Dans le cas des ondes de surface pures, l'onde de Rayleigh correspond, selon cette définition, au mode 0 de ce type d'onde. L'onde de Sezawa est une onde de même type, de la même famille, mais correspond au mode 1 des ondes de type Rayleigh selon certains auteurs [86, 87], d'autres appellent ondes de Sezawa tous les modes de propagation supérieurs à celui de l'onde de Rayleigh [88], de la famille des ondes de Rayleigh. Dans des matériaux massifs, par opposition aux matériaux multicouches, on peut avoir des ondes de types différents, mais il n'existe qu'un seul mode par type d'onde, c'est le mode fondamental. Il reste encore à positionner le terme *d'harmonique* par rapport au types d'ondes et modes de propagation. Dans le cas des matériaux massifs, une harmonique d'une onde de surface apparaît à un multiple entier impair de la fréquence fondamentale. Le plus souvent, on arrive à exciter les harmoniques impaires en adaptant la géométrie des transducteurs interdigités, mais

il y a aussi des exemples où il y eu excitation des harmoniques paires. Dans le cas des matériaux multicouches, l'identification est un peu plus compliquée ; à cause des effets de dispersion, les harmoniques des modes fondamentaux n'apparaissent pas à des multiples entiers de fréquences fondamentales, parce que la vitesse de phase ne dépend pas uniquement de la périodicité des transducteurs interdigités, qui définissent la longueur d'onde de l'onde excitée, mais aussi de l'épaisseur des différentes couches et de leur nature. Nous nous permettons d'introduire donc une nomenclature une peu plus abstraite en associant un mode d'indice i et une harmonique d'indice j à chaque onde observée, donc un nom de la forme M_iH_j, dans le cas des matériaux multicouches, les modes étant classés en fonction des leurs vitesses de phases croissantes :

$$v_{M_iH_x} < v_{M_{i+1}H_x} \tag{1.36}$$

Cette relation restant bien évidemment vraie pour le cas des harmoniques. La figure 1.10 illustre une série de simulations effectuées avec FEMLAB. La structure simulée est une structure multicouche ZnO sur diamant, avec des électrodes interdigitées déposées à la surface. La simulation est représentée suivant un modèle 2-D [89].

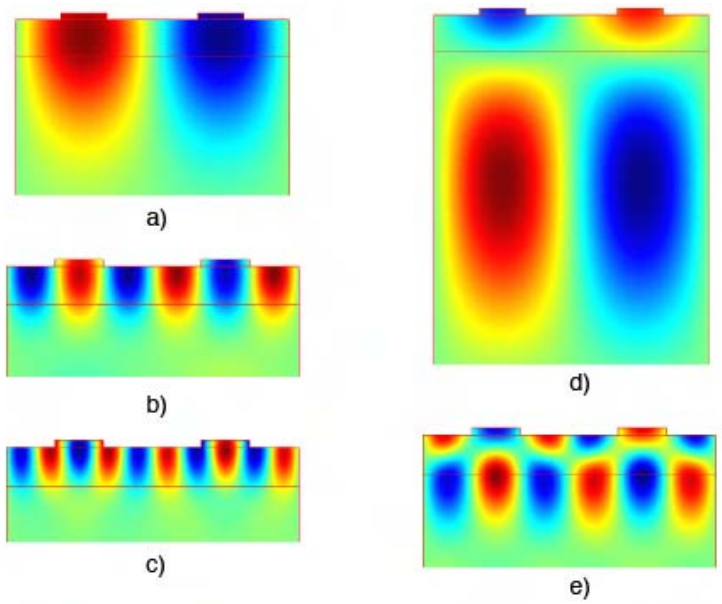


FIG. 1.10 – Simulation numérique FEMLAB visualisant les différents modes avec les harmoniques correspondantes d'une structure multicouche ZnO sur silicium, avec des électrodes interdigitées déposées à la surface ; modèle en 2-D [89]. Les couleurs rouges et bleues représentent les déformations de la structure normales au plan de la feuille, dans les sens opposés respectivement. Selon la nomenclature définie ci-dessus, les différentes représentations correspondent à M_0H_1 (a), M_0H_3 (b), M_0H_5 (c), M_1H_1 (d) et M_1H_3 (e).

1.6.1 Les ondes de Rayleigh

Les ondes de Rayleigh ont été découvertes par Lord Rayleigh en 1885. Ces ondes possèdent deux composantes de déplacement mécanique dans le plan sagittal et remplissent les conditions aux limites mécaniques à la surface libre. Néanmoins, la satisfaction des conditions mécaniques est une condition nécessaire mais non pas suffisante pour avoir vraiment des ondes de surface. Les déplacements acoustiques résultent de la superposition d'une composante longitudinale et d'une composante transverse, déphasées de $\pi/2$. La profondeur de pénétration de l'onde dans le substrat est de l'ordre de 2λ. Des dispositifs à ondes de Rayleigh sont utilisés pour réaliser des capteurs en milieu gazeux et des filtres électriques à haute fréquence. La figure 1.11a donne un représentation qualitative des ondes de Rayleigh, qui ont une polarisation elliptique [90], illustrée à la figure 1.11b.

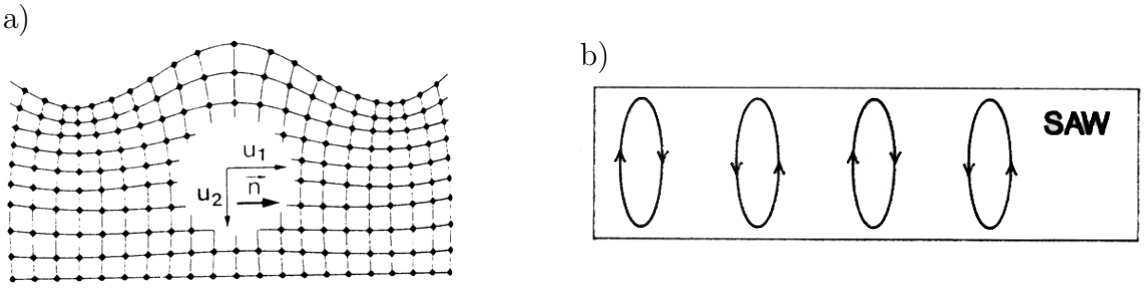


FIG. 1.11 – Représentation qualitative (a) et schématique (b) des ondes de Rayleigh.

1.6.2 Les ondes de Sezawa

Les ondes de Sezawa appartiennent à la famille des ondes de Rayleigh, mais correspondent au mode 1 des ondes de type Rayleigh. Les ondes de Sezawa peuvent avoir des vitesses de phase correspondant à peu près au double des celle des ondes de Rayleigh, pour des structures réalisées avec du diamant[6] p.ex. [91].

1.6.3 Les ondes de Lamb

Les ondes de Lamb sont en fait un cas particulier des ondes de Rayleigh. Une onde de Lamb n'existe que dans des plaques fines, appelées membranes, et elle est constituée de la superposition de deux ondes de Rayleigh qui sont soit en phase, soit déphasée de $\pi/2$. Comme les ondes de Rayleigh, les ondes de Lamb ont une polarisation elliptique qui résulte de la superposition de deux composantes de déplacement (une composante longitudinale et une composante transversale). Les ondes de Lamb se propagent à des fréquences discrètes dans des membranes. Selon le type de déplacement acoustique, on distingue les deux

[6]Le diamant est le matériau possédant le module de Young le plus élevé, ce qui permet la réalisation de structures à ondes acoustiques de surface ayant des vitesses de phase de $10000 m/s$ et plus

modes des ondes de Lamb : le mode symétrique et le mode antisymétrique [92]. Malgré la composante normale à la surface, le mode antisymétrique peut être utilisé pour la détection en milieu liquide sans pertes excessives d'énergie du fait d'une vitesse de propagation inférieure à celle de l'onde de volume dans le liquide [93].

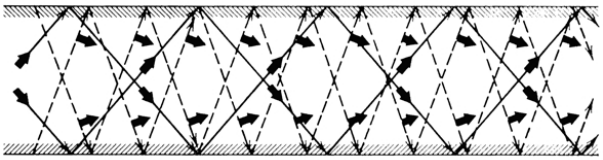


FIG. 1.12 – Représentation schématique des ondes de Lamb.

1.6.4 Les ondes SH

Les ondes SH (Shear-Horizontal) sont des ondes transversales de cisaillement. Le terme SH est le plus souvent utilisé pour décrire une onde de cisaillement avec une polarisation horizontale parallèle au plan de la surface de l'échantillon. C'est en quelque sorte un terme générique qui s'emploie selon les différents auteurs pour dénommer des ondes STW, des ondes de Love, des ondes Leaky ou encore des ondes SSBW.

1.6.5 Les ondes STW

Lorsqu'on génère des ondes SSBW (Surface Skimming Bulk Wave, onde de volume effleurant la surface, voir section 1.6.10) et qu'une structure en forme de réseau de lignes métalliques, servant à piéger de l'énergie électrique, est déposée à la surface du dispositif dans la zone de propagation des ondes SSBW, les ondes SSBW se transforment en ondes STW (Surface Transverse Waves, ondes de surface transversales) [94, 95] . Pour éviter les réflexions des ondes qui se propagent, la période du réseau de lignes piégeant l'énergie est différente de la période des transducteurs interdigités. Les ondes STW font également partie de la famille des ondes SBAW (Shallow Bulk Acoustic Waves, ondes de volume à faible profondeur de pénétration) . Une représentation schématique des ondes STW est donnée à la figure 1.13.

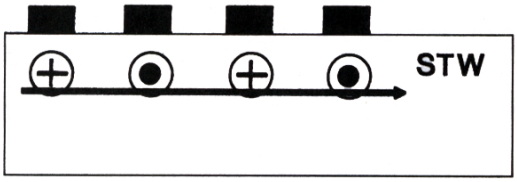


FIG. 1.13 – Représentation schématique des ondes STW.

1.6.6 Les ondes de Bleustein-Gulyaev

Les ondes de Bleustein-Gulyaev (ondes BG) ont été découvertes indépendamment par Bleustein [96] et Gulyaev [97] en 1968. Il s'agit d'un type d'onde de cisaillement de surface pure non dispersive, présente dans des matériaux piézoélectriques. Ces ondes existent dans des cristaux piézoélectriques à symétrie hexagonale, elles se propagent perpendiculairement à l'axe c avec un déplacement mécanique selon l'axe c. Les conditions aux limites d'absence de contraintes est remplie par le fait que les contraintes générées par le déplacement mécanique et l'effet piézoélectrique se compensent exactement et mutuellement à la surface. Les propriétés de cette onde à la surface s'expliquent par la réduction de la constante piézoélectrique rigidifiée à la surface, il en résulte une réduction de la vitesse de propagation de l'onde de cisaillement de volume dans la couche superficielle [98]. Koerber et al. ont complété les développements théoriques dans le domaine des ondes de Bleustein-Gulyaev et ont déterminé les coupes cristallographiques où il peut y avoir existence d'ondes BG [99]. La profondeur de pénétration des ondes BG et de l'ordre de 100λ. Les ondes BG ont été utilisées pour la détermination de conductivité et de pH en milieu liquide [100].

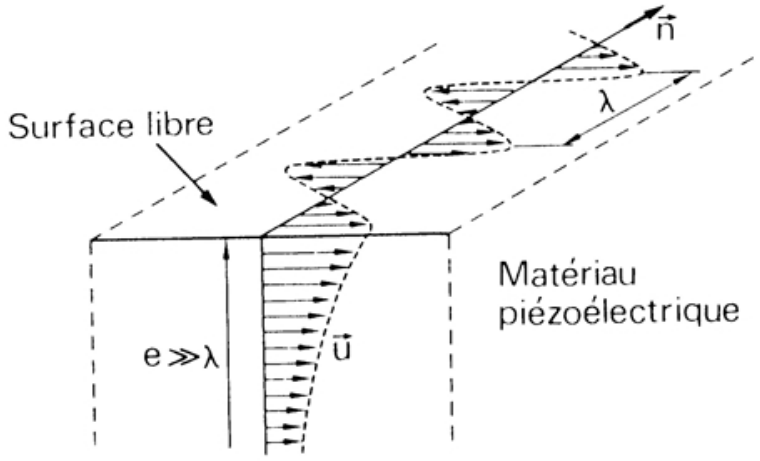


FIG. 1.14 – Représentation schématique des ondes de Gulyaev-Bleustein.

1.6.7 Les ondes de Love

Une représentation schématique des ondes de Love est donnée à la figure 1.15. La condition d'existence de ondes de Love est la présence d'un couche guidante, qui peut être piézoélectrique ou non-piézoélectrique, déposée à la surface du substrat piézoélectrique et dont la vitesse de phase des ondes acoustiques est inférieure à celle du substrat.

Comme les ondes de Love constituent une partie fondamentale de cette thèse, un paragraphe entier leur est dédié, et elles seront donc traitées plus en détail à la section 4.1.2.

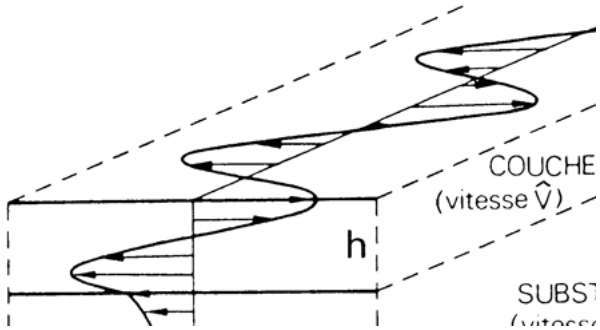


FIG. 1.15 – Représentation schématique des ondes de Love.

1.6.8 Les ondes PSAW et HVPSAW

Les ondes pseudo-SAW, ou PSAW , ne sont pas de ondes de surface pures, comme les ondes de Rayleigh, mais peuvent avoir des composantes irradiant dans le volume. Souvent, dans la littérature, les ondes PSAW sont considérées être des ondes « Leaky » (cf. section 1.6.9) ou même des ondes de volume effleurant la surface (cf. section 1.6.10). Les ondes pseudo-SAW ont été observées en premier par Engan et al. en 1967 [101]. Les ondes PSAW et HVPSAW (High Velocity Pseudo Surface Acoustic Wave, onde acoustique de surface de vitesse très élevée) ont été traitées et caractérisées [102, 103].

1.6.9 Les ondes « Leaky »

Les ondes « Leaky », encore appelées LSAW, sont générées, de même que les ondes de Rayleigh, à l'aide de transducteurs interdigités. Une représentation schématique des ondes Leaky est donnée à la figure 1.16. Des dispositifs employant l'un ou l'autre type d'onde ne se distinguent, dans le cas du quartz p.ex., que par la coupe cristallographique utilisée, le reste pouvant être absolument identique. Néanmoins, les ondes Leaky présentent certains avantages par rapport aux ondes de Rayleigh :

- Les vitesses de phase des ondes Leaky peuvent être jusqu'à 1,6 fois supérieures à celles des ondes de Rayleigh. On peut donc atteindre des fréquences de travail supérieurs du même facteur par rapport à des dispositifs à ondes de Rayleigh avec la même géométrie de transducteurs interdigités [104, 105].
- Certaines coupes cristallographiques ont des facteurs de couplage électromécanique beaucoup plus élevés pour les ondes Leaky avec l'élargissement de la bande passante qui va de paire.
- Certaines coupes du quartz p.ex. ont des coefficients de température-fréquence (TCF, temperature coefficient frequency) beaucoup plus faibles pour les ondes LSAW [106].
- Les ondes Leaky sont beaucoup moins sensibles aux contaminations en surface car elles se propagent en dessous de la surface piézoélectrique.
- Les ondes Leaky permettent la réalisation de dispositifs travaillant à des puissances

plus importantes que les dispositifs à ondes Rayleigh. Comme les ondes Leaky pénètrent plus dans le substrat, la densité de puissance acoustique sera plus faible en comparaison avec un dispositif à onde de Rayleigh comparable.

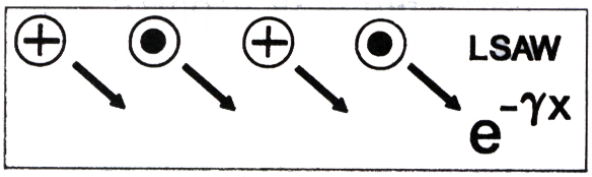


FIG. 1.16 – Représentation schématique des ondes Leaky. $e^{-\gamma x}$ est la fonction d'atténuation de l'onde selon sa direction de propagation.

1.6.10 Les ondes SSBW

Les ondes SSBW (Surface Skimming Bulb Waves, ondes de volume effleurant la surface) font partie du groupe des ondes SBAW (Shallow Bulk Acoustic Waves, ondes de volume à faible profondeur de pénétration) . Les ondes SSBW sont des ondes de volume longitudinales avec une composante de cisaillement à polarisation horizontale. Les ondes SSBW sont excitées à l'aide de transducteurs interdigités, mais il y a une différence par rapport à la génération des ondes de Rayleigh : Alors que les ondes de Rayleigh sont excitées par les composantes parallèles et normales aux électrodes interdigités, les ondes SSBW ne sont excitées que par la composante parallèle. Les dispositifs à ondes SSBW jouissent des mêmes avantages que les ondes Leaky (cf. section 1.6.9), de surcroît, les dispositifs à ondes SSBW sont capables de rejeter les modes parasites [107, 108]. Une représentation schématique des ondes SSBW est donnée à la figure 1.17.

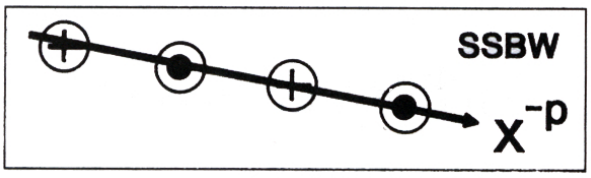


FIG. 1.17 – Représentation schématique des ondes SSBW. x^{-p} est la fonction d'atténuation de l'onde en selon la direction de propagation.

1.7 Conclusion

Nous avons essayé de situer dans ce chapitre le contexte de la thèse en présentant l'importance des capteurs en général à l'aide de quelques chiffres tirés de l'industrie du domaine. Nous avons aussi donné un bref historique de l'évolution des dispositifs à ondes acoustiques de surface, les besoins par lesquels ils sont nés, les découvertes clés qui ont permis leur formidable essor au cours des dernières décennies ainsi que les différents domaines d'application très divers qui se sont peu à peu développés.

Nous avons présenté la théorie de la piézoélectricité et des ondes acoustiques de surface en tentant de couvrir tous les aspects importants, de façon générale, mais aussi dans le cadre des besoins de cette thèse. Nous avons détaillé par la suite quelques matériaux piézoélectriques couramment utilisés en présentant leur structure cristalline et leurs propriétés. Nous avons essayé de faire un relevé aussi complet que possible de toutes les ondes acoustiques de surface rencontrées dans la littérature en donnant leurs conditions d'existence ainsi que leur spécificités.

Bibliographie

[1] IEE S.A. ZAE Weiergewan, 11, rue Edmond Reuter, L-5326 Contern, Luxembourg, www.iee.lu.

[2] ELTH S.A. Rue J.F. Kennedy, L-7327 Steinsel, Luxembourg.

[3] C.K. Campbell. *Surface Acoustic Wave Devices*. Academic Press, 1998.

[4] Frost and Sullivan. World Surface Acoustic Wave (SAW) Device Markets. Technical report, Market Research, 2002. www.marketresearch.com.

[5] Y.V. Gulyaev and F.S. Hickernell. Acoustoelectronics : History, Present State and New Ideas for a New Era. In *IEEE Internatonal Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control Joint 50th Anniversary Conference*, volume 1, pages 182–190, 2004.

[6] C. Gomes. Global Auto Report. Technical report, Scotia Economics, 2006. www.scotiabank.com.

[7] Takeda Pacific. Medical Biosensor Applications and Market to 2008 - Diabetes Management, Point-of-Care and Related Applications. Technical report, Market Research, 2005. www.marketresearch.com.

[8] Goliath Knowledge on Demand. U.S. market for biosensors and bioelectronics to cross $1.81 billion by 2006. Technical report, Goliath - Knowledge on Demand, 2002. goliath.ecnext.com.

[9] OECD. Mobile telecommunication services revenue in total for OECD. Technical report, OECD, 2005. www.oecd.org.

[10] Yu.V. Gulyaev, I.M. Kotelyansky, A.V. Medved, and R.A. Mishkinis. S.A.W. monolithic acoustoelectronic oscillator. *Electronics Letters*, 16 :114–115, 1980.

[11] Yu.V. Gulyaev, G.D. Mansfeld, and G.A. Orlova. Acoustoinjection transistor - a new type of electrically controlled transducer. *Electronics Letters*, 17 :396–397, 1981.

[12] R.L. Miller, C.E. Northwic, and D.S. Bailey. *ACT Device Technology and Applictions*. Artech, Boston edition, 1992.

[13] A. Bert, B. Epstein, and G. Kantorowicz. Signal processing by electron beam interaction with piezoelectric surface waves. *IEEE Trans. Sonics Ultrasonics*, SU-20 :173–181, 1973.

[14] Lord Rayleigh. On waves propagating along the plane surface of an elastic solid. *Proc. London Math. Soc.*, 17 :4–11, 1885.

[15] A.E.H. Love. *Some problems of geodynamics*. Cambridge, 1911.

[16] K. Sezawa. Dispersion of elastic waves propagated on the surface of stratified bodies and curved surfaces. *Bull. Earthquake Res. Inst. Tokyo*, 3 :1–18, 1917.

[17] M. Kanai. On the M2 waves (Sezawa waves). *Bull. Earthquake Res. Inst. Tokyo*, 29 :39–48, 1951.

[18] M. Kanai. On the M2 waves (Sezawa waves) 2. *Bull. Earthquake Res. Inst. Tokyo*, 33 :275–281, 1955.

[19] J.R. Klauder, A.C. Price, S. Darlington, and W.J. Albersheim. The theory and design of chirp radars. *Bell Syst. Tech. J.*, 39 :745–808, 1960.

[20] R.M. White and F.W. Voltmer. Direct piezoelectric couling to surface elastic waves. *Appl. Phys. Lett.*, 7 :314–316, 1965.

[21] R.M. White. Surface elastic waves. In *Transactions of the IEEE*, volume 58, pages 1238–1276, 1970.

[22] R.H. Tancrell, M.B. Schulz, H.H. Barrett, and L. Davies. Dispersive delay lines using ultrasonic surface waves. In *Proc. IEEE*, volume 57, pages 1211–1213, 1969.

[23] P. Hartemann and E. Dieulesaint. Intrinsic compensation of sidelobes in a dispersive acoustic delay line. *Electronics Lett.*, 5 :209–210, 1969.

[24] R. H. Tancrell and M. G. Holland. Acoustic Surface Wave Filters. In *IEEE Ultrasonics Symp.*, volume 1, pages 48–64, 1970.

[25] L.N. Court. Microwave acoustic devices for pulse compression filters. *IEEE Trans.*, 17 :968–986, 1969. MMT.

[26] A.J. Bahr. Special issue on 'microwave acsoutics'. *IEEE Trans.*, 17 :799–1046, 1969. MMT.

[27] E.A. Ash, R.M. De La Rue, and R.F. Humphryes. Microsound surface waveguides. *IEEE Trans.*, 17 :882–892, 1969. MMT.

[28] Yu.V. Gulyaev. Electroacoustic surface waves in solids. *Soviet Physics JETP Letters*, 9 :37–38, 1969.

[29] J.L. Bleustein. A new surface wave in piezoelectric materials. *Appl. Phys. Lett.*, 13 :412–413, 1968.

[30] Y. Ohta, Y. Nakamura, and H. Shimizu. [in japanese]. Technical report, IECE Japan, 1969. US69-3.

[31] J.J. Campbell and W.R. Jones. A method for estimating optimal crystal cuts and propagation directions for excitation of piezoelectric surface waves. *IEEE Trans.*, 15 :209–217, 1968. SU.

[32] J.F. Dias, H.E. Karrer, J.A. Kusters, J.H. Matsinger, and M.B. Schulz. The temperature coefficient of delay time for X-propagating acoustic surface waves on rotated Y-cuts of alpha quartz. *IEEE Trans.*, 22 :46–50, 1975. SU.

[33] G.W. Farnell. *Phyiscal acoustics*, volume 6. Academic Press, 1970. in 'Properties of elastic surface waves'.

[34] G.W. Farnell. *Surface wave filters*. Wiley, 1977. in 'Elastic surface waves'.

[35] A.J. Slobodnik. Surface acustic waves and SAW materials. In *Proc. IEEE*, volume 64, pages 581–595, 1976.

[36] A.J. Slobodnik and E.D. Conway. Microwave Acoustics Handbook, Vol. 1, Surface Wave Velocities. Technical report, US Air Force Cambridge Research Laboratories, 1970. Report no. AFCRL-PSRP-414, Accession no. AD 868360.

[37] A.J. Slobodnik, R.T. Delmonico, and E. Conway. Microwave Acoustics Handbook, Vol. 2, Surface Wave Velocities - Numerical Data. Technical report, US Air Force Cambridge Research Laboratories, 1974. Report no. AFCRL-PSRP-609, Accession no. A006113.

[38] Y. Ebata and H. Satoh, editors. *IEEE Ultrasonics Symposium*, 1988.

[39] L.R. Rabiner, J.H. McClellan, and T.W. Parks, editors. *Proc. IEEE*, volume 63, 1975.

[40] J.H. McClellan, T.W. Parks, and L.R. Rabiner. A computer programme for design techniques using weighted chebyshev approximation. *IEEE Trans.*, 21 :506–526, 1973. AU.

[41] F.G. Marshall, C.O. Newton, and E.G.S. Paige. Surface acoustic wave multistrip components and their applications. *IEEE Trans.*, 21 :216–225, 1973. MMT.

[42] C.S. Hartmann, P.V. Wright, R.J. Kansy, and E.M. Graber, editors. *IEEE Ultrasonics Symposium*, 1982.

[43] T. Kodama, H. Kawabata, Y. Yasuhara, and H. Sato, editors. *IEEE Ultrasonics Symposium*, 1986.

[44] K. Yamanouchi and H. Furuyashiki. Low-Loss SAW Filter Using Internal Reflection Types of New Single-Phase Unidirectional Transducer. *Electronics Lett.*, 20 :989–990, 1984.

[45] M. Takeuchi and K. Yamanouchi. Coupled mode analysis of SAW floating electrode type unidirectional transducers. *IEEE Trans. UFFC*, 40 :648–658, 1993.

[46] B.A. Auld, J.J. Gagnepain, and M. Tan. Horizontal shear surface waves on corrugated surfaces. *Electronics Lett.*, 12 :650–651, 1976.

[47] M.F. Lewis. Surface Skimming Bulk Waves, SSBW. In *Proceedings on the IEEE Ultrasonics Symposium*, volume 1, pages 744–752, 1977.

[48] L.D. Avramov. Gigahertz range resonant devices for oscillator applications using shear horizontal acoustic waves. *IEEE Trans. UFFC*, 40 :459–468, 1993.

[49] L.D. Avramov, F.L. Walls, T.E. Parker, and G.K. Montress. Extremely low noise floor, high power oscillators using surface transvers wave devices. *IEEE Trans. UFFC*, 43 :20–29, 1996.

[50] H. Engan, K.A. Ingebrigsten, and A. Tonning. Elastic surface wave in alpha quartz : Observation of leaky surface waves. *Appl. Phys. Lett.*, 10 :311–313, 1967.

[51] G.W. Farnell. *Physical Acoustics*, volume 6. Academic Press, 1970.

[52] K. Nakamura, M. Kazumi, and H. Shimizu. SH-Type and Rayleigh-Type Surface Waves on Rotated Y-Cut $LiTaO_3$. In *IEEE Ultrasonics Symp.*, volume 1, pages 819–822, 1977.

[53] A. Takayanagi, K. Yamanouchi, and K. Shibayama. Piezoelectric leaky surface wave in $LiNbO_3$. *Appl. Phys. Lett.*, 5 :225–227, 1970.

[54] T. Sato and H. Abe. Propagation properties of longitudinal leaky surface waves on lithium tetraborate. In *IEEE Trans. UFFC*, volume 45, pages 136–151, 1998.

[55] K. Higaki, H. Nakahata, H. Kitabayashi, S. Fujii, K. Tanabe, Y. Seki, and S. Shikata. High power durability of diamond surface acoustic wave filters. *IEEE Trans. UFFC*, 44 :1395–1400, 1997.

[56] M.B. Assouar, O. Elmazria, R.J. Jiménez Riobóo, F. Sarry, and P. Alnot. Modelling of SAW filter based on ZnO/Diamond/Si layered structure including velocity dispersion. *Applied Surface Science*, 1 :200–204, 2000.

[57] V. Mortet, O. Elmazria, M. Nesladek, M.B. Assouar, G. Vanhoyland, J. D'Haen, M. D'Olislaeger, and P. Alnot. Surface acoustic wave propagation in aluminum nitride-unpolished freestanding diamond structures. *App. Phy. Lett.*, 81 :1720–1722, 2002.

[58] P. Kirsch, M.B. Assouar, O. Elmazria, V. Mortet, and P. Alnot. 5ghz surface acoustic wave devices based on aluminum nitride/diamond layered structure realized using electron beam lithography. *App. Phy. Lett.*, 88 :2235041–2235043, 2006.

[59] M. Hikita, T. Tabuchi, Y. Ishida, K. Kurosawa, and K. Hamada. SAW integrated modules for 800-MHz cellular radio portable telephones with new frequency allocations. *IEEE Trans. UFFC*, 36 :531–539, 1989.

[60] F. Huang and E.G.S. Paige. The scattering of surface acoustic waves by electrical effects in two-dimensional metal film structures. *IEEE Trans. UFFC*, 35 :723–735, 1988.

[61] G. Visintini, A. Baghai-Wadji, and O. Manner. Modular two-dimensional analysis of surface-acoustic-wave filters, Part I. *IEEE Trans. UFFC*, 39 :61–72, 1992.

[62] G. Visintini, C. Kappacher, and C.C.W. Ruppel. Modular two-dimensional analysis of surface-acoustic-wave filters, Part II. *IEEE Trans. UFFC*, 39 :73–81, 1992.

[63] Y. Suzuki, H. Shimizu, M. Takeuchi, K. Nakamura, and A. Yamada. Some Study on SAW Resonators and Multiple-Mode Filters. In *IEEE Ultrasonics Symp.*, pages 297–302, 1976.

[64] Y. Koyamada and S. Yoshikawa. Coupled mode analysis of a long IDT. *Rev. Electrical Comm. Labs.*, 27 :432–444, 1979.

[65] E. Akçakaya. A new analysis of single-phase unidirectional transducers. *IEEE Trans. UFFC*, 34 :45–52, 1987.

[66] B.P. Abbott, C.S. Hartmann, and D.C. Malocha. A coupling-of-modes analysis of chirped transducers containing reflective electrode geometries. In *IEEE Ultrason. Symp.*, pages 129–134, 1989.

[67] C.S. Hartmann and B.P. Abbott. Experimentally Determining the Transduction Magnitude and Phase and the Reflection Magnitude and Phase of SAW SPUDT Structures. In *IEEE Ultrasonics Symp.*, pages 37–42, 1990.

[68] M. Koshiba and S. Mitobe. Equivalent networks for SAW gratings. *IEEE Trans. UFFC*, 35 :531–535, 1988.

[69] K. Hasegawa and M. Koshiba. Finite-element solution of Rayleigh-wave scattering from reflective gratings on a piezoelectric substrate. *IEEE Trans. UFFC*, 37 :99–105, 1990.

[70] K. Hashimoto and M. Yamanouchi. Derivation of Coupling-of-Modes Parameters for SAW Device Analysis by Means of Boundary Element Method. In *IEEE Ultrasonics Symp.*, pages 21–26, 1991.

[71] M. Curie and P. Curie. L'effet piézo-électrique. *Bull. Soc. Min.*, 3 :90, 1880.

[72] G. Lippmann. L'effet piézo-électrique inverse. *Annales de Chimie et de Physique*, 24 :145, 1881.

[73] M.J. Madou. *Fundamentals of Microfabrication.* CRC Press, Bacaraton, FL edition, 2002.

[74] J. Rosenbaum. *Bulk Acoustic Wave Theory and Devices.* Artech House, Norwood, MA edition, 1988.

[75] B.A. Auld. *Acoustic fields and waves in solids.* Krieger Pub Co, 2nd (june 1990) edition, 1990.

[76] D. Royer, E. Dieulsaint, and P.-G. Gennes. *Ondes élastiques dans les solides : Propagation libre et guidée, tome 1.* Masson, 1 décembre 1997 edition, 1997.

[77] J. Rosenbaum. *Bulk Acoustic Wave Theory and Devices.* Artech House, Norwood, MA edition, 1988.

[78] R.M. White. Surface elastic waves. In *Transactions of the IEEE*, volume 58, pages 1238–1276, 1970.

[79] C.K. Campbell. *Surface acoustic waves for mobile and wireless communications.* Academic Press, june 1998 edition, 1998.

[80] C.K. Campbell. *Surface acoustic waves for mobile and wireless communications.* Academic Press, june 1998 edition, 1998.

[81] P. Defranould and P. Wright. *Filtres à ondes de surface*, volume Traité Electronique E2 of *Techniques de l'ingénieur*, pages 1–25. Centre français d'exploitation du droit de copie, 2000.

[82] C.S. Hartmann and B.P. Abbott. A triple transit suppression technique. In *Proceedings on the IEEE Ultrasonics Symposium*, volume 1, pages 328–331, 1976.

[83] E. Benes, M. Gröschl, F. Seifert, and A. Pohl. Comparison between BAW and SAW sensor principles. In *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, volume 5, pages 1314–1330, 1997.

[84] J. Czochralski. Ein neues Verfahren zur Messung der Kristallisationsgeschwindigkeit der Metalle. *Zeitschrift für Physikalische Chemie*, 92 :219–221, 1918.

[85] M.B. Assouar, O. Elmazria, M. El Hakiki, P. Alnot, and C. Tiusan. Low temperature AlN thin film growth for layered structure SAW and BAW devices. In *IEEE Transactions on the Applications of Ferroelectrics*, pages 43–46, 2004.

[86] M.R. Melloch, R.L. Gunshor, and R.F. Pierret. Conversion of Sezawa to Rayleigh waves in the $ZnO - SiO_2 - Si$ configuration. In *IEEE Trans. Ultrason. Symp.*, volume 1, pages 765–768, 1981.

[87] A.H. Weber, G. Weiss, and S. Hunklinger. Comparison of Rayleigh and Sezawa wave modes in $ZnO - SiO_2 - Si$ structures. In *IEEE Trans. Ultrason. Symp.*, volume 1, pages 363–366, 1991.

[88] C.K. Campbell. *Surface acoustic waves for mobile and wireless communications.* Academic Press, june 1998 edition, 1998.

[89] L. Le Brizoual, F. Sarry, F. Moreira, and O. Elmazria. FEM modelling of surface acoustic wave in diamond layered structure. *Phys. Status Solidi A*, 12 :3179–3184, 2006.

[90] C.K. Campbell. *Surface acoustic waves for mobile and wireless communications.* Academic Press, june 1998 edition, 1998.

[91] H. Nakahata, K. Higaki, A. Hachigo, and S. Shikata. High-frequency surface acoustic wave filter using ZnO/Diamond/Si structure. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 33 :324–328, 1994.

[92] D. Royer, E. Dieulsaint, and P.-G. Gennes. *Ondes élastiques dans les solides : Propagation libre et guidée, tome 1.* Masson, 1 décembre 1997 edition, 1997.

[93] D.S. Ballantine, S.J. Martin, A.J. Ricco, G.C. Frye, H-Wohltjen, R.M. White, and E.T. Zellers. *Acoustic Wave Sensor Theory, Design and Physico-Chemical Applications.* Academic press, san diego edition, 1997.

[94] B. Auld, J. Gagnepain, and M. Tan. Horizontal shear surface acoustic waves on corrugated surfaces. *Electronics Letters*, 12 :650–652, 1976.

[95] A. Renard, J. Henaff, and B.A. Auld. SH wave propagation on corrugated surfaces of rotated Y-cut quartz and berlinite cystals. In *IEEE Ultrason. Symp. Proc.*, volume 1, pages 123–127, 1981.

[96] J.L. Bleustein. A new surface wave in piezoelectric materials. *Appl. Phys. Lett.*, 13 :412–413, 1968.

[97] Yu.V. Gulyaev. Electroacoustic surface waves in solids. *Soviet Physics JETP Letters*, 9 :37–38, 1969.

[98] Y.V. Gulyaev. Review of shear surface acoustic waves in solids. *IEEE Trans. UFFC*, 12 :650–652, 1976.

[99] G. Koerber and R.F. Vogel. Generalized bleustein modes. *IEEE Trans. on Son. and Ultrason.*, 19 :3, 1972.

[100] J. Kondoh and S. Shiokawa. New application of shear horrizontal surface wave sensors to indentifying fruit juices. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 33 :3095–3099, 1994.

[101] H. Engan, K.A. Ingebrigtsen, and A. Tonning. Elastic surface wave in α-quartz : observation of leaky surface waves. *Appl. Phys. Lett.*, 10 :311–313, 1967.

[102] E.L. Adler. SAW and Pseudo-SAW properties, using matrix methods. In *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelect., Freq. Control*, volume 41, pages 876–882, 1994.

[103] M. Pereira da Cunha and E.L. Adler. High velocity pseudo surface acoustic waves (hvpsaw). In *IEEE Ultrason. Symp. Proc.*, pages 281–286, 1994.

[104] J.E. Padgett, C.G. Günther, and T. Hattori. Overview of wireless personal communications. *IEEE Communications Magazine*, pages 29–41, 1995.

[105] C.K. Campbell. Longitudinal-mode leaky SAW resonator filters on 64°Y-X lithium niobate. In *IEEE Trans. Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, volume 42, pages 883–888, 1995.

[106] Y. Shimizu and M. Tanaka. A new cut of quartz for SAW devices with extremely small temperature coefficient by leaky surface wave. *Electronics and Communications in Japan, Part 2*, 69 :48–56, 1986.

[107] M. Lewis. Surface skimming bulk waves, SSBW. In *IEEE Ultrason. Symp. Proc.*, pages 744–752, 1977.

[108] T.I. Browning, D.J. Gunton, M.F. Lewis, and C.O. Newton. Bandpass filters employing surface skimming bulk waves. In *IEEE Ultrason. Symp. Proc.*, pages 753–756, 1977.

Chapitre 2

Procédés de micro- et nanotechnologie : Généralités et étude du procédé utilisé

Sommaire

2.1 Introduction 57
2.2 Les procédés des micro- et nanotechnologies 58
2.2.1 La lithographie optique 58
2.2.1.1 Les résines photosensibles 58
2.2.1.2 Les masques 58
2.2.1.3 L'alignement 59
2.2.1.4 L'exposition 59
2.2.1.5 Le développement 60
2.2.1.6 L'enlèvement de la résine (« resist stripping ») 60
2.2.1.7 Évolution de la lithographie optique 60
2.2.2 La lithographie électronique 60
2.2.2.1 Les composantes d'une installation EBL 61
2.2.2.2 Interactions électron-solide 70
2.2.2.3 Les effets de proximité 73
2.2.2.4 Systèmes de lithographie électronique existants 75
2.2.2.5 La préparation des données 81
2.2.2.6 Les résines électrosensibles 84
2.2.3 La gravure humide 91
2.2.4 La gravure sèche 91
2.2.5 Dépôt de couches minces 91
2.2.5.1 « Chemical Vapour Deposition (CVD) » 91
2.2.5.2 « Physical Vapour Deposition (PVD) » 92
2.2.6 Le "lift-off" 95
2.2.7 La structuration de matériaux en 3D aux dimensions micrométriques 95
2.2.7.1 Le verre photostructurable FUTORAN 95

2.2.7.2 La microimpression à chaud 96
2.2.7.3 Le surmoulage 96
2.2.8 Le « substrate bonding » 97
2.2.9 La mise en forme (« Packaging ») 98
2.3 Le procédé de réalisation de structures IDT par lithographie électronique 100
2.3.1 L'enrésinement 100
2.3.2 L'écriture au faisceau d'électrons 100
2.3.3 Le développement 102
2.3.4 Le dépôt de l'aluminium par évaporation thermique 103
2.3.5 Le « Lift-Off » 103
2.3.6 Les effets de proximité 103
2.3.7 Optimisation du procédé de lithographie électronique sur silicium 104
2.3.7.1 Taux de remplissage en fonction de la dose pour une taille de structures données 104
2.3.7.2 Largeur d'une ligne d'IDT en fonction de la dose et de la densité de la structure 107
2.4 Les méthodes d'analyse utilisées en technologie intégrée . . . 108
2.4.1 Le microscope électronique à balayage 108
2.4.2 Le microscope électronique à transmission 108
2.4.3 Le microscope à force atomique 109
2.4.4 La diffraction de rayons X 110
2.4.5 Le nanoSIMS 110
2.4.6 Méthodes de mesure du facteur de couplage électromécanique K^2 112
2.5 μ-Canaux 113
2.6 Conclusion 114

2.1 Introduction

Le présent chapitre tentera de donner à la fois un bref aperçu des technologies et méthodes de réalisation utilisées dans le domaine des micro- et nanosystèmes ainsi qu'un bref aperçu des variantes technologiques et méthodes de réalisation utilisées dans le cadre de cette thèse. Les procédés et techniques utilisés sont souvent les mêmes, qu'il s'agisse de circuits intégrés électroniques, de capteurs ou actionneurs intégrés ou de systèmes complets (MEMS - Micro ElectroMechanical Systems et NEMS - Nano Electro Mechanical Systems), et ceci est même vrai en partie pour les matériaux utilisés. Souvent, certaines contraintes des procédés utilisés sont imposées par l'installation. Dans ce cas, nous décrivons l'installation et le procédé spécifique à cette installation précise.

2.2 Les procédés des micro- et nanotechnologies

2.2.1 La lithographie optique

La lithographie est une technique de transfert utilisée pour réaliser des copies d'un motif original sur la surface d'un solide. Historiquement, le terme lithographie se compose des mots grecs *lithos* et *graphein* qui signifient pierre et écrire. On peut transférer une image gravée dans une pierre sur papier, à condition de traiter préalablement la pierre avec des substances chimiques adéquates avant de l'enduire d'encre. Le traitement de la pierre permet de rendre les zones en contact avec le papier oligophiles, les autres endroits de la pierre étant oligophobes.

La lithographie optique, encore appelée photolithographie, permet de structurer une résine photosensible à l'aide de la lumière afin de procéder ultérieurement à la structuration en couche très fine de l'échantillon désiré. Pour ce faire, il faut enduire l'échantillon, désormais appelé substrat, d'une couche très fine (de quelques centaines de nm à une dizaine de μm) et homogène en épaisseur de résine photosensible. On utilise un masque contenant le dessin souhaité à travers lequel on procède à l'exposition après avoir aligné le masque par rapport au substrat. Après l'exposition, il faut révéler les structures transférées dans la résine, ce qui se fait lors du développement. Disposant de la couche de résine désormais structurée, on peut ensuite passer à un dépôt ou un enlèvement de matière, avant d'enlever la partie de résine restante.

2.2.1.1 Les résines photosensibles

Toutes les résines photosensibles sont composées de chaînes moléculaires organiques plus ou moins longues. Lors de l'exposition, une réaction chimique provoque soit la destruction des chaînes, lorsque celles-ci étaient réticulées au départ, soit leur réticulation dans le cas inverse. Une modification du taux de réticulation entraîne une variation locale de la masse moléculaire ainsi qu'une solubilité accrue de la résine à faible masse moléculaire par rapport à la résine à forte masse moléculaire. Dans le cas de la destruction de liaisons dans la résine par la lumière, on parle d'une résine à polarité positive, dans le cas de la polymérisation de la résine, on parle de résine à polarité négative. Il existe un grand nombre de résines photosensibles qui se différencient par leur polarité, leur sensibilité, leur contraste, leur résistance à différents traitements, etc.

2.2.1.2 Les masques

Les masques contiennent les images, soit positives, soit négatives, des motifs à transférer dans la résine en fonction de la polarité de la résine utilisée. Il y a essentiellement trois types de masques différents :

- Les masques durs. Ces masques sont en contact avec la résine déposée à la surface du substrat.
- Les masques proches. Ces masques sont identiques au masques durs ; la seule différence par rapport aux masques durs est que le masque n'est pas en contact direct avec la résine de l'échantillon ; il est maintenu à une distance de 10 à 20μm lors de l'exposition. L'avantage de cette méthode est que la durée de vie des masques est fortement augmentée.
- Les masques de projection. Le masque est transféré par projection sur la résine, souvent en utilisant une lentille permettant de réduire la taille de l'image par rapport à la taille du masque d'un facteur allant de 5 à 10. Cette technique (lithographie par projection) est surtout utilisée pour les réalisations « VLSI » (Very Large Scale Integration).

2.2.1.3 L'alignement

Si l'on doit procéder à plusieurs étapes de réalisation pour obtenir la structure désirée, il faut aligner le masque par rapport au substrat, plus précisément par rapport aux structures réalisées lors des étapes précédentes. Ceci se fait à l'aide de structures dédiées intégrées spécifiquement à cette fin au masque. L'alignement est immédiatement suivi de l'exposition ; en pratique, ces deux étapes sont combinées en une seule machine dite aligneuse de masque.

2.2.1.4 L'exposition

L'exposition se fait en adaptant la longueur d'onde de la lumière utilisée à la longueur d'onde à la quelle la résine utilisée est sensible, il faut également adapter la dose d'exposition pour avoir une bonne correspondance entre les structures désirées et celles finalement obtenues dans la résine. Les procédés industriels actuellement utilisés emploient surtout de la lumière dans le domaine ultra-violet (UV) parce ces longueurs d'onde permettent d'avoir des réactions photochimiques. Les procédés classiques utilisent des lampes produisant de la lumière ultra-violette à l'aide de décharges gazeuses, le spectre émis étant ensuite filtré pour obtenir de la lumière monochromatique. Les longueurs d'ondes utilisées sont 436nm (« g-line ») et 365nm (« i-line »). Des procédés plus récents utilisent des longueurs d'ondes plus faibles pour avoir des résolutions plus élevées. Des lasers eximer produisent des lignes spectrales à 248nm (laser à base de fluorure de krypton) et à 193nm (laser à base de fluorure d'argon). On parle dans ce cas de procédés utilisant l'ultra-violet profond (DUV, *Deep Ultra-Violet*). Récemment, des structures de 32nm ont été réalisés en lithographie optique utilisant de la lumière à 193nm [1].

2.2.1.5 Le développement

Lors du développement, un solvant, adapté à la résine utilisée, permet de dissoudre progressivement et sélectivement la résine de faible masse moléculaire par rapport à celle de masse moléculaire plus élevée.

2.2.1.6 L'enlèvement de la résine (« resist stripping »)

Après avoir procédé à un dépôt ou un enlèvement de matière, il faut enlever les restes de résine. Ceci peut se faire en milieu humide (section 2.2.3) ou sec (section 2.2.4). En combinant l'enlèvement de la résine avec un dépôt préalable, on peut réaliser la structuration de matière par "lift-off"; cette technique sera expliquée à la section 2.2.6.

2.2.1.7 Évolution de la lithographie optique

La lithographie optique est le moyen de transfert de motif le plus utilisé actuellement en fabrication de semiconducteurs et de MEMS (« Micro-Electro-Mechanical Systems »).

Étant donné les limites en résolution de la lithographie optique classique, il y a eu développement de nouvelles techniques de transfert de motif inspirés de la lithographie classique.

La lithographie aux rayons X ne fait pas intervenir de particules chargées, il n'y a donc pas besoin qu'elle se fasse sous vide. L'exposition se fait, comme pour la lithographie optique, en « parallèle ». La longueur d'onde est très faible ($1nm$) ce qui signifie que les effets de diffraction sont négligeables et que l'on peut utiliser des masques de proximité. La résine la plus utilisée en lithographie aux rayons X est le PMMA, car elle est hautement sensible aux rayons X et permet d'obtenir des résolutions élevées, elle résiste aux gravures humides, plasmas et ioniques.

Une autre forme d'évolution de la lithographie optique est la lithographie électronique, qui utilise un faisceau d'électrons pour transférer le motif désiré. Celle-ci sera traitée plus en détail à la section 2.2.2.

2.2.2 La lithographie électronique

La lithographie électronique (electron beam lithography, EBL) consiste à utiliser un faisceau d'électrons, au lieu d'une source de lumière classique, pour reproduire les motifs souhaités directement dans la résine. Les premières machines de lithographie électronique ont été développées à la fin des années soixante, et peu après, il a été découvert que le PMMA (poly méthyle-méthacrylate) était une excellente résine électrosensible. Historiquement, les installations de lithographie électronique se sont développées à partir de microscopes électroniques modifiés, vu que ceux-ci disposent de toute la technique nécessaire pour créer, focaliser et diriger un faisceau d'électrons contrôlé. Les « masques »

utilisés en lithographie électronique sont des « masques » logiciels, c.-à-d. des dessins précis réalisés sur ordinateur à l'aide d'un logiciel de conception assistée par ordinateur (CAO). Les résines utilisées sont des résines dites électrosensibles ; l'exposition de ces résines à des électrons entraîne une réaction chimique. Un système de lithographie électronique est schématiquement illustré à la figure 2.1, illustrant les différentes composantes d'une telle installation. Ces différentes composantes seront traitées plus en détail dans les paragraphes suivants.

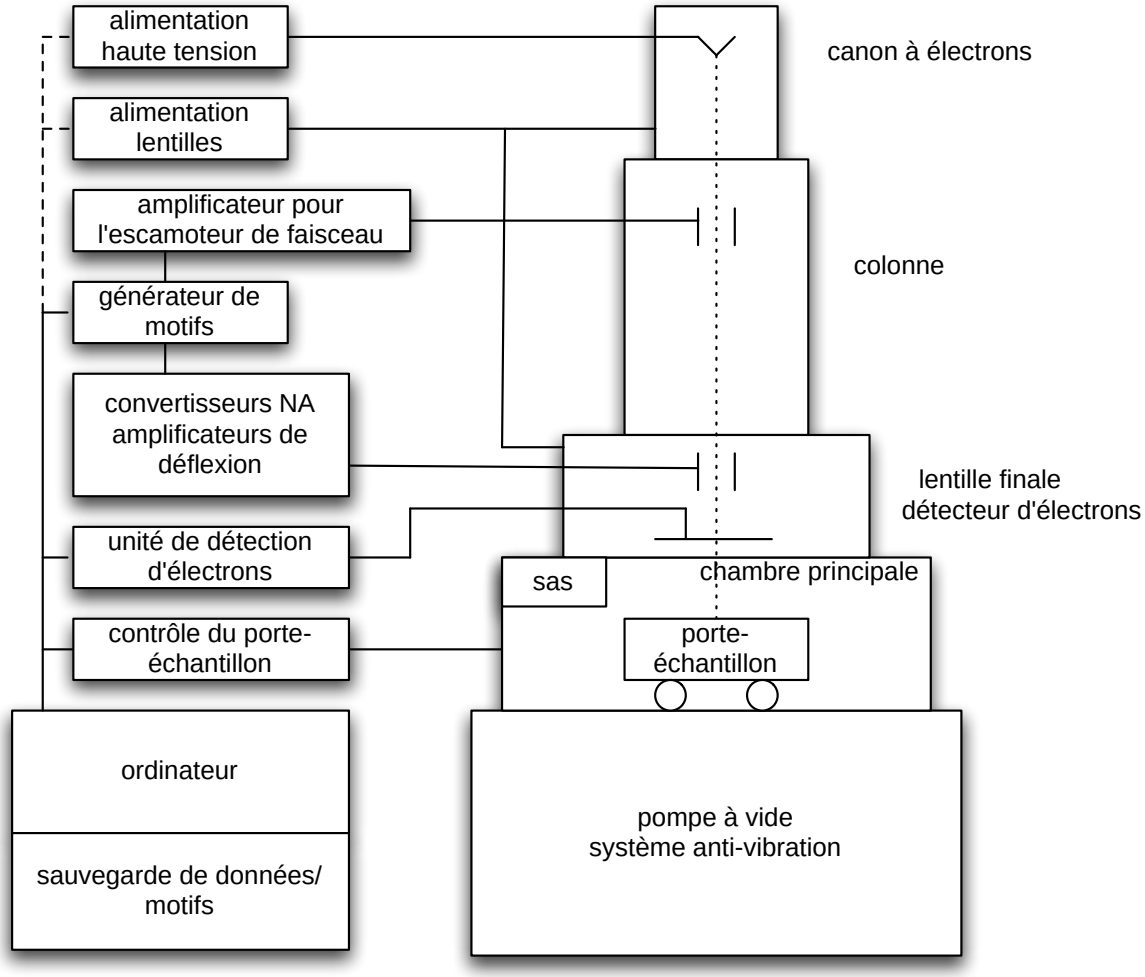


FIG. 2.1 – Représentation schématique d'une installation de lithographie électronique illustrant les composantes principales.

2.2.2.1 Les composantes d'une installation EBL

La lithographie électronique présente certains avantages par rapport à la lithographie optique :

– une résolution très élevée. La lithographie électronique permet en effet de réaliser

des structures qui sont supérieures d'un ordre de grandeur aux atomes [2, 3].
- la flexibilité. La lithographie électronique peut être faite sur des matériaux très divers pour réaliser des motifs très variés ; les « masques » logiciels sont crées et modifiés à l'aide d'un logiciel de dessin de manière instantanée, ce qui permet de faire du prototypage très rapide.
- une grande profondeur de focalisation. Le faisceau d'électrons possède un diamètre très faible et une intensité très élevée.

Il s'en suit que la lithographie électronique est un excellent outil pour faire de la nanofabrication. Malgré ses avantages, elle possède aussi certains désavantages :

- la résolution pratique est limitée à l'échelle du nanomètre à cause de la diffraction des électrons dans les solides (électrons rétrodiffusés, génération d'électrons secondaires).
- le besoin d'une chambre à vide pour faire l'exposition.
- la vitesse d'exposition très faible. L'exposition au faisceau d'électrons se fait « séquentiellement » alors que pour la lithographie optique et la lithographie rayons X, tout les motifs du masque sont transférés en « parallèle ».
- la lithographie électronique est une technologie chère et compliquée. Il faut des équipements qui coûtent des centaines de milliers d'euro et ces équipements ont besoin d'entretien régulier.

Parmi toutes les applications possibles de la lithographie électronique, il y a trois domaines d'application primordiaux, dont le premier est la fabrication de masques pour la lithographie optique et rayons X, c.-à-d. les masques chrome-sur-verre. En effet, la fabrication est rapide, il y a uniquement besoin d'un ficher CAD contenant le dessin du masque, et des tolérances très strictes concernant le contrôle de la largeur des lignes. Aussi, des tolérances de placement des motifs, de l'ordre de 50nm, sont respectées.

Le deuxième champ d'application est la réalisation de prototypes complexes de circuits intégrés et la production de petites séries d'objets microtechniques spécifiques comme p.ex. des circuits intégrés en arséniure de gallium. Dans ce cas, ce sont la flexibilité et la résolution de la lithographie électronique qui permettent la réalisation de composants qui peuvent être en avance de une à deux générations en comparaison avec la lithographie optique.

Le troisième champ d'application primordial se situe dans le domaine de la recherche, où la lithographie électronique est utilisée pour explorer les limites de faisabilité des circuits, capteurs et actionneurs intégrés, et pour explorer les effets quantiques, ainsi que d'autres phénomènes physiques qui n'apparaissent que dans les très faibles dimensions.

Il est fort intéressant de constater qu'en tenant compte de toute recherche faite dans le domaine de la lithographie électronique, des avancées technologiques et du nombre incroyable de résines existantes, la lithographie électronique se fait de nos jours encore en majorité avec le PMMA et des microscopes électroniques modifiés.

La partie dans laquelle est créé le faisceau d'électrons dans un système de lithographie électronique est inspiré d'une colonne d'un microscope électronique, dans le cas où l'installation de lithographie n'est pas une microscope électronique modifié. Pour des raisons de simplifications de langage, nous parlerons de « colonne » pour nous référer à cette partie de l'installation de lithographie électronique. La colonne contient typiquement une source d'électrons, plusieurs lentilles magnétiques, un système de déflexion du faisceau, un système pour escamoter le faisceau (beam blanker), un stigmateur pour corriger tout astigmatisme du faisceau, des diaphragmes pour définir le faisceau, un système d'alignement pour aligner le faisceau d'électrons au centre de la colonne ainsi qu'un détecteur d'électrons pour faciliter la focalisation du faisceau et le repérage sur l'échantillon, et surtout, si le besoin se manifeste, faire de l'observation. L'axe optique (Z) est parallèle au faisceau d'électrons, les directions (X) et (Y) sont parallèles au plan de l'échantillon.

2.2.2.1.1 Les sources d'électrons Les différentes sources d'électrons utilisées dans les systèmes de lithographie électronique se subdivisent en deux grandes catégories : Les sources d'électrons à émission thermoïonique (cathode chaude) et les sources d'électrons à effet tunnel (cathode froide). Ces sources d'électrons peuvent grossièrement être caractérisées par trois paramètres : la taille virtuelle de la source, la brillance et la distribution énergétique des électrons émis.

La taille de la source d'électrons est importante car elle détermine le facteur de réduction que les lentilles doivent appliquer pour obtenir une faible taille de spot du faisceau d'électrons à la surface de l'échantillon. En ce qui est de la brillance, plus une source d'électrons n'est brillante, plus le courant des électrons est élevé. Si l'on compare le faisceau d'électrons à la lumière, la distribution énergétique des électrons du faisceau peut se comparer au spectre de la lumière. Un faisceau possédant une large distribution énergétique peut se comparer à la lumière blanche alors qu'un faisceau possédant une faible distribution en énergie des électrons est plutôt comparable à la lumière monochromatique. Le tableau 2.1 montre une comparaison des différentes sources d'électrons disponibles.

2.2.2.1.1.1 Les sources d'électrons thermoïoniques Pendant de longues années, les sources thermoïoniques étaient les sources standards pour la lithographie électronique. On utilisait un filament de tungstène chauffé à incandescence par un courant électrique. Le tungstène à été rejoint par l'hexaborure de lanthane (LaB_6) à cause de son travail d'extraction plus faible et de la forte brillance déjà obtenue à des températures largement inférieures à celles du tungstène, sachant que des températures de fonctionnement plus élevées permettent d'avoir plus de brillance au détriment de la durée de vie de la cathode.

2.2.2.1.1.2 Les sources d'électrons à émission de champ Les sources d'électrons à effet de champ sont généralement constituées d'une pointe en tungstène affinée à un diamètre en extrémité inférieur au micron. Un champ électrique est appliqué pour extraire les électrons de la pointe. Ces sources d'électrons à effet de champ dites « à cathode froide » ne sont pas utilisées en lithographie électronique pour deux raisons : le bruit électronique et la dérive à long terme, phénomènes qui sont causés en partie par des atomes qui sont adsorbés par la surface de la pointe, et le besoin d'un vide très poussé difficilement atteignable. Pour remédier à ces inconvénients, les sources d'électrons "'à cathode chaude" ont été développés. Ces sources combinent les avantages des sources thermoïoniques et à effet de champ. Ils sont constitués d'une pointe en tungstène chauffée, soumise à un champ électrique. Souvent, le tungstène est recouvert d'une couche d'oxyde de zirconium afin de diminuer le travail d'extraction.

Type de source	**Brillance** $[A/cm^2/sr]$	**Taille**	**distribution énergétique [eV]**	**vide requis [bar]**
W (thermoïonique)	10^5	$25\mu m$	$2-3$	10^{-3}
LaB_6	10^6	$10\mu m$	$2-3$	10^{-5}
Cathode chaude	10^8	$20nm$	$0,9$	10^{-6}
Cathode froide	10^9	$5nm$	$0,22$	10^{-7}

TAB. 2.1 – Comparaison des différentes sources d'électrons.

2.2.2.1.2 Les lentilles électroniques Le faisceau d'électrons peut être focalisé soit par des lentilles électrostatiques, soit par des lentilles magnétiques. Bien que les lentilles électrostatiques se comportent en principe de la même façon que les lentilles optiques, il y a des différences. A l'exception de certains cas très particuliers, il n'est possible de réaliser que des lentilles électrostatiques convergentes.

Une lentille magnétique est constituée de deux pôles magnétiques symétriques réalisés dans un matériau à perméabilité élevée, entre lesquels se trouve une bobine en cuivre. La figure 2.2 montre une coupe transversale d'une lentille magnétique avec les lignes de champ

Les lentilles électrostatiques ont des aberrations plus importantes que les lentilles magnétiques, ce qui explique le fait qu'elles ne sont que rarement utilisées. Le plus souvent, elles sont utilisées au niveau de la source d'électrons en tant que condenseur, fonctionnalité qui peut facilement se combiner à celle de l'extracteur ou de l'anode utilisée pour extraire les électrons de la cathode. Les lentilles électrostatiques sont faciles à réaliser pour fonctionner dans un vide secondaire et même à température élevée, lorsqu'une source d'électrons thermoïonique est utilisée p. ex. Les aberrations dans la lentille du condenseur ont généralement moins d'impact sur le faisceau, la performance du système étant

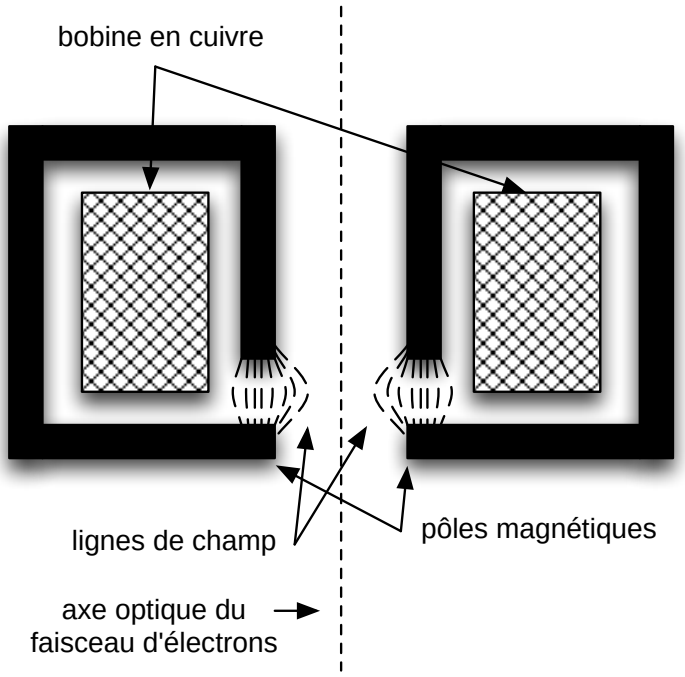


FIG. 2.2 – Coupe à travers un lentille magnétique avec les lignes de champs entre les pôles.

surtout dominée par les aberrations de la dernière lentille du système dans l'axe optique. Une simple lentille électrostatique est illustrée à la figure 2.3 ; elle consiste en principe de 3 diaphragmes consécutifs dont les deux extérieurs sont reliées à la masse, celui du milieu étant relié à un potentiel variable permettant de contrôler la longueur focale de la lentille. Les potentiels électriques imposés au faisceau d'électrons par une telle lentille imposent une force de rappel vers l'axe optique aux électrons, ce qui n'est rien d'autre que la capacité de focaliser un faisceau d'électrons.

2.2.2.1.3 Les diaphragmes Un diaphragme est une petite ouverture par laquelle passe le faisceau d'électrons sur son chemin à travers la colonne. Il existe en fait différents types de diaphragmes :

- Le diaphragme « buse » permet d'éliminer les électrons qui se sont dispersés du faisceau.
- Le diaphragme d'escamotage est utilisé pour couper le faisceau en le déviant jusqu'à ce qu'il ne passe plus par le trou du diaphragme.
- Le diaphragme de limitation. Celui-ci permet de fixer à la fois l'angle de convergence du faisceau, ce qui permet de contrôler les aberrations des lentilles, et donc la résolution, et le courant du faisceau. Le diaphragme de limitation est généralement monté sur un support ajustable en X-Y pour pouvoir l'aligner par rapport à l'axe optique de la colonne. Il faut installer le diaphragme de limitation aussi près que

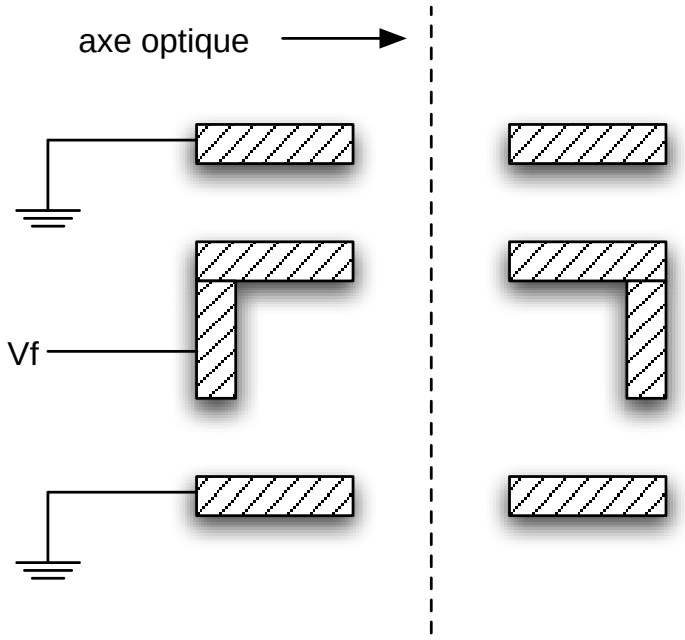


FIG. 2.3 – Coupe à travers une lentille électrostatique. La longueur focale est contrôlée par la tension Vf.

possible de la source d'électrons afin d'éviter les effets de charges volumiques qui sont dus à la répulsion entre électrons et qui font diverger le faisceau.

2.2.2.1.4 La déflexion du faisceau d'électrons La déflexion du faisceau permet de balayer la surface de l'échantillon. Comme pour les lentilles, la déflexion peut se faire soit de manière électrostatique, soit de manière magnétique. Les plaques ou les bobines sont disposées de manière à ce que les champs générés soit perpendiculaires à l'axe optique de la colonne. La déviation du faisceau de l'axe optique induit des aberrations qui détériorent le profil du faisceau, ce qui limite la déflexion totale à un champ maximal d'exposition. Comme pour les lentilles, les déflecteurs magnétiques causent moins de distorsions que les déflecteurs électrostatiques. Par contre, les déflecteurs électrostatiques peuvent opérer à des fréquences beaucoup plus élevées, car le temps de réponse des déflecteurs magnétiques est limité par l'inductance des bobines utilisées. Certains systèmes de lithographie électronique combinent les deux principes pour en tirer les avantages respectifs : les grandes déviations sont réalisées par des déflecteurs magnétiques afin de minimiser les distorsions et les aberrations alors que les petites déviations, qui doivent être effectuées beaucoup plus rapidement sont assurées par un déflecteur électrostatique. Un tel déflecteur est illustré à la figure 2.4 a).

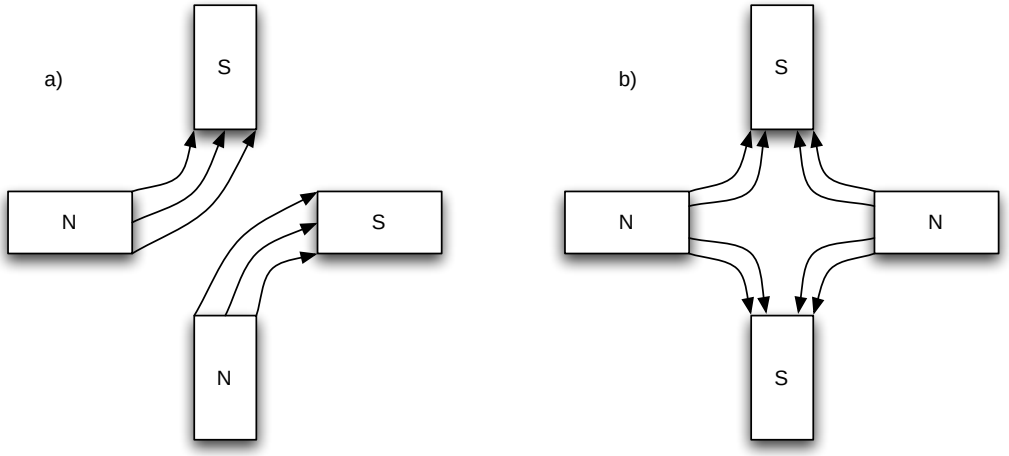


FIG. 2.4 – La figure illustre schématiquement un simple déflecteur magnétique (électrostatique) en a) et un stigmateur en b). L'axe optique du faisceau est perpendiculaire au plan de la page.

2.2.2.1.5 L'escamoteur de faisceau L'escamoteur de faisceau est l'élément du système de lithographie électronique qui permet de défléchir le faisceau. Celui-ci est généralement constitué de deux simples plaques agissant en simple déflecteur électrostatique. Soit l'une, soit les deux plaques sont connectées à un amplificateur d'escamotage possédant un temps de réponse très rapide. La coupure du faisceau se fait en déviant le faisceau à l'aide d'une tension appliquée aux plaques de l'escamoteur jusqu'à ce que le faisceau soit coupé dans la direction de propagation des électrons du faisceau dans la colonne. Le temps de réponse de l'amplificateur utilisé doit être tel que le faisceau ne laisse aucune trace d'exposition dans la résine lors de sa déviation ou lorsque le signal de déviation est coupé pour rétablir le faisceau. La figure 2.5 montre l'escamoteur de faisceau DEBEN installé sur le microscope.

L'escamoteur de faisceau DEBEN dispose d'un asservissement motorisé en position. L'escamotage est commandé par une tension $5V$ (TTL). La fréquence maximale d'impulsions qu'il peut traiter est de $1MHz$. Le temps de changement d'état du faisceau (allumé <-> coupé) est de $50ns$. Il permet l'escamotage de tensions d'accélération allant jusqu'à $40kV$ et la tension maximale de déflexion est de $400V$ [4].

2.2.2.1.6 Le stigmateur Le stigmateur est un type de lentille spéciale qui permet de corriger l'astigmatisme du faisceau d'électrons dû à des imperfections de construction et d'alignement de la colonne. Le faisceau est dit astigmatique lorsqu'il n'est pas de symétrie circulaire mais plutôt elliptique. Dans ce cas, le faisceau focalise différemment selon les différentes directions et l'orientation de l'axe principal du faisceau elliptique dépend de la distance focale.

FIG. 2.5 – L'escamoteur de faisceau DEBEN installé sur la colonne du microscope électronique.

Le stigmateur permet de remédier à ces effets pour remettre le faisceau dans sa forme optimale. Le stigmateur peut être de nature électrostatique ou magnétique, il est constitué d'au moins quatre, mais en général plutôt de huit pôles installés autour de l'axe optique de la colonne. Une électronique de contrôle permet de corriger l'astigmatisme, en modulant correctement les signaux de commande du stigmateur, on arrive même à réaliser plusieurs fonctions telles que la déflexion, la correction d'astigmatisme, l'alignement et l'escamotage du faisceau. Un tel stigmateur est montré de manière schématique à la figure 2.4b.

2.2.2.1.7 Les autres éléments indispensables Un système de lithographie électronique comporte encore bon nombre d'autres composantes, qui sont indispensables à son fonctionnement, mais qui ne sont pas en relation directe avec l'optique électronique. Parmi ces éléments, on peut citer la cage de Faraday située sur le porte-échantillon pour mesurer précisément le courant du faisceau, afin de déterminer exactement la dose nécessaire pour exposer la résine.

Une composante très importante d'un système de lithographie électronique et du microscope électronique à balayage sont les détecteurs d'électrons. Il est nécessaire pour observer la focalisation du faisceau, la calibration de l'unité de déflexion et la reconnaissance des marques d'alignement sur l'échantillon à lithographier et pour observer par la suite les motifs réalisés à la fin du procédé. Souvent un détecteur en silicium comparable à une cellule photovoltaïque est utilisé, celui-ci est fixé près de la lentille finale et proche du porte-échantillon. En microscopie électronique à balayage, l'image est construite à partir d'électrons secondaires de basse énergie alors qu'un système de lithographie électronique utilise plutôt un détecteur pour détecter les électrons rétrodiffusés (à énergie plus élevée)

puisque ces électrons traversent plus facilement la couche de résine. Le signal des électrons secondaires de faible énergie ne présente pas assez de contraste à cause de la résine.

2.2.2.1.8 La résolution du système Il y a plusieurs facteurs qui limitent la résolution d'un système de lithographie électronique. Il y a la taille virtuelle de la source d_v, divisée par le facteur de réduction de la colonne M, ce qui donne un diamètre de faisceau de $d_g = d_v/M$. Si l'optique de la colonne était parfaite, cette simple géométrie déterminerait entièrement la taille du faisceau. Malheureusement, les lentilles ne sont pas parfaites et présentent différents types d'aberrations.

Les aberrations sphériques résultent du fait que les lentilles ont tendance à focaliser plus fortement lorsqu'on s'éloigne de leur axe optique. Le diamètre résultant est donné par $d_s = 1/2C_s\alpha^3$, C_s étant le coefficient d'aberration sphérique de la lentille finale et α le demi angle de convergence du faisceau au niveau de l'échantillon. On peut en effet utiliser un diaphragme pour diminuer l'angle de convergence, l'on réduira en même temps le courant du faisceau d'électrons.

Les aberrations chromatiques résultent du fait que les électrons de faible énergie sont focalisés plus fortement que les électrons de forte énergie. Pour un faisceau délimité chromatiquement, le diamètre du faisceau est donné par $d_c = C_c\alpha\Delta V/V_b$, C_c étant le coefficient d'aberration chromatique, ΔV la distribution énergétique des électrons et V_b la tension d'accélération du faisceau.

Grâce à la mécanique quantique, on peut attribuer une longueur d'onde λ à un électron, celle-ci étant donnée par :

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_e eV_b}} \tag{2.1}$$

avec h étant la constante de Planck, m_e la masse de l'électron et e sa charge. Ces longueurs d'ondes sont nettement inférieures à celles de la lumière (0.007nm à 30kV), néanmoins, elles peuvent limiter le diamètre du faisceau par des effets de diffraction classique dans des systèmes à très haute résolution. Le diamètre d'un faisceau limité par la diffraction est donné par $d_d = 0,6\lambda/\alpha$. Pour finalement déterminer le diamètre théorique du faisceau pour un système donné, il suffit de prendre la racine carrée de la somme des carrés des différentes contributions :

$$d = \sqrt{d_g^2 + d_s^2 + d_c^2 + d_d^2} \tag{2.2}$$

La figure 2.6 illustre les contributions des différents phénomènes limitant le diamètre du faisceau [5]. Dans des systèmes comportant des sources d'électrons thermoïoniques, ce sont principalement les aberrations sphériques qui limitent le diamètre du faisceau alors que dans des systèmes à sources d'électrons à effet de champ, ce sont les aberrations chromatiques. Pour un courant de faisceau donné, on pourra toujours trouver une combi-

naison optimale de valeurs pour l'angle de convergence et le facteur de réduction. On peut généralement gagner en résolution sur la plupart des installations de lithographie électronique en utilisant un diaphragme plus petit limitant la taille du faisceau au détriment du courant de faisceau.

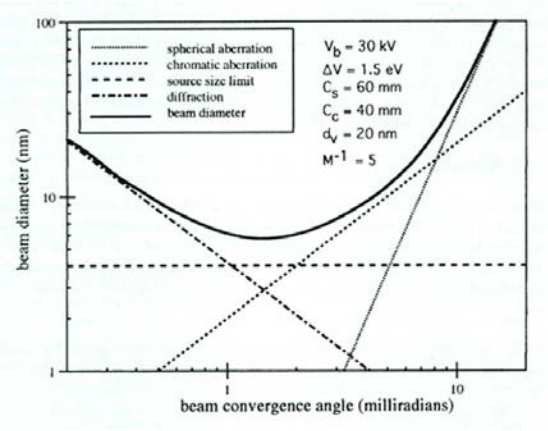


FIG. 2.6 – La figure montre les différentes contributions qui élargissent le diamètre du faisceau d'électrons pour un système de lithographie donné [5].

2.2.2.2 Interactions électron-solide

On peut obtenir un faisceau d'électrons extrêmement bien focalisé avec un diamètre de faisceau très fin, mais lorsque le faisceau touche la surface de l'échantillon, différents phénomènes élargissant le diamètre du faisceau initial interviennent. Lorsque les électrons traversent la résine, ils subissent beaucoup de collisions et sont déviés de leur trajectoire initiale d'un angle relativement faible, phénomène qu'on appelle prodiffusion [5]. Toutes ces collisions et déviations conduisent à un élargissement du diamètre du faisceau. Lorsque les électrons touchent la surface de l'échantillon même, ils sont parfois déviés d'un angle très important voire réfléchis, phénomènes appelé rétrodiffusion. C'est la rétrodiffusion des électrons qui est, en partie, à la base des effets de proximité, phénomène expliqué plus en détail au paragraphe 2.2.2.3. La figure 2.7 montre des simulations de diffusion d'électrons [6] dans des matériaux typiquement utilisés en lithographie électronique. La combinaison des électrons pro- et rétrodiffusés donne lieu à un profile de dépôt en énergie dans la résine qui se compose d'une somme de deux distributions gaussiennes, où α est la largeur de la prodiffusion, β le largeur de la rétrodiffusion et η_e le rapport des intensités des électrons rétrodiffusés par rapport aux électrons prodiffusés. La figure 2.8 montre un tel profile d'absorption en énergie lors d'une exposition d'un échantillon de silicium enduit d'une couche de PMMA d'un épaisseur d'environ $500nm$ au faisceau d'électrons avec des tension d'accélération de $10kV$ (a) et de $20kV$ (b) [5].

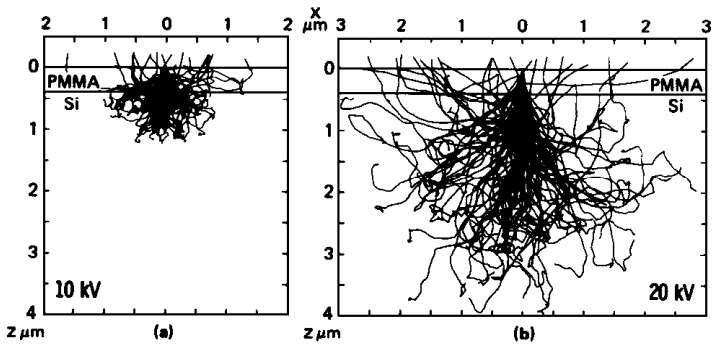


FIG. 2.7 – Simulation Monte Carlo des électrons dans de la résine PMMA sur substrat en silicium pour des tension d'accélération de 10kV (a) et 20kV (b) [6].

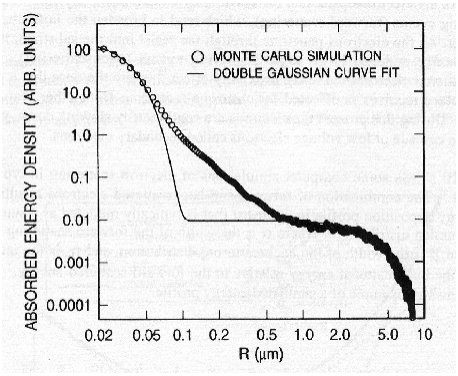


FIG. 2.8 – Simulation du profile d'absorption en énergie lors d'une exposition au faisceau d'électrons [5].

2.2.2.2.1 La prodiffusion Lorsque les électrons pénètrent dans la résine, quelques-uns vont être déviés d'un faible angle par rapport à leur direction incidente initiale, ce qui peut avoir comme conséquence un élargissement considérable du faisceau d'électrons au fond de la résine par rapport au haut de la résine. L'augmentation du diamètre du faisceau dû à la prodiffusion en nanomètres est donné empiriquement par la relation $d_f = 0,9\sqrt{(R_t/V_b)^3}$, où R_t est l'épaisseur de la résine en nanomètres et V_b la tension d'accélération en kV. La prodiffusion peut être minimisée en utilisant des épaisseurs de résine faibles et des tensions d'accélération élevées. Il est en général préférable d'éviter les phénomènes de prodiffusion, bien que dans certains cas comme pour le lift-off par exemple, il peut être avantageux d'avoir des flancs négatifs dans la résine ; on peut alors adapter les paramètres d'exposition pour obtenir le résultat voulu. En utilisant une couche de résine épaisse, on peut influencer l'aspect des flancs dans la résine en jouant sur le temps de développement [7], comme l'illustré la figure 2.9.

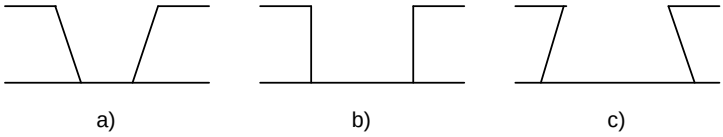


FIG. 2.9 – Évolution du profil de la résine en fonction du temps de développement, a) court, b) moyen et c) long.

2.2.2.2.2 La rétrodiffusion Lorsque les électrons ont traversé la résine et commencent à pénétrer dans le substrat, une grande partie en est déviée avec des angles importants par rapport à leur direction d'incidence initiale, ils sont rétrodiffusés. Les électrons rétrodiffusés peuvent retraverser la résine et se retrouver à des distances plus ou moins importantes par rapport au faisceau d'électrons initial ; ce sont ces électrons qui sont à la base d'une exposition supplémentaire non voulue des régions voisines du faisceau d'électrons, encore appelé effet de proximité. La distribution des électrons, définie comme la distance sur laquelle se déplace un électron dans un matériau jusqu'à ce qu'il perde toute son énergie, dépend et de l'énergie des électrons primaires et de la nature du substrat. La figure 2.10 montre la distance de parcours d'un électron dans le PMMA, le silicium et l'arséniure de gallium en fonction de son énergie [8].

La fraction d'électrons rétrodiffusés η est grossièrement indépendante de l'énergie du faisceau, mais dépend de la nature du substrat, les matériaux de faible nombre atomique donnant lieu à moins d'électrons rétrodiffusés. Des valeurs typiques de η se situent entre 0.17 pour le silicium et 0.50 pour le tungstène et l'or. Expérimentalement, η n'est que faiblement lié à η_e, énergie déposée dans la résine par les électrons rétrodiffusés et modélisée par une double gaussienne. Les valeurs de η_e valent environ le double de η.

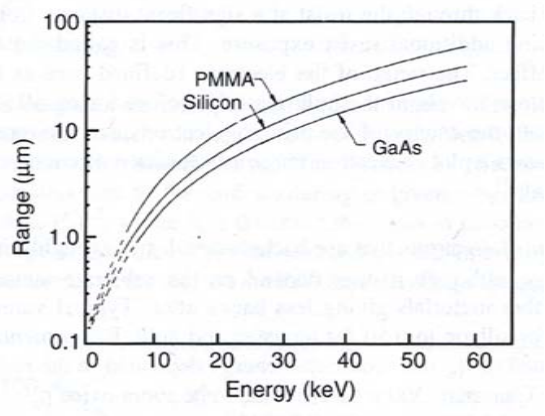


FIG. 2.10 – Distance de parcours d'un électron en fonction de son énergie pour le PMMA, le silicium et l'arséniure de gallium.

2.2.2.2.3 Les électrons secondaires Lorsque les électrons primaires sont freinés, une grande partie de leur énergie est dissipée sous forme d'électrons secondaires ayant des énergies de 2 à 20eV. Comme leur parcours dans la résine n'est que de quelques nanomètres, ils ne contribuent que très peu à l'effet de proximité ; ils sont responsables par contre d'un élargissement de la structure lithographiée dans la résine d'environ 10nm par rapport au diamètre du faisceau d'électrons. Cela permet aussi d'expliquer les limites inférieures en résolution atteintes dans la pratique, d'environ 20nm avec les systèmes de lithographie électronique les plus performants.

Un faible pourcentage d'électrons secondaires a des énergies plus importantes, de l'ordre de 1keV. Ces électrons secondaires, dits rapides, peuvent contribuer à l'effet de proximité sur des distances de quelques dixièmes de micron. Expérimentalement et théoriquement, la distribution des distances de parcours de ces électrons secondaires rapides peut être modélisée par une troisième gaussienne située entre celles de la prodiffusion et de la rétrodiffusion.

2.2.2.2.4 Modélisation et simulation La diffusion des électrons dans la résine et dans le substrat peut être modélisée avec une précision raisonnable en supposant que les électrons sont ralentis progressivement comme c'est décrit par l'équation de Bethe [9], tout en étant soumis à la diffusion élastique décrite par la formule de Rutherford [10]. Comme les différents matériaux et géométries rendent la résolution analytique du problème difficile, on utilise le plus souvent des simulations de type Monte Carlo, qui permettent de simuler un grand nombre d'électrons au hasard. Les paramètres en entrée pour la simulation sont les énergies des électrons, le diamètre du faisceau et l'épaisseur et la densité des couches de résine. La simulation permet d'avoir des informations sur l'énergie déposée dans la résine en fonction de la distance par rapport au centre du faisceau d'électrons. De telles simulations peuvent encore être utilisées pour déterminer les facteurs de correction pour prévenir à l'effet de proximité.

2.2.2.3 Les effets de proximité

Les conséquences des différents types de diffusion d'électrons discutés au paragraphe 2.2.2.2 sont la raison pour laquelle la dose déposée par le système de lithographie électronique n'est pas entièrement confinée à l'intérieur des motifs exposés par le faisceau d'électrons. Ceci entraîne p. ex. une largeur de trait qui dépend de la taille et de la géométrie du motif, phénomène connu sous le nom d'effets de proximité et illustré sur la figure 2.11.

Il existe différentes approches pour remédier aux effets de proximité. Si la structure à lithographier présente une géométrie peu complexe, on peut itérer la dose d'exposition lors de tests successifs pour déterminer exactement la dose à laquelle toutes les structures

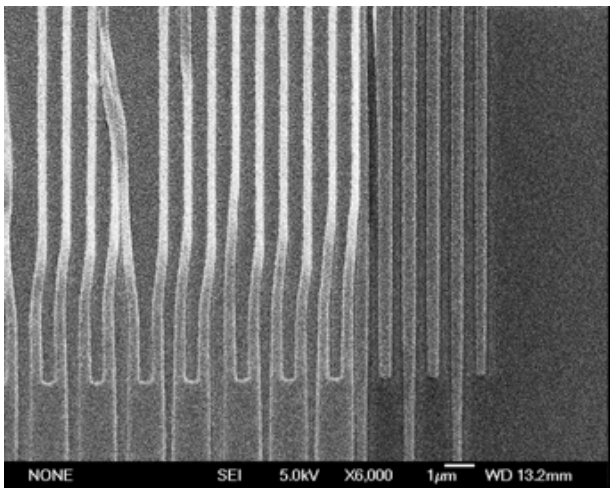


FIG. 2.11 – Effet de proximité sur une structure interdigitée de période 400nm.

sont bien développées sans avoir d'effets de proximité. On peut également utiliser des résines à contraste plus élevé, celles-ci permettent un meilleur contrôle des variations des largeurs de traits. On peut également utiliser des multicouches de résine ; une fine couche de résine électrosensible est déposée à la surface d'une résine photosensible plus épaisse pour réduire la largeur des traits exposés, celle-ci étant due à la diffusion des électrons lors de leur interaction avec la résine. On peut alors transférer le motif lithographié au faisceau d'électrons dans la couche de résine photosensible par gravure sèche, après développement de la couche de résine électrosensible, en minimisant ainsi les effets de prodiffusion, mais en rajoutant une étape supplémentaire au procédé de réalisation. Il y a moyen d'utiliser des tensions d'accélération plus élevées, de $100kV$ et plus, qui diminuent également les effets de prodiffusion, mais qui peuvent dans certains cas augmenter les effets de rétrodiffusion. Dans certains cas particuliers, comme lors de la réalisation de masques pour la lithographie aux rayons X, qui sont réalisées sur des membranes très fines, des tensions d'accélération élevées diminuent également les effets de rétrodiffusion, car la plupart des électrons traversent complètement la membrane [11].

A l'inverse, en travaillant avec des tensions d'accélération de faisceau très faibles, où la distance de parcours des électrons est inférieure aux dimension minimales latérales des structures à lithographier, on peut éliminer complètement l'effet de proximité [12]. Une contrainte subsiste, c'est qu'il faut également déposer la couche de résine électrosensible avec une épaisseur inférieure aux dimensions minimales latérales des structures à lithographier pour que les électrons puissent exposer toute l'épaisseur de la résine [13]. Une autre possibilité est l'utilisation d'une couche mince d'un matériau à nombre atomique élevé, tel que le tungstène p.ex., en dessous de la couche de résine pour limiter les effets de rétrodiffusion. Cette dernière méthode peut être combinée à celles citées auparavant.

Par opposition aux démarches présentées ci-dessus, visant à minimiser, voire à éliminer les effets de proximité, on peut également essayer de les corriger. Les principales techniques utilisées pour corriger les effets de proximité sont la modulation de la dose d'exposition, la modulation de la taille des structures et la méthode GHOST.

La méthode la plus couramment utilisée est la modulation de la dose d'exposition. La dose nominale de chaque structure est adaptée de manière à ce que chaque structure soit lithographiée selon les dimensions du dessin. Un des grands désavantages de cette méthode est que les calculs nécessaires pour déterminer les doses réelles requises par chaque structure sont très lourds et intensifs en temps de calcul. En effet, il faut tenir compte de tous les effets de diffusion électronique qui interviennent lors de l'exposition et des influences mutuelles qu'ont les structures à lithographier sur leurs structures voisines et vice-versa. Face à ces problèmes, différents algorithmes de calcul ont été développés [14, 15, 16, 17].

La méthode de la modulation de la taille des structures [18, 19] est une méthode comparable à celle de la modulation de la dose d'exposition. Dans cette approche, la dose supplémentaire reçue par des structures très denses est compensée par une légère diminution de leurs dimensions latérales. Cette méthode est surtout utilisée lorsque l'installation de lithographie utilisée ne permet pas de faire des expositions avec des doses différentes.

La méthode GHOST [20] a l'avantage de ne pas nécessiter de calcul du tout. Cette méthode compense la distribution des électrons rétrodiffusés par l'exposition du négatif (dessin complémentaire au dessin des structures à lithographier) avec un faisceau d'électrons défocalisé. La dose des structures GHOST, $\nu_e/(1+\nu_e)$, est choisie de façon à également compenser la dose injectée par les électrons rétrodiffusés sur des surfaces plus grandes. Après exposition des structures GHOST, les structures exposées auront une exposition de fond globalement uniforme, ν_e étant l'énergie déposée dans la résine par les électrons rétrodiffusés. La technique GHOST permet, dans des circonstances optimales, de contrôler finement la largeur des lignes exposées [21].

Les différents algorithmes présentés ci-dessus ont été soit intégrés dans des logiciels commerciaux [22, 23, 24, 25], soit développés et intégrés dans des logiciels par des organismes publics et universitaires, dont certains sont librement accessibles [18, 26].

2.2.2.4 Systèmes de lithographie électronique existants

Nous allons décrire par la suite quelques systèmes de lithographie existants avec leurs avantages et désavantages respectifs. Avant d'y procéder, nous aimerions néanmoins préciser que le meilleur système de lithographie électronique ne peut atteindre ses performances optimales que si son environnement de fonctionnement le permet.

2.2.2.4.1 L'environnement nécessaire au bon fonctionnement d'une installation de lithographie électronique Pour obtenir des performances optimales, une installation de lithographie électronique doit être installée dans un environnement propre et limitant les vibrations. Le bruit induit par la fréquence de $50Hz$ de l'alimentation du secteur est un problème dans bon nombre d'appareils. C'est pourquoi il est porté beaucoup d'attention à la mise à la masse de tous les appareils constituant un tel système de lithographie électronique, afin d'éviter des boucles de masse. De plus, il est préférable de séparer au maximum les masses des appareils analogiques de celles des appareils numériques afin de limiter les interférences et le bruit à haute fréquence.

Une autre source de perturbations très importantes est le bruit acoustique, surtout pour les systèmes avec des canons à électrons à effet de champ. Dans de tels systèmes, la réduction de la source à effet de champ, et donc la réduction des vibrations, est beaucoup plus faible que dans des systèmes avec des sources au LaB_6.

Des champs magnétiques répandus sont également à la base de nombreux problèmes. Des pompes mécaniques, des transformateurs et des tubes néons génèrent de tels champs magnétiques et devraient être éloignés d'au moins $3m$ d'une installation de lithographie électronique. Le système doit être isolé des vibrations mécaniques à l'aide d'une table à coussin d'air. Idéalement, une telle installation est installée au niveau situé le plus bas, au sous-sol, s'il y en a un, sinon au rez-de-chaussée. Finalement, pour obtenir les résolutions les plus faibles possibles, avec une bonne reproductibilité, il faudra contrôler avec précision la température et l'humidité de l'endroit où se trouve l'installation de lithographie électronique.

2.2.2.4.2 De la microscopie électronique vers la lithographie électronique : Conversion de microscopes Tout outil permettant de faire de la microscopie, optique ou électronique, peut en principe être modifié pour fonctionner de façon inverse, c.-à-d. pour écrire de motifs au lieu de les observer. Les microscopes électroniques modifiés pour faire de la lithographie électronique souffrent des mêmes défauts que les microscopes optiques modifiés pour faire de la lithographie optique : un faible champ de vision (d'écriture) et une cadence d'exposition réduite. Toujours est-il que de tels systèmes offrent des performances suffisantes à des prix relativement bas pour certaines applications en recherche et en R&D.

La plupart des systèmes de lithographie basés sur des conversions de microscopes électroniques à balayage utilisent des convertisseurs DAC (Digital-To-Analog Converter, convertisseur numérique-analogique) de 12 à 16 bits pour commander les bobines de balayage du microscope. Le faisceau d'électrons est modulé avec les condenseurs et par des diaphragmes qui sont localisés à proximité d'un noeud de focalisation du faisceau d'électrons dans la colonne du microscope électronique. Alternativement, il est possible d'escamoter le faisceau électriquement en appliquant une tension électrique par l'intermé-

diaire de deux plaques métalliques pouvant être intégrées dans la colonne du microscope électronique (Beam Blanker, escamoteur de faisceau). Dans ce cas, il faut dévier le faisceau vers une zone non utilisée du motif à exposer. La figure 2.12 illustre la méthode du balayage vectoriel, où les différentes structures sont superposées à une grille et les différentes structures sont balayées une par une en passant de l'une à l'autre par un vecteur direct. En commandant les bobines de balayage d'un microscope électronique, on peut ainsi réaliser un outil simple de lithographie électronique à haute résolution.

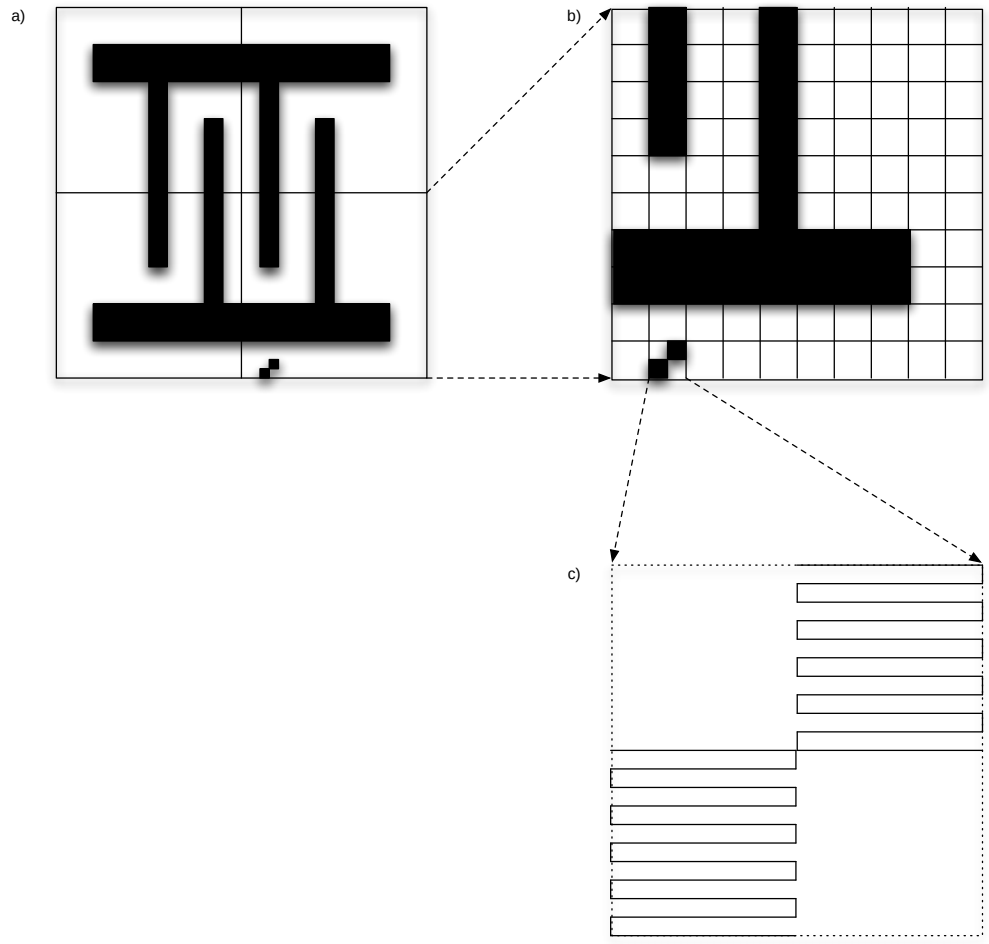


FIG. 2.12 – Principe de l'exposition par balayage séquentiel.

Les performances des microscopes électroniques à balayage convertis en systèmes de lithographie électronique ont beaucoup évolués depuis les trois dernières décennies, surtout grâce à l'évolution de l'informatique et des cartes de contrôle électroniques (interfaçage rapide, convertisseurs numériques-analogiques de haute résolution, etc.). Les premiers systèmes convertissaient les dessins à lithographier en formes géométriques assez simples (rectangles, trapèzes et lignes), qui étaient ensuite envoyées à des électroniques de pilotage faites sur mesure. Bien qu'aujourd'hui on puisse faire cette conversion en temps réel à l'aide de processeurs de calcul très performants, la démarche classique est toujours la

méthode de choix pour éviter toute impasse au niveau de la transmission des données.

Quels sont les paramètres critiques pour pouvoir réaliser un tel système ? Il faut un temps de déflexion le plus court possible afin d'obtenir des résolutions très faibles. Quel est le temps d'exposition minimum à atteindre ? Avec un convertisseur numérique-analogique de 16 bit et un champ d'écriture de $100\mu m$, la taille d'un pixel (la plus petite surface logiquement adressable) vaut :

$$Pixel = \frac{100\mu m}{2^{16}bit} = 1,53nm \tag{2.3}$$

La surface A correspondant à ce pixel vaut donc le carré de sa dimension latérale. La charge injectée dans cette surface pendant un temps t équivaut à It, I étant le courant du faisceau. Ceci doit être égal à la dose à injecter par unité de temps fois la surface du pixel. Des valeurs courantes pour le courant d'électrons et la dose à injecter sont $50pA$ et $200\mu C/cm^2$ (pour le PMMA, résine électrosensible courante). Il s'en suit que le temps de déflexion minimal opéré par l'escamoteur de faisceau à atteindre doit être inférieur ou égal à :

$$I \cdot t = D \cdot A \Leftrightarrow t = \frac{D \cdot A}{I} = \frac{200\mu As/cm^2 \cdot (1,53 \cdot 10^{-7}cm)^2}{50 \cdot 10^{-6}\mu A} = 9,36 \cdot 10^{-7}s \tag{2.4}$$

Ce qui signifie qu'il faudra une fréquence de déflexion supérieure à $1,1MHz$. Malheureusement, ceci n'étant pas toujours réalisable. Si l'on veut envisager l'exposition d'un ensemble de pixels en même temps, on peut alors diviser la fréquence nécessaire pour la déflexion à cette résolution par le nombre de pixels, jusqu'à ce qu'on se trouve dans les limites mécaniques et électroniques du système de lithographie utilisé.

Il y a eu des installations sans escamoteur de faisceau, mais nous n'allons les présenter dans le cadre de cette thèse, ni les difficultés auxiliaires qui sont causées par l'absence d'un escamoteur de faisceau pour réaliser des lithographies électroniques.

Il faut savoir aussi que les bobines de balayage d'un microscope électronique à balayage ont été conçues pour faire de l'imagerie, en balayant successivement une grille, et non pas pour dévier le faisceau aléatoirement à travers le champ de vision comme l'implique un générateur de motifs commandant le balayage vectoriel.

Les temps de stabilisation sont de l'ordre de $10\mu s$ pour un microscope JEOL 840, voire de $1ms$ pour un microscope Hitachi S800. La largeur de bande des bobines de balayage des microscopes est volontairement limitée afin de réduire le bruit dans le système d'imagerie.

L'autre grande limitation des systèmes de lithographie à base de microscopes électroniques à balayage convertis est le porte-substrat. Comme ceux-ci sont conçus pour permettre de faire de l'imagerie sous un grand nombre d'angles d'observation, ils ne sont ni parfaitement normaux au faisceau d'électrons incidents, ni précisément contrôlables

en position, même avec un asservissement à l'aide d'un moteur pas à pas, la précision maximale atteignable se situe entre 1 et $5\mu m$. La façon la plus commune de se défaire de cet inconvénient est l'utilisation de marques d'alignement de distance connue. Il est alors possible de calibrer les tensions de commande des bobines de balayage à l'aide de ces marques d'alignement, au prix d'une plus grande complexité du procédé de réalisation, et de la nécessité de réaliser préalablement ces marques d'alignement sur l'échantillon par lithographie optique. Une deuxième solution à ce problème est l'ajout d'un système de guidage laser du porte-substrat, mais ceci est une alternative très coûteuse.

Parmi tous les fabricants de systèmes de lithographie existants et fabricants de systèmes de modification pouvant être installés sur des installations de microscopes électroniques à balayage existants (Vistec Semi, Leica, Elionix, Advantest, Softsim, Hitachi), nous allons brièvement en présenter deux : Le système acheté par le LPMIA en 2004, un microscope électronique à balayage à émission de champ avec un système de lithographie électronique de RAITH Elphy Quantum, et l'alternative à ce système au moment de l'achat d'un telle installation, le Nanometer Pattern Generation System de Nabity Lithography Systems, système également conçu pour être rajouté sur une installation de microscopie existante.

2.2.2.4.3 Nanometer Pattern Generation System (NPGS) de Nabity Lithography Systems Le système de génération de motifs à l'échelle du nanomètre (NPGS) fournit un environnement facile à utiliser pour la décomposition, la réduction et la réalisation par écriture directe au faisceau d'électrons de structures complexes en utilisant un microscope électronique commercial. Pratiquement n'importe quel MEB, MET, ou FIB peut être employé avec un système NPGS comme outil de lithographie. Un système de lithographie électronique réalisé par l'ajout d'un système Nabity sur un microscope électronique à balayage est schématiquement illustré à la figure 2.13. Les dessins à lithographier sont créés en utilisant n'importe quel logiciel de DAO permettant de fournir un des formats de fichier suivants : DWG, DXF, GDSII, CAF, et IGES. Il faut ensuite générer un fichier contenant tous les paramètres relatifs à l'exposition de chaque structure.

Le système de conversion vendu par J.C. Nabity Lithography Systems requiert actuellement un PC qui dispose des caractéristiques suivantes :

- processeur Pentium III ou mieux (vitesse > 3 GHz recommandée).
- Windows 2000 Professional
- 128Mb RAM (256 Mb ou plus recommandé).
- CD ROM
- Port parallèle
- 1 emplacement PCI libre pour une carte de taille normale (31.19 cm)
- résolution graphique de 1024x768
- un port série et/ou un port Ethernet pour le contrôle du microscope électronique et

du porte-substrat

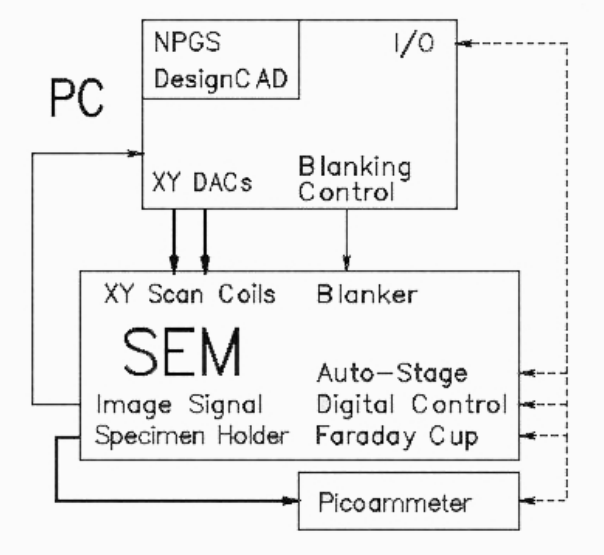


FIG. 2.13 – Le système NPGS de Nabity.

2.2.2.4.4 Raith Elphy Plus / Jeol JSM6500 ELPHY Plus est un kit de conversion pour des installations MEB (microscope électronique à balayage) et des FIB (Focused Ion Beam) à déflexion électrostatique. Le logiciel ELPHY dispose des possibilités suivantes [27] :

- éditeur GDSII hiérarchisé entièrement intégré
- la possibilité d'importer des données sous formats DXF, CIF et ASCII
- le calcul automatique des paramètres d'exposition
- la possibilité de générer des macros et des scripts en Visual Basic
- une acquisition numérique d'images
- des outils de mesure de dimensions
- la possibilité de télécommander le MEB/FIB entièrement à partir du logiciel ELPHY
- un module de correction des effets de proximité en option

Le système ELPHY Plus se compose d'une partie logicielle et d'une partie matérielle. La partie matérielle du système ELPHY Plus présente les caractéristiques suivantes [27] :

- une unité 19" avec un processeur de traitement numérique du signal tournant à $6MHz$ pour générer les motifs
- une commande de la déflexion à convertisseur numérique-analogique 16bit à faible bruit
- une résolution temporelle d'écriture de $2ns$
- une unité de pilotage pour l'escamoteur de faisceau délivrant un signal de $100V$ et un signal TTL
- un convertisseur analogique-numérique 12bit pour l'acquisition d'images

- des entrées et sorties analogiques et numériques pour l'interfaçage avec des modules supplémentaires, et pour l'alignement et la calibration

Le système ELPHY Plus de Raith installé au LPMIA est illustré à la figure 2.14.

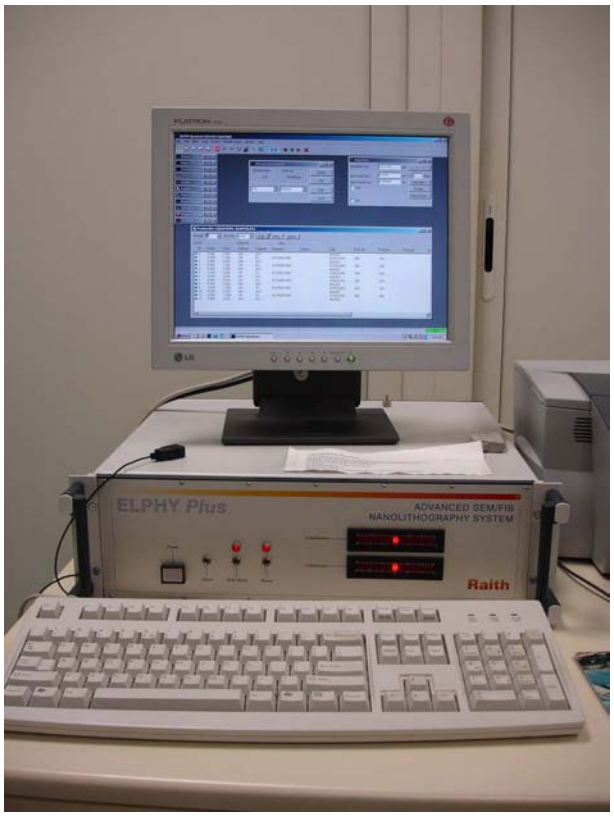


FIG. 2.14 – Le système ELPHY Plus de Raith

2.2.2.5 La préparation des données

Une étape importante du procédé de lithographie électronique est la préparation des données. Une démarche classique est l'utilisation d'un logiciel de DAO (Dessin Assisté par Ordinateur) permettant de définir de façon précise les motifs, c.-à-d. leurs dimensions exactes et leurs dispositions relatives des uns par rapport aux autres. La plupart de ces logiciels de DAO permet également d'enregistrer ou d'exporter ces données sur les motifs à lithographier sous un des formats de fichiers standards utilisés à cette fin.

2.2.2.5.1 Masques logiciels Pour pouvoir lithographier les motifs crées sur une installation de lithographie donnée, il faut convertir les données des motifs stockées dans un fichier standard en code spécifique à l'installation de lithographie. Cette étape peut être plus compliquée qu'elle n'en a l'air : Dans le cas d'un système micro- ou nanotechnique réalisable en plusieurs étapes de lithographie, il faut extraire la couche de motifs

voulus ; ensuite toutes les formes géométriques doivent être réduites à des formes géométriques simples tels que des trapèzes, des rectangles ou des triangles, et tous les motifs sont subdivisées en champs, sous-champs et parfois même en sous-sous-champs.

Dans le cas des installations utilisant un faisceau gaussien, il faut choisir une taille de pixel adaptée. Un bon compromis est obtenu lorsqu'on utilise une taille de pixel correspondant à la moitié du diamètre du faisceau d'électrons. Des tailles de pixel plus larges vont accélérer l'exposition alors de des tailles plus fines permettront d'avoir une meilleure résolution et des rugosités au bord des structures réduites.

Il est difficile de formuler des règles générales ou des recommandations toujours valables pour la conception des dessins destinés à être lithographiés. Néanmoins, on peut éviter nombre de difficultés en étant conscient des limitations de l'installation de lithographie dont on dispose, et de réaliser les dessins des motifs en conséquence.

Il faut p.ex. tenir compte de la précision maximale que l'on peut obtenir en faisant l'alignement. Sur l'installation de lithographie électronique dont nous disposons, il est possible d'aligner un masque de motifs par rapport à des marques d'alignement à environ $0,2\mu m$ près. Il serait donc vain de concevoir un microsystème qui requiert une plus grande précision en ce qui est de l'alignement pour obtenir un système fonctionnel.

2.2.2.5.2 L'alignement en lithographie électronique L'alignement en lithographie se compose en fait des étapes successives et nécessaires si le microsystème à réaliser requiert plus d'une étape de lithographie optique et/ou électronique.

La première étape consiste à aligner l'ensemble des motifs à exposer par rapport au substrat (en rotation et en translation). S'il n'y a qu'une seule étape de lithographie dans le procédé, cette première étape est suffisante. S'il y en a plusieurs, il faut également aligner chaque motif ou groupe de motifs fonctionnels par rapport aux structures déjà existantes sur le substrat. Il est préférable d'utiliser plusieurs jeux de marques d'alignement différents pour faire les deux étapes d'alignement. Le premier alignement se fait à faible agrandissement, c'est un alignement mécanique dans le sens où la position et l'angle de rotation du porte-substrat sont alignés par rapport aux axes de déflexion du faisceau d'électrons. Les marques d'alignement servant à cette fin peuvent très bien être des marques d'alignement de lithographie optique, servant à des alignements ultérieurs de lithographie optique. Ces marques d'alignement sont typiquement des croix dont la largeur de trait est de 2 à $6\mu m$ et les dimensions totales sont de 100 à $200\mu m$. Ces croix sont typiquement placées aux extrémités de l'échantillon.

Ensuite on passe à l'alignement électrique, plus fin, qui se fait à l'aide de marques d'alignement de lithographie électronique présentes sur chaque motif fonctionnel. Ces marques d'alignement doivent tenir compte de la précision d'alignement de l'installation et leur espacement doit être inférieur aux dimensions du champ d'écriture, respectivement de l'agrandissement choisi. Lors de ce deuxième alignement, on aligne donc précisément

les motifs à exposer par rapport aux marques d'alignement déjà présentes.

2.2.2.5.3 Les logiciels DAO Il existe beaucoup de logiciels de DAO plus ou moins complexes dans le commerce, comme AutoCAD [28], Cadence [29], Design Workshop [30], L-Edit [31], etc. Tous ces logiciels sont utilisables pour réaliser des dessins de masques logiciels s'ils sont capables de fournir un des formats de fichiers standards cités au paragraphe 2.2.2.5.4 et dans l'annexe A. Certains de ces logiciels sont destinés à des applications spécifiques, alors que d'autres permettent des applications dans tous les domaines. Les préférences personnelles, la disponibilité d'un logiciel déjà acquis, respectivement son prix à l'achat, sont les critères principaux de sélection. Certains fabricants de systèmes de lithographie intègrent un logiciel de DAO dans le logiciel qui permet de contrôler tout le système de lithographie électronique. Ceci est par exemple le cas pour RAITH ELPHY QUANTUM [27] dont nous disposons au laboratoire. Un des avantages des logiciels fournis par le fabricant des systèmes de lithographie électronique est l'ajout de certaines fonctions comme, dans le cas du logiciel RAITH, d'importer des images et de les convertir afin de pouvoir les lithographier.

2.2.2.5.4 Les formats de fichiers standarts Le format GDSII, également connu sous le nom de « Calma Stream » a été développé par Calma, une division de General Electric. Les droits des produits Calma ont changé maintes fois de propriétaire, ils sont actuellement détenus par Cadence Design Systems [29]. Le format GDSII est de loin le format le plus stable, le plus compréhensible et le plus utilisé en lithographie. GDSII est un format binaire qui contient une librairie hiérarchique d'instances appelées cellules. Chaque cellule peut contenir un nombre d'objets différents tel que :

- des frontières, qui peuvent être utilisées pour définir des polygones ou des rectangles
- des boîtes, qui peuvent être utilisées pour représenter des rectangles avec un certain angle de rotation
- des chemins, qui peuvent être utilisés en tant que fils conducteurs
- du texte, qui peut soit servir à l'annotation des objets et des instances à l'écran ou sur le substrat après l'exposition
- *Sref*, qui est une référence à une autre cellule, ce qui permet donc d'intégrer une cellule à l'intérieur d'une autre
- *Aref*, qui est similaire à *Sref*, mais qui représente les informations et les objets d'une cellule sous forme d'un tableau

Il y a 64 couches (layers) disponibles, numérotés de 0 à 63. Chaque objet d'une cellule appartient à une de ces couches. Chaque couche représente typiquement un masque optique ou une étape d'exposition en lithographie électronique.

Quelques autres formats de fichiers sont brièvement présentés dans l'annexe A.

2.2.2.6 Les résines électrosensibles

Les résines électrosensibles sont le moyen de transfert des motifs réalisés par la lithographie électronique. Les résines utilisées sont le plus souvent des polymères dissous dans des solvants. La résine liquide est étalée de façon relativement uniforme sur le substrat à l'aide d'une tournette avec des vitesses de rotation allant de 1000 à 5000 tours/minute. Après l'étalement de la résine, il faut procéder à un recuit de la résine afin d'évacuer les restes de solvant toujours présents dans la résine après l'étalement. L'exposition de la résine conduit à une modification de la solubilité des régions exposées dans le développeur, sachant que cette solubilité augmente dans le cas d'une résine positive, et qu'elle diminue dans le cas d'une résine négative. Le motif ainsi réalisé dans la résine est ensuite transféré sur le substrat soit par lift-off, soit par gravure, sèche ou humide respectivement.

Si l'on expose une résine positive à une plage de doses et qu'on développe la résine et l'on représente l'épaisseur moyenne de la résine en fonction de la dose d'exposition, on obtient le graphique illustré à la figure 2.15a. La sensibilité de la résine est définie comme étant le point où toute la résine est enlevée. Idéalement, l'épaisseur de la résine diminuerait à zéro à la dose critique. En réalité, l'épaisseur de la résine chute en fonction de la dose avec une pente finie. Si D_1 représente la dose maximale à laquelle il n'y pas encore d'enlèvement de résine et D_2 est la dose à laquelle toute la résine est enlevée, on définit le contraste de la résine comme suit :

$$\gamma = \left| log_{10} \left(\frac{D_2}{D_1} \right) \right|^{-1} \tag{2.5}$$

La même expression définit le contraste d'une résine négative avec les points D_1 et D_2 définis à la figure 2.15b.

Une résine à contraste élevé a l'avantage d'être plus tolérante face au paramètres d'un procédé, elle permet en même temps l'obtention de flancs de résine plus verticaux. Afin de minimiser les effets de proximité, il est recommandé d'exposer et de développer une résine positive avec les doses et le temps de développement les plus faibles possibles permettant d'obtenir tous les motifs de manière convenable. En lithographie électroniques, il est possible, en utilisant des tensions d'accélération de $50kV$ ou plus, d'obtenir des facteurs de forme très élevés. Néanmoins, lorsque le facteur de forme dépasse un quotient d'environ 5 : 1, la plupart des résines s'effondrent à cause de leur faible résistance et tenue mécanique lors du développement.

Un autre désavantage des résines électrosensibles est le fait que celles qui permettent d'obtenir les plus faibles résolutions sont également celles qui présentent la plus faible sensibilité. L'exemple suivant permet d'illustrer la problématique. Si l'on veut exposer un pixel d'une taille de $0,1\mu m$ dans une résine dont la dose d'exposition critique est de $0,1\mu C/cm^2$, il n'y a besoin que de 62 électrons pour réaliser l'exposition de ce pixel [32] :

$$Dose_{Pixel} = (0,1 \cdot 10^{-2})^2 cm^2 \cdot 0,1 \mu C/cm^2 = 10^{-17} C \Rightarrow Nb_{electrons} = \frac{C_{Pixel}}{e} \simeq 62 \quad (2.6)$$

A cette sensibilité, même de faibles variations en nombre d'électrons vont conduire à des expositions très différentes de chaque pixel. Si l'on essaye donc d'augmenter d'avantage la sensibilité, il devient, à partir d'un certain moment, impossible de procéder à des expositions homogènes des motifs.

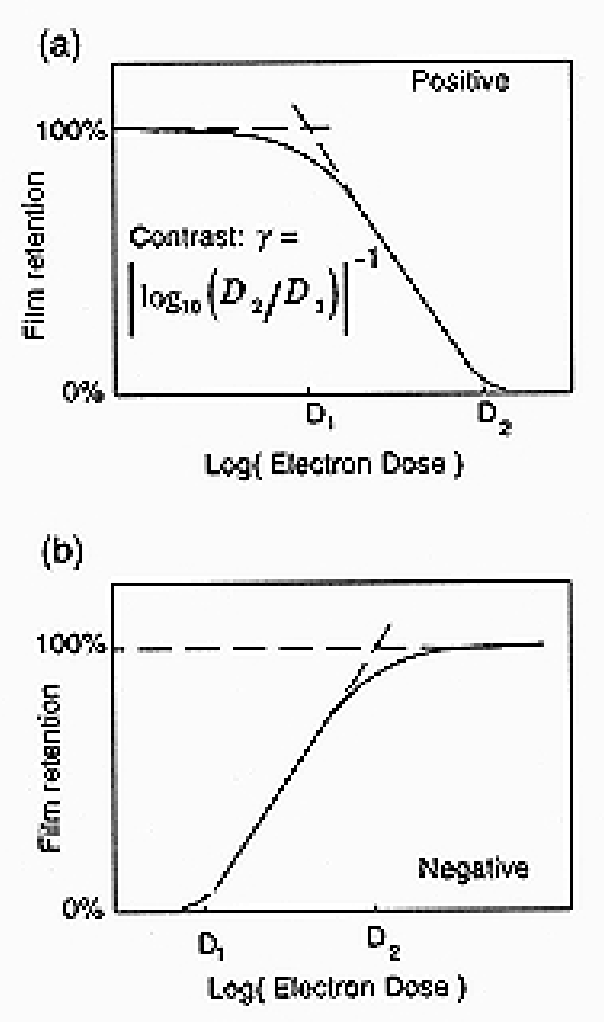


FIG. 2.15 – Épaisseur moyenne d'une couche de résine électrosensible positive (a) et négative (b) en fonction de la dose d'exposition.

Le tableau 2.2 donne un aperçu des différentes résines électrosensibles disponibles dans le commerce. Ces résines seront présentées un peu plus en détail dans les paragraphes suivants.

Résine	**Type**	**Résolution** $[nm]$	**Sensibilité** $[\mu C/cm^2]$	**Développeur**
PMMA	positive	10	100	MIBK :IPA
EBR-9	positive	200	10	MIBK :IPA
PBS	positive	250	1	MIAK :2-pentanone (3 :1)
ZEP	positive	10	30	xylène :p-dioxane
AZ5206	négative	250	6	KLK PPD 401
COP	négative	1000	0,3	MEK :ethanol (7 :3)
SAL-606	négative	100	8,5	MF312 :eau

Tab. 2.2 – Comparaison des différentes résines électrosensibles.

2.2.2.6.1 La dissipation des charges Un problème très courant est l'exposition de la résine sur des substrats très isolants. L'accumulation de charges dans le substrat conduit à des déformations considérables lors de l'exposition de substrats isolants et peut conduire à des problèmes de sous- ou surexposition ou de déformations de motifs, même dans le cas de semiconducteurs [33]. Une solution simple est l'utilisation d'une couche fine d'environ 10nm d'étain, d'or, de chrome ou d'aluminium à la surface supérieure de la résine ; celle-ci permet alors d'évacuer les charges. Les électrons traverseront la fine couche métallique sans diffraction notable lors de l'exposition. La couche d'évacuation de charges est enlevée avant le développement de la résine. Comme le plus souvent, cette couche d'évacuation de charges est déposée par évaporation, il faut veiller à ne pas utiliser un procédé d'évaporation générant des électrons et des rayons X, car ceux-ci exposeraient déjà la résine.

Une autre solution à ce problème est l'utilisation d'un polymère conducteur, soit comme couche d'égalisation sous la résine, soit comme couche d'évacuation de charges sur la résine. Les polymères TQV (Nitto Chemical Industry) et ESPACER100 (Showa Denko) disponibles dans le commerce sont utilisés à cette fin [34, 35]. Le polymère TQV est dissout dans du cyclohexane, qui dissout les résines novolac ; il faut donc intercaler, le cas échéant, une couche protectrice entre la TQV et la résine. La résine TQV est enlevée avec un mélange de méthyle-isobutyle-cétone et d'isopropanol (MIBK/IPA), mélange également utilisé pour développer la PMMA. La résine ESPACER100 est soluble dans l'eau et peut donc directement être étalée sur bon nombre de résines ; elle s'enlève facilement avec de l'eau.

2.2.2.6.2 Les résines positives Dans les plus simples résines positives, l'irradiation par le faisceau d'électrons détruit les longues chaînes moléculaires de la résine, créant ainsi des fragments de chaîne de masse moléculaire plus faible. Un solvant est alors utilisé comme développeur, celui-ci permet de dissoudre sélectivement les bouts de chaîne de faible masse moléculaire faisant ainsi apparaître le motif transféré dans la résine.

2.2.2.6.2.1 PMMA La résine Poly-Méthyle Méth-Acrylate (PMMA) était une des premières résines qui a été développée pour la lithographie électronique [36, 37]. Elle est toujours encore la résine positive standard pour la lithographie électronique et reste une de celles permettant d'atteindre les très faibles résolutions. Le PMMA est vendu sous forme liquide avec principalement deux masses moléculaires différentes (495k et 950k), dissout dans des solvants tels que le chlorobenzène ou l'anisole [38, 39, 40]. Le PMMA est étalé sur le substrat à la tournette et un recuit est effectué pendant 1 à 2 heures à une température entre $160°C$ et $200°C$. Lors de l'exposition, les chaînes moléculaires sont cassées en fragments, ceux-ci sont alors préférentiellement dissous par un développeur tel que le Méthyle-Isobutyl-Cétone (MIBK). Le MIBK néanmoins est un développeur trop puissant qui enlèverait également des parties de résine non exposée, c'est pourquoi il est dilué à l'aide d'un solvant moins puissant tel que l'isopropanol acide (IPA). Le mélange d'un volume de MIBK avec 3 volumes d'IPA permet d'obtenir un contraste très élevé avec une sensibilité très faible [41]. En rendant le développeur plus puissant, c.-à-d. en diminuant le volume de diluant, la sensibilité du développeur est augmentée au prix d'une faible perte de contraste.

La sensibilité du PMMA est grossièrement proportionnelle à la tension d'accélération utilisée, c.-à-d. la dose d'exposition critique à $30kV$ est à peu près le double de celle à $15kV$. Les canons à électrons sont plus brillants à des énergies plus élevées, ce qui permet p.ex. de délivrer le double du courant à diamètre de faisceau égal à $30kV$. Si l'on travaille à $30kV$ et on utilise une solution de développeur MIBK :IPA (1 : 3), la dose critique d'exposition se situe aux alentours de $350\mu C/cm^2$ pour des semiconducteurs. La dose d'exposition est déterminée par le courant du faisceau et le temps d'exposition par pixel exposé. La plupart des résines positives possède un offset de $20nm$ à $150nm$, cela signifie que la structure lithographiée, de petite taille, sera plus large que le diamètre du faisceau d'électrons. Ce phénomène dépend du type de résine utilisée, de son épaisseur, de son contraste, de la tension d'accélération et des conditions de développement.

Lorsque le PMMA est exposé avec une dose 10 fois supérieure à la dose optimale d'exposition, le PMMA présente un comportement de résine négative, car alors, les chaînes moléculaires du PMMA se réticulent de nouveau. Si l'on utilise le PMMA en tant que résine positive, il a une résolution intrinsèque inférieure à $10nm$ [42]. En tant que résine négative, sa résolution intrinsèque se situe aux alentours de $50nm$. Finalement, le PMMA ne résiste pas à la gravure plasma.

2.2.2.6.2.2 EBR-9 La résine EBR-9 est une résine à base d'acrylate, poly(2,2,2,-trifluoroethyl-α-chloroacrylate) [43], vendue par Toray Inc [44]. La résine a une dose d'exposition critique beaucoup plus faible que le PMMA, ce qui permet des expositions avec un gain de temps d'un facteur 10 environ ($10\mu C/cm^2$). Par contre, sa résolution est plus que 10 fois supérieure à celle du PMMA (environ $0,2\mu m$). La EBR-9 est beaucoup utilisée

pour la fabrication de masques, non pas à cause du gain en temps (la PBS es encore plus rapide), mais à cause de sa longue durée de vie avant sa péremption, le fait quelle ne gonfle pas dans le développeur et sa tolérance vis-à-vis des paramètres du procédé de réalisation.

2.2.2.6.2.3 PBS La résine poly(butène-1-sulfone) est une résine rapide couramment utilisée pour réaliser des masques. Sa sensibilité de 1 à $2\mu C/cm^2$ est un grand avantage par rapport aux autres résines positives, surtout en ce qui est de la fabrication de masques en grande quantité. Par contre, la rapidité de l'exposition est le seul avantage de la PBS, car sa mise-en-oeuvre est compliquée. Les masques doivent être développés par vaporisation dans une gamme de température et d'humidité très limitée [45]. Son contraste est faible et le temps nécessaire au procédé complet utilisant la PBS peut être plus lent que celui d'autres résines [46].

2.2.2.6.2.4 ZEP La résine ZEP-520 constitue un développement relativement nouveau pour la lithographie électronique. Cette résine est réalisée à partir d'un copolymère de α-chloromethacrylate et d'α-methylstyrène, vendue par Nippon Zeon Co [47]. Sa sensibilité à $25kV$ se situe entre 15 et $30\mu C/cm^2$, ce qui est un ordre de grandeur plus rapide que le PMMA, comparable à la EBR-9. La résolution et le contraste de la ZEP sont comparables à ceux du PMMA. Sa résistance à la gravure plasma est meilleure que celle du PMMA, mais n'approche pas encore celle des résines novolac. La ZEP possède également une longue durée de vie [48].

2.2.2.6.2.5 Les résines photosensibles utilisées en lithographie électronique La plupart des résines photosensibles peut également exposée par un faisceau d'électrons, les mécanismes de réaction étant assez différents de ceux intervenant lors de l'exposition UV [49]. Comme les électrons provoquent à la fois une exposition positive et une réticulation des chaînes moléculaires, il faut soit utiliser un développeur à fort caractère positif, soit exposer toute la résine aux UV, sans masque, puis développer à l'aide d'un développeur faible afin de révéler un caractère négatif de la résine photosensible. Une des meilleures résines photosensibles permettant de faire des expositions par faisceau d'électrons est l'AZ5206 [46, 50]. Cette résine a une sensibilité d'environ $6\mu C/cm^2$ et une bonne résistance à la gravure et permet d'obtenir des résolutions d'environ $0,25\mu m$. D'autres résines photosensibles pouvant être utilisées pour faire de la lithographie électronique sont la EBR900 [51] fabriquée par Toray [44], la résine chimiquement amplifiée ARCH [52] de OCG [38], ainsi que les résines UVIII et UVN de Shipley [53, 54]. Les résines de Shipley ont été optimisées pour être exposées à $248nm$ et présentent de meilleures résolutions que l'AZ5206. En utilisant des résines dédies à l'exposition dans l'UV lointain, il est possible des faire des expositions à la fois aux photons et aux électrons.

2.2.2.6.3 Les résines négatives Le principe de fonctionnement des résines négatives se base sur la réticulation des chaînes moléculaires entre elles sous l'apport d'énergie. Lorsque le degré de réticulation augmente, la solubilité de la résine dans un solvant donné diminue. Les résines négatives ont l'avantage de ne pas avoir de problèmes d'offset, comme les résines positives, par contre, il y a souvent des problèmes de résidus insolubles dans des zones non exposées. Ces résidus peuvent alors gonfler sous l'effet du développeur et relier deux structures du motif censées être séparées.

La résine COP est un copolymère époxyde du glycidyl méthacrylate et de l'éthyle acrylate, P(GMA-co-EA), souvent utilisée pour la réalisation de masques à l'aide d'une résine négative [40, 55, 56]. C'est une résine très rapide ($0,3\mu C/cm^2$), mais qui ne permet que d'obtenir des résolutions relativement faibles d'environ $1\mu m$ [57]. La résine COP présente une faible résistance à la gravure plasma et doit être développé par vaporisation afin d'éviter le gonflement de la résine. Il faut savoir que la réaction de réticulation est initiée par une réaction en chaîne cationique et que cette réaction se poursuit même après l'exposition. La taille des structures dépend donc du temps écoulé entre l'exposition et le développement.

La résine SAL est fabriquée par Shipley [53] et existe sous différentes versions et viscosités. La résine SAL est composée de 3 composantes : un polymère de base, un générateur d'acide et un agent de réticulation. Après l'exposition, un recuit favorise la réaction et la diffusion du catalyseur acide, ce qui conduit à un durcissement de la résine par réticulation. Les développeurs basiques courants permettent la dissolution de la résine non exposée. La réaction et la diffusion du catalyseur acide sont des facteurs importants qui déterminent la résolution [58], il faut donc contrôler avec précision les paramètres du recuit après l'exposition. Il a été montré qu'il est possible d'atteindre des résolutions de $30nm$ avec de faibles tensions d'accélération [59]. Le polymère de base de type novolac possède des propriétés similaires aux résines photosensibles en termes de résistance à la gravure. La durée de vie de la résine SAL est de l'ordre de six mois à température ambiante. Il est intéressant de noter que, par opposition au PMMA, la dose critique d'exposition de la résine SAL ne varie pas avec la tension d'accélération.

2.2.2.6.4 Les structures de résine multicouches Les systèmes de résine multicouches sont utilisés à différentes fins : Il y a besoin d'un profil de sousgravure prononcé pour réaliser un lift-off avec un métal, la surface de l'échantillon est très rugueuse et il faut compenser ce défaut, ou encore lorsqu'il y a besoin d'un fine couche en surface servant de masque pour réaliser des structures plus fines.

2.2.2.6.4.1 Bicouche de PMMA avec masse moléculaire faible/élevée Cette technique est la plus simple à mettre en oeuvre. La couche inférieure consiste en une couche de PMMA de masse moléculaire faible. Par dessus celle-ci est ensuite déposée une

deuxième couche de PMMA de masse moléculaire plus élevée. Comme le PMMA de faible masse moléculaire est plus sensible, le profile des deux couches superposées présentera des ouvertures différentes après développement, soit un profil de sousgravure (undercut). Néanmoins, cette technique ne fonctionne pas pour des énergies élevées ($> 20kV$) et des épaisseurs de résines faibles ($< 0,5\mu m$). Le meilleur résultat possible étant des flancs normaux au substrat. Cette technique a été brevetée par Moreau et Ting en 1976 [60].

2.2.2.6.4.2 Bicouche PMMA / Copolymère MMA Souvent, il y a besoin d'un profil de sousgravure plus prononcé qu'il est possible de réaliser avec la technique explicitée au paragraphe précédent, p.ex. plus le cas d'un lift-off d'une couche épaisse de métal. La technique la plus répandue est celle utilisant le PMMA et un copolymère du PMMA (copolymère de méthyle méthacrylate et d'acide méthacrylique, P(MMA-MAA)). Elle consiste à déposer d'abord le copolymère sur le substrat et à déposer par dessus le PMMA, généralement de masse moléculaire élevée. Le copolymère exposé est soluble dans des solvants polaires tels que des alcools ou des éthers, mais il est insoluble dans des solvants non polaires tel que le chlorobenzène. Le développeur utilisé est un mélange d'un solvant polaire et d'un solvant non polaire comme le mélange éthylène-glycol-monoéthyle-éther : méthanol (3 :7) ou encore le mélange MIBK : IPA (1 :1). Le profil de sousgravure est réalisé grâce à la vitesse de dissolution plus rapide du copolymère par rapport à la PMMA, en profitant en même temps de la résolution beaucoup plus fine réalisable avec le PMMA [61]. La sousgravure peut être si importante qu'on arrive à réaliser des ponts suspendus de PMMA [62]. Une alternative au copolymère P(MMA-MAA) est le polymère PMGI (polydiméthylglutarimide) [63, 64, 65].

2.2.2.6.4.3 Systèmes tricouches Les systèmes bicouches utilisant la combinaison du PMMA et du P(MMA-MAA) ou du PMGI fonctionnent bien grâce à leurs propriétés polaires/non polaires, qui évitent le mélange des deux couches. On peut néanmoins réaliser des bicouches de polymères de toute sorte à condition d'intercaler une couche barrière qui peut être réalisée en Ti, SiO_2, en aluminium ou en germanium [61, 66] pour former un système de résines tricouche. Après exposition et développement de la couche de résine superficielle, le motif présent dans la résine est transféré dans la couche barrière par RIE (Reactice Ion Etching) au CF_4 (respectivement au Cl_2 dans le cas d'une couche barrière en aluminium). Le motif ainsi transféré dans la couche intermédiaire sert alors de masque pour graver la couche inférieure de résine à l'aide d'une gravure RIE à l'oxygène. Cette technique permet de réaliser des facteurs de forme élevés, et ainsi la réalisation de motifs de résine très denses avec des facteurs de forme élevés. Les profiles de résine ainsi obtenus sont très bien adaptés pour procéder, lors d'une étape suivante dans le procédé de réalisation, à un dépôt d'une couche mince par lift-off.

2.2.3 La gravure humide

La gravure humide permet l'enlèvement de matière en milieu liquide de manière non sélective ou sélective (gravure de l'or par KI/I_2) par rapport à des matériaux de nature différente. Il faut aussi faire la différence entre gravure humide isotrope et gravure humide anisotrope. En prenant comme exemple la silice (SiO_2), la gravure peut se faire de manière isotrope avec de l'acide fluorhydrique (HF), la vitesse de gravure est alors identique dans toutes les directions de l'espace. Comme exemple de gravure anisotrope, on peut citer la gravure du silicium monocristallin par l'hydroxyde de potassium (KOH), la vitesse de gravure du matériau est alors environ 400 plus élevée selon les directions cristallographiques {100} et {110} que selon {111}.

2.2.4 La gravure sèche

Par gravure sèche, on entend un procédé qui permet de graver une surface solide dans une phase gazeuse par un bombardement ionique. On parle alors de gravure sèche physique par réaction avec une espèce réactive présente dans la phase gazeuse. On parle de gravure sèche chimique si la réaction se fait par une combinaison des deux mécanismes de gravure physiques et chimiques. Dans tous les cas, on se sert d'un plasma pour générer les ions qui vont faire la gravure soit chimique, soit physique. Le fait qu'une gravure sèche soit isotrope ou anisotrope est contrôlé par les paramètres du plasma. On appelle sélectivité dans le cas de la gravure sèche la différence de vitesse de gravure entre le masque et la couche destinée à être gravée. Les différents types de plasmas utilisés sont des plasmas à courant continu, des plasmas radiofréquences, des plasmas couplés inductivement et des plasmas à résonance cyclotron des électrons excités par micro-ondes.

2.2.5 Dépôt de couches minces

2.2.5.1 « Chemical Vapour Deposition (CVD) »

Le principe de la CVD est que l'on dépose sur une surface chauffée par réaction chimique le matériau désiré présent en phase gazeuse ou sous forme de vapeur [67, 68]. Le genre de réactions chimiques intervenant en CVD est très varié, on peut avoir recours à la pyrolyse, la réduction, l'hydrolyse, la disproportionation, l'oxydation, la carburisation, la nitridation, etc. On trouve des applications non seulement dans les domaines des semiconducteurs et de la microfabrication, mais aussi dans des applications qui requièrent des revêtements résistants à l'usure et à la corrosion, voire des applications soumises à des contraintes optiques. Selon les différents matériaux à déposer et les différentes contraintes en ce qui est des conditions expérimentales, il y différentes variantes de CVD :

- CVD thermique (HFCVD)
- CVD à pression atmosphérique (APCVD)

- CVD à basse pression (LPCVD)
- CVD assistée par plasma (PECVD)
- CVD de composés métallo-organiques (MOCVD)
- CVD laser

2.2.5.2 « Physical Vapour Deposition (PVD) »

Il existe différents procédés de dépôt de couches minces par PVD (Physical Vapour Deposition). Les plus importants en sont :

- Évaporation sous vide
- Dépôt par pulvérisation (« sputtering »)
- Dépôt par ablation laser

Ces procédés sont présentés un peu plus en détail dans les paragraphes suivants.

2.2.5.2.1 Évaporation sous vide L'évaporation sous vide peut se faire soit par chauffage électrique (effet Joule), soit par chauffage à l'aide d'un faisceau d'électrons. L'idée de l'évaporation sous vide est d'évaporer les atomes ou molécules à partir d'une source solide et de les déposer sur un substrat sans que ces atomes ou molécules n'aient de collisions avec les molécules de gaz résiduel. Il est possible de déposer des couches minces d'une variété de matériaux, surtout de métaux, sur des surfaces relativement grandes à des vitesses de dépôt relativement élevées et avec une grande pureté. L'évaporation par faisceau d'électrons est surtout destinée à des applications plus spécifiques telles que le dépôt par évaporation de métaux réfractaires, de carbone, etc., car on peut chauffer ces matériaux localement à très haute température. Le faisceau d'électrons est créé à l'aide d'un filament émetteur thermoïonique, les électrons sont ensuite accélérés par une haute tension de 10 à 20kV et ensuite focalisés et défléchis par des champs électriques et/ou magnétiques.

2.2.5.2.2 Le dépôt par évaporation thermique Le dépôt par évaporation thermique se fait également sous vide, mais le matériau à déposer est chauffé électriquement jusqu'à dépasser son point d'évaporation. Le vide doit être tel que les particules du matériau à déposer doivent pouvoir atteindre le substrat sans subir de collisions avec les molécules de gaz résiduelles [69]. Dans le cas de l'installation utilisée dans le cadre de cette thèse, le niveau de pression à atteindre et de l'ordre de $10^{-7} mbar$. Les avantages de l'évaporation thermique sont sa simplicité de mise en oeuvre et le fait de pouvoir déposer des couches minces de bonne qualité de différents matériaux sur des surfaces relativement grandes, ainsi que la grande directivité du flux des particules récupérées au niveau du substrat. Ce procédé permet d'avoir des vitesses de dépôt lentes de l'ordre de $0,1 Å/s$ jusqu'à des vitesses relativement élevées allant jusqu'à quelques $Å/s$. Les désavantages sont que c'est un procédé relativement lent.

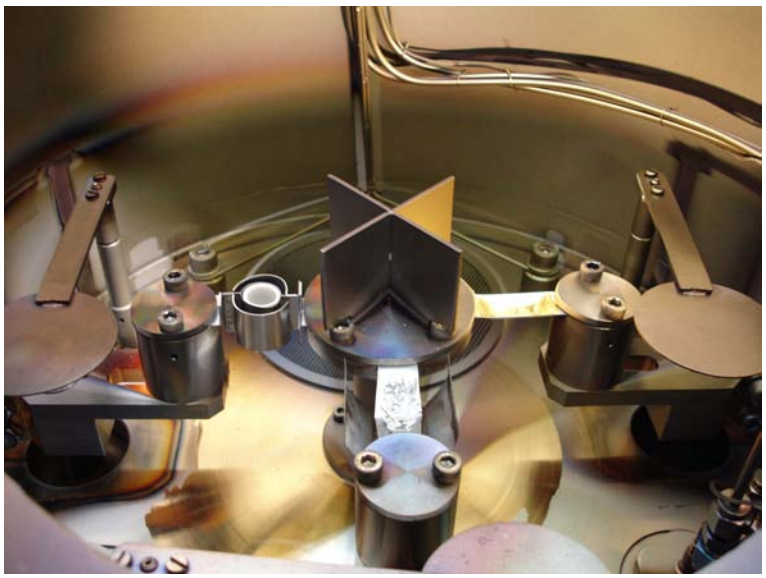


FIG. 2.16 – Creusets utilisés et installées à l'intérieur du bâti d'évaporation thermique MECA2000 pour faire du dépôt d'aluminium, de titane et d'or par évaporation thermique installé dans la salle blanche du LPMIA.

Les matériaux à évaporer, qui sont disponibles sous forme de lopins, sont placés dans des creusets, qui peuvent avoir des formes très diverses. Le matériau du creuset dépend du matériau à déposer. La figure 2.16 montre quelques types de creusets utilisés pour l'évaporation thermique. Dans le cadre de cette thèse, les matériaux qui ont été déposés par évaporation thermique sont l'aluminium, le titane et l'or. Le tableau 2.3 donne les températures de fusion de ces trois matériaux. Le creuset tout à gauche sert à évaporer de l'aluminium. C'est un creuset en alumine (Al_2O_3) placé dans une spirale de fil chauffant en tungstène. Le creuset du milieu est un creuset en tungstène en forme de nacelle et sert à évaporer du titane. Le creuset à droite est utilisé pour évaporer de l'or. Il est géométriquement identique à celui utilisé pour le titane, sauf en ce qui est de son épaisseur. Le creuset pour le titane est plus fin que celui pour l'or, il faut avoir une plus grande résistivité pour atteindre des températures plus élevées, étant donné la température de fusion très élevée du titane.

Matériau	**Température de fusion** $[°C]$
Al	660
Au	1064
Ti	1660

TAB. 2.3 – Températures de fusion des matériaux aluminium, titane et or déposés par évaporation thermique.

2.2.5.2.3 Dépôt par pulvérisation (”Sputtering”) Le dépôt par pulvérisation est une technique de dépôt de matière non thermique avec laquelle on enlève les atomes d'une cible (matériau) par un bombardement ionique énergétique pour le déposer sur le substrat en vis-à-vis. La pulvérisation se fait soit à l'aide d'un plasma de décharge, soit à l'aide d'un faisceau d'ions [69, 70]. La cible de pulvérisation est placée sur la cathode. Le substrat, sur lequel on souhaite déposer le matériau choisi, est placé sur l'anode, qui se trouve à quelques centimètres de la cathode. En plaçant les deux électrodes dans une chambre à vide dans une atmosphère contrôlée constituée d'un ou de plusieurs gaz, on peut alors ioniser le gaz se trouvant dans la chambre à vide à l'aide des électrons extraits de la cathode et accélérés par le champ électrique. Les électrons entrent en collision avec les molécules de gaz et en ionisent une partie. Les ions ainsi créés sont accélérés par le champ électrique en direction de la cathode. Lors de l'impact des ions sur la cible placée sur la cathode, les ions peuvent, par transfert d'énergie, éjecter des atomes de la surface de la cible, si l'énergie des ions incidents est suffisante. Ces atomes éjectés partent dans tous les sens, certains en direction de l'anode où ils vont se déposer sur le substrat. Le seuil énergétique nécessaire à la pulvérisation se situe entre $10eV$ et $30eV$, dépendant évidemment de la nature de l'ion et du matériau de cible utilisé. Le rendement de pulvérisation S correspond au nombre d'atomes éjectés par ion incident :

$$S = \frac{\text{nombre d'atomes éjectés}}{\text{nombre d'ions incidents}} \tag{2.7}$$

Il existe plusieurs variantes de pulvérisation :

- la pulvérisation à l'aide d'une diode. C'est la variante qui est la plus facile à mettre en oeuvre.
- la pulvérisation RF (radiofréquence). Elle présente l'avantage de ne pas requérir d'électrodes conductrices (au dessus de $50kHz$), on peut donc déposer des isolants par pulvérisation.
- la pulvérisation magnétron. L'ajout d'un champ magnétique permet de confiner les électrons autour de la cible et d'augmenter le taux d'ionisation, ce qui induit une augmentation de la vitesse de dépôt.

On peut déposer un grand nombre de matériaux différents et à faibles températures. On peut déposer des films réalisés à partir de plusieurs éléments différents avec une bonne homogénéité en épaisseur pour des surfaces relativement grandes.

2.2.5.2.4 Dépôt par ablation laser Le principe du dépôt par ablation laser repose sur l'irradiation de la cible du matériau à déposer par un faisceau laser pulsé (10 à $30ns$) [71]. L'évaporation de la cible se fait lorsque la densité de puissance est suffisamment élevée (10^8 à $10^{10}W/cm^2$). L'éjection de la matière pulvérisée se fait normalement à la surface irradiée, dans un lobe d'émission centré sur la zone d'impact. L'interaction laser-

vapeur conduit à la formation d'un plasma de température et de densité élevés, et les particules de la vapeur, ionisées ou non, se déposent de manière non uniforme à la surface du substrat, le maximum en épaisseur des films se situant sur la normale à la cible [72].

2.2.6 Le "lift-off"

Pour réaliser un procédé de « lift-off », il faut d'abord réaliser le négatif en résine de la structure que l'on aimerait réaliser à l'aide d'une étape de lithographie, puis déposer le matériau désiré, comme par exemple de l'aluminium. Lors du dépôt de l'aluminium, toute la surface de l'échantillon est recouverte. L'aluminium se dépose directement à la surface de l'échantillon dans les endroits où la résine a été enlevée lors du développement (en supposant qu'il s'agisse d'une résine positive en l'occurrence). Après le dépôt, on procède au lift-off proprement dit, c.-à-d. on dissout la résine enterrée sous la couche d'aluminium à l'aide d'un solvant. Ainsi l'aluminium déposé à la surface de la résine perd son support mécanique et se dissocie de l'échantillon. Il restera donc la structure en aluminium à l'image du masque utilisé. Le lift-off est beaucoup utilisé en lithographie électronique parce qu'il permet de réaliser des structures très fines. Il faut encore savoir que le lift-off ne peut pas se faire avec tout type de matériau à déposer et qu'il faut utiliser de préférence une méthode de dépôt directionnel afin d'éviter le dépôt du matériau sur les flancs verticaux de la résine, ce qui peut rendre le lift-off impossible.

2.2.7 La structuration de matériaux en 3D aux dimensions micrométriques

La structuration de substrats ou de couches minces pour réaliser des réseaux de microcanaux fermés par « bonding » est un domaine de recherche très vaste et en plein essor depuis quelques années grâce à l'essor des biotechnologies. Comme la plupart des réactions biologiques se déroule en milieu liquide, il y a un besoin pour combiner la technologie intégrée des capteurs, actionneurs et microprocesseurs ensemble avec des microcanaux pour réaliser des Bio-MEMS ou Bio-NEMS. La démarche classique consiste en deux étapes : il faut d'abord réaliser les microcanaux sur un substrat ou dans une couche de matériau donnée, puis fermer les microcanaux par « bonding » à l'aide d'un deuxième substrat.

2.2.7.1 Le verre photostructurable FUTORAN

Le FOTURAN est un verre photostructurable, produit par Schott Glaswerke et MikroGlas [73]. L'avantage principal que présente ce verre, à part les qualités bien connues des verres traditionnels, c.-à-d. leur transparence optique et leur inertie chimique vis-à-vis d'un grand nombre de produits chimiques, est sa facilité de structuration. La structuration de ce verre, qui est un verre à base de lithium, d'aluminium et de silicates se fait de

la manière suivante : Les structures à réaliser dans le verre sont exposées par lithographie UV à l'aide d'un masque, une résine photosensible n'est pas nécessaire. Ceci provoque des changements de structure et de composition locale du verre aux endroits exposés, plus précisément, la création de germes par une réaction d'oxydoréduction. Il faut alors faire subir à l'échantillon un cycle thermique en augmentant la température jusqu'à $600°C$, pour permettre la cristallisation du verre dans les régions de germination. Comme on est alors en présence de deux corps chimiquement différents, on peut procéder soit à une gravure sélective par HF, car le composant principal de la phase cristalline est l'oxyde de silicium (SiO_2), soit à une gravure RIE [74, 75]. Malgré les avantages intéressants de ce produit, on ne peut l'utiliser car nous ne disposons pas d'un four qui peut remplir les conditions nécessaires pour faire le cycle thermique.

2.2.7.2 La microimpression à chaud

Pour faire de la microimpression à chaud, il faut réaliser un moule contenant la structure à imprimer en relief dans un matériau dur comme le verre, le silicium ou des résines époxydes [76]. Ceci peut se faire par gravure ionique profonde [75] ou par gravure humide anisotropique p.ex. Il faut ensuite mettre en contact le matériau à imprimer, généralement un polymère comme le PMMA p.ex., puis appliquer une pression et une température au dessus de la température de transition vitreuse pour que polymère puisse fluer [76].

2.2.7.3 Le surmoulage

Concernant le surmoulage aux dimensions micrométriques, il y a beaucoup de procédés qui ont été mis au point en fonction des matériaux utilisées et de la taille des structures visées. Un premier procédé utilise un moule réalisé à l'aide d'une résine photosensible négative, et une étape de lift-off pour réaliser le moule. Les microcanaux sont ensuite réalisés par surmoulage en coulant de la PDMS (poly(diméthylsiloxane)) sur le moule [77, 78].

Il est également possible de réaliser des moules durs en silicium en gravant le silicium par gravure ionique profonde ou par gravure humide anisotropique. Ces moules, manipulés avec précaution, peuvent être réutilisés bon nombre de fois pour réaliser des petites séries de pièces surmoulées en PDMS par exemple.

La solution adoptée dans le cadre de cette thèse est la réalisation d'un moule métallique en inox, réalisé par électroérosion. L'électroérosion, appelé aussi EDM (Electrical Discharge Machining), est un procédé d'usinage qui consiste à enlever de la matière dans une pièce en utilisant des décharges électriques. On parle aussi d'usinage par étincelage. Cette technique se caractérise par son aptitude à usiner tous les matériaux conducteurs de l'électricité (métaux, alliages, carbures, graphites, etc.) quelle que soit leur dureté. Pour usiner par électroérosion, quatre éléments sont nécessaires :

- une électrode
- une pièce
- un diélectrique (liquide isolant électrique)
- de l'électricité

Il existe 3 types d'usinage par électroérosion :

- l'électroérosion par « enfonçage » où une électrode de forme complémentaire à la forme à usiner s'enfonce dans la piéce.
- l'électroérosion par fil où un fil conducteur animé d'un mouvement plan et angulaire découpe une pièce suivant une surface réglée.
- le perçage rapide utilise une électrode tubulaire pour percer les matériaux très durs.

L'électroérosion est particulièrement adaptée à la réalisation des empreintes des moules pour l'injection. Le moule utilisé, illustré à la figure 2.17, a été réalisé par l'entreprise Mécasoft S.A. [79]. La figure 2.17a montre le moule assemblé avec l'ouverture servant au remplissage par en haut. La figure 2.17b montre le moule ouvert avec le canal de section carrée de $300\mu m$ au milieu.

a) b)

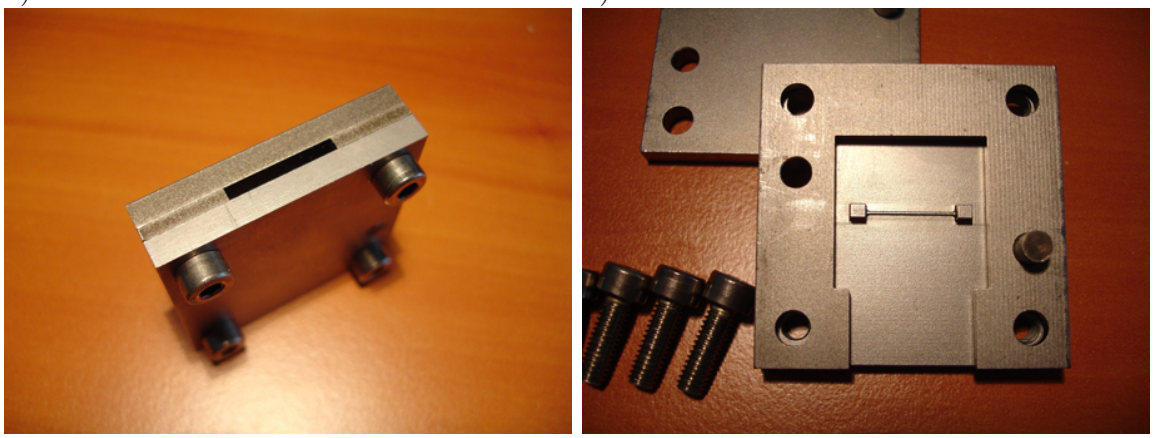


FIG. 2.17 – Moule micrométrique assemblé avec l'ouverture de remplissage en haut (a). Moule micrométrique contenant le canal micrométrique intégré de section carrée $300\mu m$ (b).

2.2.8 Le « substrate bonding »

Sous le terme de « substrate bonding », on entend de manière très générale l'assemblage de deux échantillons ou substrats par un collage spécifique aux matériaux intervenants. Un exemple classique du bonding est le bonding anodique [80, 81] de substrats de silicium et de verre borosilicate. Le verre borosilicate, plus connu sous le nom de Duran [82] ou Pyrex [83] est un verre à faible coefficient d'expansion thermique contenant du silicium, de l'oxygène, du bore, du sodium, de l'aluminium et du potassium. Les substrats de silicium et de verre sont mis en contact, et on applique un tension électrique d'environ $1000V$ (en

mettant le verre à la masse) et une température de $400°C$ pendant quelques heures. Le collage des deux substrats résulte de la migration des ions Na^+ vers la cathode, le verre étant un électrolyte solide conducteur à température élevée, ce qui génère une région de charges négatives à l'interface verre-silicium. Seul cet interface est soumis réellement à la tension appliquée, ce qui entraîne une attraction électrostatique des deux matériaux les mettant en contacte proche. Peu à peu, des liaisons covalentes se forment et créent un assemblage inséparable entre le silicium et le verre.

Il y a bien d'autres exemples tel que l'assemblage de deux substrats contenant des couches de polymères tel que le PMMA, du PC (polycarbonate), du polyacrylate, et les polyimides [84]. Une variante technique du bonding thermique du PMMA utilise en plus une enceinte sous vide [85]. Une autre méthode pour assembler deux substrats à l'aide de PMMA fait intervenir des micro-ondes [86]. L'interface multicouche est composée, entre autres, d'un polymère et d'une fine couche métallique permettant de concentrer localement les micro-ondes pour dépasser la température de transition vitreuse du polymère pour ainsi réaliser l'assemblage. Une quatrième variante utilise la polymérisation in situ du PMMA pour réaliser le bonding [87]. Un autre matériau très utilisé pour réaliser des canaux intégrés pour la réalisation de circuits microfluidiques est la PDMS (poly(dimethylsiloxane)). Ce polymère s'apprête bien pour faire du bonding [88], c'est également un matériau intéressant pour faire de la microstructuration (voir paragraphe 2.2.7).

2.2.9 La mise en forme (« Packaging »)

Le « packaging » peut être considéré comme une variante spéciale du bonding. Lors du packaging, les circuits intégrés, mais aussi tout les micro- et nanosystèmes, prévus pour une utilisation macroscopique dont ils ne représentent qu'un sous-système, doivent être emballés et interfacés. L'emballage est adapté aux besoins, en général, il faut protéger le système intégré contre des contraintes mécaniques, des chocs thermiques, des irradiation électromagnétiques directes ; il doit en outre, le cas échéant, présenter un interface électrique plus facilement manipulable que des contacts électriques sur un substrat. Les circuits intégrés sont collés dans des boîtiers céramiques ou métalliques selon la puissance thermique à évacuer avec une colle conductrice thermiquement. Les contacts électriques extérieurs du boîtier sont reliés au contacts métalliques présents sur le substrat à l'aide du « wire bonding » (micro-soudure, figure 2.18), technique permettant de souder des fils de métal très fins à l'aide d'ultrasons.

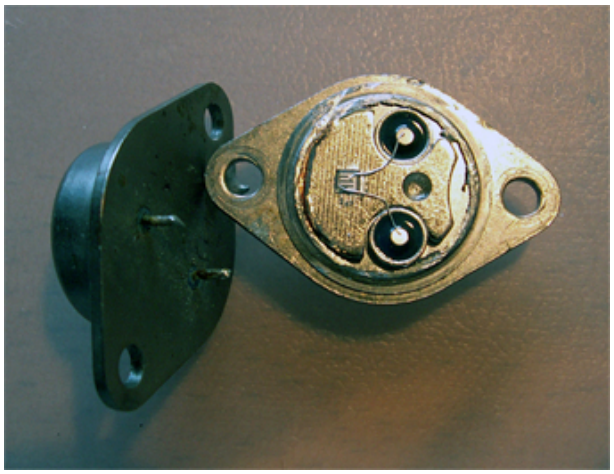


FIG. 2.18 – Exemple de packaging d'un transistor de puissance dans un boîtier métallique.

2.3 Le procédé de réalisation de structures IDT par lithographie électronique

La présente section vise à expliquer le procédé de réalisation adopté au départ afin de déterminer tous les paramètres expérimentaux nécessaires permettant de réaliser des structures IDT aux dimensions voulues. Nous allons présenter les études et les optimisations du procédé de lithographie électronique effectuées en tenant compte des différentes difficultés rencontrées et des contraintes imposées par les techniques utilisées.

2.3.1 L'enrésinement

Nous utilisons une bicouche de résine électrosensible pour le procédé de réalisation des structures IDT. Cette bicouche consiste en deux dépôts successifs, la première couche étant du copolymère MMA et la deuxième, appliquée en dernier, le polymère PMMA 950K. Le dépôt de résine se fait par spin-coating. Après le premier enrésinement, le substrat est recuit, avec la couche de MMA à $160°C$ pendant 1 heure. Après ce temps de recuit, nous déposons immédiatement la deuxième couche de résine, c.-à-d. le PMMA, avec les mêmes paramètres pour la tournette. L'ensemble sera encore une fois recuit à $160°C$ pendant 1 heure. Le tableau 2.4 donne tous les paramètres utilisés pour l'enrésinement.

Paramètre	**Unité**	**MMA**	**PMMA**
Temps d'enrésinement	s	30	30
Vitesse de rotation	trs/min	2000	2000
Accélération	trs/min^2	10	10
Température de recuit	$°C$	160	160
Temps de recuit	min	60	60
Epaisseur	nm	225	75

Tab. 2.4 – Paramètres utilisés pour l'enrésinement.

2.3.2 L'écriture au faisceau d'électrons

L'étape principale du procédé de réalisation de structures IDT à l'échelle nanométrique est la lithographie électronique, c'est aussi cette étape qui nécessite le plus de préparation. Le procédé de lithographie seul peut se résumer par les quatre grandes séquences suivantes : l'alignement du faisceau d'électrons du MEB, le transfert des paramètres de fonctionnement du MEB au logiciel de lithographie, la création du plan d'exposition (qui constitue en fait le plan topologique et chronologique de la lithographie) et la définition des coordonnées sur l'échantillon par rapport aux coordonnées de la platine du MEB.

L'alignement du faisceau d'électrons se fait en trois étapes. Lors de l'alignement du faisceau, on se sert d'un échantillon de référence pour faire les réglages nécessaires afin d'obtenir un bon alignement du faisceau. La première étape consiste à aligner mécaniquement le faisceau, ceci se fait à une tension d'accélération de $15kV$ et à une distance de travail de $10mm$. Ce point de fonctionnement du MEB est recommandé par le fournisseur pour l'alignement mécanique du faisceau. La deuxième étape consiste à aligner électriquement le faisceau. Ceci se fait en un point de fonctionnement différent, p.ex. à $5kV$ et à $6mm$. La faible tension d'accélération permet de corriger l'astigmatisme éventuel du MEB au mieux. L'alignement électrique du faisceau sert à affiner en fait les réglages mécaniques « grossiers » de la première étape. La troisième étape consiste à refaire l'alignement électrique du faisceau d'électrons avec les conditions dans lesquelles va se dérouler peu après la lithographie, c.-à-d. avec l'escamoteur de faisceau inséré dans la colonne (avec une tension d'escamotage de 200V), une tension d'accélération de $30kV$ et une distance de travail de $4mm$.

Les paramètres importants à indiquer au logiciel de lithographie sont le courant du faisceau d'électrons et la dose d'exposition. Le courant du faisceau d'électrons est mesuré à l'aide d'un pico-ampèremètre connecté à une cage de Faraday intégrée dans le porte-échantillon du MEB, et introduit dans le logiciel.

Par la suite, on crée le plan d'exposition, qui est en fait un plan virtuel de la topologie des structures qu'on souhaite réaliser sur l'échantillon. On fixe les positions absolues des différentes structures à lithographier sur l'échantillon par rapport à une origine sur l'échantillon que l'on définira lors de la prochaine étape du procédé de lithographie. Le plan d'exposition contient une quantité d'autres informations relatives aux structures à savoir notamment leur plan exact (topologie de la structure seule), qui est stocké dans une base de données, leur encombrement et la dose d'exposition.

Finalement, il faut encore définir un repère sur l'échantillon, auquel on superpose alors le repère virtuel utilisé dans le plan d'exposition pour placer les structures à exposer sur la surface de l'échantillon. Il faut également choisir l'agrandissement, qui définit à la fois les dimensions globales maximales d'une structure et la résolution la plus fine pouvant être atteinte. Pour un agrandissement donné, on appelle champ d'écriture la surface maximale pouvant être exposée sans bouger mécaniquement le porte-échantillon. Le champ d'écriture utilisé pour l'élaboration du procédé utilisé est de $500\mu m \cdot 500\mu m$. Il est évident qu'il faudra trouver, de manière générale un agrandissement consistant en le meilleur compromis en ce qui est du champ d'écriture et de la résolution.

Le temps d'exposition pour une structure donnée est directement proportionnel à sa surface, à la dose d'exposition et au courant du faisceau d'électrons. Le logiciel de lithographie indique les temps nécessaires pour l'exposition des structures suivantes. L'expérience a néanmoins clairement montrée que ce ne sont que des valeurs très approximatives. De plus, il faut rajouter un certain temps à la durée totale calculée d'une lithographie, car

le logiciel doit déplacer le porte-échantillon pour chaque position du plan d'exposition. Il faut compter à peu près une heure de plus par 4 heures de lithographie.

La figure 2.19 illustre schématiquement les différentes étapes successives du procédé d'écriture directe par faisceau d'électrons.

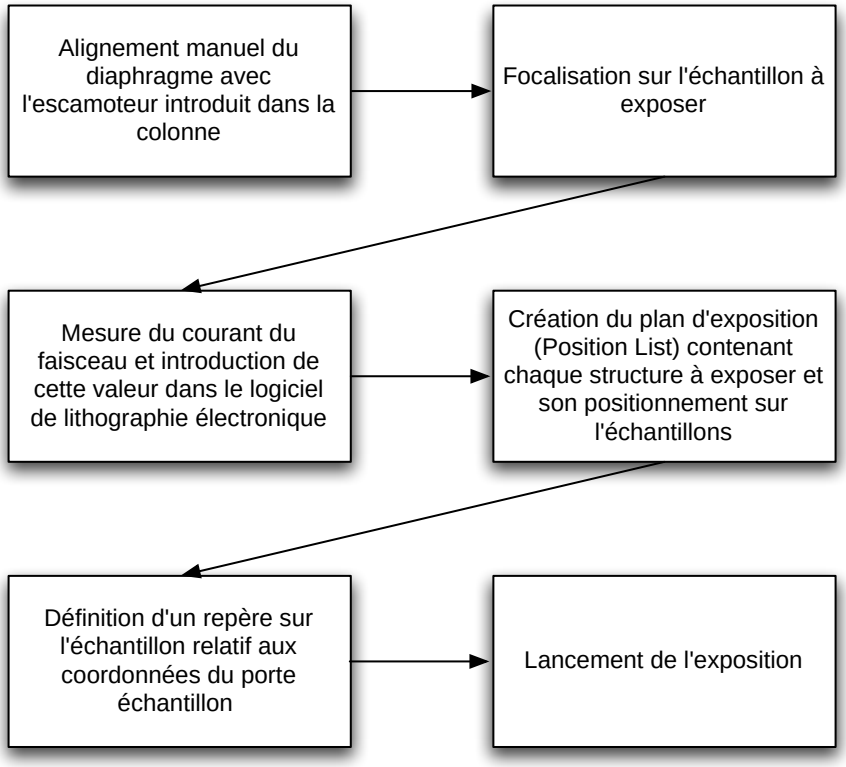


FIG. 2.19 – Procédé pour effectuer une exposition par écriture directe au faisceau d'électrons.

2.3.3 Le développement

Le développement des échantillons exposés par lithographie électronique se fait dans une solution de MIBK : IPA (1 :3) (Méthyle-IsoButhyle-Ketone diluée par de l'IsoPropanol Acide) avec des temps de développement entre $20s$ et $60s$ (valeurs expérimentales). Le développement de la résine est ensuite arrêté dans de l'isopropanol acide pur, on y maintient l'échantillon pendant environ 20 secondes.

La fourchette des valeurs pour les temps de développement est assez large. En effet, des résultats identiques (degré de développement d'un type donné de structures) ont pu être observés pour des temps de développement différents. De même, des degrés de développement très différents ont pu être observés pour des temps de développements identiques, en précisant qu'il s'agit dans ce cas de comparaisons d'échantillons différents,

bien évidemment, qui ont subi les étapes de fabrication précédentes avec des paramètres aussi similaires que possible.

L'explication la plus plausible pour ces divergences est le fait que le pouvoir développeur du MIBK varie sensiblement en fonction de sa température, mais aussi en fonction de sa saturation en résine dissoute et de son vieillissement en contact avec l'air ambiant. Les mesures pour venir à bout de ces fluctuations sont le contrôle de la température du bain développeur et son renouvellement après un nombre maximal de développements et/ou une durée d'exposition à l'air ambiant maximale. Nous avons fixé la fréquence de renouvellement du bain développeur à une semaine dans notre cas. Cela permet d'utiliser le bain développeur plusieurs fois sans fluctuations perceptibles au niveau de son pouvoir développeur et au niveau du temps de développement. Les temps de développement ont été optimisés et nous avons fixé le temps de développement à 1 minute.

2.3.4 Le dépôt de l'aluminium par évaporation thermique

Le dépôt de l'aluminium, qui constitue les IDTs, se fait par évaporation thermique. Après le développement des échantillons, ceux-ci sont placés dans l'enceinte d'évaporation. Le dépôt d'aluminium se fait à des pressions résiduelles de l'ordre de quelques $10^{-6}mbar$ afin d'éliminer au maximum le nombre d'impuretés co-déposées. Les lopins d'aluminium sont placés dans la nacelle d'évaporation lors du chargement des échantillons, l'aluminium est évaporé, le moment voulu, en chauffant la nacelle par un fort courant électrique. Le taux de déposition et l'épaisseur déposée est indiquée par une balance à quartz. L'épaisseur à déposer pour obtenir des IDTs bien définis après le lift-off, en tenant compte de l'épaisseur de la bicouche de résine déposée avec les paramètres définis au paragraphe 2.3.1, est de l'ordre de 70nm, en veillant à ne pas dépasser un taux de déposition de $2\text{Å}/s$, sachant que les épaisseurs de résines déposées, avec les paramètres indiqués au paragraphe 2.3.1, sont de $225nm$ pour le copolymère MMA et de $75nm$ pour la PMMA.

2.3.5 Le « Lift-Off »

Le lift-off se fait dans un bain d'acétone. L'acétone finit, au bout de quelques heures, par dissoudre la résine restant sur l'échantillon après le développement. Le lift-off est généralement terminé par une immersion de l'échantillon, toujours dans son bain d'acétone, dans un bac à ultrasons pendant une dizaine de secondes.

2.3.6 Les effets de proximité

Les effets de proximité ont été présentés au paragraphe 2.2.2.3. Les effets de proximité sont dus au fait qu'une partie des électrons incidents du faisceau d'électrons, mais aussi des électrons secondaires émis de l'échantillon irradient les zones voisines de la zone

initialement irradiée. Ces électrons exposent donc localement la résine électrosensible aux alentours de la région à lithographier, mais à l'extérieur de celle-ci. Si la topologie de la structure est telle qu'elle présente une grande densité d'éléments très rapprochés, la dose d'exposition d'une région exposée directement par le faisceau d'électrons se voit augmentée par la dose que représentent les électrons secondaires, entre autres, dans cette région lors de l'exposition des régions voisines. Ceci mène à une surexposition locale et éventuellement même à la destruction des structures. La figure 2.11 montre un bel exemple de l'effet de proximité observé pour une structure IDT de largeur de doigt et d'espacement entre doigts de $400nm$. L'effet de proximité devient plus important lorsque la taille des structures denses diminue et que la dose d'exposition augmente.

2.3.7 Optimisation du procédé de lithographie électronique sur silicium

De nombreux essais ont été menés pour déterminer les doses et les temps de développements adéquats pour les différentes structures employées. Nous avons obtenus des résultats très prometteurs, néanmoins, nous nous sommes heurtés à deux grands problèmes, c.-à-d. les effets de proximité et le contrôle des paramètres du procédé qui sont réglés ou manipulés de façon manuelle tel que l'alignement du faisceau d'électrons et la correction de la dose d'exposition afin d'éviter les effets de proximité.

2.3.7.1 Taux de remplissage en fonction de la dose pour une taille de structures données

La figure 2.20 montre schématiquement les deux transducteurs interdigités d'une ligne à retard. Ce schéma permet d'illustrer les différents paramètres importants intervenant dans la discussion concernant les dispositifs à ondes acoustiques de surface. L'ouverture correspond à la distance sur laquelle les doigts des deux électrodes s'interpénètrent. Le gap est défini comme la distance entre les deux transducteurs interdigités. La longueur d'onde λ est égale à la somme de deux largeurs de doigts (e) et de deux distances inter-doigts (interstices) (f).

Les graphiques suivants représentent la dose d'exposition en fonction du rapport e/f, qui est le rapport entre la largeur des doigts (e) et la largeur des interstices (f). Trois types de structures ont été lithographiés, avec des rapports de largeur de doigts-interstices de 1 : 1, 1 : 2 et 1 : 3 pour des longueurs d'onde de $2,4\mu m$, $2,0\mu m$ (figure 2.21) et $1,6\mu m$ (figure 2.22), avec un temps de développement de 20s.

La dose optimale pour réaliser des structures à $600nm$ avec un rapport e/f de 1 : 1 se situe vers $260\mu C/cm^2$. Pour un rapport e/f de 1 : 2, elle se situe vers $310\mu C/cm^2$ et pour un rapport e/f de 1 : 3, elle se situe vers $320\mu C/cm^2$. La dose optimale pour réaliser

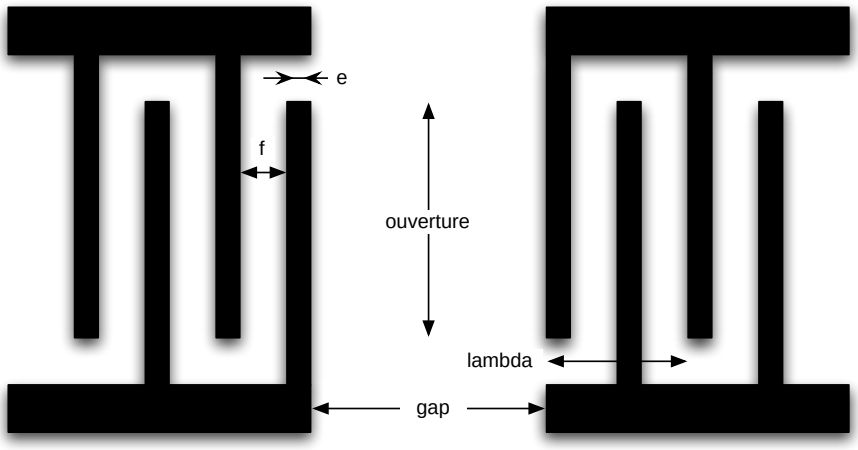
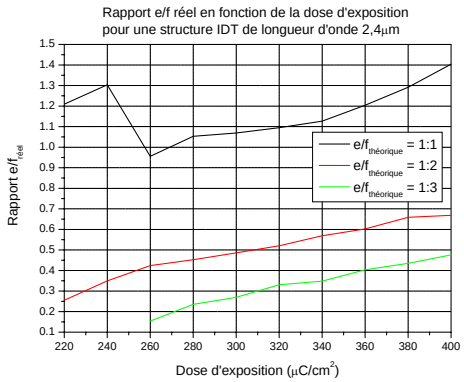


FIG. 2.20 – Représentation schématique des transducteurs interdigités d'une ligne à retard.

a)



b)

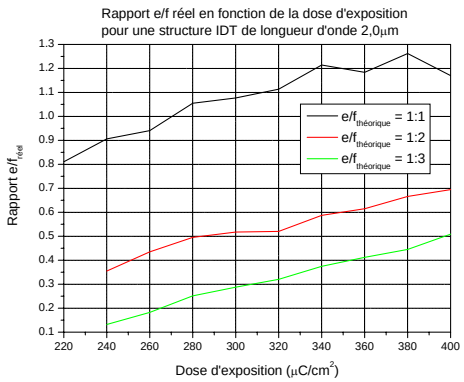


FIG. 2.21 – Rapport largeur de doigt-interstice pour des structures IDT de longueur d'onde de $2,4\mu m$ (a) et de $2,0\mu m$ (b).

des structures à $500nm$ avec un rapport e/f de 1 : 1 se situe vers $270\mu C/cm^2$. Pour un rapport e/f de 1 : 2, elle se situe vers $290\mu C/cm^2$ et pour un rapport e/f de 1 : 3, elle se situe vers $330\mu C/cm^2$.

On peut donc déterminer à partir de ces graphiques que la dose optimale pour réaliser des structures à $400nm$ avec un rapport e/f de 1 : 2 se situe vers $380\mu C/cm^2$. On constate que la dose nécessaire à une exposition correcte augmente lorsque le rapport e/f diminue (le doigt du transducteur interdigité devient plus étroit et la distance entre deux doigts voisins augmente) à longueur d'onde constante. On peut donc, à partir des résultats illustrés sur les graphiques précédents, déduire les valeurs optimales des doses à utiliser en fonction de la taille des structures. Ces valeurs on été utilisées pour faire la figure 2.23.

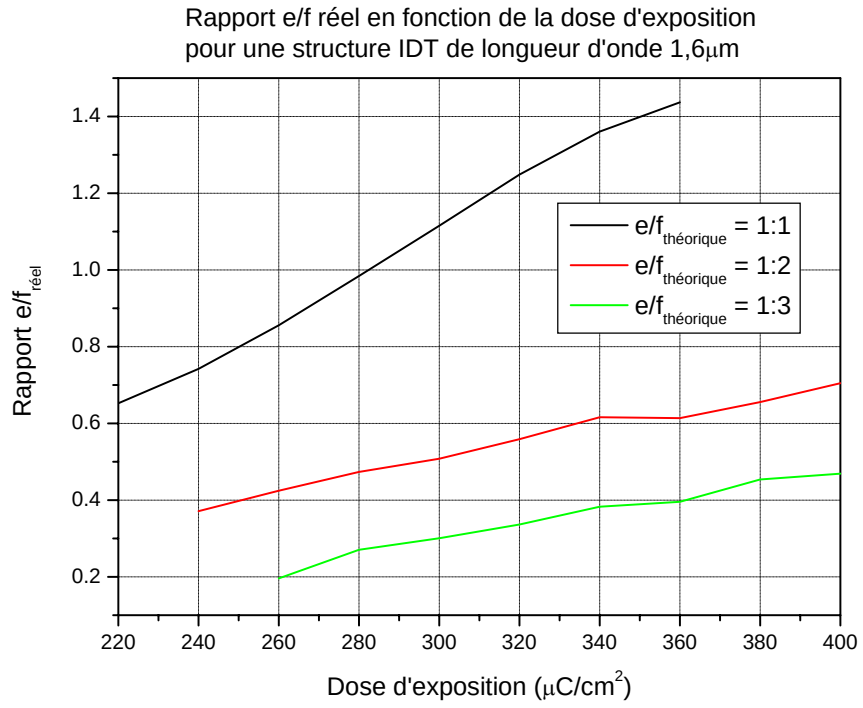


FIG. 2.22 – Rapport largeur de doigt-interstice pour des structures IDT de longueur d'onde de $1,6\mu m$.

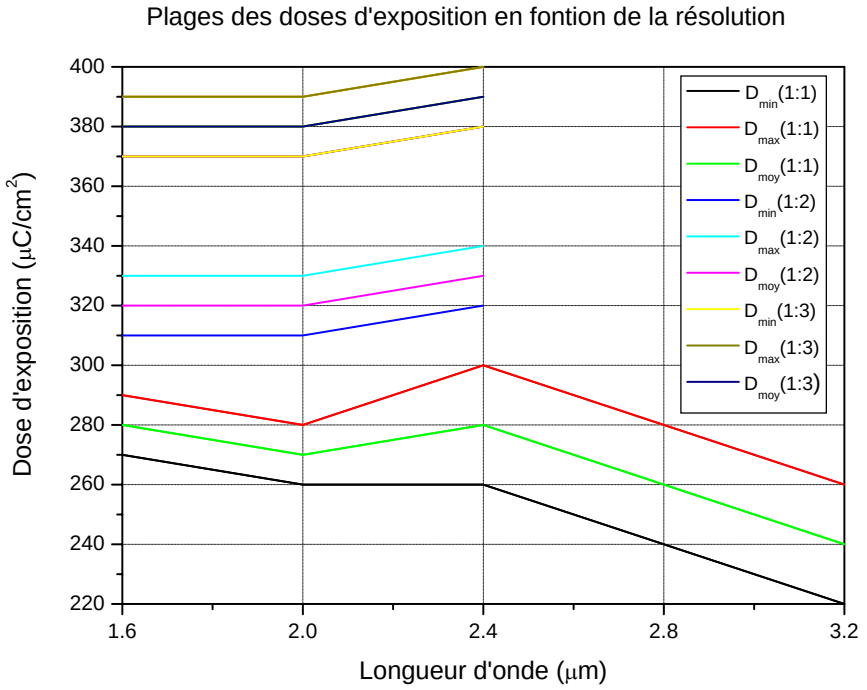


FIG. 2.23 – Dose d'exposition en fonction de la résolution des structures pour un rapport e/f de 1 : 1, 1 : 2 et 1 : 3 et des résolution entre $1,6\mu m$ et $3,2\mu m$. D_{moy} indique la dose moyenne utilisée pour réaliser les structures de façon correcte. D_{min} et D_{max} indiquent respectivement les doses minimales et maximales qui permettent encore d'avoir des motifs définis et développés sans avoir de sous- ou surexposition.

2.3.7.2 Largeur d'une ligne d'IDT en fonction de la dose et de la densité de la structure

Toutes les expositions présentées au paragraphe 2.3.7.1 ont été faites en mode *balayage de surface*, c.-à-d. que la surface des formes géométriques du masque logiciel sont subdivisés en pixels par le système de lithographie électronique puis balayés séquentiellement avec la dose d'exposition nominale fixée. Les résultats présentés dans ce paragraphe ont été obtenus par des expositions en mode *exposition en ligne de pixel*, c.-à-d. que les structures fines, i.e. les doigts interdigités des IDTs ne sont plus dessinés en tant que rectangles, mais uniquement en tant que simple ligne. Ces lignes sont ensuite balayées, lors de l'exposition, en ligne droite. Ainsi, on détermine la largeur de la ligne par la dose d'exposition, qui s'exprime dans ce cas en pC/cm. La figure 2.24 montre les résultats de ces expériences. On a pu déterminer le rapport largeur de doigt/interstice en fonction de la dose d'exposition pour des espacements de doigts différents correspondant à des longueurs d'ondes de $1,2\mu m$, $1,6\mu m$ et $2,0\mu m$ respectivement.

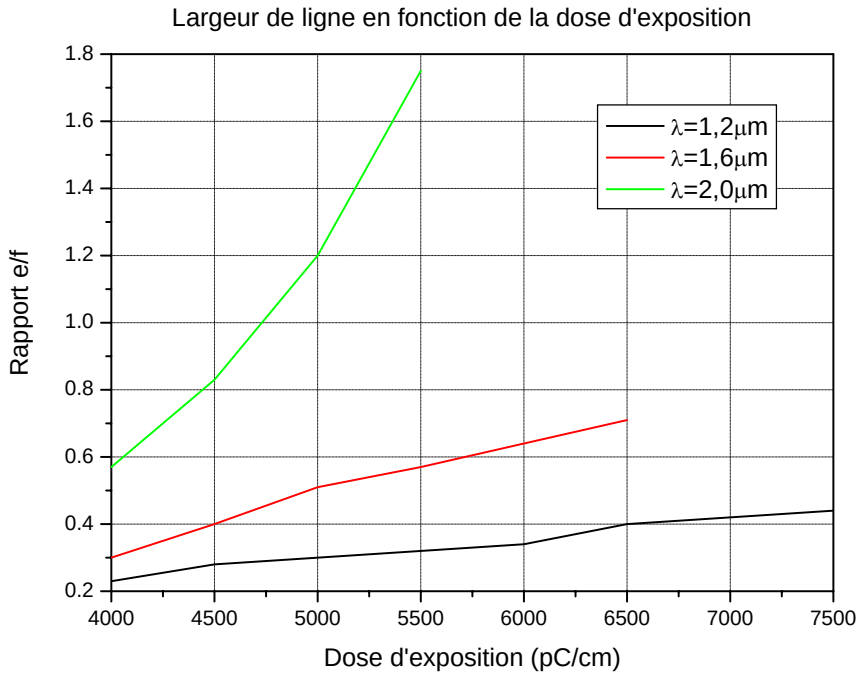


FIG. 2.24 – Rapport largeur de doigt-interstice pour des structures IDT de longueur d'onde de $1,2\mu m$ à $2,0\mu m$ en mode *exposition en ligne de pixel*.

2.4 Les méthodes d'analyse utilisées en technologie intégrée

Parmi toutes les méthodes d'analyse existantes, nous aimerions simplement en présenter quelques-unes qui serviront à caractériser et à améliorer les dispositifs réalisés au cours de cette thèse.

2.4.1 Le microscope électronique à balayage

Le microscope électronique à balayage (MEB) utilise un faisceau d'électrons pour balayer orthogonalement la surface de l'échantillon à analyser. L'interaction du faisceau d'électrons avec l'échantillon à observer génère des électrons secondaires et des électrons rétrodiffusés. La détection se fait de manière synchrone, il est ainsi possible d'attribuer une intensité à chaque pixel balayé de la surface. Le résultat peut être affiché quasiment en temps réel à l'écran d'un ordinateur en images monochromes modulées en luminosité. Le grand avantage de cette méthode d'analyse est qu'elle ne nécessite quasiment aucune préparation. Sauf pour des échantillons extrêmement isolants comme p.ex. une couche de silice structurée à la surface d'un substrat en pyrex, où il y besoin d'une métallisation en surface pour évacuer les charges accumulées en surface, on peut charger les échantillon dans le microscope et commencer les observations au bout de quelques minutes. L'échantillon est transféré dans la chambre d'observation à travers un sas, la pression dans la chambre d'observation est de l'ordre de $10^{-5} bar$. La figure 2.25 montre le MEB installé au LPMIA (a) et une observation faite d'un réseau de lignes de largeur $180nm$ en aluminium déposées sur un substrat en silicium (b). Pour plus de détails sur les différents éléments, voir section 2.2.2.1.

2.4.2 Le microscope électronique à transmission

La microscopie électronique à transmission (TEM) est une méthode très efficace pour l'étude des couches minces, elle permet d'obtenir une image très locale de l'échantillon jusqu'à l'échelle atomique. Elle présente en outre l'avantage de divulguer les structures cristallographiques et d'identifier les défauts du film. C'est la seule technique qui permet de visualiser l'arrangement cristallin à l'interface. Le principal inconvénient du TEM est l'absorption très forte des électrons par la matière, ce qui implique une importante préparation des échantillons. Il faut au préalable amincir les échantillons jusqu'à une épaisseur inférieure au micron.

a)

b)

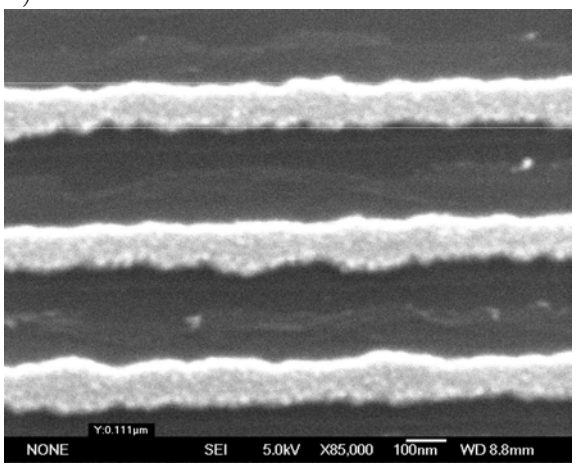


FIG. 2.25 – Microscope électronique à balayage JEOL 6500F du LPMIA (a), observation d'un réseau de lignes en aluminium de largeur $180nm$ déposé sur un substrat en silicium (b).

2.4.3 Le microscope à force atomique

La microscopie à force atomique (Atomic Force Microscopy, AFM) est une technique d'analyse de surface qui permet d'observer la morphologie de surface des matériaux isolants et conducteurs. Le principe de l'AFM repose sur l'interaction entre une sonde et la surface de l'échantillon par le moyen des forces de van der Waals. On enregistre les déplacements verticaux de la pointe de la sonde en essayant de garder la force constante entre la pointe et la surface à étudier. Le système de mesure enregistre toutes les informations relatives a chaque point de mesure et permet ainsi de réaliser des représentations en 3D de la surface ainsi analysée. Les analyses AFM sont beaucoup utilisées pour déterminer des rugosités de surface. La rugosité de surface moyenne est définie par :

$$r_{RMS} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{N}(Z_i - \overline{Z})}{N}} \tag{2.8}$$

où $\overline{Z}$ est l'altitude moyenne définie par :

$$\overline{Z} = \frac{1}{N}\sum_{i=1}^{N} Z_i \tag{2.9}$$

avec N étant le nombre de points de mesure et Z_i l'altitude mesurée au point i.

2.4.4 La diffraction de rayons X

Pour avoir accès aux informations concernant la cristallinité et la texture des couches minces, la diffraction de rayons X est la méthode de choix. Le principe de cette technique repose sur l'interaction du faisceau de rayons X avec un matériau qui donne naissance à une diffraction dans toutes les directions. Pour un matériau cristallin, la condition d'interférence constructive est exprimée par la loi de Bragg qui s'écrit :

$$2 \cdot d_{hkl} \cdot sin\theta = \lambda \tag{2.10}$$

avec d_{hkl} la distance interréticulaire, λ la longueur d'ondes des rayons X et θ l'angle d'incidence des rayons X. Le figure 2.26 illustre les conditions d'interférences constructives pour un matériau cristallin.

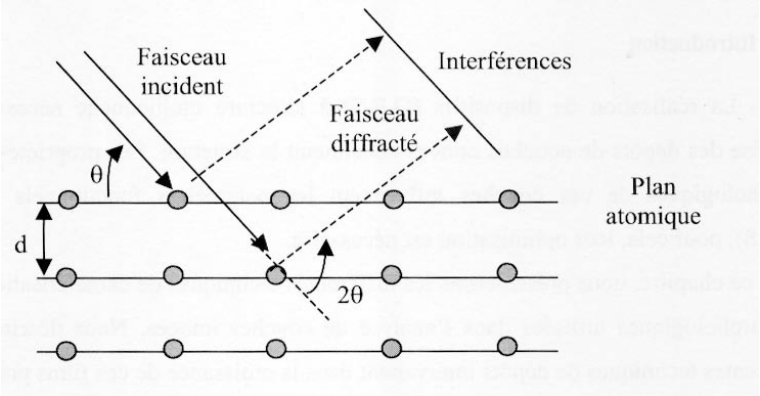


FIG. 2.26 – Loi de Bragg donnant les directions où les interférences sont constructives pour un matériau cristallin.

Nous avons également effectué des mesures de type *Rocking curve*. Ces mesures permettent de déterminer la mosaïcité des couches minces, la valeur caractéristique correspond à la largeur du pic correspondant à mi-hauteur. Le principe de cette mesure consiste à fixer l'angle 2θ et de faire basculer l'échantillon d'un angle ω. Les plans observés sont caractérisés par une distance interréticulaire pour un angle ω donné. Une forte désorientation du réseau cristallin observé donne lieu à un pic large de la rocking curve. La figure 2.27 illustre le principe de la mesure rocking curve.

2.4.5 Le nanoSIMS

Le procédé d'analyse de surface connu sous le nom de SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry, spectrométrie de masse à ionisation secondaire) consiste à bombarder la surface de l'échantillon à analyser avec un faisceau d'ions. L'échantillon est ainsi pulvérisé en surface et une partie de la matière pulvérisée est ionisée. Cette matière pulvérisée et ionisée constitue les ions secondaires, qui sont alors accélérés vers un spectromètre de

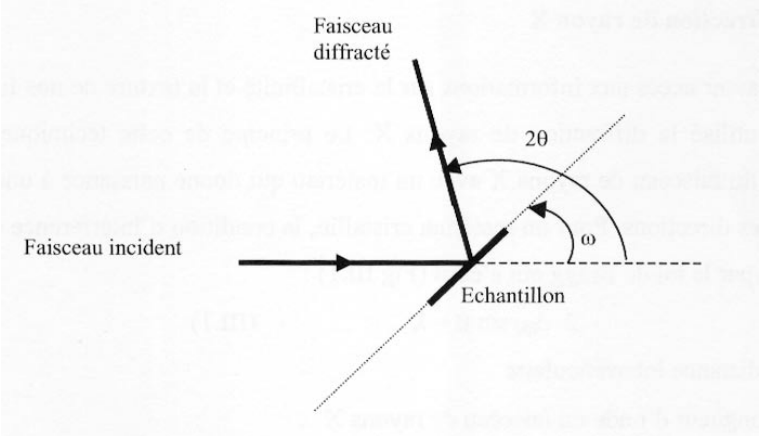


FIG. 2.27 – Représentaiton schématique du principe de mesure de la rocking curve.

masse qui permettra de mesurer la composition élémentaire ou isotopique de la surface de l'échantillon [89]. Le SIMS est une des techniques d'analyse de surface les plus sensibles, au détriment d'une interprétation quantitative plus délicate des résultats. La figure 2.28 donne le schéma d'une installation SIMS.

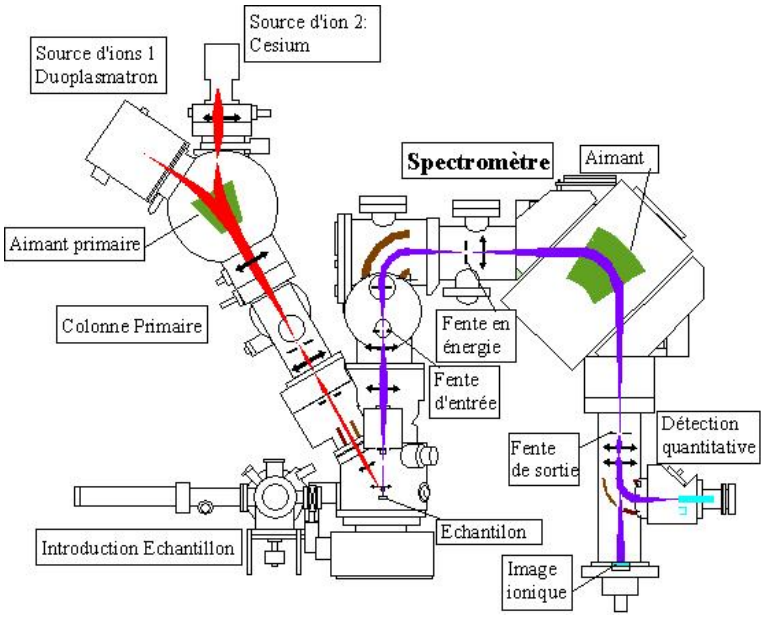


FIG. 2.28 – Représentation schématique d'une installation SIMS.

Il existe plusieures variantes techniques d'appareils SIMS, tels que le TOF-SIMS ou le nanoSIMS. Le TOF-SIMS (Time-Of-Flight SIMS) présente l'avantage de permettre l'analyse d'un nombre important d'éléments et de radicaux atomiques en différenciant selon les différents isotopes atomiques ; le nanoSIMS est un SIMS classique spécialisé pour atteindre des résolutions latérales très faibles d'environ $50nm$ [90].

2.4.6 Méthodes de mesure du facteur de couplage électromécanique K^2

Le facteur de couplage électromécanique pour un matériau piézoélectrique exprime le taux de conversion de l'énergie électrique en énergie mécanique et inversement. Le facteur de couplage électromécanique est donné par le rapport [91] :

$$K^2 = 2 \cdot \frac{v_l - v_m}{v_l} \tag{2.11}$$

avec v_l étant la vitesse de phase des ondes de surface avec une surface libre et v_m la vitesse de phase des ondes de surface avec surface métallisée. Cette façon de faire, certes précise, nécessite des réalisations spéciales afin de pouvoir déterminer le facteur de couplage électromécanique, la mesure ne peut se faire directement sur un dispositif à ondes acoustiques de surface réalisé à une autre fin. C'est pourquoi nous avons utilisé, lors des mesures de K^2 effectuées au cours de cette thèse, le modèle électrique équivalent d'un transducteur interdigité proposé par Smith et al. [92] et nous avons calculé le facteur de couplage électromécanique à partir des valeurs mesurées de la fréquence centrale f_0, de la conductance de rayonnement G_0, de la capacité statique totale résultant de l'ensemble des doigts constituant le transducteur interdigité C_T et du nombre de paires de doigts N lors de la mesure de la réponse fréquentielle en réflexion du transducteur interdigité considéré avec représentation en abaque de Smith. Le facteur de couplage électromécanique peut être calculé à partir de l'équation suivante [93] :

$$K^2 = \frac{G_0}{8 f_0 C_T N} \tag{2.12}$$

Il faut néanmoins savoir que cette méthode souffre de quelques défauts et que les valeurs déterminées expérimentalement se situent souvent au-dessus des valeurs réelles du facteur de couplage électromécanique. Ceci s'explique par le fait que les réflexions internes des transducteurs interdigités, mais aussi les réflexions externes au transducteur interdigité, génèrent des interférences positives (et/ou négatives) qui influencent la réponse électrique du transducteur.

2.5 μ-Canaux

Un premier essai de réalisation de μcanaux a été effectué avec le PMMA. L'idée consiste à creuser des canaux dans une couche de PMMA épaisse $(2-5\mu m)$ par lithographie électronique, et de fermer le canal avec un deuxième substrat, contenant également une fine couche de PMMA, par collage (« bonding »). Le bonding est une technique en micro- et nanofabrication (paragraphe 2.2.8) qui permet d'assembler deux substrats sous l'influence d'une pression mécanique appliquée et de la chaleur. Lors du bonding, il y a lieu d'interdiffusion des atomes et molécules des surfaces des deux substrats, et selon la nature des substrats et du mécanisme de réaction, il y a soit création de liaisons de van der Waals, soit de liaisons covalentes.

Un exemple de μ-canaux, de largeur $10\mu m$, est montré à la figure 2.29.

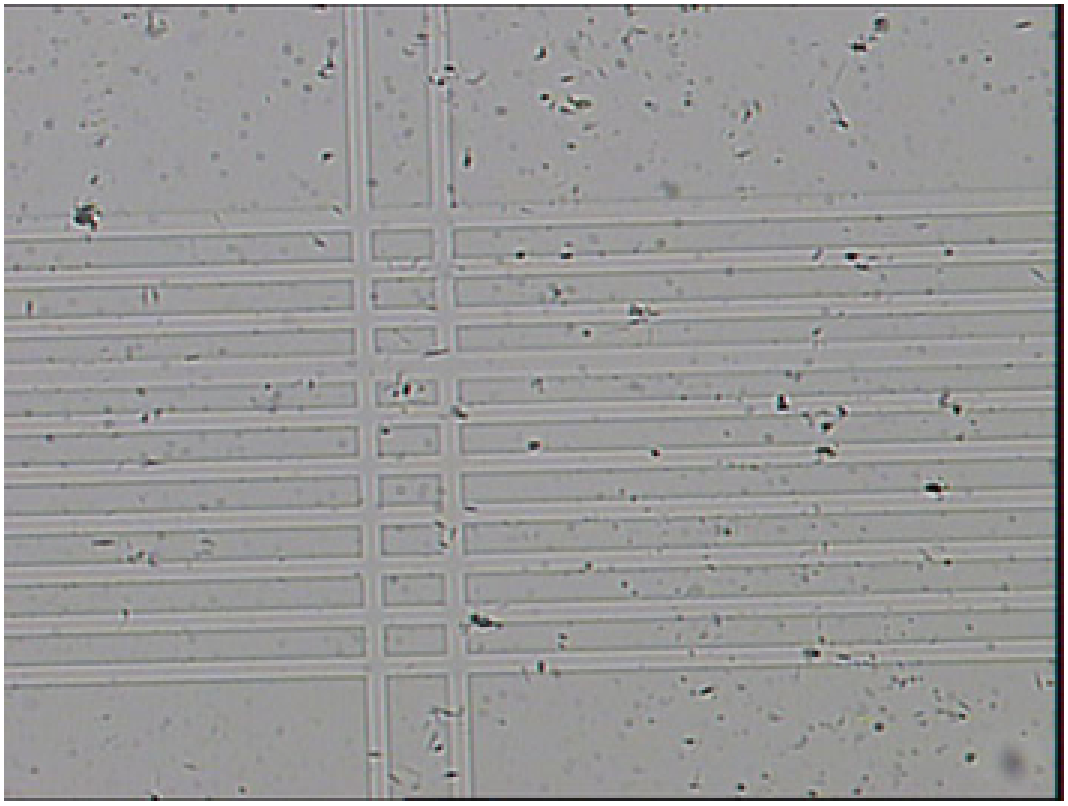


FIG. 2.29 – Réseau de μcanaux réalisés par lithographie électronique dans une couche de PMMA épaisse.

2.6 Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre un aperçu général des technologies et procédés de réalisation les plus couramment utilisés en micro- et nanotechnologie, respectivement en technologie intégrée, comme la lithographie optique, la lithographie électronique, la gravure humide, la gravure sèche, le dépôt de couches minces par CVD, PVD, l'évaporation sous vide, l'évaporation thermique, le dépôt par pulvérisation, le dépôt par ablation laser et le lift-off. Nous avons tenté de donner un aperçu de quelques possibilités de structuration 3D de matériaux afin de pouvoir réaliser un réseau de canaux intégrés, et aussi des techniques de finition des produits intégrés tel que le bonding et le packaging. Lors de la présentation de chaque technologie ou technique, nous avons tenté de donner un aperçu général, de présenter la variante de cette technique que nous allions utiliser au cours de cette thèse, ainsi que quelques alternatives de procédé, de technique, d'installation, etc. à titre informatif en traitant au mieux aussi bien les aspects théoriques que techniques d'un point de vue appliqué.

Nous avons présenté par la suite les premiers résultats obtenus en appliquant les procédés de réalisation au développement et à la mise au point d'un procédé de réalisation adapté pour réaliser des transducteurs interdigités sur silicium avec des périodes de $3,2\mu m$ jusqu'à $1,6\mu m$.

Nous avons aussi présenté les méthodes d'analyse utilisées en technologie intégrée pour analyser et caractériser les différents dispositifs réalisés tel que le microscope électronique à balayage, le microscope électronique à transmission, le microscope électronique à force atomique, la diffraction aux rayons X, le nanoSIMS et les méthodes de mesure du facteur de couplage électromécanique. Nous avons terminé ce chapitre par les résultats obtenus pour les premiers essais de réalisations de canaux intégrés réalisés en PMMA et structurés par lithographie électronique.

Bibliographie

[1] A. Hand. High-index lenses push immersion beyond 32nm. *Semiconducter International*, 4(1), 2006.

[2] D.R.S. Cumming, S. Thoms, J.M.R Weaver, and S.P. Beaumont. 3 nm *nicr* wires made using electron beam lithography and pmma resist. *Microelectron. Eng.*, 30 :423–425, 1996.

[3] Y.V. Nastaushev, T. Gavrilova, M. Kachanova, L. Nenasheva, V. Kolosanov, O.V. Naumova, V.P. Popov, and A.L. Aseev. 20-nm resolution of electron lithography for the nano-devices on ultrathin soi film. *Mater. Sci. Eng. C*, 19 :189–192, 2002.

[4] DEBEN UK Ltd. www.deben.co.uk.

[5] P. Rai-Choudhury, editor. *Handbook of Microlithography, Micromachining and Microfabrication*. SPIE, London, edition, 1997.

[6] D.F. Kyser and N.S. Viswanathan. Monte Carlo simulation of spatially distributed beams in electron-beam lithography. *J. Vac. Sci. Technol.*, 12 :1305–1308, 1975.

[7] M. Hatzakis. Recent developments in electron-resist evaluation techniques. *J. Vac. Sci. Technol.*, 12 :1276–1279, 1975.

[8] G. Brewer. *Electron-Beam Technology in Microelectronic Fabrication*. Academic Press, 1980.

[9] R. Birkhoff. *Handbuch der Physik*. Springer, berlin and new york edition, 1958.

[10] K. Murata, D. Kyser, and C. Ting. Monte carlo simulations of fast secondary electron production in electron beam resists. *J. Appl. Phys.*, 52 :4396–4405, 1981.

[11] K.K. Christenson, R.G. Viswanathan, and F.J. Hohn. X-ray mask foging by electrons backscattered beneath the membrane. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 8 :1618–1623, 1990.

[12] Y. Yau, R.F.W. Pease, A. Iranmanesh, and K. Polasko. Generation and applications of finely focused beams of low-energy electrons. *J. Vac. Sci. Technol.*, 19 :1048, 1981.

[13] M.A. McCord and T.H. Newman. Low voltage, high resolution studies of electron beam resist exposure and proximity effect. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 10 :3083–3087, 1992.

[14] M. Parik. Self-consistant proximity effect correction tehcnique for resist exposure (spectre). *J. Vac. Sci. Technol.*, 15 :931–933, 1978.

[15] H. Eisenmann, T. Waas, and H. Hartmann. Proxecco - proximity effect correction by convolution. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 11 :2741–2745, 1993.

[16] K. Harafuji, A. Misaka, K. Kawakita, N. Nomura, H. Hamaguchi, and M. Kawamoto. Proximity effect correction data processing system for electron beam lithography. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 10 :133–142, 1992.

[17] K. Cummings, R. Frye, and E. Rietmann. Using a neural network to proximity correct patterns written with a Cambridge electron beam microfabbricator 10.5 lithography system. *Applied Physics Letters*, 57 :1431–1433, 1990.

[18] J. Jacob, S. Lee, J. McMillan, and N. MacDonald. Fast proximity effect correction : An extension of PYRAMID for circuit patterns of arbitrairy size. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 10 :3077–3082, 1992.

[19] B.D. Cook and S.-Y. Lee. Fast proximity effect correction : An extension of PYRAMID for thicke resists. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 11 :2762, 1993.

[20] G. Owen and P. Rissmann. Proximity effect correction for electron beam lithography by equalization of background noise. *J. Appl. Phys.*, 54 :3573–3581, 1983.

[21] M. Gesley and M.A. McCord. 100 kV GHOST electron beam proximity correction on tungsten x-ray masks. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 12 :3478–3482, 1994.

[22] K. Kuriyama, S. Moriya, S. Uchiyama, and N. Shimazu. Proximity effect correction for x-ray masks. *Jpn. J. Appl. Phys*, 33 :6983–6988, 1994.

[23] T. Abe, S. Yamasaki, T. Yamaguchi, R. Yoshikawa, and T. Takigawa. Representative figure method for proximity effect correction [II]. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 30 :2965–2969, 1991.

[24] Sigma-C GmbH. *CAPROX*. distributed by Raith GmbH, Rosenheimer Landstr. 74, D-85521 Ottobrunn, Allemagne.

[25] Transcripton Enterprises Limited. *PROXECCO*. 101 Albright Way, Los Gatos, CA 95030, Etas-Unis d'Amérique.

[26] Y. Pati, A. Teolis, D. Park, R. Bass, K. Rhee, B. Bradie, and M. Peckerar. An error measure for dose correction in e-beam nanolithography. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 8 :1882–1888, 1990.

[27]

[28] Autodesk Inc. Autocad. www.autodesk.com. 111 McInnis Parkway, San Rafael, CA 94903, United States of America.

[29] Cadence Design Systems Inc. Cadence. www.cadence.com. 2655 Seely Avenue, San Jose, CA 95134, Unites States of America.

[30] Design Workshop Technologies. Dw2000. www.desihnw.com. 3773 Cote-Vertu Boulevard, Suite 470, Saint-Laurent, Québec, Canada.

[31] Tanner Research. L-edit. www.tanner.com. 825 South Myrtle Avenue, Monrovia, CA 91016, United States od America.

[32] T.E. Everhart. *Materials in Microlithography*. American Chemical Society, washington d.c. edition, 1984.

[33] J. Ingino, G. Owen, C.N. Berglund, R. Browning, and R.F.W. Pease. Workpiece charging in electron beam lithography. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 12 :1367, 1994.

[34] M. Kurihara, M. Arai, H. Fujita, H. Moro-oka, Y. Takahashi, and H. Sano. Primary processes in e-beam and laser lithographies for phase-shift mask manufacturing II. In *12th Annual BACUS Symposium*, page 50, 1992.

[35] C.A. Kondek and L.C. Poli. A submicron e-beam lithography process using an overcoating conducting polymer for the reduction of beam charging effects on lithium niobate and quartz. *Proc. SPIE*, 2194 :366, 1994.

[36] I. Haller, M. Hatzakis, and R. Srinivasan. High-resolution positive resists for electron-beam exposure. *IBM J. Res. Develop.*, 12 :251, 1968.

[37] M. Hatzakis. Electron resists for microcircuit and mask production. *J. Electrochem. Soc.*, 116 :1033, 1969.

[38] OCG Microelectronic Materials Inc. 5 Garret Mountain Plaza, West Paterson, NJ 07424.

[39] MicroChem Corp. 1254 Chesnut Street, Newton, MA 02464.

[40] Mead Chemical Co. 10750 County Rd. 2000, PO Box, Rolla, MO 65401.

[41] G.H. Bernstein and D.A. Hill. On the attainment of optimum developer parameters for PMMA resist. *Superlattices and Microstructures*, 11 :237, 1992.

[42] B.P. van der Gaag and A. Sherer. Microfabrication below 10nm. *Appl. Phys. Lett.*, 56 :481, 1990.

[43] T. Tada. Highly sensitive positive electron resists consisting of halogenated alkyl α-chloroacrylate series polymer materials. *J. Electrochem. Soc.*, 130 :912, 1983.

[44] Toray Industries. 1-8-1 Mihama Urayasu Inc., Chiba, Japan.

[45] K. Nakamura, S.L. Shy, C.C. Tuo, and C.C. Huang. Critical dimension control of poly-butene-sulfone resist in electron beam lithography. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 33 :6989, 1994.

[46] M. Widat-alla, A. Wong, D. Dameron, and C. Fu. Submicron e-beam process control. In *Semiconductor International*, page 252, 1988.

[47] Nippon Zeon Co. represented by Nagase California Corp., 710 Lakeway, Suite 135, Sunnydale, CA 94086.

[48] K. Nakamura, S.L. Shy, C.C. Tuo, and C.C. Huang. Quantum wire fabrication by e-beam lithography using high-resolution and high-sensitivity e-beam resist zep-520. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 31 :4508, 1992.

[49] J. Pacansky and R.J. Waltman. Solid-state electron beam chemistry of mixtures of diazoketones in phenolic resins : AZ resists. *J. Phys. Chem.*, 92 :4558, 1988.

[50] Hoechst Celanese Corp. Az photoresist products. 70 Meister Ave, Somerville, NJ 08876.

[51] M. Kurihara, M. Komada, H. Moro-oka, N. Hayashi, and H.Sano. EBR900 processes in e-beam and laser lithographies for photomask production. In *Proc. SPIE*, volume 2437, page 240, 1995.

[52] A.E. Novembre, R.G. Tarascon, O. Nalamasu, L. Fetter, K.J. Bolan, and C.S. Knurek. Electron-beam and x-ray lithographic characteristics of the optical resist ARCH. In *Proc. SPIE*, volume 2437, page 104, 1995.

[53] Shipley In. 455 Forest St., Marlboro, MA 01752.

[54] D. Macintyre and S. Thoms. High resolution electron beam lithography studies on Shipley chemically amplified DUV resists. In Sp.P. Beaumont, editor, *Proceedings of the International Conference on Micro- and Nanoengineering*, volume 29, 1996.

[55] L.F. Thompson, C.G. Wilson, and M.J. Bowden, editors. *Introduction to Microlithography*, chapter Organic Resist Materials. American Chemical Society, 2nd edition, Washington D.C. edition, 1994.

[56] L.F. Thompson, C.G. Wilson, and M.J. Bowden, editors. *Introduction to Microlithography*, chapter Resist Processing. American Chemical Society, 2nd edition, Washington D.C. edition, 1994.

[57] E. Reichmanis and L.F. Thompson. Polymer materials for microlithography. In R.A. Huggins, J.A. Giordmaine, and J.B. Wachtman Jr., editors, *Annual Review of Materials Science*, volume 17, page 238. Palo alto edition, 1987.

[58] T. Yoshimura, Y. Nakayama, and S. Okazaki. Acid-diffusion effect on nanofabrication in chemical amplification resist. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 10(6) :2615, 1992.

[59] E.A. Dobisz and C.R.K. Marrian. Sub-30nm lithography in a negative electron beam resist with a vacuum scanning tunneleing microscope. *Appl. Phys. Lett.*, 58(22) :2526, 1991.

[60] W. Moreau and C.H. Ting. High sensitivity positive electron resist. US Patent 3934057, 1976.

[61] R.E. Howard, E.L. Hu, and L.D. Jackel. Multilevel resist for lithography below 100nm. *IEEE Trans. Electron. Dev.*, 28(11) :1378, 1981.

[62] G.J. Dolan. Offset masks for lift-off photoprocessing. *Appl. Phys. Lett.*, 31 :337, 1977.

[63] H. Takenaka and Y. Todokoro. A PMMA/PMGI two lyer resist system for stable lift-off processing. In *Proc. SPIE*, volume 1089, page 132, 1989.

[64] M.P. Grandpre, D.A. Vidusek, and M.W. Legenza. A totally aqueous developable bilayer resist system. In *Proc. SPIE*, volume 539, page 103, 1985.

[65] M.W. Legenza, D.A. Vidusek, and M.P. Grandpre. A new class of bilevel and monolevel positive resist systems based on a chemically stable imide polymer. In *Proc. SPIE*, volume 539, page 250, 1985.

[66] R.E. Howard and D.E. Prober. *VLSI Electronics : Microstructure Science*, volume 5, chapter Nanometer-scale fabrication techniques. Academic Press, 1982.

[67] R.C. Jaeger. *Introduction to Microelectronic Fabrication*. Prentice Hall, 2002.

[68] D.L. Smith. *Thin-Film Deposition : Principles and Practice*. McGraw-Hill, April 1995.

[69] D.M. Mattox. *Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing*. Noyes, 1998.

[70] R.A. Powell. *PVD for Microelectronics : Sputter Deposition Applied to Semiconductor Manufacturing*. Academic Press, 1999.

[71] Chrisey D.B and G.K. Hubler, editors. *Pulsed Laser Deposition of Thin Films*. John Wiley & Sons, 1994.

[72] A. Bassilias. *Croissance de couches minces par ablation laser en atmosphère réactive*. PhD thesis, Université d'Orléans, 2000.

[73] Mikroglas Schott Glaswerke. www.mikroglas.com.

[74] P.W. Leech. Reative ion etching of quartz and silica-based glasses in cf_4/chf_3 plasmas. *Vacuum*, 55(3-4) :191–196, 1999.

[75] X. Li, T. Abe, and M. Esashi. Deep reactive ion etching of pyrex glass using sf_6 plasma. *Sens. Actuators A*, 87 :139–145, 2001.

[76] T. Koerner, L. Brown, R. Xie, and R.D. Oleschuk. Epoxy resins as stamps for hot embossing of microstructures and microfluidic channels. *Sens. Actuators B*, 107 :632–639, 2005.

[77] M.J. Schönling, M. Jacobs, A. Muck, D.-T. Knobbe, J. Wang, M. Chatrathi, and S. Spillmann. Ampermometric PDMS/glass capillary electrophoresis-based biosensor microchip for catechol and dopamine detection. *Sens. Actuators B*, 108 :688–694, 2005.

[78] T. Fujii. PDMS-based microfluidic devices for biomedical applications. *Microelectron. Eng.*, 61-62 :907–914, 2002.

[79] Mécasoft S.A. Zoning Molignée, B-5537, Anhée, Belgique.

[80] V.G. Kutchoukov, F. Laugere, W. van der Vlist, L. Pakula, Y. Garini, and A. Bossche. Fabrication of nanofluidic devices using glass-to-glass anodic bonding. *Sens. Actuators A*, pages 521–527, 2004.

[81] H.Y. Wang, R.S. Foote, S.C. Jacobson, J.H. Schneibel, and J.M. Ramsey. Low temperature bonding for microfabrication of chemical analysis devices. *Sens. Actuators B*, 45 :199–207, 1997.

[82] www.schott.com.

[83] www.pyrex.com.

[84] G.A.C.M. Spierings, J. Haisma, and F.J.H.M. van der Kruis. Direct bonding of organic polymeric materials. *Philips J. Res.*, 49(1/2) :139–149, 1995.

[85] Z. Chen, Y. Gao, J. Lin, R. Su, and Y. Xie. Vaccum-assisted thermal bonding of plastic capillary electrophoresis microchip imprinted with stainless steel template. *J. Chromatofgr. A*, 1038 :239–245, 2004.

[86] K.F. Lei, S. Ahsan, N. Budraa, W.J. Li, and J.D. Mai. Microware bonding of polymer-based substrates for potenial encapsulated micro/nanofluidic device fabrication. *Sens. Actuators A*, 114 :340–346, 2004.

[87] G. Chen, J. Li, S. Qu, D. Chen, and P. Yang. Low temperature bonding of poly(methylmethacrylate) electrophoresis microchips by in situ polymerisation. *J. Chromatogr. A*, 1094 :138–147, 2005.

[88] J.Y. Kim, J.Y. Baek, K.A. Lee, and S.H. Lee. Automatic aligning and bonding systemof pdms layer for the fabrication of 3d microfluidic channels. *Sens. Actuators A*, 119 :593–598, 2005.

[89] A. Benninghoven, F.G. Rüdenauer, and H.W. Werner. *Secondary Ion Mass Spectrometry : Basic Concepts, Instrumental Aspects, Applications and Trends*. Wiley, New York, 1987.

[90] CAMECA SAS. www.cameca.com. 29 Quai des Grésillons, 92622 Gennevillers Cedex, France.

[91] D. Royer, E. Dieulsaint, and P.-G. Gennes. *Ondes élastiques dans les solides : Propagation libre et guidée, tome 1.* Masson, 1 décembre 1997 edition, 1997.

[92] W.R. Smith, H.M. Gerard, J.H. Collins, T.M. Reeder, and H.J. Shaw. Analysis of interdigital surface wave transducers by use of an equivalent circuit model. *IEEE T. Microw. Theory.*, MTT-17(11) :856–864, 1969.

[93] F. Jungnickel and H.-J. Fröhlich. Determintation of transducer equivalent circuit and the coupling coefficient in SAW structures. In *Proc. Eurosensor XII*, volume 4, 1998.

Chapitre 3

Dispositifs SAW pour la bande X

Sommaire

3.1 Introduction 122
3.2 Dispositifs à base de matériaux massifs isolants 124
3.2.1 Le procédé de réalisation 124
3.2.2 Caractérisation des dispositifs réalisés sur $LiTaO_3$ 127
3.2.3 Caractérisation des dispositifs réalisés sur $LiNbO_3$ 132
3.2.4 Conclusion 133
3.3 Dispositifs SAW à structure multicouche AlN/diamant pour la bande X 135
3.3.1 Les propriétés de la structure AlN/Diamant 135
3.3.2 Le diamant polycristallin 135
3.3.3 Le diamant polycristallin auto-porté 138
3.3.4 Le nitrure d'aluminium 139
3.3.4.1 Propriétés du nitrure d'aluminium 139
3.3.4.2 Le dépôt par pulvérisation magnétron 140
3.3.4.3 Caractérisation des couches minces de nitrure d'aluminium 141
3.3.5 Réalisation de dispositifs à base de la structure AlN/diamant . 143
3.3.6 Caractérisation fréquentielle des dispositifs à base de la structure AlN/diamant 148
3.3.7 Caractérisation des dispositifs : K^2 et TCF 156
3.3.7.1 Le facteur de couplage électromécanique K^2 156
3.3.7.2 Le coefficient de température-fréquence (TCF) 157
3.4 Discussion 161

3.1 Introduction

Comme nous l'avons déjà explicité brièvement aux sections 1.2 et 1.3, il y a un énorme besoin toujours croissant en filtres électriques possédant de bonnes performances et des fréquences de travail toujours plus élevées. La bande X, qui s'étend de $7GHz$ à $12,5GHz$, correspondant à des longueurs d'onde de de $2,5cm$ à $4cm$, est actuellement utilisée pour des radars et certains types de communication par satellite. Les radars utilisant la bande X sont utilisés pour faire des observations météorologiques de nuages, car ces ondes sont suffisamment sensibles pour détecter des particules de faible taille tels que des flocons de neige. A cause de leur forte atténuation, ces ondes radar ne peuvent être utilisées que pour des observations météorologiques à courte distance. Étant donnée la longueur d'onde tellement faible, il est possible de réaliser des radars intégrés de petite taille pour mesurer la vitesse d'objets qui se déplacent par effet Doppler. La grande majorité des avions utilisent des radars utilisant la bande X pour capter des turbulences et autres phénomènes météorologiques sur leur trajectoire. Il y a également certains radars policiers servant à contrôler la vitesse des voitures qui travaillent dans la bande X.

Pour pouvoir rendre ces fréquences accessibles au grand public à l'aide d'appareils électroniques de télécommunication, il faut disposer des filtres électriques adaptés de bonne qualité en quantité suffisante et ce à prix concurrentiel.

En se rappelant l'équation reliant la fréquence centrale de la bande passante d'un filtre électrique à ondes acoustiques de surface à la longueur d'onde définie par la période des transducteurs interdigités et la vitesse de propagation du son dans le matériau :

$$f_0 = \frac{V_p}{\lambda_0} \tag{3.1}$$

Nous pouvons voir qu'il y a deux façons d'atteindre des fréquences de filtrage encore plus élevées. On peut soit diminuer la longueur d'onde en diminuant la période des transducteurs interdigités, c'est l'approche que nous allons poursuivre dans la section 3.2. Soit on peut choisir des matériaux dont la vitesse de propagation du son est plus élevée, c'est l'approche que nous allons poursuivre dans la section 3.3 en y combinant les connaissances et la technologie acquises dans la section 3.2.

L'installation de lithographie électronique existante dans notre laboratoire nous a permis de réaliser des structures plus résolues qu'il n'aurait été possible de réaliser en lithographie optique classique. Néanmoins, pour pouvoir jouir de cet avantage de la lithographie électronique, il a fallu apprendre à maîtriser cette technique et de s'affranchir de ses difficultés et désavantages. Les plus grandes difficultés de la lithographie électronique consistent dans les effets de proximité et l'accumulation de charges électriques lors d'une exposition d'un substrat électriquement très résistif. Les effets de proximité ont déjà été traités à la section 2.2.2.3. L'autre problème qui survient lorsqu'on fait de la lithographie

électronique sur des substrats très isolants est qu'il y a accumulation locale de charges, qui conduisent à une déflexion non voulue du faisceau d'électrons. Dans les cas de figure où il faut réaliser des structures très fines et de très faibles dimensions, cela mène facilement à des modifications des dessins voire à des expositions qui ne sont plus utilisables. Afin d'y remédier, il faut donc trouver un moyen d'évacuer les charges de manière efficace de la surface à exposer.

Dans ce chapitre, nous allons traiter les différentes réalisations de filtres électriques à base d'ondes acoustiques de surface qui ont été réalisés au cours de cette thèse. Nous traiterons les différentes configurations, à savoir les dispositifs à base de matériaux massifs, puis ceux à base de structures multicouches. Les dispositifs réalisés seront qualifiés en termes de réponse fréquentielle, de stabilité en température et de rendement (couplage électromécanique).

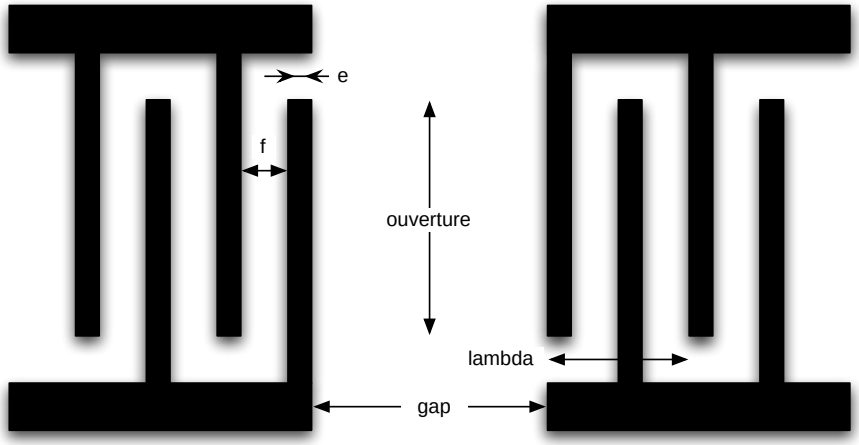


FIG. 3.1 – Représentation schématique des transducteurs interdigités d'une ligne de retard

La figure 3.1 montre schématiquement les deux transducteurs interdigités d'une ligne à retard. Ce schéma permet d'illustrer les différents paramètres importants intervenant dans la discussion concernant les dispositifs à ondes acoustiques de surface. L'ouverture correspond à la distance sur laquelle les doigts des deux électrodes s'interpénètrent. Le gap est défini comme la distance entre les deux transducteurs interdigités. La longueur d'onde λ est égale à la somme de deux largeurs de doigts (e) et de deux distances inter-doigts (interstices) (f).

3.2 Dispositifs à base de matériaux massifs isolants

Un des plus grands problèmes que l'on rencontre lors d'une exposition par lithographie électronique d'un échantillon électriquement très résistif est l'accumulation locale de charges. Comme le matériau est très résistif, les charges ne peuvent être évacuées par conduction, et il y a donc accumulation locale des charges dans les zones exposées à la surface de l'échantillon. Cette accumulation de charges peut causer des déviations du faisceau lors de l'exposition, ce qui conduit à une exposition translatée et /ou distordue [1]. Cela peut rendre les structures réalisées inutilisables, surtout lorsque celles-ci sont fines et denses comme le sont dans notre cas les transducteurs interdigités.

Plusieurs méthodes ont été développées pour se défaire de cet inconvénient des matériaux piézoélectriques très résistifs. La plus simple consiste à métalliser soit la surface du substrat, soit la surface de la résine électrosensible avec une fine couche de métal et de connecter cette couche métallique à la masse lors de l'exposition [2, 3]. Les métaux les plus utilisés à cet effet sont l'or, le chrome, l'aluminium ou encore un alliage d'or et de palladium. Une autre alternative consiste à étaler une très fine couche d'un agent antistatique ($20nm$) à la surface de la résine afin d'évacuer les charges lors de l'exposition [4].

Une autre façon de se défaire des accumulations de charges est l'utilisation de matériaux piézoélectriques modifiés chimiquement. On aimerait citer l'exemple du niobate de lithium noir, qui est du niobate de lithium modifié chimiquement pour présenter une conductivité électrique plus élevée éliminant l'effet de décharge pyroélectrique, ce qui réduit donc les difficultés en ce qui est de la manipulation de la fabrication de substrats [5]. Le tableau 3.1 donne une comparaison des caracatéristiques principales des du niobate de lithium simple et du niobate de lithium noir en coupe $128°YX$.

Paramètre	**Unité**	$LiNbO_3$	$LiNbO_3$ **noir**
Résistivité	$\Omega \cdot cm$	$3,8 \cdot 10^{14}$	$2,4 \cdot 10^{11}$
Vitesse SAW	m/s	3980	3980
K^2	%	5,5	5,5

Tab. 3.1 – Comparaison des propriétés du niobate de lithium simple et noir en coupe $128°YX$ [6].

Il y a également eu des développements de tantalate de lithium modifié chimiquement afin de supprimer l'effet pyroélectrique [7, 8].

3.2.1 Le procédé de réalisation

Nous avons réalisé des filtres électriques à ondes acoustiques de surface sur deux matériaux massifs différents : le niobate de lithium ($LiNbO_3$) et le tantalate de lithium

($LiTaO_3$), dont les propriétés intéressantes pour réaliser des filtres électriques sont données au tableau 3.2. Ces deux matériaux diffèrent l'un de l'autre, dans le cas de l'application qui nous intéresse, par leur coefficient de couplage électromécanique et la vitesse de propagation du son. Quant aux réalisations sur ces deux matériaux, le procédé de réalisation des transducteurs interdigités à leur surface utilisé était absolument identique pour ces deux matériaux.

Paramètre	**Unité**	$LiNbO_3$	$LiTaO_3$	AlN
ε	-	-	47	8,5
ρ	kg/m^3	4650	7460	3260
bande interdite	eV	4,0	-	6,2
K^2_{LM}	%	-	-	0,25
K^2_{SM}	%	17,2	5,0	0,16
v_{LM}	m/s	-	-	11374
v_{SM}	m/s	4792	4160	6094

TAB. 3.2 – Propriétés de quelques matériaux piézoélectriques.

Le procédé de réalisation utilisé au départ est celui utilisé pour l'étude du procédé même et son optimisation explicité à la section 2.3. Afin de pouvoir évacuer les charges injectées dans la résine lors de l'exposition en lithographie optique, nous avons déposé une fine couche d'aluminium à la surface du substrat avant l'enrésinement.

Le procédé de réalisation de la section 2.3 a donc été augmenté des étapes représentées en gras (Procédé 01) :

- Nettoyage du substrat à l'acétone et aux ultrasons
- **Dépôt d'une couche d'évacuation de charges de** $10nm$ **en aluminium par évaporation thermique**
- Dépôt d'une couche de MMA par spin coating (EL9)
- Recuit au four thermique pendant une heure à $160°C$
- Dépôt d'une couche de PMMA-950k par spin coating (A2)
- Recuit au four thermique pendant une heure à $160°C$
- Lithographie électronique
- Développement au MIBK :IPA (1 :3) pendant $60s$
- Stop au IPA pendant $60s$
- Dépôt d'une couche d'Al d'épaisseur $80nm$ par évaporation thermique
- Lift-Off de la couche d'Al dans de l'acétone pendant 12h
- Finissage du lift-off à l'aide d'un bain d'ultrasons pendant $20s$
- **Gravure de la couche d'évacuation de charges en aluminium à l'aide d'une solution de H_3PO_4**

Ce procédé de réalisation, illustré à la figure 3.2 pour le cas du tantalate de lithium, a permis d'obtenir de premiers résultats, mais la gravure à la fin du procédé servant à élimi-

ner la couche d'évacuation des charges s'est avérée comme étant une étape problématique car la fenêtre temporelle de gravure permettant d'obtenir des structures fonctionnelles était assez petite.

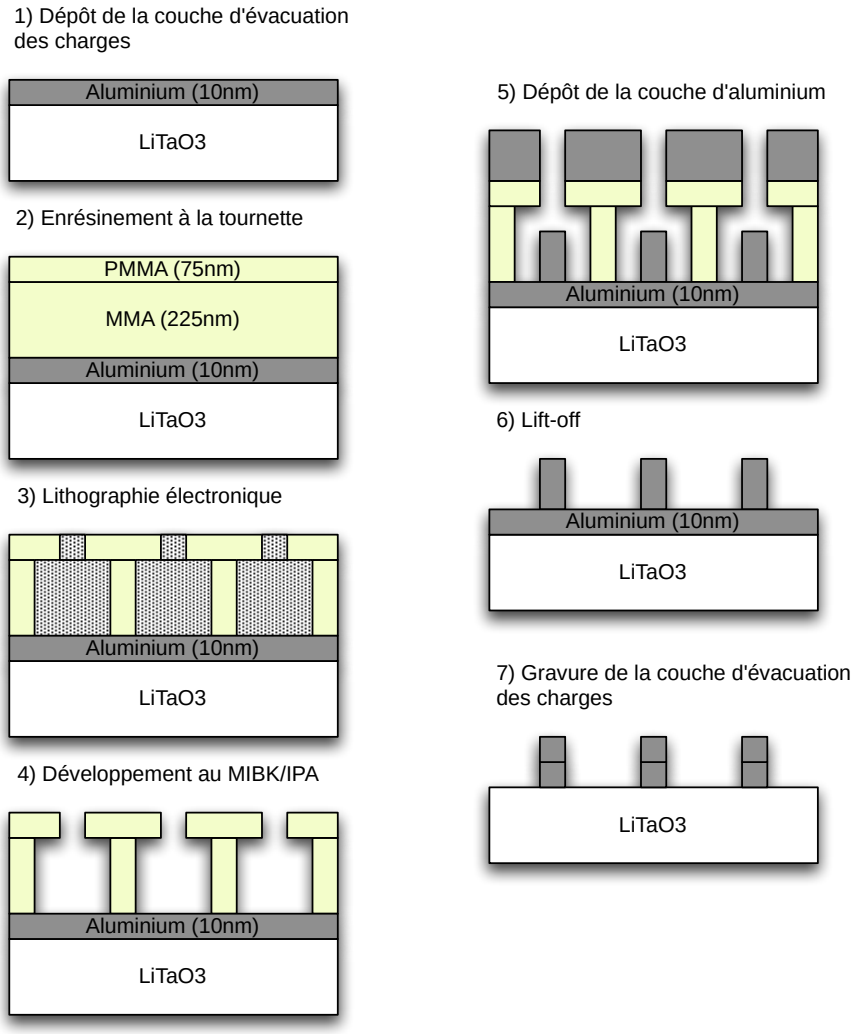


FIG. 3.2 – Procédé de réalisation de structures IDT sur $LiTaO_3$.

Après le lift-off, il y a sur le substrat, une couche de $10nm$ d'aluminium sur toute la surface du substrat. Sur cette couche il y également les transducteurs interdigités en aluminium d'une épaisseur de $80nm$, comme illustré à l'étape 6 de la figure 3.2. Il faut donc, lors de la gravure, avoir un temps de gravure assez long pour complètement enlever la couche d'évacuation des charges pour enlever le court circuit électrique qui existe entre les doits des transducteurs interdigités. Il faut en même temps veiller à avoir un temps de gravure assez court pour ne pas graver soit les transducteurs entièrement, soit les graver jusqu'à avoir des ruptures au sein des doigts. Ce dernier point devient particulièrement critique lorsque l'épaisseur des transducteurs s'approche des dimensions latérales les plus faibles des transducteurs, à savoir les doigts des transducteurs, sachant que cette gravure

humide est une gravure isotrope.

Ce procédé de réalisation a donc été modifié pour tenir compte de cette problématique. La modification apportée a été le dépôt d'une couche d'évacuation des charges en or à la surface de la résine. Le nouveau procédé de réalisation consiste donc des étapes suivantes, avec les modifications en gras (Procédé 02) :

- Nettoyage du substrat à l'acétone et aux ultrasons
- Dépôt d'une couche de MMA par spin coating (EL9)
- Recuit au four thermique pendant une heure à $160°C$
- Dépôt d'une couche de PMMA-950k par spin coating (A2)
- Recuit au four thermique pendant une heure à $160°C$
- **Dépôt d'une couche d'évacuation de charges de** $10nm$ **en or par évaporation thermique**
- Lithographie électronique
- **Gravure de la couche d'évacuation de charges en or à l'aide d'une solution de KI/I_2**
- Développement au MIBK :IPA (1 :3) pendant $60s$
- Stop au IPA pendant $60s$
- Dépôt d'une couche d'Al d'épaisseur $80nm$ par évaporation thermique
- Lift-Off de la couche d'Al dans de l'acétone pendant 12h
- Finissage du lift-off à l'aide d'un bain d'ultrasons pendant $20s$

Les avantages du procédé 02 consistent en sa plus grande fiabilité et en l'élimination de produits dangereux au cours du procédé (remplacement de l'acide phosphorique servant à graver l'aluminium par une solution d'iode/iodure de potassium permettant de graver l'or). Comme l'étape de gravure à la fin du procédé est éliminée, il n'y a plus le risque de détériorer les transducteurs interdigités par une étape même du procédé de réalisation. La couche d'évacuation de charges en aluminium a été remplacée par une couche d'évacuation de charges en or pour la simple raison que la maîtrise des dépôts d'or était meilleure que celle des couche d'aluminium au moment de la mise au point du procédé.

3.2.2 Caractérisation des dispositifs réalisés sur $LiTaO_3$

Des filtres électriques à base de dispositifs à ondes acoustiques de surface ont donc été réalisés sur des substrats de tantalate de lithium en coupe $36°YX$ ($36°YX$ $LiTaO_3$), de taille $20mm \cdot 15mm \cdot 1mm$. Cette coupe possède un couplage électromécanique élevé ($k^2 = 4,7\%$) et une vitesse de propagation du son de $4112m/s$ pour les ondes LSAW [9, 10], avec un TCF de $-32ppm/°C$.

Le tableau 3.3 donne quelques paramètres intéressants sur quelques coupes du $LiTaO_3$, les types d'ondes y relatifs et leurs vitesses de propagation correspondantes.

Le procédé de réalisation utilisé est le premier procédé de réalisation (Procédé 01)

Coupe	**Type d'onde**	**Vitesse**	K^2	**TCF**
		m/s	%	$ppm/°C$
$36°YX$	LSAW	4112	4,7	-32
$36°YX$	SSBW	4160	5,0	28∼30
$42°YX$	SSBW	4022	7,6	40
$77,1°YZ'$	Rayleigh	3254	0,72	35
$X-112,2°Y$	Rayleigh	3290	0,75	18

Tab. 3.3 – Comparaison des propriétés du tantalate de lithium selon différentes coupes cristallographiques [6, 10].

décrit à la section précédente (section 3.2.1), l'installation de lithographie utilisée a été décrite à la section 2.2.2.4.4. L'exposition des structures comportant les transducteurs interdigités à été effectuée à une tension d'accélération de $30kV$ avec un courant de faisceau de $50pA$. Les doses d'exposition se situent entre $220\mu C/cm^2$ et $400\mu C/cm^2$ et varient en fonction de la taille des structures respectivement, en fonction de la densité et de la géométrie des doigts interdigités.

Des dispositifs de longueurs d'onde de $3,2\mu m$, $2,8\mu m$, $2,4\mu m$ et de $2,0\mu m$ ont été réalisés, ce qui correspond à des largeurs de doigts de $800nm$ à $500nm$. L'ouverture des transducteurs interdigités est de $90\mu m$ et la taille du gap est de $20\mu m$ (figure 3.3). Chaque transducteur interdigité comporte 50 paires de doigts. Tous ces paramètres sont identiques pour tous les dispositifs sauf pour la largeur des doigts. Afin de favoriser la génération d'harmoniques, le rapport entre la largeur des doigts et la largeur des interstices entre les doigts à été diminuée de 1 : 1 à 1 : 2 [11, 12]. La figure 3.3 montre l'exemple d'un dessin d'un dispositif SAW de longueur d'onde $2\mu m$.

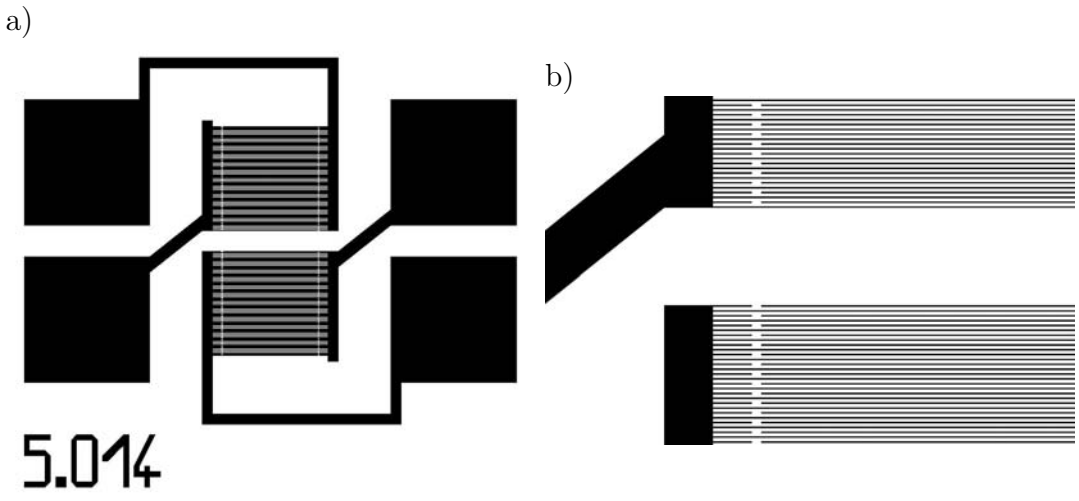


Fig. 3.3 – Dessin d'une structure SAW entière (a) et zoom (b) sur les transducteurs interdigités de longueur d'onde correspondante $2\mu m$.

La figure 3.4 montre une image MEB des transducteurs interdigités d'un dispositif de longueur d'onde $2\mu m$. La régularité latérale des doigts est bonne, on aperçoit également la rugosité des doigts qui est due au dépôt de l'aluminium par évaporation thermique. Comme les images MEB ne peuvent pas donner d'informations concernant le profil des transducteurs interdigités, nous avons entrepris des observations par microscopie à force atomique (AFM), dont les résultats sont montrés à la figure 3.5.

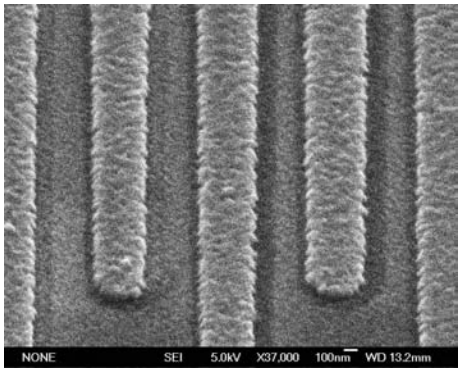


FIG. 3.4 – Image MEB d'un transducteur interdigité de longueur d'onde correspondante $2\mu m$.

Durant l'évolution du procédé de réalisation, il a été possible d'obtenir des régularités de doigts meilleures et des rugosités de surface réduites en limitant la vitesse de dépôt de l'aluminium à environ $1\text{Å}/s$.

Les analyses AFM ont révélé que la régularité des doigts des transducteurs interdigités était donnée aussi bien en épaisseur que latéralement, et que l'épaisseur mesurée des doigts correspond à l'épaisseur déposée par évaporation thermique, qui est de $80nm$.

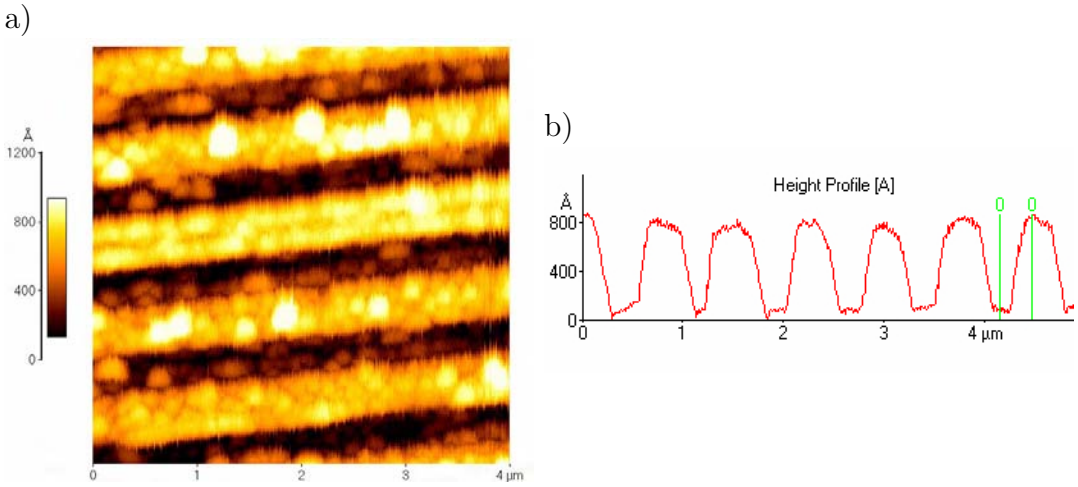


FIG. 3.5 – Image AFM d'un transducteur interdigité en fausses couleurs (a) en vue de dessus et en profil (b). La taille latérale du transducteur est $400nm$, ce qui correspond à une longueur d'onde de $\lambda = 1,6\mu m$.

a) b)

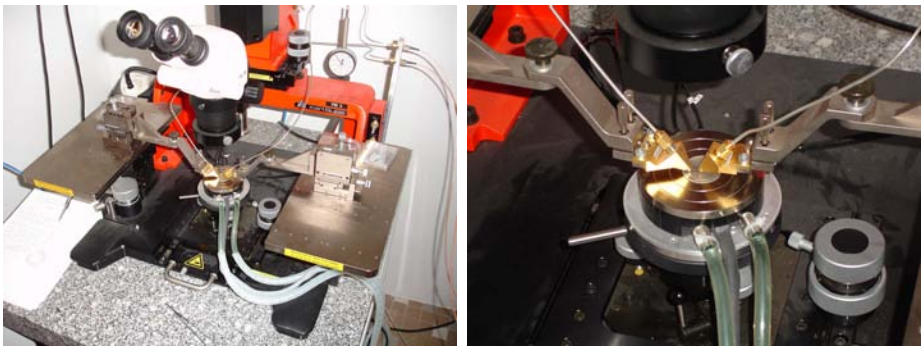


FIG. 3.6 – Le banc de mesure RF microprober de Suss Microtech (a). Le banc de mesure est équipé d'un porte-échantillon qui est asservi en température (b).

Après les analyses morphologiques, nous passons donc à la caractérisation fréquentielle des dispositifs à ondes acoustiques de surface réalisés. Pour ce faire, nous utilisons un analyseur de réseau de type HP8752A et un banc de mesure RF microprober de Suss Microtech (fig. 3.6).

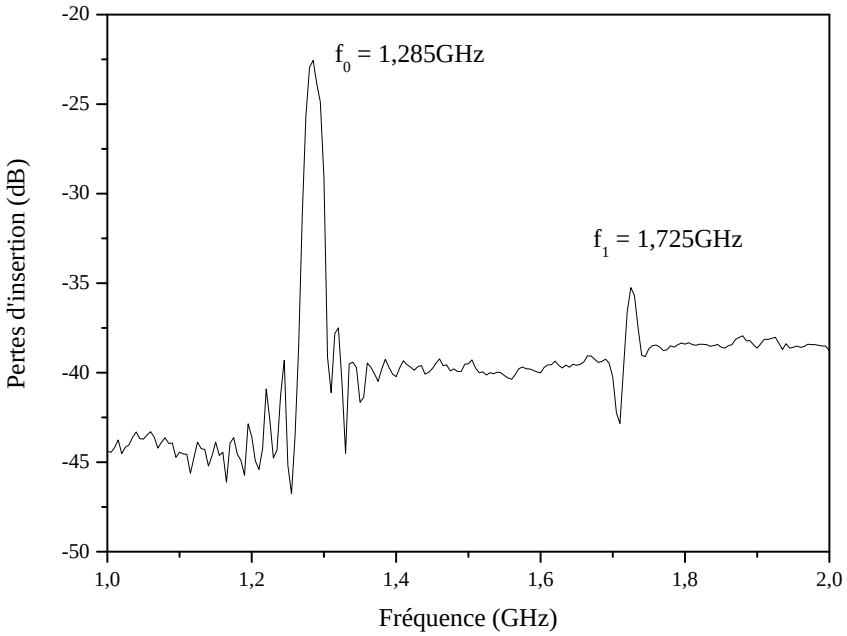


FIG. 3.7 – Réponse fréquentielle d'un filtre électrique de longueur d'onde de $3,2\mu m$ réalisé sur tantalate de lithium.

La réponse fréquentielle d'un dispositif à ondes acoustiques de surface de longueur d'onde $3,2\mu m$ réalisé sur du tantalate de lithium en coupe $36°YX$ est donné à la figure 3.7. Nous pouvons distinguer deux pics, le premier se situe à $f_0 = 1,285GHz$ et le deuxième se

situe à $f_1 = 1,725GHz$. On peut donc directement déterminer les vitesses correspondantes à l'aide de l'équation 3.1. Les vitesses calculés sont de $v_0 = 4112m/s$ et $v_1 = 5520m/s$. On peut donc identifier, à l'aide du tableau 3.3, qu'il s'agit dans la cas du premier pic, d'une onde Leaky. Dans le cas du deuxième pic, il s'agit probablement d'une onde Pseudo-SAW, car la vitesse des ondes PSAW est environ supérieure de 40% à celle des ondes Leaky ($(v_1 - v_0)/v_0 = 34\%$). Le filtre électrique passe-bande ainsi obtenu, en considérant le premier pic, est de bonne qualité. Il y a des pertes d'insertion d'environ $-22dB$ et le taux de réjection est de presque $23dB$, sachant qu'il n'y a eu aucune optimisation au niveau du dessin des transducteurs interdigités qui a été faite.

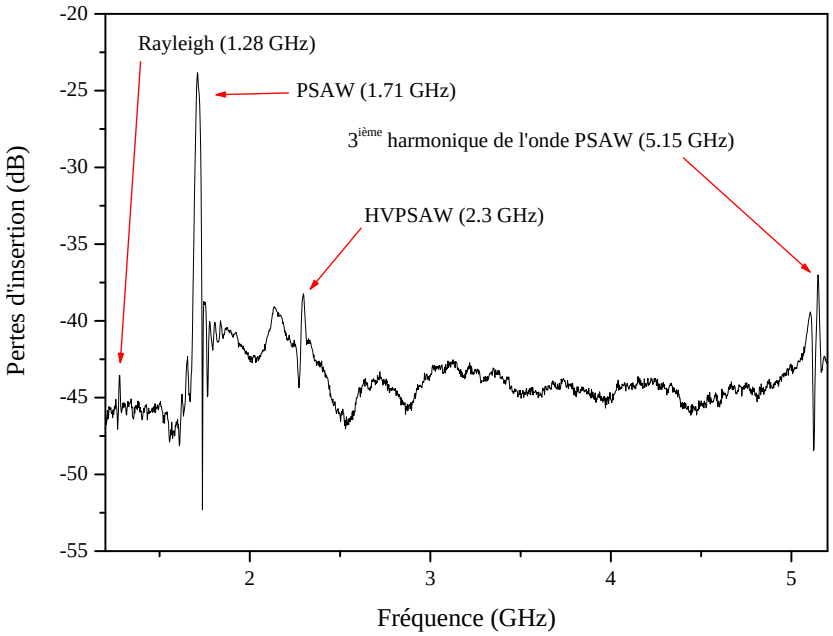


FIG. 3.8 – Réponse fréquentielle d'un filtre électrique de longueur d'onde de $2,4\mu m$ réalisé sur tantalate de lithium.

Nous avons procédé à la même réalisation, mais avec une longueur d'onde de $2,4\mu m$. La réponse fréquentielle d'un dispositif réalisé est illustrée à la figure 3.8. Nous distinguons sur cette figure quatre pics différents se situant respectivement à des fréquences de $f_0 = 1,28GHz$, $f_1 = 1,71GHz$, $f_2 = 2,3GHz$ et $f_3 = 5,15GHz$. On remarque que $f_3 = 3 \cdot f_1$, le quatrième pic est donc la troisième harmonique de l'onde dont la fondamentale se situe à f_2. Les vitesses correspondantes aux trois ondes distinguées sont $v_0 = 3072m/s$, $v_1 = 4104m/s$ et $v_2 = 5520m/s$. On trouve que le deuxième pic (v_1) correspond à l'onde Leaky et le troisième pic (v_2) à la même onde PSAW que celle déjà trouvée pour la structure de longueur d'onde $3,2\mu m$. Ce troisième pic correspond en effet à une onde PSAW ayant une vitesse élevée HVPSAW (High Velocity Pseudo Surface Acoustic Wave). Le premier pic

correspond à l'onde Rayleigh [13]. Les différences entre les valeurs des vitesses trouvées dans la littérature et les valeurs calculées à partir des réponses fréquentielles enregistrées s'expliquent par le fait qu'il faut tenir compte d'une tolérance sur la longueur d'onde déterminée par les transducteurs interdigités. En effet, lors de la lithographie électronique, aucune calibration n'a été effectuée afin de s'approcher au mieux des dimensions du dessin. D'après des mesures morphologiques faites par MEB et par AFM, on peut avoir des variations de la longueur d'onde de plus ou moins 5%.

3.2.3 Caractérisation des dispositifs réalisés sur $LiNbO_3$

Des filtres électriques à base de dispositifs à ondes acoustiques de surface ont également été réalisés sur des substrats de niobate de lithium en coupe $41°YX$ ($41°YX$ $LiNbO_3$), de taille $20mm \cdot 15mm \cdot 1mm$. Cette coupe possède un couplage électromécanique élevé ($k^2 = 17,2\%$) et une vitesse de propagation du son de $4792m/s$ pour les ondes LSAW [9, 10], avec un TCF de $50ppm/°C$.

Le tableau 3.4 donne quelques paramètres intéressants pour les différentes coupes du $LiNbO_3$, les types d'ondes qui y sont relatives et leurs vitesses de propagation.

Coupe	**Type d'onde**	**Vitesse**	K^2	**TCF**
		m/s	%	$ppm/°C$
YZ	Rayleigh	3488	4,9	94
$41°YX$	Rayleigh	3673	-	-
$41°YX$	LSAW	4792	17,2	50
$64°YX$	Rayleigh	3701	-	-
$64°YX$	LSAW	4742	11,3	70
$127,86°YX$	Rayleigh	3980	5,5	75

Tab. 3.4 – Comparaison des propriétés du niobate de lithium selon différentes coupes cristallographiques [6, 10, 14].

Le procédé de réalisation utilisé est le deuxième procédé de réalisation (Procédé 02) décrit à la section précédente (section 3.2.1), les paramètres d'exposition sont inchangés par rapport à ceux utilisés à la section 3.2.2.

Des dispositifs de longueurs d'onde de $3,2\mu m$, $2,8\mu m$, $2,4\mu m$ et de $2,0\mu m$ ont été réalisés, ce qui correspond à des largeurs de doigts de $800nm$ à $500nm$. L'ouverture des transducteurs interdigités est de $90\mu m$ et la taille du gap est de $20\mu m$. Chaque transducteur interdigité comporte 50 paires de doigts. Tous ces paramètres sont identiques pour tous les dispositifs sauf pour la largeur des doigts. Afin de favoriser la génération d'harmoniques, le rapport entre largeur des doigts et la largeur des interstices entre les doigts à été diminuée de 1 : 1 à 1 : 2.

a) b)

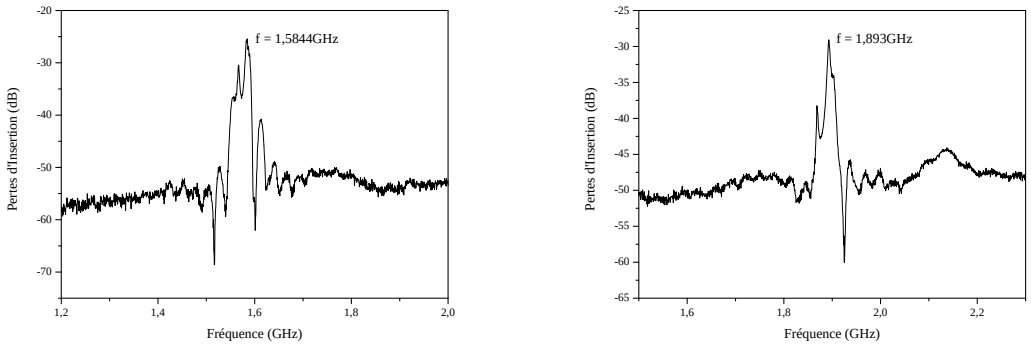


FIG. 3.9 – Réponses fréquentielles de filtres électrique de longueur d'onde respectives $2,4\mu m$ (a) et $2,0\mu m$ (b) réalisés sur niobate de lithium.

La figure 3.9 donne les réponses fréquentielles de deux dispositifs à ondes acoustiques de surface de longueurs d'onde respectives $2,4\mu m$ (a) et $2,0\mu m$ (b). Les fréquences correspondant aux pics sont $f_{2,4\mu m} = 1,5844GHz$ et $f_{2,0\mu m} = 1,893GHz$. On peut donc calculer les vitesses acoustiques correspondantes qui sont de $v_{2,4\mu m} = 3802m/s$ et $v_{2,0\mu m} = 3786m/s$. On peut conclure que nous avons, dans les deux cas, trouvés l'onde de Rayleigh (voir tableau 3.4), [14]. De nouveau, la différence entre les vitesse mesurées et les vitesses théoriques s'explique par le fait que le champ d'écriture de la lithographie électronique n'a pas été calibrée avant l'exposition, d'où les différences d'environ 3%.

Les pics des deux réponses sont subdivisés en sous-pics autour de leur amplitude maximale. Ceci s'explique par des interférences constructives et destructives entre les doigts des transducteurs interdigités, mais aussi l'écho du triple transit.

La figure 3.10 montre la réponse fréquentielle d'un dispositif SAW de longueur d'onde $1,2\mu m$. On peut discerner deux pics situés à des fréquences de $f_0 = 3,19GHz$ et $f_1 = 4,15GHz$. Les vitesses correspondantes sont $v_0 = 3828m/s$ et $v_1 = 4980m/s$. Le premier pic correspond donc à une onde de Rayleigh, alors que le deuxième s'apparente plutôt à une onde Leaky. La différence de réjection et de pertes d'insertion entre les deux ondes vient du fait que pour la coupe $41°YX$ ($41°YX$ $LiNbO_3$), le couplage de l'onde Leaky est extrêmement fort ($17,2\%$, tableau 3.4).

3.2.4 Conclusion

Nous avons développé et validé le procédé de réalisation de transducteurs interdigités de faibles longueurs d'onde par écriture directe au faisceau d'électrons sur des matériaux massifs isolants tels que le tantalate et le niobate de lithium, en utilisant une couche d'évacuation de charges en or déposée à la surface de la bicouche de résine. Nous avons pu réaliser des dispositifs de longueurs d'onde allant de $3,2\mu m$ à $1,2\mu m$. Nous avons

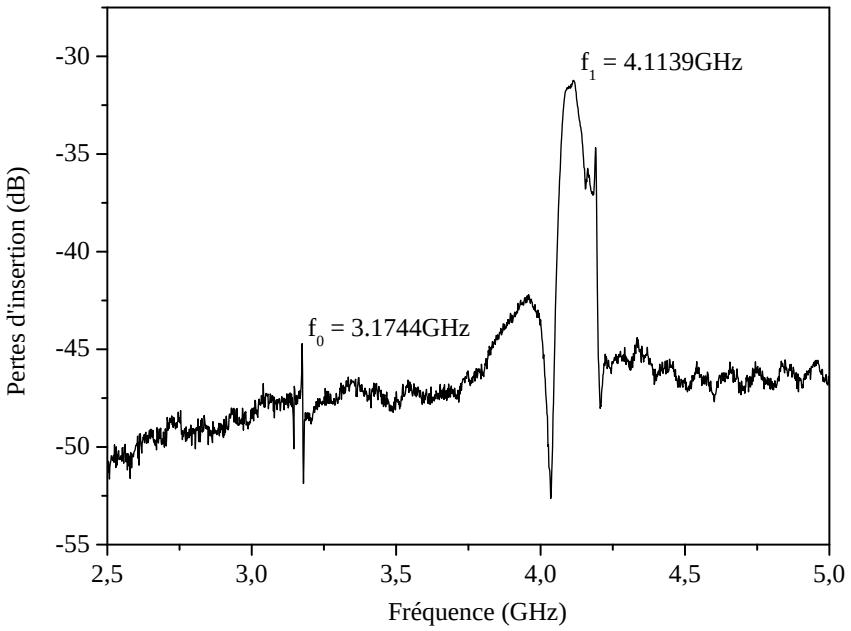


FIG. 3.10 – Réponse fréquentielle d'un filtre électrique de longueur d'onde de $1,2\mu m$ réalisé sur niobate de lithium.

trouvé dans les réponses fréquentielles des pics correspondant aux ondes de Rayleigh, aux ondes Leaky, aux ondes PSAW, aux ondes HVPSAW et même des harmoniques, avec des fréquences allant jusqu'à $5,15GHz$.

3.3 Dispositifs SAW à structure multicouche AlN/diamant pour la bande X

3.3.1 Les propriétés de la structure AlN/Diamant

Le principe de fonctionnement des dispositifs SAW a déjà été expliqué au paragraphe 1.4.5.1 pour le cas des ondes de Rayleigh et des substrats massifs (monocouche). L'utilisation de substrats multicouches permet d'augmenter la fréquence f_0. Reprenons encore une fois l'équation donnant la fréquence de synchronisme :

$$f_0 = \frac{V_p}{\lambda_0} \tag{3.2}$$

En utilisant des structures multicouches, on peut augmenter la vitesse de phase V_p. Pour pouvoir générer des ondes acoustiques de surface à fréquence élevée, il faut que la structure ait à la fois des propriétés piézoélectriques et une vitesse de propagation la plus élevée possible. Les matériaux utilisés pour avoir des vitesses de phase élevées sont le diamant et le saphir. Les matériaux piézoélectriques combinés à ces matériaux de vitesse de phase très élevée sont le plus souvent l'oxyde de zinc et le nitrure d'aluminium. Les structures multicouches étudiées depuis une dizaine d'années sont (ZnO/Diamant/Si) [15], (ZnO/saphir) [16], (AlN/saphir) [17] et (AlN/Diamant) [18, 19]. C'est à cette dernière que nous allons nous intéresser pour réaliser des dispositifs à ondes acoustiques de surface à très haute fréquence. Le choix de cette structure multicouche s'explique par les faits que le diamant possède la vitesse de propagation la plus élevée de tous les matériaux connus. Le nitrure d'aluminium présente un bon accord de maille (structure hexagonale wurzite, $a_{AlN} = 3,1212$Å et $c_{AlN} = 4,98$Å) par rapport au diamant ($a_{diamant} = 3,56$Å). La vitesse de propagation du son est nettement plus élevée ($v_{s,ALN} = 5700m/s$) que celle du ZnO ($v_{s,ZnO} = 2765m/s$) [20]. Sa résistivité électrique élevée ($\rho = 10^{11} \sim 10^{13}\Omega \cdot cm$) assure une bonne isolation électrique entre les doigts des transducteurs interdigités et sa faible masse volumique ($3,3g/cm^3$), comparée à celle du ZnO ($5,7g/cm^3$), est mieux adaptée à générer des vibrations à très hautes fréquences. Le nitrure d'aluminium possède en outre une tension de claquage élevée, d'environ $14kV/mm$, son point de fusion est supérieur à $2000°C$ et sa conductivité thermique est estimée à $3,2W/K \cdot cm$.

3.3.2 Le diamant polycristallin

Le diamant est un matériau extraordinaire à cause de ses propriétés exceptionnelles. C'est le matériau naturel le plus dur qui existe, il a des propriétés optiques intéressantes, il peut être isolant ou semiconducteur. Grâce à toutes ses propriétés, il a connu un grand essor pendant les dernières décennies. Or, comme le diamant naturel est assez rare, il a fallu développer un procédé industriel de fabrication pour pouvoir couvrir la demande en

diamant. Les applications nécessitant l'utilisation du diamant peuvent être subdivisées en trois grandes catégories : les applications optiques, mécaniques et électriques.

L'intérêt pour les applications optiques du diamant découle du fait qu'il associe plusieurs propriétés intéressantes telles que sa transparence dans le proche ultraviolet ($40nm < \lambda_{UV} < 230nm$), dans le visible ($400nm < \lambda_{visible} < 700nm$) et dans l'infrarouge excepté la bande située entre $2\mu m$ et $6\mu m$, sa haute conductivité thermique ($\sim 20W/K \cdot cm$) et son faible coefficient de dilatation thermique ($\sim 0,8 \cdot 10^{-6}K^{-1}$). Ces propriétés font du diamant un excellent candidat pour réaliser des fenêtres optiques associés à des lasers de puissance travaillant dans l'infrarouge proche. Son inertie chimique et sa résistance aux radiations rendent possible son utilisation en tant que fenêtre pour des têtes spectroscopiques dans des environnements hostiles tel que les atmosphères planétaires corrosives ou encore les réacteurs nucléaires [21].

La plus grande partie des applications mécaniques du diamant découlent directement de sa très grande dureté ; la dureté de Vickers du diamant est estimée à $10^4 MPa$. Celle-ci s'explique par la compacité du réseau cristallin et la rigidité de la liaison covalente C-C ($E_{C-C} \approx 347kJ/mol$). Le faible coefficient de friction ($\mu \approx 0,1$ à l'air) et la conductivité thermique élevée en font un matériau très adapté aux applications tribologiques. Des applications plus spécifiques se situent dans le domaine de l'instrumentation médicale [22].

Dans le domaine de l'électronique, le diamant CVD est utilisé pour différentes applications. De par sa grande résistivité électrique ($\sim 10^{13}\Omega cm$) et de sa bonne conductibilité thermique, il est très bien adapté à être intégré dans des circuits électroniques à forte densité d'intégration ; une couche de diamant CVD permet d'isoler électriquement un circuit de l'autre en évacuant en même temps la chaleur dissipée par effet Joule [23].

L'utilisation du diamant synthétique dans le domaine des dispositifs à ondes acoustiques de surface est sans doute une des applications les plus prometteuses dans le domaine de l'électronique. La propriété la plus intéressante pour cette application est la vitesse de propagation du son, qui est supérieure à celles de tous les autres matériaux. Le diamant est donc un matériau incontournable pour les dispositifs fonctionnant à très haute fréquence. C'est cet aspect qui nous a mené à utiliser des substrats de diamant pour réaliser des filtres électriques à très haute fréquence à base d'ondes acoustiques de surface.

La figure 3.11 montre le diagramme de phases du carbone, établi par F.P. Bundy [24]. En 1955, la compagnie américaine GENERAL ELECTRIC a réalisé les premiers essais de synthèse de diamant à haute température et à haute pression (HTHP). Les grands désavantages de cette méthode de synthèse sont le besoin très important en énergie pour atteindre les conditions de température et de pression requises, ainsi que la pollution des cristaux de diamant par les catalyseurs métalliques utilisés, qui sont notamment le fer et le nickel.

Il a donc fallu développer des procédés de synthèse alternatifs. Les premiers essais

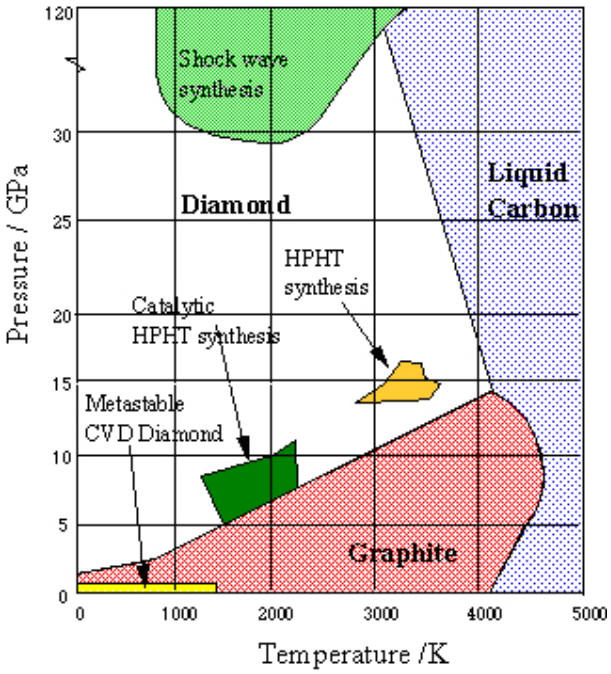


FIG. 3.11 – Diagramme de phases du carbone établi par F.P. Bundy [24].

de dépôt de diamant en phase vapeur (CVD, voir 2.2.5.1) ont été réalisés au cours des années soixante [25]. Cette méthode repose sur le principe de la déposition chimique en phase vapeur de la phase métastable du carbone diamant et de la phase stable du carbone graphite. Ce dépôt assisté thermiquement est réalisé à partir d'une source de carbone et il y a alternance entre des phases de dépôt et de gravure à l'hydrogène afin d'éliminer le graphite. D'un point de vue thermodynamique, la synthèse du diamant CVD repose sur la faible différence d'enthalpie libre de formation entre la phase graphite (sp^2) et la phase diamant (sp^3) qui est de $\Delta G = 2,1 kJ/mol$. La formation simultanée de graphite et de diamant peut donc avoir lieu à partir d'une phase gazeuse activée par une source d'énergie à l'aide d'une source de carbone. Le principe de réalisation des couches de diamant par CVD consiste donc à déposer le carbone sous toutes ses formes et de graver toutes les phases non diamant. De nombreux travaux ont mis en évidence le rôle de l'hydrogène atomique pour la gravure sélective du carbone sp^2 [26, 27].

Au cours des années, il y eu développement de différents procédés CVD pour réaliser du diamant synthétique. Décrire tous ces procédés dépasserait largement la cadre de cette thèse, c'est pourquoi nous nous limitons à présenter brièvement le procédé de réalisation des films de diamant utilisés pour réaliser les filtres électriques à ondes acoustiques de surface à très haute fréquence.

La méthode de synthèse utilisée est un procédé CVD assisté par plasma micro-onde (MPECVD, Microwave Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition). Cette méthode est actuellement une des plus utilisées pour faire de la croissance de films de diamant à

partir de la phase gazeuse. Cette technique a connu, grâce à sa simplicité et sa flexibilité, un fort succès depuis son apparition au début des années quatre-vingts [28, 29]. Le principe de cette méthode repose sur l'injection d'une puissance micro-onde dans un mélange gazeux contenu dans la chambre de réaction à l'aide d'un guide d'onde. On crée ainsi une décharge micro-onde et la chambre de réaction devient une cavité électromagnétique. La phase gazeuse est alors décomposée en radicaux avec un rendement de dissociation élevé par des électrons très énergétiques. La température de ces électrons est très supérieure à celle des radicaux et des atomes neutres. Typiquement, le substrat sur lequel on effectue le dépôt de diamant, est complètement immergé dans le plasma.

Les couches de diamant CVD utilisées au cours de cette thèse ont été réalisés en majeure partie au laboratoire *Institute for Material Research* (IMO) à Hasselt en Belgique et en mineure partie au LPMIA. Le diamant présentant une forte rugosité de surface sur sa face de croissance, nous avons donc opté pour la réalisation de diamant autoporté afin de pouvoir utiliser la face de nucléation pour réaliser des dispositifs à ondes acoustiques de surface à très haute fréquence sur la face de nucléation. La rugosité de surface de la surface de nucléation est indépendante de l'épaisseur de diamant déposée et sa rugosité devrait s'approcher de la rugosité de surface du substrat utilisé sur laquelle le diamant a été déposé.

3.3.3 Le diamant polycristallin auto-porté

Afin de diminuer d'avantage la rugosité de surface du diamant, qui a un impact direct sur la rugosité de surface de la couche de nitrure d'aluminium déposée par dessus [30], nous allons utiliser la surface de nucléation du diamant.

Le diamant polycristallin a été déposé par PECVD sur des substrats de silicium à l'aide d'un réacteur ASTeX travaillant à une puissance micro-onde de $6kW$ et à une pression de $163,1mbar$. Le mélange gazeux utilisé était composé de 3% de CH_4 dans du H_2 [31].

Après le dépôt, le diamant a été séparé du silicium par gravure humide dans une solution de HNA (HF :HNO_3 :CH_3COOH), ce qui a permis d'obtenir des substrats de diamant polycristallin auto-porté ayant un rugosité de surface moyenne $r_{rms} = 1nm$ sur la surface de nucléation. Cette faible rugosité de surface est atteinte grâce à une technique de nucléation assistée par polarisation électrique [32, 33]. Les substrats de diamant sont chimiquement oxydés en surface dans une solution chaude de CrO_3 :H_2SO_4 et nettoyés organiquement avant le dépôt des couches minces de nitrure d'aluminium. Lors de cette étape, tout le carbone présent sous une autre forme que le diamant est enlevé et l'on obtient une surface propice au dépôt du nitrure d'aluminium (002). La réalisation du diamant polycristallin auto-porté est schématiquement illustrée à la figure 3.12.

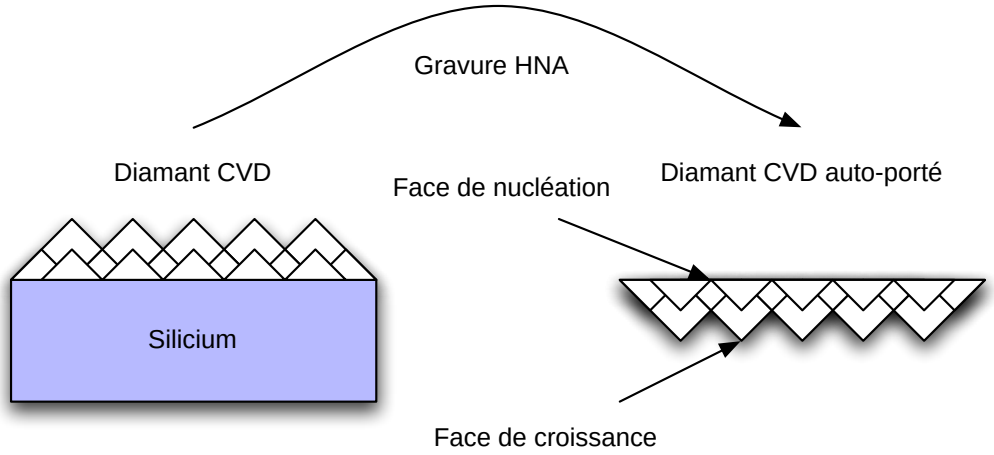


FIG. 3.12 – Procédé de réalisation du diamant auto-porté.

3.3.4 Le nitrure d'aluminium

Une brève introduction générale sur le nitrure d'aluminium a déjà été donnée au paragraphe 1.5.3. Nous allons présenter plus en détail ses propriétés intéressantes pour la réalisation de dispositifs à ondes acoustiques de surface à très haute fréquence, ainsi que le procédé de déposition des couches minces utilisées.

On peut déposer des couches minces de nitrure d'aluminium par CVD, par ablation laser ou encore par pulvérisation réactive. La technique CVD est l'une des méthodes les plus utilisées grâce à son contrôle et son aptitude à réaliser des quantités de matériau importantes [34] au détriment de la rugosité de surface des films déposés, le dépôt par CVD se fait aux alentours de $1000°C$ avec une vitesse de croissance élevée des grains. La méthode la plus adaptée pour notre application est donc le dépôt de films d'AlN par pulvérisation magnétron réactive, car il n'y a pas de croissance des grains [35] ; elle permet d'obtenir des surfaces lisses avec des températures de substrat nettement inférieures à celles requises pour déposer du diamant CVD, ce qui est extrêmement important pour pouvoir accomplir les étapes de réalisation des dispositifs SAW convenablement.

3.3.4.1 Propriétés du nitrure d'aluminium

Le tenseur piézoélectrique du nitrure d'aluminium, de structure hexagonale wurzite est donné par :

$$\begin{vmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & e_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & e_{15} & 0 & 0 \\ e_{31} & e_{31} & e_{33} & 0 & 0 & 0 \end{vmatrix} \tag{3.3}$$

Les valeurs des constantes piézoélectriques du tenseur pour le nitrure d'aluminium sont :

$$e_{15} = -0,48\ ,\ e_{31} = -0,58\ ,\ e_{33} = 1,55\ \ [C/m^2] \tag{3.4}$$

Nous constatons, à partir du tenseur piézoélectrique, que seules les constantes piézoélectriques relatives à la combinaison des axes x (1) et z (3) présentent des valeurs non nulles. C'est pour cette raison que seuls des films de nitrure d'aluminium possédant une structure hexagonale wurzite d'axe c perpendiculaire (002) ou parallèle (100) à la surface présentent des propriétés piézoélectriques. La génération des ondes acoustiques de surface dans ces films est réalisée par le déplacement suivant l'axe c des atomes d'aluminium et d'azote formant le dipôle (Al-N) qui représente cet axe c.

3.3.4.2 Le dépôt par pulvérisation magnétron

Dans une décharge de pulvérisation réactive, les électrons jouent un rôle important dans la dissociation, l'excitation et l'ionisation des molécules du gaz réactif. Comme nous voulons déposer du nitrure d'aluminium, nous allons donc utiliser une cible d'aluminium pur et un mélange gazeux d'argon (gaz de pulvérisation) et d'azote (gaz réactif). L'argon est le gaz de pulvérisation le plus utilisé en pulvérisation à cause de son inertie chimique. Les espèces neutres créées par dissociation (N) réagiront avec les espèces pulvérisées de la cible (Al) et formeront le composé AlN. Les espèces ioniques (Ar^+, N^+) sont accélérées vers la cible, ce qui entraîne, en plus du bombardement de celle-ci avec les ions Ar^+, la formation d'un composé (nitrure) à la surface de la cible induisant une baisse de la vitesse de dépôt. Cette baisse est d'autant plus importante que le pourcentage d'azote dans le mélange Ar/N_2 est élevé. La diminution de la vitesse provient également de la diminution du taux de pulvérisation du nitrure d'aluminium, formé à la surface de la cible, par rapport au taux de pulvérisation de l'aluminium pur constituant la cible. Les dépôts de couches d'AlN se font dans une décharge radiofréquence (RF).

Lors du dépôt, les quatre paramètres suivants ont été variés afin de voir leur influence sur la vitesse de dépôt, la composition stoechiométrique de la couche déposée, sa morphologie, l'orientation cristalline, les contraintes intrinsèques, la rugosité de surface et la résistivité électrique :

- la pression lors du dépôt
- le pourcentage de gaz réactif (N_2) dans le mélange ganzeux (Ar/N_2) (débits)
- la puissance injectée dans la décharge
- la température du porte-substrat

Les expériences ont montré que les conditions optimales pour obtenir des couches de nitrure d'aluminium d'axe c perpendiculaire à la surface du substrat sont [19, 36] :

- une pression de $6 \cdot 10^{-3} mbar$

- un rapport de 60% d'azote dans le mélange gazeux Ar/N_2
- une puissance constante injectée de $170W$ en polarisation RF
- une température de porte-substrat de $400°C$

3.3.4.3 Caractérisation des couches minces de nitrure d'aluminium

Nous aimerions déposer des couches de nitrure d'aluminium piézoélectriques. D'après le paragraphe précédent 3.3.4.1, nous savons qu'il faudra obtenir une orientation de l'axe c du nitrure d'aluminium soit perpendiculaire à la surface du substrat (orientation (002)), soit parallèle à la surface du substrat (orientation (100)). Il a été montré que le nitrure d'aluminium cristallise en effet selon une de ces configurations [17, 37, 38, 39]. Des travaux antérieurs ont montré que les performances piézoélectriques des films d'axe c orientés perpendiculairement par rapport à la surface du substrat sont meilleures que celles des films d'axe c parallèle à la surface du substrat. Nous avons donc procédé à des analyses de diffraction aux rayons X (XRD) du nitrure d'aluminium déposé sur les films de diamant auto-porté afin de déterminer son orientation. Les figures 3.13 et 3.14 montrent les résultats des ces analyses.

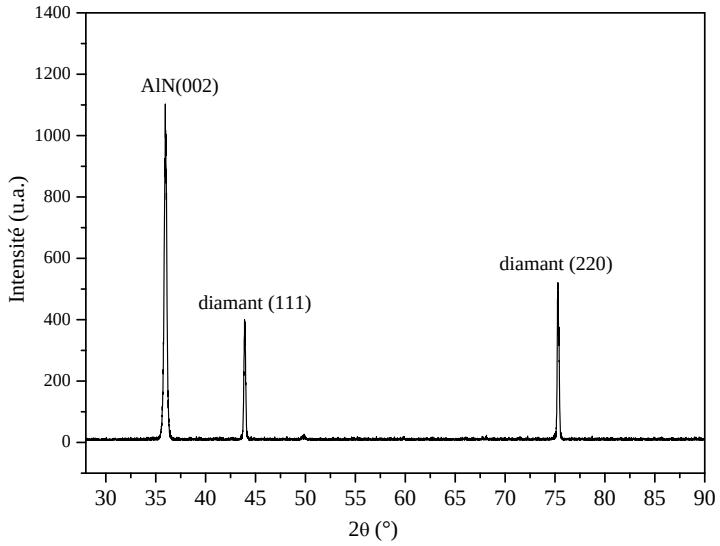


FIG. 3.13 – Analyse XRD $\theta - 2\theta$ de la couche de nitrure d'aluminium déposée sur la face de nucléation d'un substrat de diamant auto-porté [40].

La mesure $\theta - 2\theta$ (fig. 3.13), qui a été effectuée sur la couche de nitrure d'aluminium déposé sur la surface de nucléation du diamant polycristallin autoporté, nous permet de dire que nous avons déposé du nitrure d'aluminium d'axe c perpendiculaire à la surface du substrat (orientation (002)). On peut également distinguer deux pics qui sont dus au substrat de diamant, on trouve que le diamant autoporté possède deux orientations

préférentielles selon (111) et selon (220). La mesure de la rocking curve (fig. 3.14) sur le pic (002) du nitrure d'aluminium permet de déterminer le désalignement des colonnes du nitrure d'aluminium par rapport à l'orientation (002). La courbe représentée à la figure 3.14 présente une distribution gaussienne. Les points noirs représentent les points de mesure, la courbe en rouge constitue le fittage qui a été effectué. Le degré d'orientation est donné par la largeur à mi-hauteur du pic déterminé par la mesure de la rocking curve (FWMH, Full Width Half Maximum), qui est de $1,67°$. Cette valeur est très faible, sachant que le nitrure d'aluminium a été déposé par pulvérisation magnétron. Elle montre donc la très bonne qualité cristalline de la couche de nitrure d'aluminium déposée à la surface de nucléation du substrat en diamant autoporté et le degré d'orientation élevé de la couche d'AlN selon (002).

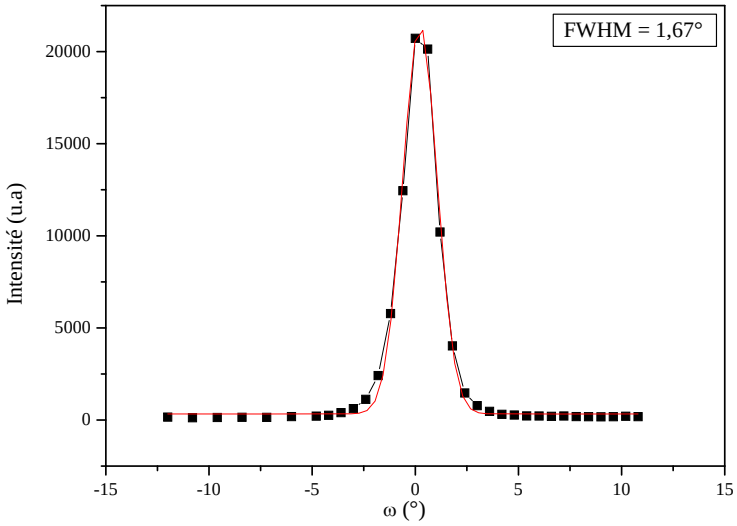


Fig. 3.14 – Analyse XRD - rocking curve du nitrure d'aluminium (002) déposé sur la face de nucléation d'un substrat de diamant autoporté [40].

Nous avons également procédé à des analyses au microscope électronique à transmission (TEM, transmission electron microscope) pour analyser la microstructure de la couche de nitrure d'aluminium. La figure 3.15 montre une coupe réalisée par microscopie électronique à transmission. On peut voir que la taille des grains est très faible. Cette observation est très importante car elle permet de se faire une idée de la rugosité de surface de la structure multicouche AlN/diamant. La rugosité de surface du nitrure d'aluminium est liée à la taille des grains de cette même couche mince. La rugosité de surface est un paramètre très important pour la réalisation de dispositifs à ondes acoustiques de surface car elle a une grande influence sur la propagation des ondes acoustiques, surtout au niveau des pertes acoustiques dans les dispositifs travaillant à très haute fréquence. En

augmentant la fréquence des ondes acoustiques de surface, la profondeur de pénétration dans la structure multicouche diminue, et l'onde est d'avantage influencée par la rugosité de surface ; des phénomènes de diffraction, d'atténuation et de diffusion surviennent [41]. On peut estimer la taille des grains à $20nm$ à partir de la figure 3.15.

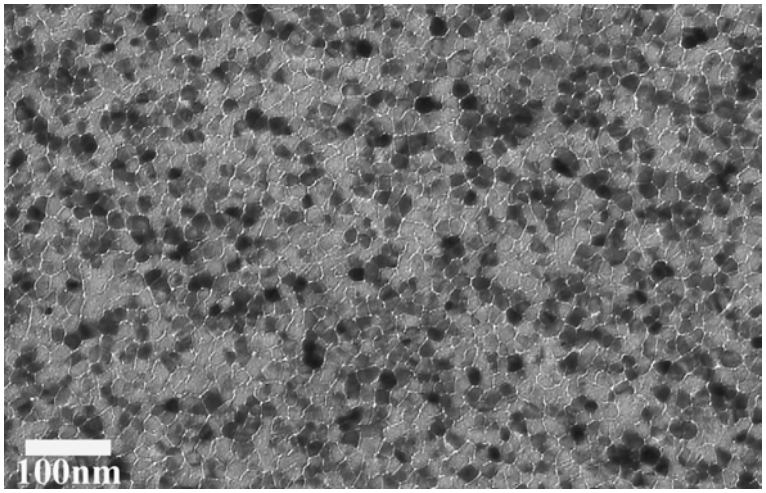


FIG. 3.15 – Analyse de la microstructure du nitrure d'aluminium déposé sur la surface de nucléation du substrat en diamant autoporté par microscopie électronique à transmission.

Afin d'avoir plus d'informations sur la rugosité de surface réelle, nous avons fait des analyses par microscopie à force atomique (AFM, atomic force microscope). La figure 3.16 illustre le résultat des mesures AFM en 3D d'une surface analysée de $3 \cdot 3\mu m^2$. La mesure faite à partir de cette image donne une rugosité de surface inférieure à $1nm$, ce qui est une rugosité de surface très faible. Le nitrure d'aluminium est donc très bien adapté pour réaliser des dispositifs à ondes acoustiques de surface à très haute fréquence, car la très faible rugosité de surface permet de réduire les pertes acoustiques des ondes qui se propagent à la surface.

3.3.5 Réalisation de dispositifs à base de la structure AlN/diamant

Les substrats de diamant polycristallin auto-porté ont été préparés comme décrit au paragraphe 3.3.3. Ensuite, la couche de nitrure d'aluminium a été déposée selon les conditions expérimentales explicitées au paragraphe 3.3.4.2. C'est alors que nous passons à la réalisation des structures IDT sur le substrat multicouche AlN/diamant.

Les substrats sont préalablement nettoyés aux ultrasons et à l'acétone pendant $30s$. La couche de résine électrosensible que nous utilisons est une double couche de résine électrosensible constituée de MMA et de PMMA 950k. La première couche de résine (MMA) est déposée à la surface de l'échantillon, sur le nitrure d'aluminium, à l'aide de la tournette. La résine est ensuite recuite à $160°C$ pendant une heure. Nous déposons ensuite la deuxième couche de résine électrosensible (PMMA 950k) pardessus la première,

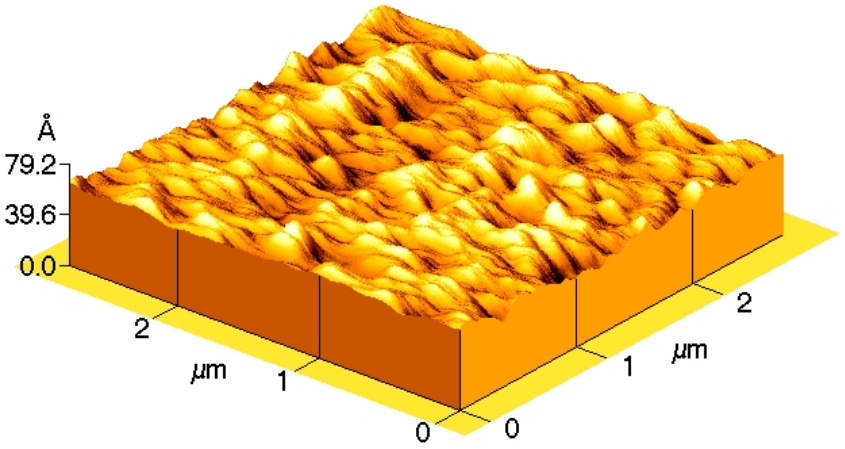


FIG. 3.16 – Analyse 3D de la rugosité de surface du nitrure d'aluminium déposé sur la surface de nucléation du substrat en diamant autoporté par microscopie à force atomique.

également à l'aide de la tournette. La deuxième couche de résine est également recuite à $160°C$ pendant une heure. Les paramètres utilisés pour dispenser les résines à la tournette sont identiques pour les deux résines, à savoir une vitesse de rotation de $2000trs/min$ pendant un temps de $30s$ et une accélération de $10trs/min^2$. Les épaisseurs de résines ainsi obtenues sont de $225nm$ pour la MMA et de $75nm$ pour la PMMA. Comme les matériaux utilisés sont électriquement isolants, nous déposons une couche d'évacuation de charges en or de $10nm$ d'épaisseur par évaporation thermique à la surface de la double couche de résine.

C'est alors que l'on peut passer à l'exposition de la résine par lithographie électronique. Celle-ci est réalisée à l'aide d'un microscope électronique à balayage à effet de champ du type JEOL JSM-6500F augmenté d'un escamoteur de faisceau DEBEN, décrit à la section 2.2.2.4.4. Ce microscope électronique et l'escamoteur de faisceau sont tous les deux contrôlés par un système de lithographie électronique commercialisé par RAITH, composé d'une partie matérielle RAITH Advanced SEM/FIB Nanolithography System et du logiciel RAITH Quantum. La lithographie est effectuée avec une tension d'accélération de $30kV$ et un courant de faisceau de $55pA$. La dose d'exposition dépend de la taille des structures et de leur géométrie ; elle varie entre $120\mu C/cm^2$ et $400\mu C/cm^2$.

Après l'exposition, la couche d'évacuation de charges en or est enlevée par gravure humide à l'aide d'une solution de KI/I_2. La résine exposée est ensuite développée à l'aide d'une solution de Méthyle-Isobutyle-Cétone : Isopropanol ($MIBK : IPA$ (1 : 3)) pendant $60s$. Le développement est arrêté en plongeant l'échantillon dans de l'Isopropanol pendant $60s$. On sèche l'échantillon à l'aide d'un flux d'azote sec.

La double couche de résine étant structurée maintenant, on passe au dépôt de la couche d'aluminium dont seront constitués les doigts des IDTs. Le dépôt de l'aluminium se fait

également par évaporation thermique, à une pression de $10^{-6}mbar$. La vitesse de dépôt se situe aux alentours de 1,2Å/s. Après le dépôt, on passe au lift-off où l'on place l'échantillon dans de l'acétone pendant au moins 4 heures. Le lift-off se termine par $30s$ d'ultrasons pour enlever les derniers restes de résine et d'aluminium. Le substrat est ensuite nettoyé à l'eau désionisée et séché à l'azote. Le procédé de réalisation est schématiquement illustré à la figure 3.17.

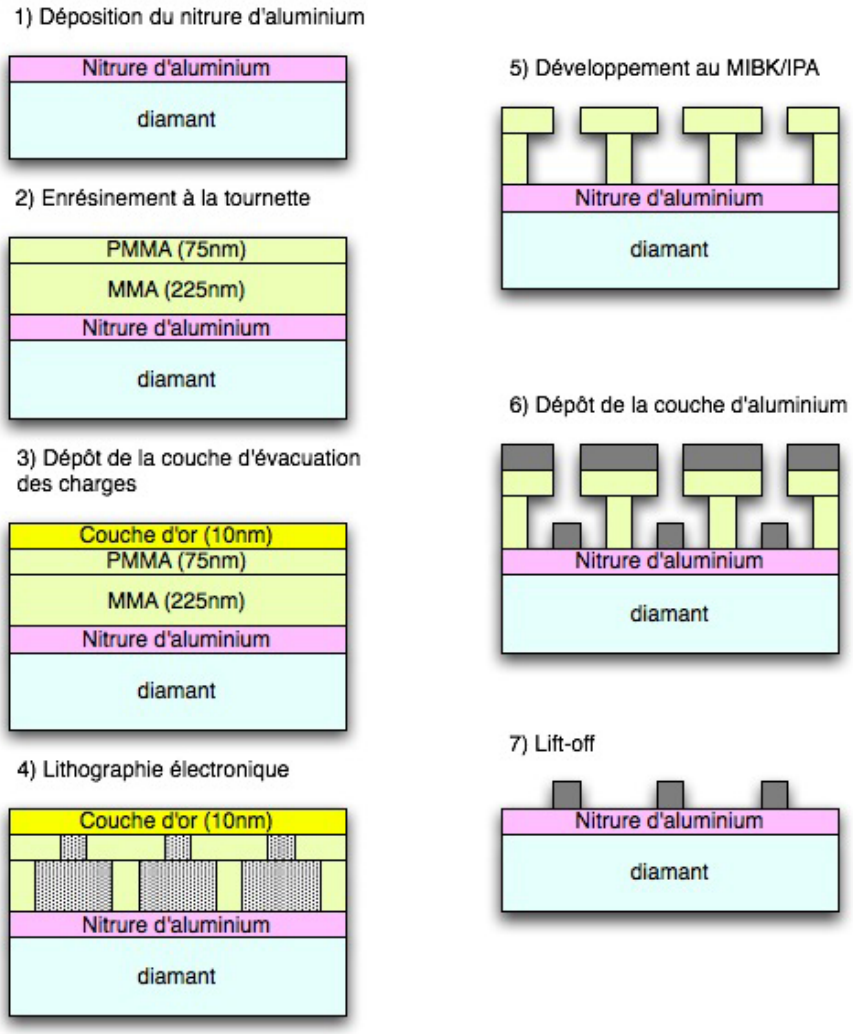


FIG. 3.17 – Procédé de réalisation des filtres électriques très haute fréquence à base d'ondes acoustiques de surface utilisant des substrats multicouches à base de nitrure d'aluminium déposé sur du diamant polycristallin autoporté.

La figure 3.18 montre des images faites au microscope optique d'un dispositif à ondes acoustiques de surface de longueur d'onde $2,4\mu m$. Une vue globale du dispositif est donné à la figure 3.18a, la figure 3.18b montre un agrandissement de la région autour du gap où l'on peut distinguer les doigts des transducteurs interdigités.

Nous avons effectués des analyses AFM sur les transducteurs interdigités réalisés ; le résultat de ces analyses est illustrée à la figure 3.19. La structure illustrée possède une

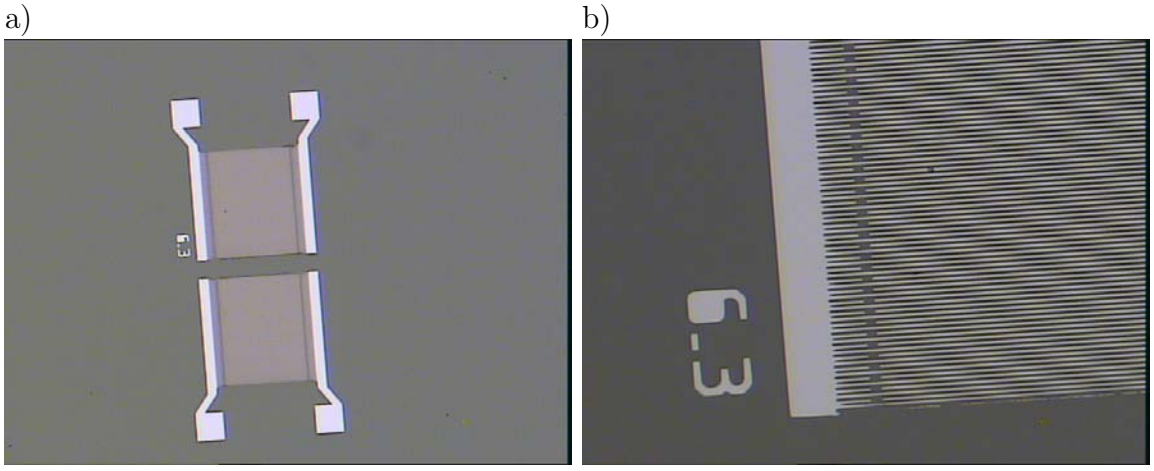


FIG. 3.18 – Images réalisées par microscopie optique d'un dispositif à ondes acoustiques de surface de longueur d'onde $2,4\mu m$. Vue globale (a) et agrandissement sur les doigts au niveau du gap (b).

longueur d'onde $2,0\mu m$. Pendant l'évolution et l'amélioration du procédé de réalisation, il a été possible d'obtenir des transducteurs interdigités plus réguliers et des rugosités des doigts réduites grâce à une limitation du taux de dépôt de l'aluminium par évaporation thermique à 1Å/s et en choisissant un creuset adapté pour le dépôt de l'aluminium.

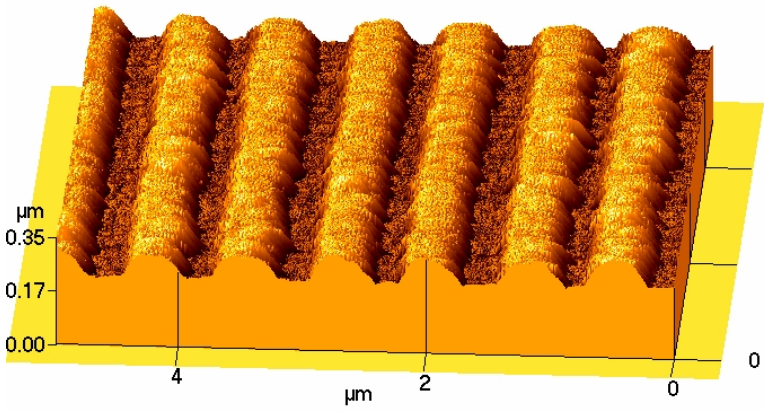


FIG. 3.19 – Analyses 3D d'un transducteur interdigité de longueur d'onde $1,6\mu m$ en aluminium réalisé à la surface du nitrure d'aluminium déposé sur la surface de nucléation du diamant polycristallin autoporté.

Nous avons également effectué des analyses nanoSIMS (section 2.4.5) afin de savoir s'il y avait encore beaucoup de résidus (résine ou autres) du procédé de réalisation qui subsistaient sur l'échantillon. La figure 3.20 montre une telle analyse faite au nanoSIMS.

Les atomes et groupements atomiques recherchés sont le carbone ^{12}C (première image en haut à gauche de la figure 3.20), l'oxygène ^{16}O, le cyanure $^{12}C^{14}N$, le nitrure d'aluminium $^{27}Al^{14}N$ et le monoxyde d'aluminium $^{27}Al^{16}O$. La présence d'un élément recherché est indiquée par des niveaux de gris clair. Plus une région d'une image tend vers le blanc,

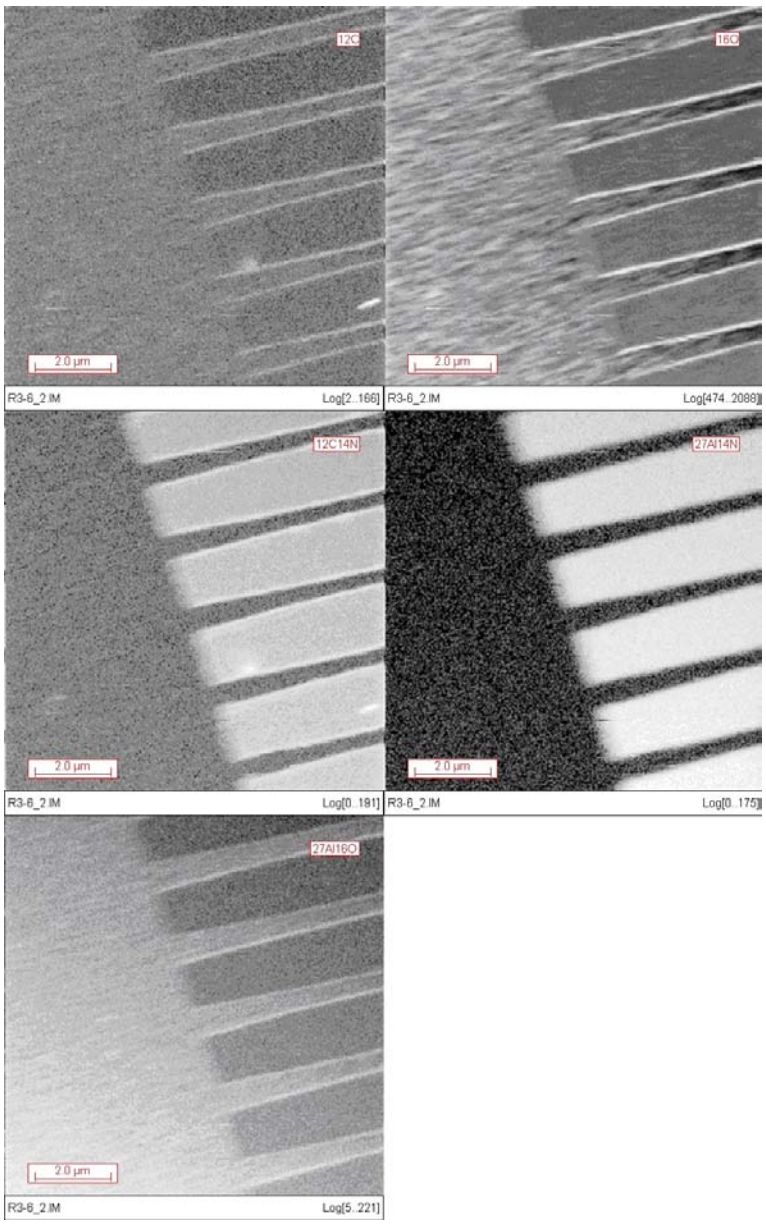


FIG. 3.20 – Analyses nanoSIMS d'un transducteur interdigité de longueur d'onde $2,0\mu m$ en aluminium réalisé à la surface du nitrure d'aluminium déposé sur la surface de nucléation du diamant polycristallin autoporté.

plus l'élément recherché est présent. Sur la quatrième image, on peut voir clairement le nitrure d'aluminium sur lequel ont été déposés les transducteurs interdigités. La cinquième image montre la présence d'aluminium oxydé sur tout l'ensemble du transducteur interdigité analysé, on peut en conclure qu'il s'agit de l'aluminium des transducteurs interdigités déposé par évaporation thermique qui a été oxydé en surface par simple contact avec l'atmosphère. La troisième image est très similaire à la quatrième, ce qui est dû vraisemblablement à la présence de l'azote contenu dans le nitrure. Les images une et deux sont à interpréter ensemble, la présence de carbone et d'oxygène sont témoins de traces de

produits organiques tels que les résines électrosensibles utilisées lors de la réalisation du dispositif. On peut donc dire qu'il reste des traces de résine sur les bords des doigts des transducteurs interdigités après le lift-off. Il a été possible d'enlever d'avantage ces restes de résine en terminant le lift-off par $30s$ d'ultrasons. Ceci dit, ces infimes résidus de résine ne sont pas rédhibitoires pour le fonctionnement des nos dispositifs.

3.3.6 Caractérisation fréquentielle des dispositifs à base de la structure AlN/diamant

Comme nous utilisons des structures multicouches, le comportement des ondes sera différent du cas de figure des matériaux massifs. En effet, on aura des phénomènes de dispersion. La vitesse de propagation du son dans les multicouches et le facteur de couplage électromécanique dépendront de l'épaisseur de la couche de nitrure d'aluminium (dans notre cas) et de la longueur d'onde fixée par la périodicité des transducteurs interdigités. De plus, il y a possibilité de coexistence de plusieurs modes de propagation. C'est pourquoi nous allons désormais utiliser la nomenclature introduite à la section 1.6. Nous nous permettons de rappeler la nomenclature établie à la section 1.6. Nous attribuons donc à chaque onde observée un nom se composant d'un mode d'indice i et d'une harmonique d'indice j, donc un nom de la forme M_iH_j. Pour le cas des matériaux multicouches, les modes sont classés en fonction des leurs vitesses de phases croissantes :

$$v_{M_iH_x} < v_{M_{i+1}H_x} \tag{3.5}$$

La figure 3.21 montre les vitesses de phases théoriques des trois premiers modes des ondes de surface de la structure multicouche AlN/diamant en fonction de l'épaisseur normalisée kh_{AlN}. La figure 3.22 montre le facteur de couplage électromécanique théorique de ces trois premiers modes de la structure multicouche AlN/diamant en fonction de l'épaisseur normalisée kh_{AlN}. Cette épaisseur normalisée est le produit de l'épaisseur de nitrure d'aluminium h déposée à la surface du substrat de diamant auto-porté par la norme du vecteur d'onde k qui est égal à $k = 2 \cdot \pi/\lambda$. En se basant donc sur les courbes théoriques, qui sont obtenues par simulation numérique, nous pouvons cibler les caractéristiques souhaitées.

Si l'on veut concevoir donc un dispositif à ondes acoustiques de surface sur une structure multicouche AlN/diamant, on dispose de deux degrés de liberté pour fixer les caractéristiques du dispositif, hormis les différents types de transducteurs interdigités que l'on peut avoir. On peut agir sur la longueur d'onde et sur l'épaisseur de la couche de nitrure d'aluminium pour cibler le facteur de couplage et la vitesse de propagation voulus.

La figure 3.23 montre les images MEB des transducteurs interdigités de longueurs d'ondes respectives de $1,2\mu m$ (a) et $1,0\mu m$ (b) réalisés sur des substrats multicouche de

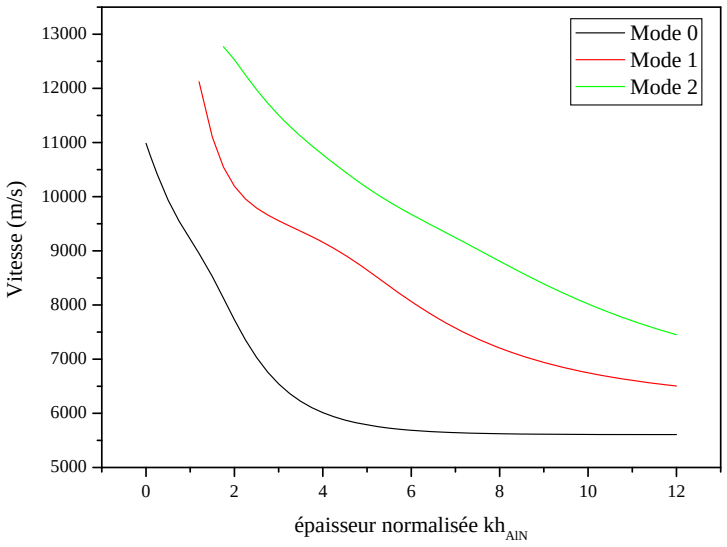


FIG. 3.21 – Représentation de la dispersion des vitesses en fonction de l'épaisseur normalisée kh.

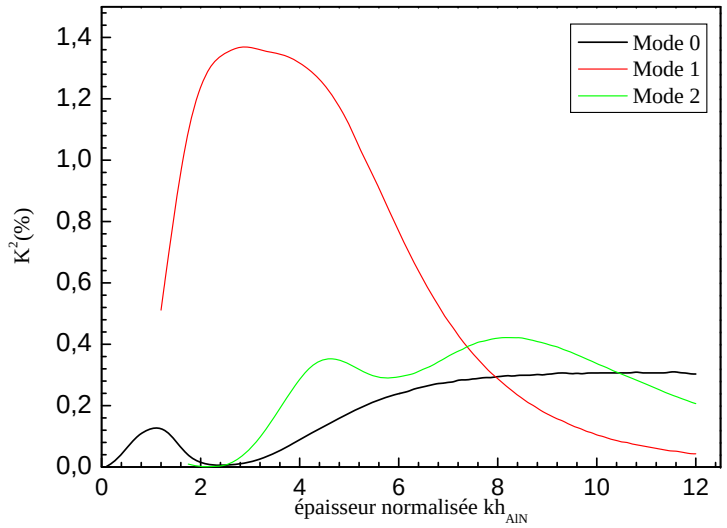


FIG. 3.22 – Représentation du coefficient de couplage électromécanique en fonction de l'épaisseur normalisée kh pour la structure multicouche AlN/diamant.

nitrure d'aluminium déposé sur du diamant autoporté.

Les premières réalisations présentées ont été faites sur des couches de nitrure d'aluminium d'une épaisseur de $1\mu m$. Des dispositifs avec des longueurs d'onde de $3,2\mu m$, $2,8\mu m$, $2,4\mu m$, $2,0\mu m$, $1,6\mu m$, $1,2\mu m$ et de $1,0\mu m$ ont été réalisés, ce qui correspond à des largeurs de doigts de $800nm$ à $250nm$. L'ouverture des transducteurs interdigités

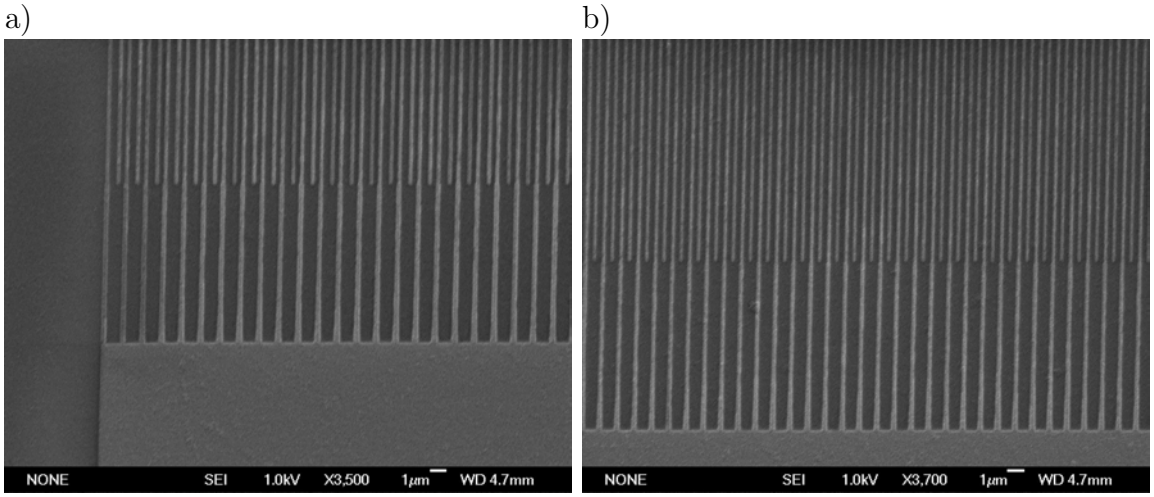


FIG. 3.23 – Images MEB de dispositifs à ondes acoustiques de surface de longueurs d'ondes $1,2\mu m$ (a) et $1,0\mu m$ (b) réalisés sur AlN/diamant.

est de $90\mu m$ et la taille du gap est de $20\mu m$. Chaque transducteur interdigité comporte 50 paires de doigts, sauf pour les structures à $1,2\mu m$ et de $1,0\mu m$, où l'ouverture est de $80\mu m$ et chaque transducteur est constitué de 75 paires de doigts. Nous avons augmenté le nombre de doigts pour les dispositifs de très faibles longueurs d'onde par précaution pour obtenir un signal électrique mesurable. Les valeurs théoriques des vitesses de propagation et des facteurs de couplage électromécanique des différents modes sont données dans le tableau 3.5.

λ	kh_{AlN}	Mode 0		Mode 1		Mode 2	
		K^2_{M0}	v_{M0}	K^2_{M1}	v_{M1}	K^2_{M2}	v_{M2}
μm	-	%	m/s	%	m/s	%	m/s
1,0	6,28	0,247	5670	0,701	7906	0,300	9544
1,2	5,24	0,195	5753	1,023	8499	0,313	10032
1,6	3,93	0,090	6012	1,318	9159	0,288	10775
2,0	3,14	0,028	6366	1,357	9458	0,106	11303
2,4	2,62	0,006	7033	1,350	9792	0,006	11976
2,8	2,24	0,005	7355	1,323	9958	0,002	12246
3,2	1,96	0,013	7727	1,250	10194	0	12529

TAB. 3.5 – Vitesses de propagation et facteurs de couplage électromécanique théoriques des différents dispositifs à ondes acoustiques de surface réalisés en fonction de leur kh_{AlN}.

Les réponses fréquentielles de deux dispositifs à ondes acoustiques de surface de longueurs d'ondes respectives de $2,8\mu m$ et de $2,4\mu m$ sont donnés à la figure 3.24. Ils ont été réalisés sur une structure multicouche AlN/diamant avec une épaisseur de nitrure d'aluminium de $1\mu m$. La fréquence centrale de la structure à $2,8\mu m$ se situe à $f_0 = 3,3849GHz$. On peut donc directement déterminer la vitesse correspondante à l'aide de l'équation 3.1.

La vitesse calculée est de $v_0 = 9478m/s$. En utilisant le tableau 3.5, on peut identifier le mode correspondant à ce pic ; il s'agit de la fondamentale du mode 1 (M1H1). Le kh_{AlN} vaut $2,24$ dans ce cas. Pour cette structure, on ne peut observer que le mode 1 ($K^2_{M1} = 1,32\%$), car les coefficients de couplage électromécanique sont quasi nuls pour les deux autres modes ($K^2_{M0} = 0,005\%$ et $K^2_{M2} = 0,002\%$). La différence entre la vitesse mesurée et la vitesse obtenue par simulation numérique est de $4,8\%$, ce qui est du même ordre de grandeur que les tolérances géométriques lors de la réalisation des transducteurs interdigités. Cette différence peut également s'expliquer par les valeurs des constantes utilisées pour réaliser la simulation sachant que les valeurs des constantes élastiques du diamant à la face de nucléation ne sont pas identiques à celle de la face de croissance.

a) b)

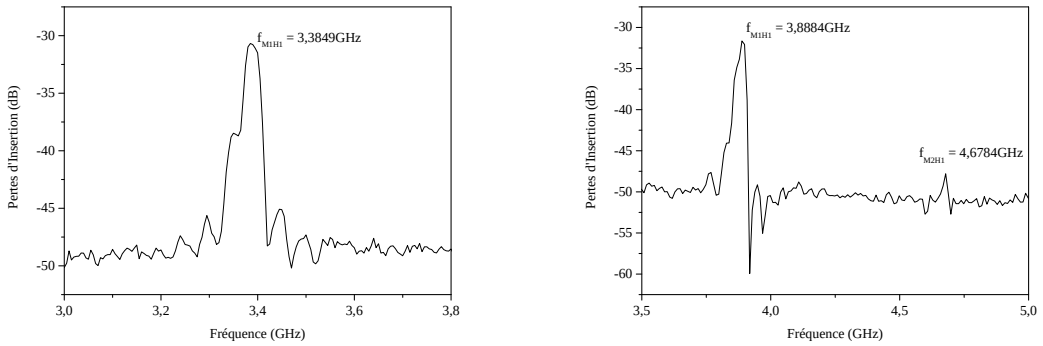


FIG. 3.24 – Réponses fréquentielles de filtres électrique de longueur d'onde respectives $2,8\mu m$ (a) et $2,4\mu m$ (b) réalisés sur AlN/diamant.

Dans le cas de la structure à $2,4\mu m$, on observe deux pics, situés à $f_0 = 3,8884GHz$ et $f_1 = 4,6784GHz$. Les vitesses correspondantes sont de $v_0 = 9332m/s$ et $v_1 = 11228m/s$. A l'aide du tableau 3.5, on peut déduire que les deux pics correspondent à des ondes des modes 1 et 2 respectivement. L'intensité du premier pic est plus importante que celle du pic 2, car le facteur de couplage électromécanique du mode 1 ($K^2_{M1} = 1,35\%$) est beaucoup plus important que celui du mode 2 ($K_{M2} = 0,006$). L'explication des différences entre les valeurs des vitesses calculées et mesurées reste la même que précédemment.

Dans les deux cas (structures à $2,8\mu m$ et à $2,4\mu m$), on a des taux de réjection d'environ $15dB$ et des pertes d'insertion d'environ $30dB$, sachant qu'il n'y a eu aucune optimisation de la géométrie des transducteurs interdigités lors de leur conception afin d'optimiser les pertes d'insertion et/ou le taux de réjection. En effet, nous n'avons pas étudié, lors de ce travail de thèse, les effets des transducteurs unidirectionnels sur les réponses fréquentielles obtenues.

La réponse fréquentielle d'un dispositif à ondes acoustiques de surface de longueur d'onde de $2,0\mu m$ est donné à la figure 3.25. Il a été réalisé sur une structure multicouche AlN/diamant avec une épaisseur de nitrure d'aluminium de $1\mu m$. On peut clairement

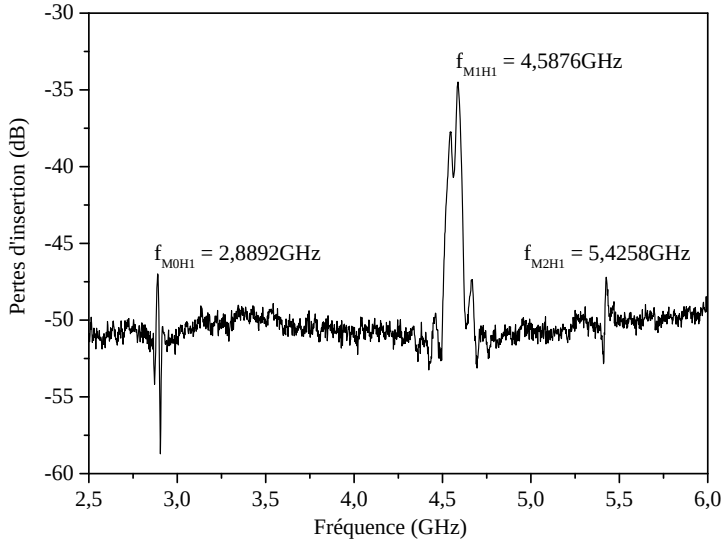


FIG. 3.25 – Réponse fréquentielle d'un dispositif à ondes acoustiques de surface de longueur d'onde $2,0\mu m$.

discerner trois pic, situés à des fréquences de $f_{M0H1} = 2,8892GHz$, $f_{M1H1} = 4,5876GHz$ et $f_{M2H1} = 5,4258GHz$. Les vitesses calculées sont de $v_{M0H1} = 5778m/s$, $v_{M1H1} = 9175m/s$ et $v_{M2H1} = 10852m/s$. En utilisant le tableau 3.5, on peut conclure qu'on est en présence des trois modes, chaque pic correspondant à un mode. Le pic du mode 1 ($K^2_{M1} = 1,357\%$) est beaucoup plus important que ceux des deux autres modes ($K^2_{M0} = 0,028\%$ et $K^2_{M2} = 0,106\%$), mais on s'était plutôt attendu à voir que le pic du mode 2 serait plus important que celui du mode 0. La présence des réponses des modes 0 et 2 n'a pas pu être expliquée.

La réponse fréquentielle d'un dispositif à ondes acoustiques de surface de longueur d'onde de $1,2\mu m$ est donné à la figure 3.26. Il a été réalisé sur une structure multicouche AlN/diamant avec une épaisseur de nitrure d'aluminium de $1\mu m$. On peut distinguer deux pics, situés à des fréquences de $f_{M1H1} = 6,6563GHz$ et $f_{M2H1} = 7,7351GHz$. Les vitesses calculées correspondantes sont de $v_{M1H1} = 7988m/s$ et $v_{M2H1} = 9282m/s$. En utilisant le tableau 3.5, on peut conclure qu'on est en présence des modes 1 et 2. Le kh_{AlN} vaut $5,24$ dans ce cas de figure. Le pic du mode 1 ($K^2_{M1} = 1,023\%$) est beaucoup plus important que celui du mode 2 $K^2_{M2} = 0,313\%$).

La réponse fréquentielle d'un dispositif à ondes acoustiques de surface de longueur d'onde de $1,0\mu m$ est donné à la figure 3.27. On distingue deux pics, situés à $f_{M1H1} = 7,4179GHz$ et $f_{M2H1} = 8,6486GHz$. Les vitesses correspondantes calculées sont de $v_{M1H1} = 7418m/s$ et $v_{M2H1} = 8649m/s$. En utilisant le tableau 3.5, on identifie les modes 1 et 2. Bien que les facteurs de couplage des modes 0 et 2 sont similaires et ne

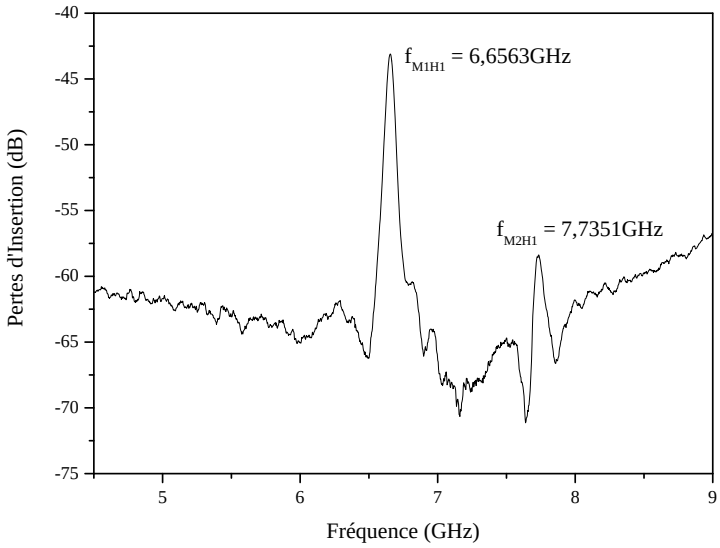


FIG. 3.26 – Réponse fréquentielle d'un dispositif à ondes acoustiques de surface de longueur d'onde $1,2\mu m$.

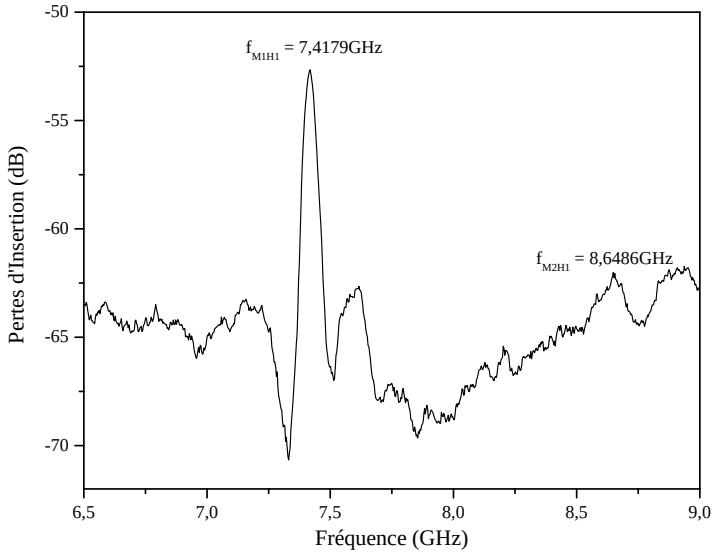


FIG. 3.27 – Réponse fréquentielle d'un dispositif à ondes acoustiques de surface de longueur d'onde $1,0\mu m$.

valent qu'environ la moitié de celui du mode 1 ($K^2_{M1} = 0,701\%$), nous n'avons pas pu trouver de pic correspondant au mode 0.

Nous pouvons faire deux observations, basées sur les résultats illustrés à la figure 3.27. Premièrement, les vitesses assez faibles déterminées pour le dispositif de longueur d'onde

$1,0\mu m$ s'expliquent par le fait que la profondeur de pénétration de l'onde de surface générée est du même ordre de grandeur que la longueur d'onde elle-même. Comme nous avons déposé une couche de nitrure d'aluminium d'une épaisseur de $1,0\mu m$, la plus grande partie de l'énergie de l'onde est confinée dans la couche de nitrure d'aluminium. Si l'on augmente la longueur d'onde, tout en gardant l'épaisseur de la couche de nitrure d'aluminium constante à $1,0\mu m$, les vitesses de phase observées sont beaucoup plus importantes. En comparant des dispositifs de longueurs d'ondes respectives de $1,0\mu m$ et de $2,0\mu m$, les vitesses de phase des modes 1 et 2 pour la structure à $1\mu m$, $v_{M1H1(1,0\mu m)} = 7418m/s$ et $v_{M2H1(1,0\mu m)} = 8649m/s$, augmentent à $v_{M1H1(2,0\mu m)} = 9175m/s$ et $v_{M2H1(2,0\mu m)} = 10852m/s$ pour la structure à $2,0\mu m$.

Deuxièmement, nous n'avons pas pu trouver de pic correspondant au mode 0, alors que nous devrions pouvoir l'observer, compte tenu des valeurs théoriques du facteur de couplage électromécanique du mode 0 pour un kh_{AlN} de $6,28$. L'absence de ce mode peut s'expliquer par la faible valeur du coefficient de couplage électromécanique [33] et l'augmentation des pertes de propagation à très haute fréquence, ce qui entraîne une réduction du rapport signal-sur-bruit. Ceci permet également d'expliquer les performances réduites, en termes de pertes d'insertion et de taux de réjection, du dispositif à $1,0\mu m$ de longueur d'onde par rapport au dispositif à $2,0\mu m$ de longueur d'onde. La comparaison de ces valeurs est donnée au tableau 3.6 pour le mode 1.

λ	**Pertes d'insertion**	**Taux de réjection**
μm	dB	dB
1,0	-53	15
2,0	-33	17

TAB. 3.6 – Comparaison des pertes d'insertion et des taux de réjection des dispositifs réalisés de longueurs d'ondes de $1,0\mu m$ et de $2,0\mu m$ du mode 1.

Le tableau 3.7 résume toutes les valeurs des fréquences et des vitesses correspondantes mesurés en fonction de la longueur d'onde des différents dispositifs réalisés sur AlN/diamant.

Les vitesses de phase déterminées expérimentalement sont représentées à la figure 3.28 (points, carrés et triangles) et superposées aux valeurs théoriques obtenues par simulation. On remarque que les valeurs expérimentales obtenues concordent bien avec les valeurs théoriques.

Concernant les performances électriques des dispositifs réalisés, nous constatons que les pertes d'insertion sont relativement élevées. La première raison en est que les pertes acoustiques de propagation sont causées par la faible rugosité des transducteurs interdigités. A haute résolution, le procédé de réalisation combinant le lithographie électronique avec le lift-off, donne lieu à des transducteurs interdigités de faible rugosité (quelques Å),

λ	kh_{AlN}	Mode 0		Mode 1		Mode 2	
		f_{M0H1}	v_{M0}	f_{M1H1}	v_{M1}	f_{M2H1}	v_{M2}
μm	-	GHz	m/s	GHz	m/s	GHz	m/s
1,0	6,28	-	-	7,4179	7418	8,6486	8649
1,2	5,24	-	-	6,6563	7988	7,7351	9282
1,6	3,93	-	-	-	-	-	-
2,0	3,14	2,8892	5778	4,5876	9175	5,4258	10852
2,4	2,62	-	-	3,8884	9332	4,6784	11228
2,8	2,24	-	-	3,3849	9478	-	-
3,2	1,96	-	-	-	-	-	-

TAB. 3.7 – Fréquences centrales et vitesses de propagation mesurées des différents dispositifs à ondes acoustiques de surface réalisés en fonction de leur kh_{AlN}.

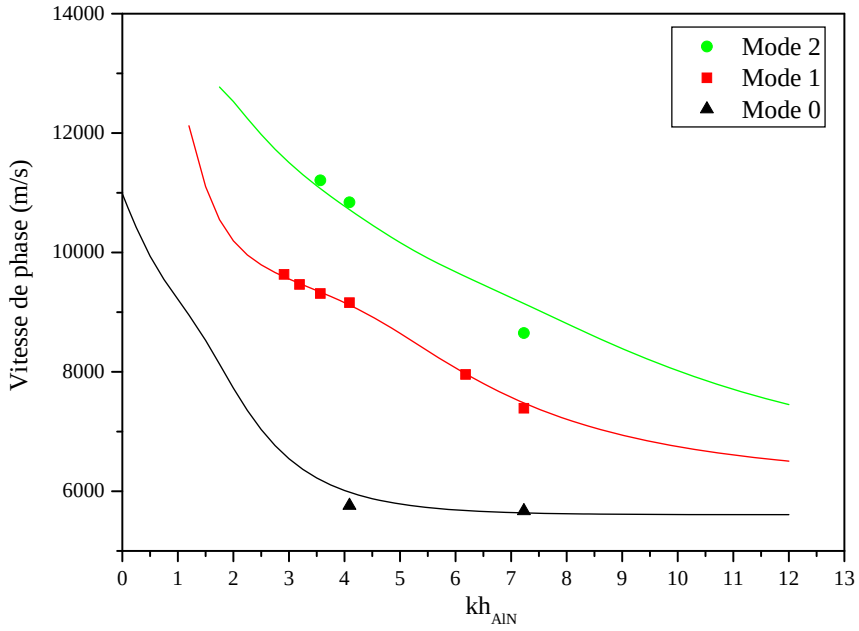


FIG. 3.28 – Vitesse de phase des trois premiers modes de la structure multicouche AlN/diamant en fonction de l'épaisseur normalisée $kh_{AlN} = 2 \cdot \pi h_{AlN}/\lambda$. Les courbes continues représentent les valeurs théoriques des vitesses de phase obtenues par simulation numérique, les différents points, carrés et triangles correspondent aux valeurs des vitesses de phase mesurées et calculées à partir de dispositifs réalisés.

mais aux fréquences où l'on travaille, cette rugosité introduit une faible diffusion, ce qui nuit légèrement à la qualité de la réponse fréquentielle. La seconde raison réside dans le fait qu'aucun dessin spécifique des transducteurs interdigités n'a été fait pour minimiser les pertes d'insertion. En fait, nous nous sommes attendus à des pertes d'insertion relativement élevées.

3.3.7 Caractérisation des dispositifs : K^2 et TCF

3.3.7.1 Le facteur de couplage électromécanique K^2

Les dispositifs à ondes acoustiques de surface ont également été caractérisés en termes de coefficient de couplage électromécanique et en stabilité en température. Le facteur de couplage électromécanique de la structure multicouche a été déterminé à l'aide des données issues de la mesure du paramètre S_{11} (mesure en réflexion) des dispositifs de différentes longueurs d'onde. Les mesures on été basées sur la caractérisation du pic du mode 1. L'équation utilisée pour calculer le facteur de couplage électromécanique dans chaque cas est dérivée du modèle équivalent de Smith [42, 43] :

$$K^2 = \frac{G(f_0)}{8 \cdot f_0 \cdot C_T \cdot N^2} = \frac{\pi}{4N} \cdot \frac{G(f_0)}{B(f_0)} \tag{3.6}$$

Le facteur de couplage électromécanique peut donc se calculer à partir de la conductance $G(f_0)$ et de la susceptance $B(f_0)$ de radiation mesurées à l'aide d'un analyseur de réseau en mode diagramme de Smith à la fréquence centrale f_0, de la capacitance C_T entre les doigts des transducteurs interdigités et à partir de N, N étant le nombre de paires de doigts des transducteurs interdigités. Les valeurs de K^2 mesurés, en se basant sur le pic du mode 1, sont donnés dans le tableau 3.8.

λ	kh_{AlN}	Mode 1				
		f_{M1H1}	G(f)	B(f)	C	K^2
μm	-	GHz	mS	mS	pF	%
1,0	6,28	-	-	-	-	-
1,2	5,24	6,608	2,57	-5,92	4	-
1,6	3,93	-	-	-	-	-
2,0	3,14	4,556	29,3	37,7	1,31	1,22
2,4	2,61	3,886	17,7	30,4	0,726	0,91
2,8	2,24	3,378	1,44	21,54	1,02	0,1
3,2	1,96	3,028	6,74	20,31	1,07	0,52

TAB. 3.8 – Fréquences centrales et vitesses de propagation mesurées des différents dispositifs à ondes acoustiques de surface réalisés en fonction de leur kh_{AlN}.

Les mesures de K^2 pour le mode 2 n'ont été que possibles pour deux longueurs d'onde, car soit le mode 2 n'était pas présent, soit le signal était trop faible pour avoir un résultat fiable.

Les valeurs de K^2 calculées sont représentées à la figure 3.29 (points noirs) et superposées aux valeurs théoriques obtenues par simulation numérique (courbe continue rouge). Concernant les valeurs expérimentales, on constate que le facteur de couplage électromécanique K^2 augmente quand la longueur d'onde diminue et tend à se stabiliser à une valeur de kh de 3, ce qui correspond à une longueur d'onde de $2\mu m$ (avec une épaisseur de

nitrure d'aluminium de $1\mu m$). La tendance du K^2 mesuré concorde relativement bien avec les valeurs théoriques obtenues par simulation. Cela signifie qu'il faut viser une épaisseur normalisée de $kh = 3$ pour réaliser des dispositifs à ondes acoustiques de surface aux performances électriques optimales.

La différence entre les valeurs théoriques et les valeurs expérimentales du K^2 peut s'expliquer par le fait que dans les calculs théoriques, nous ne tenons pas compte de l'effet de masse de l'épaisseur d'aluminium des transducteurs interdigités. Dans l'approche expérimentale, cet effet est observé et la valeur plus élevée du K^2 est due, entre autres, au réseau de doigts des transducteurs interdigités, qui se comporte comme un résonateur.

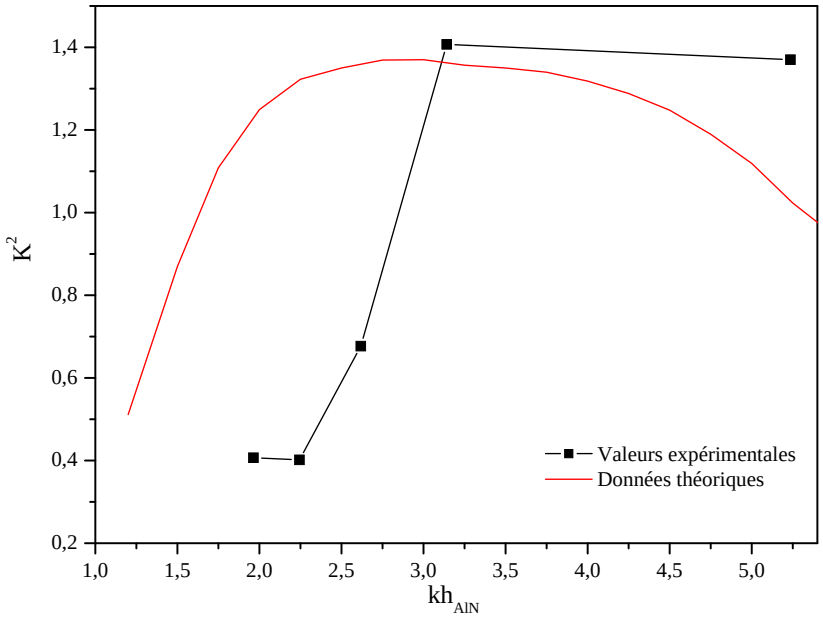


FIG. 3.29 – Dispersion du K^2. Représentation du coefficient de couplage électromécanique mesuré et calculé du mode 1 en fonction de l'épaisseur normalisée kh_{AlN}. La courbe continue en rouge donné les valeurs simulées du coefficient de couplage électromécanique du mode 1 pour la structure multicouche AlN/diamant.

3.3.7.2 Le coefficient de température-fréquence (TCF)

Nous avons également réalisé des mesures du coefficient de fréquence-température (TCF, temperature coefficient of frequency), qui exprime la variation de la fréquence en fonction de la variation de la température. Nous avons mesuré la fréquence pour une phase donnée pour le dispositif de longueur d'onde de $2\mu m$ entre $20°C$ et $80°C$ afin de pouvoir déterminer le TCF. Le résultat est illustré à la figure 3.30. Le TCF mesuré est de $-15ppm/°C$. Cette valeur relativement faible permet l'utilisation d'un tel filtre en tant

que filtre électrique. Lorsqu'un tel filtre est utilisé à une fréquence de travail de $5GHz$, une augmentation de la température de $20°C$ entraînera une baisse de la fréquence de $1,5MHz$, ce qui équivaut à $0,03\%$. Ce dispositif n'est pas adapté pour faire un capteur de température car la variation de fréquence sur le domaine de mesure est trop faible.

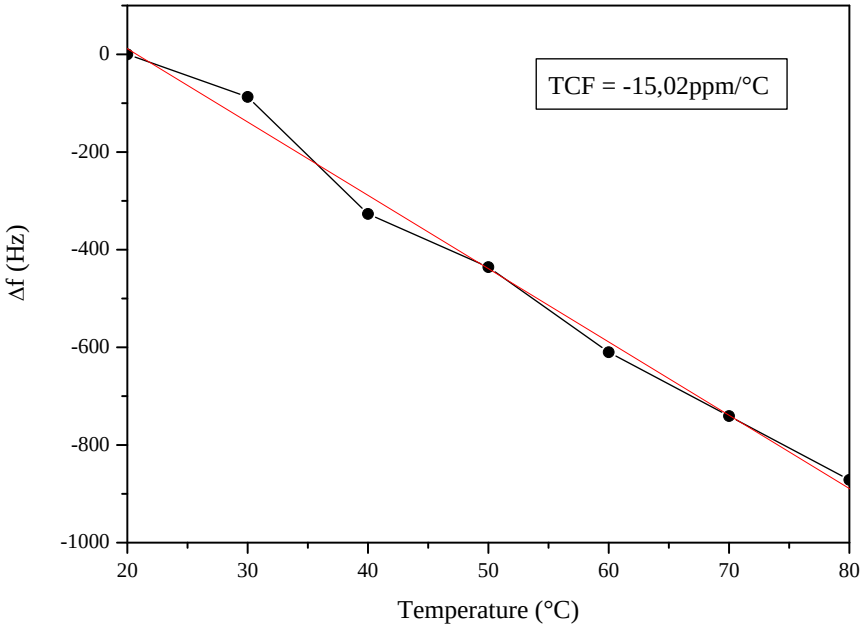


FIG. 3.30 – Variation de éa fréquence en fonction de la température d'un dispositif à ondes acoustiques de surface de longueur d'onde $2,0\mu m$.

Concernant la stabilité en température des dispositifs réalisés, des mesures de TCF ont été effectuées sur des dispositifs de différentes longueurs d'ondes, ce qui permet de tracer la variation du TCF en fonction de l'épaisseur normalisée (dispersion du TCF), sachant que l'épaisseur de nitrure d'aluminium est de $1\mu m$ pour chaque dispositif. Nous avons réalisé ces mesures dans la gamme de températures allant de $20°C$ à $80°C$, et nous avons calculé le coefficient de fréquence-température. La figure 3.31 donne la représentation graphique du coefficient de fréquence-température en fonction de l'épaisseur normalisée. Il est essentiel d'avoir de faibles valeurs de TCF pour pouvoir réaliser des dispositifs stables en température pouvant travailler dans des gammes de température étendues. A titre de comparaison, le TCF du niobate de lithium $41°YX$ vaut environ $50ppm/°C$. Le TCF augmente de $-21ppm/°C$ et $-9ppm/°C$ pour de valeurs de kh entre 2 et 3. En diminuant la longueur d'onde, à épaisseur h constante, la profondeur de pénétration de l'onde acoustique dans le matériau diminue et l'onde est plus confinée dans le nitrure d'aluminium. Il s'en suit également que le TCF du nitrure d'aluminium va dominer le TCF de la structure multicouche AlN/diamant, sachant que le TCF du nitrure d'aluminium est positif [44] et le TCF du diamant est négatif [45, 46]. Nous devrions donc avoir une

augmentation du TCF vers la valeur 0. Cependant, pour des valeurs de kh allant de 3 à 5,24, le TCF mesuré diminue de $-9ppm/°C$ à $-20ppm/°C$, ce qui est très surprenant car le TCF du nitrure d'aluminium et du diamant sont de signes opposés. En fait, on s'attend à une augmentation du TCF jusqu'à zéro en augmentant le kh. C'est un comportement très surprenant. Nous aimerions signaler qu'à nos connaissances, il n'existe aucune étude concernant la dispersion du TCF dans la structure multicouche AlN/diamant. Ceci est probablement dû au manque de valeurs précises des constantes élastiques de température des couches minces de nitrure d'aluminium du troisième ordre. Nous avons aussi relevé certaines contradictions dans la littérature ; nous avons pu trouver des valeurs de TCF positives [44] et négatives [47, 48] pour les couches minces de nitrure d'aluminium. Donc actuellement, le comportement du TCF des dispositifs à ondes acoustiques de surface à très haute fréquence réalisés sur AlN/diamant reste relativement peu clair.

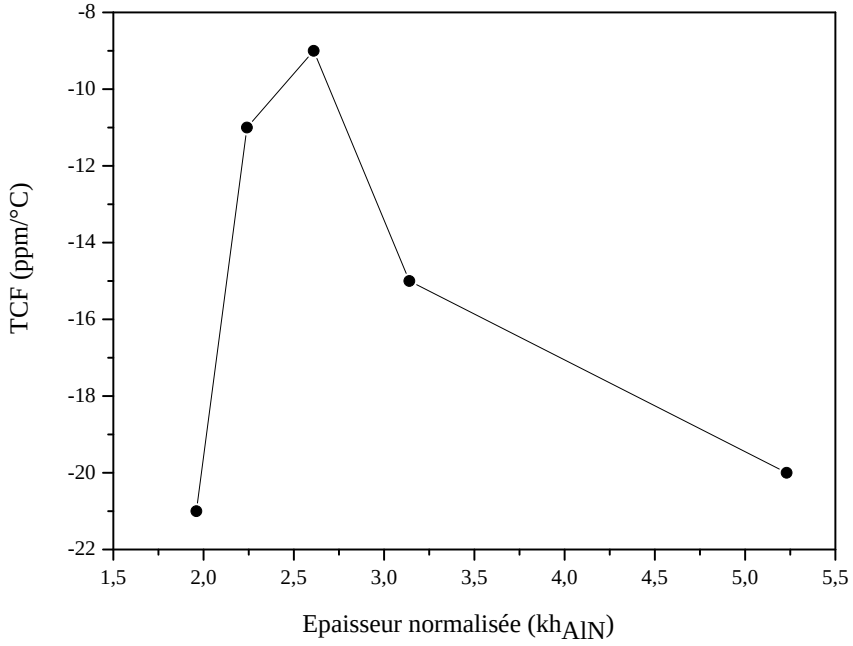


FIG. 3.31 – Courbe expérimentale de dispersion du TCF.

On est donc dans la situation favorable d'avoir un TCF faible pour environ les mêmes valeurs de kh_{AlN} où le couplage électromécanique du mode 1 est le plus fort (figure 3.29). De plus, les vitesses de propagation sont toujours assez élevées dans cette gamme de kh_{AlN} pour pouvoir réaliser des filtres électriques pour la bande X.

On peut également dire qu'il est possible de minimiser le TCF pour une fréquence de travail donnée d'un filtre en adaptant l'épaisseur de la couche de nitrure d'aluminium à la longueur d'onde fixée par les transducteurs interdigités afin de réaliser un kh_{AlN} aux alentours de 3. Les trois paramètres principaux qui régissent le bon fonctionnement

des dispositifs à ondes acoustiques de surface sont les vitesses de phase v_p, le facteur de couplage électromécanique K^2 et le coefficient de température-fréquence TCF. L'idée est d'obtenir toujours le meilleur compromis entre ces trois paramètres.

3.4 Discussion

Nous avons pu développer un procédé de réalisation pour réaliser des transducteurs interdigités de résolution submicronique, c'est-à-dire dont la largeur des doigts des transducteurs interdigités se situe entre $250nm$ et $800nm$. Ce procédé, utilisant la lithographie électronique, à été optimisé afin de supprimer les difficultés rencontrées lors des expositions en lithographie électronique, et, plus particulièrement lors des expositions sur des matériaux électriquement très résistifs comme le tantalate de lithium, le niobate de lithium ou encore le nitrure d'aluminium. Ces problèmes sont les effets de proximité et la déflexion du faisceau à cause des accumulations de charges locales. Ils ont été résolus en grande partie.

Les effets de proximité peuvent être minimisés au point où ils ne causent plus de problèmes en ajustant judicieusement les doses d'exposition en fonction de la taille, de la géométrie et de la densité des structures à exposer. Travaillant avec des doses d'exposition entre $100\mu C/cm^2$ et $360\mu C/cm^2$, il a fallu trouver les bonnes plages de doses sachant que pour une structure donnée, la plage peut être limitée à $10\mu C/cm^2$. Cela rend la mise au point de l'ensemble du procédé très difficile sachant qu'il y a nombre d'autres paramètres mal ou peu contrôlés intervenant au cours du procédé de réalisation d'un dispositif à ondes acoustiques de surface.

Deux procédés ont été mis au point pour éliminer le problème d'accumulation de charges à la surface de l'échantillon lors de l'exposition. Le premier procédé utilise une couche de $10nm$ d'aluminium déposée à la surface de l'échantillon et en dessous de la bicouche de résine électrosensible. Le deuxième procédé utilise une couche de $10nm$ d'or déposée à la surface de la bicouche de résine. Les résultats obtenus après l'exposition sont comparables, mais le deuxième procédé présente certains autres avantages pratiques quant aux autres étapes de réalisation des dispositifs. C'est pourquoi le deuxième procédé a été finalement retenu.

A l'aide des procédés développés, nous avons pu réaliser des filtres électriques passe-bande à base d'ondes acoustiques de surface sur des substrats massifs ($LiTaO_3$ et $LiNbO_3$) et des structures multicouches (AlN/diamant). Les dispositifs obtenus sur matériaux massifs ont des longueurs d'ondes de $1\mu m$ à $3,2\mu m$ et travaillent à des fréquences entre $1,285GHz$ et $4,9054GHz$. Pour certains dispositifs, nous avons pu trouver à la fois des ondes de Rayleigh, des ondes Leaky, des ondes PSAW et des harmoniques. Les résultats obtenus concordent bien avec les valeurs théoriques trouvées dans la littérature.

Nous avons également pu réaliser des filtres électriques passe-bande à base d'ondes acoustiques de surface sur des substrats multicouches nitrure d'aluminium sur diamant autoporté. L'avantage de cette structure multicouche sont le facteur de couplage électromécanique élevé et une vitesse de propagation du son dans la structure multicouche également très élevée. En appliquant et en adaptant le procédé de réalisation développé

pour les matériaux massifs, nous avons pu réaliser des dispositifs travaillant à des fréquences allant jusqu'à $8,6486GHz$.

Nous avons caractérisé les différents dispositifs réalisés en fréquence, en termes de facteur de couplage électromécanique et en stabilité en température. La caractérisation en fréquence a donné des résultats concordant bien avec les valeurs théoriques. Nous avons très bien pu observer la baisse de la vitesse de phase en fonction de la profondeur de pénétration de l'onde dans le substrat multicouche AlN/diamant. Comme nous n'avons utilisé que des couches de nitrure d'aluminium d'épaisseur $1\mu m$, nous avons diminué la profondeur de pénétration de l'onde de surface tout en diminuant la longueur d'onde de l'onde de surface sachant que la profondeur de pénétration équivaut à peu près à la longueur d'onde. Si la propagation de l'onde se fait de plus en plus dans le nitrure d'aluminium, ce qui est le cas pour des épaisseurs normalisées croissantes, la vitesse de phase tend de plus en plus vers celle du nitrure d'aluminium.

La mesure du facteur de couplage électromécanique a permis de retrouver l'ordre de grandeur des valeurs théoriques, de même que l'allure de la courbe théorique en fonction du kh avec des différences qui peuvent s'expliquer par la méthode de mesure utilisée et le design non-optimisé des transducteurs pour ce type de mesures.

La mesure de la stabilité en température a donné des résultats intéressants. Les coefficients de température-fréquence du nitrure d'aluminium et du diamant étant de signes opposés, on se serait attendu a trouver une variation du coefficient de température - fréquence monotone de la structure multicouche AlN/diamant. En augmentant le kh, on se serait attendu à trouver un point où le TCF était nul, point qui dépend évidemment de la profondeur de pénétration de l'onde de surface dans les substrats multicouches, et c'est donc le TCF du matériau dans lequel l'onde se propage en partie majoritaire qui aurait l'influence majoritaire sur le TCF global de la structure. Or, nous avons observé qu'au-delà d'une valeur de kh de 3, le TCF de la structure AlN/diamant diminuait de nouveau, la courbe de TCF ayant donc un maximum autour d'un kh de 3. Les mesures du TCF du nitrure d'aluminium trouvées dans la littérature sont d'ailleurs contradictoires, car on trouve aussi bien des valeurs positives que négatives pour le TCF du nitrure d'aluminium. Ce comportement inattendu et quasi-parabolique du TCF mériterait une étude plus approfondie. Nous ne pouvons donc pas donner d'explication du phénomène observé, car, d'après nos connaissances, il n'existe pas d'étude ayant été faite sur la stabilité en température de dispositifs à ondes acoustiques de surface à très haute fréquence réalisés sur des substrats multicouches de nitrure d'aluminium déposé sur du diamant polycristallin autoporté.

Bibliographie

[1] J. Ingino, G. Owen, C.N. Berglung, R. Browning, and R.F.W. Pease. Workpiece charging in electron beam lithography. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 12(3) :1367–1371, 1994.

[2] T. Palacios, F. Calle, E. Monroy, and E. Munoz. Submicron technology for III-nitride semiconductors. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 20(5) :2071–2074, 2002.

[3] P. Rai-Choudhury, editor. *Handbook of Microlithography, Micromachining and Microfabrication*. SPIE, London, edition, 1997.

[4] H. Hatakeyama, T. Omori, K. Hashimoto, and M. Yamaguchi. Fabrication of SAW Devices Using SEM-Based Electorn Beam Lithography and Lift-off Technique for Lab Use. In *IEEE Ultrason. Symp.*, pages 1896–1900, 2004.

[5] S. Jen and R. Bobkowski. Black Lithium Niobate SAW Device Fabrication and Performance Evaluation. In *IEEE Ultrason. Symp.*, 2000.

[6] The Roditi International Corporation Ltd. www.roditi.com.

[7] K. Vetelino, P. Welsh, M. Aguirre, and B. Abbott. RF-SAW filters on pyro-suppressed wafers. In *IEEE Ultrason. Symp.*, pages 449–452. Sawtek Inc., 2004.

[8] Silicon Light Machines. www.siliconlight.com.

[9] F.S. Hickernell. The experimental SAW propagation characteristics of $LiNbO_3$ and $LiTaO_3$ with free and metallized surfaces. In *Proc. International Symposium on the Applications of Ferroelectrics*, pages 105–108, 2001.

[10] K. Yamanouchi and M. Takeuchi. Applications for piezoelectric leaky surface waves. In *IEEE Ultrason. Symp.*, volume 1, pages 11–18, 1990.

[11] C.K. Campbell. Obtaining the fundamental and harmonic radiation conductances of a reflective SAW interdigital transducer. In *Proc. Ultranson. Symp.*, pages 169–173, 1998.

[12] H.M. Liaw and F.S. Hickernell. The characterization of sputtered polycristalline aluminum nitride on silicon by surface acoustic wave measurements. *IEEE Trans. Ultras. Ferro. Freq. Contr.*, 42 :404–409, 1995.

[13] V.L. Zhang, M.H. Kuok, H.S. Lim, and S.C. Ng. Determination of $LiTaO_3$ acoustic physical constants at hypersonic frequencies from bulk and surface wave velocities. *J. Phys. : Condens. Matter*, 14 :545–553, 2002.

[14] S. Jen and C.S. Hartmann. Laser Probe Investigation of Leaky Surface Waves on 41°and 64°$LiNbO_3$. In *IEEE Ultrason. Symp.*, pages 293–296, 1994.

[15] H. Nakahata, H. Kitabayashi, T. Uemura, A. Hachigo, K. Higaki, S. Fujii, Y. Seki, K. Yoshida, and S. Shikata. Study on Surface Acoustic Wave Characteristics of SiO_2/Interdigital-Transduce/ZnO/Diamond Structure and Fabrication of 2.5 GHz Narrow band Filter. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 37(5B) :2918–2922, 1998.

[16] M. Kadota and M. Minakata. Piezoelectric Properties of ZnO Films oon a Spphire Substrate Deposited by an RF-Magnetron-Mode ECR Sputtering System. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 37(5B) :2923–2926, 1998.

[17] J. Meinschien, J. Behme, F. Falk, and H. Stafast. Smooth and oriented AlN thin films deposited by laser ablation and their application for SAW devices. *Appl. Phys., A*, 69(7) :683–686, 1999.

[18] K. Yamanouchi, N. Sakurai, and T. Satoh. SAW Propagation Characteristics and Fabrication Technology of Piezoelectric Thin Film/Diamond Structure. In *Proc. Ultrason. Symp.*, pages 351–354, 1989.

[19] M.B. Assouar. *Etude de dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW) à structure multicouche nitrure d'aluminium / diamant : croissance de matériaux en couches minces et technologie de réalisation*. PhD thesis, Université Henri Poincaré, Nancy I, 2001.

[20] Z. Hadjoub, I. Beldi, M. Bouloudnine, A. Gacem, and A. Doghmane. Thin film loading effects on Sax velocity dispersion curves. *Electron. Lett.*, 34(3) :313–315, 1998.

[21] M. Seal. Applications exploiting the extreme properties of diamonds. *Mater. Sci. Eng., B*, 11(1-4) :167–171, 1992.

[22] IUIL. Summerschool Entreprenneurship 2006, Trier, 2006. Communication orale lors du séminaire de la part de Paul Chambers, ATOZ.

[23] K.E. Goodson, O.W. Käding, M. Rösner, and R. Zachai. Thermal conduction normal to diamond-silicon boundaries. *Appl. Phys. Lett.*, 66(23) :3134–3136, 1995.

[24] F.P. Bundy. The P,T Phase and Reaction diagram for elemental Carbon. *J. Geophys. Res.*, 85(B12) :6930, 1979.

[25] W.G. Eversole. U.S. Patents 3 030 287 and 3 030 188, 1962.

[26] J.C. Angus, H.A. Will, and W.S. Stanko. Growth of diamond seed crystals by vapor deposition. *J. Appl. Phys.*, 39(6) :2915–2922, 1968.

[27] E. Vietzke, V. Philipps, K. Flaskamp, J. Winter, and S. Vepreck. The reaction of H with a-C : H, a-C/B : H and diamond films. In *Proceedings of the 10th International Symposium on Plasma Chemistry*, 1991.

[28] B. Dischler and C. Wild. *Low-Pressure Synthetic Diamond, Manufacturing and Applications*. Springer, 1998.

[29] M. Kamo, Y. Sato, S. Matsumoto, and N. Setaka. Diamond synthesis from gas phase in microwave plasma. *J. Chryst. Growth*, (62) :642–644, 1983.

[30] M.B. Assouar, F. Bénédic, O. Elmazria, M. Belmahi, R. Jimenez Riobòo, and P. Alnot. MPACVD diamond films for surface acoustic wave filters. *Diam. Realt. Mater.*, 10(3-7) :681–685, March-July 2001.

[31] V. Mortet, O. Elmazria, M. Nesladek, M.B. Assouar, G. Vanhoyland, J. D'Haen, M. D'Olieslaeger, and P. Alnot. Surface acoustic wave propagation in aluminum nitride-unpolished freestanding diamond structures. *Appl. Phys. Lett.*, 81 :1720–1722, 2002.

[32] V. Mortet, O. Elmazria, M. Nesladek, M. Elhakiki, G. Vanhoyland, J. D'Haen, M. D'Olieslaeger, and P. Alnot. Structural caracterisations of AlN/diamond structures used for SAW device applications. *Phys. Status Solidi A*, 199(1) :145–150, 2003.

[33] O. Elmazria, M. El Hakiki, V. Mortet, B. Assouar, M. Nesladek, M. Vanecek, P. Bergonzo, and P. Alnot. Effect of diamond nucleation process on propagation losses on AlN/Diamond SAW filters. *IEEE T. Ultrason. Ferr.*, 51 :1704–1709, 2004.

[34] C.C. Cheng, Y.C. Chen, R.C. Horng, H.J. Wang, W.R. Chen, and E.K. Lai. Growth of c-axis oriented aluminum nitride films on GaAs substrates by reactive rf magnetron sputtering. *J. Va. Sci. Technol., A*, 16(6) :3335–3340, 1998.

[35] H. Okano, Y. Takahasi, T. Tanaka, K. Shibata, and S. Nakano. Preparation of c-Axis Oriented AlN Thin Films by Low-Temperature Reactive Sputtering. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 31(10) :3446–3451, 1992.

[36] M.B. Assouar, M. El Hakiki, O. Elmazria, P. Alnot, and C. Tiusan. Synthesis and microstructural caracterisation of reactive RF magnetron sputtering of AlN films for surface acoustic wave filters. *Diamond Relat. Mater.*, 13 :1111–1115, 2004.

[37] J. Meinschien, F. Falk, R. Hergt, and H. Stafast. Distinct orientation of AlN thin films deposited on sapphire substrates by laser ablation. *J. Appl. Phys., A*, 70(2) :215–218, 2000.

[38] H.-C. Lee, K.Y. Lee, Y. j. Yong, j. Y. Lee, and G.-H. Kim. Effect of hydrogen addition on the preffered orientation of AlN thin films prepared by reactive sputtering. *Thin Solid FIlms*, 271(1) :50–55, 1995.

[39] M. Ishihara, S.J. Li, H. Yumoto, K. Akashi, and Y. Ide. Control of preferential orientation of AlN films prepared by reactive sputtering method. *Thins Solid Films*, 316(1) :152, 1998.

[40] M.B. Assouar. *Etude de dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW) à structure multicouche nitrure d'aluminium/diamant : Croissance de matériaux en couches minces et technologie de réalisation.* PhD thesis, Laboratoire de Physique des Milieux Ionisés et Applications, Faculté des Sciences et Techniques, Université Henri Poincaré, Vandoeuvre-lès-Nancy, 2001.

[41] C.M. Flannery and H. Kiedrowski. Effects of surface roughness on surface acoustic wave propagation in semiconductor materials. *Ultrasonics*, 40(1) :83–87, 2002.

[42] J.H. Hines and D.C. Malocha. A simple equivalent circuit parameter extraction technique. In *IEEE Ultrason. Symp.*, pages 173–177, 1993.

[43] F. Jungnickel and H.-J. Fröhlich. Determination of transducer equivalent circuit and the coupling coefficient in SAW structures. In *Acoust. Ultrason. Proc. 12th. Eur. Conf. Eurosensors*, number XII, pages 89–92, 1998.

[44] T. Shiosaki, Y. Mikamura, F. Tadeka, and A. Kawabata. High-Coupling and High-Velocity SAW Using ZnO and AlN Films on a Glass Substrate. *IEEE T. Ultrason. Ferr.*, (33) :324–330, 1986.

[45] H. Nakahata, H. Kitabayashi, S. Fujii, K. Higaki, K. Tanabe, Y. Seki, and S. Shikata. Fabrication of 2.5 GHz SAW retiming filter with $SiO_2/ZnO/Diamond$ structure. In *IEEE Ultrason. Symp.*, pages 285–288, 1996.

[46] S. Ono, K. Wasa, and S. Hayakawa. Surface-Acoustic-Wave Properties in $ZnO - SiO_2 - Si$ Layered Structure. *Wave Electron*, 3(1) :35–49, 1977.

[47] M.-A. Dubois and P. Muralt. Properties of AlN thin films for piezoelectric transducers and microwave filter applications. *Appl. Phys. Lett.*, 74 :3032–3034, 1999.

[48] K. Nakamura, H. Sasaki, and H. Shimizu. Zno/SiO_2-Diaphragm Composite Resonator on a Silicon Wafer. *Electron. Lett.*, 17(14) :507–509, 1981.

Chapitre 4

Capteurs de liquide à ondes de Love

Sommaire

4.1 Introduction 169
4.1.1 Les capteurs intégrés et leur évolution 170
4.1.1.1 Caractéristiques importantes d'un capteur 170
4.1.1.2 Les capteurs acoustiques 172
4.1.2 Les capteurs de liquide à ondes de Love 173
4.1.2.1 Les principes de détection 174
4.1.2.2 Un tour d'horizon des capteurs existants 177
4.1.3 Le fonctionnement à haute fréquence 178
4.1.4 La structure $LiTaO_3/SiO_2$ 179
4.2 Le capteur de liquide *Liquichip* 183
4.2.1 La configuration choisie : Description du système *Liquichip* . . 184
4.2.2 Le procédé de réalisation du capteur de liquide intégré 187
4.2.2.1 Réalisation des contacts électriques 187
4.2.2.2 Réalisation des transducteurs interdigités par lithographie électronique 188
4.2.2.3 Finition et éléments complémentaires 191
4.2.3 L'assemblage du système *Liquichip* 192
4.3 Caractérisation de la structure $LiTaO_3/SiO2$ 200
4.3.1 Caractérisation des modes propagatifs présents dans la structure $LiTaO_3$ / SiO_2 200
4.3.2 Caractérisation du dispositif *Liquichip* réalisé par combinaison de la lithographie optique et électronique 203
4.3.3 Comparaison de dispositifs SAW de longueur d'onde $2\mu m$ . . . 205
4.3.4 Précautions à prendre face aux résultats obtenus 206
4.4 Caractérisation des capteurs réalisés 207
4.4.1 Le banc de mesure 207
4.4.2 Les premières mesures 209
4.4.2.1 Détection de l'eau avec le capteur *Liquichip* 209
4.4.2.2 Détection de l'éthanol avec le capteur *Liquichip* . . . 210
4.4.2.3 Comparaison des détections de l'eau et de l'éthanol avec le capteur *Liquichip* 211
4.4.2.4 Détection de solutions salines avec le capteur *Liquichip* 213

4.4.3 Caractérisation du capteur de liquide *Liquichip* 214
4.4.4 L'influence de la permittivité et du rayonnement électromagnétique 218
4.4.5 Traitement des données par Transformée de Fourier Rapide (FFT) 220
4.4.5.1 Introduction à la transformée de Fourier 220
4.4.5.2 Application de la transformée de Fourier dans nos mesures 222
4.4.6 Caractérisation du capteur avec le traitement du signal 224
4.4.7 Comparaison des résultats obtenus après traitement du signal . 230
4.5 Conclusion 231

4.1 Introduction

Suite aux développements que nous avons réalisés au chapitre précédent (chapitre 3), nous avons voulu appliquer l'utilisation de dispositifs à ondes acoustiques de surface fonctionnant à très haute fréquence à un autre domaine d'application : les capteurs de liquide.

On peut dire qu'un capteur de liquide permet de déterminer ou de discriminer une ou plusieurs propriétés d'un liquide ; dans le cas le plus simple s'il y a présence de liquide ou non. Des capteurs de liquide plus évolués permettent de discriminer différents liquides tels que des solution ioniques [1] ou encore des solutions plus complexes comme du thé [2]. Des capteurs plus évolués sont même capables de discriminer les quatre goûts dits de base, c.-à-d. le sucré, le salé, l'amer et l'acide [3].

Le but que nous nous sommes fixés est de réaliser un capteur de liquide à ondes de Love fonctionnant à très haute fréquence, permettant de discriminer des liquides de nature différente. Comme un tel système n'avait encore jamais été réalisé ni tenté, à nos connaissances, nous avons essayé de concevoir un tel système en prévoyant au mieux les difficultés que nous pourrions rencontrer et en intégrant des options et des alternatives de réalisations pour remédier à ces éventuelles difficultés. Travaillant à des tailles tellement réduites, il était évident qu'il faudrait développer un système à réaliser entièrement par les procédés de fabrication de la technologie intégrée.

Dans ce chapitre, nous allons présenter brièvement les capteurs intégrés et leur évolution en donnant quelques caractéristiques importantes d'un capteur en général et un bref aperçu sur les capteurs acoustiques (section 4.1.1). Nous allons présenter ensuite le principe de fonctionnement des capteurs de liquide à ondes de Love et faire un rapide tour d'horizon des différents capteurs de liquide existants (section 4.1.2). Nous allons expliquer pourquoi nous avons opté pour un fonctionnement à très haute fréquence (section 4.1.3) de même que le choix de la structure $LiTaO_3/SiO_2$ (section 4.1.4).

Nous allons présenter la configuration choisie et expliquer le système *Liquichip* en détail (section 4.2.1) ainsi que le procédé de réalisation du coeur du capteur *Liquichip* (section 4.2.2) et l'assemblage du système complet (section 4.2.3).

Ensuite, nous présenterons les caractéristiques de la structure $LiTaO_3/SiO_2$. Nous commencerons par une vérification quant à la génération des ondes de Love dans la structure multicouche $LiTaO_3/SiO_2$ (section 4.3.1) en utilisant des transducteurs interdigités réalisés par lithographie classique optique, qui est un procédé beaucoup moins lourd que la lithographie électronique prévue. Nous avons réalisé des dispositifs à ondes de Love sur la même structure, mais en utilisant une combinaison entre la lithographie optique et électronique, vu le dessin des transducteurs interdigités (section 4.3.2), pour les comparer ensuite aux dispositifs réalisés au chapitre 3 dans le but de faire ressortir les différences au niveau de la réponse fréquentielle (section 4.3.3) afin de réaliser le système *Liquichip*

par la suite.

Nous présenterons ensuite le banc de mesure (section 4.4.1), ainsi que les résultats des premières mesures effectuées (section 4.4.2). Nous reparlerons du problème du rayonnement électromagnétique et des difficultés lors de la mesure dues à la permittivité (section 4.4.4). Une méthode pour se défaire des problèmes du rayonnement électromagnétique sera présentée à la section 4.4.5 et cette méthode sera alors appliquée aux résultats des mesures faites auparavant (section 4.4.6), pour terminer le présent chapitre avec une discussion sur le système réalisé (section 4.5).

4.1.1 Les capteurs intégrés et leur évolution

On entend généralement par capteur une structure qui permet de transformer une grandeur physique à son entrée en une autre grandeur physique, plus facilement exploitable. Comme les capteurs sont, de nos jours, presque toujours intégrés dans des systèmes de mesures automatisés, ou dans des boucles de réglage automatique, la sortie d'un capteur est le plus souvent un signal électrique. Les capteurs intégrés ont de plus l'avantage de pouvoir être fabriqués à un coût faible, il y a moyen d'intégrer en même temps un circuit électronique de traitement du signal (sur le même substrat si le capteur peut être réalisé en silicium). On ne considérera dans la suite que les capteurs qui permettent une mesure électrique du signal de sortie. On peut de surcroît faire la différence entre des capteurs actifs (auto-générateurs), dont le signal de sortie électrique est crée sans l'apport d'une source d'énergie auxiliaire, et les capteurs passifs (modulateurs), dont le signal d'entrée est transformé en un signal de sortie électrique à l'aide d'une source d'énergie. Une liste de types de capteurs intégrés non exhaustive est donnée ci-dessous :

- capteurs optiques
- capteurs de grandeurs mécaniques
- capteurs thermiques
- capteurs de débit
- capteurs magnétiques
- capteurs chimiques
- capteurs acoustiques

Ces capteurs permettent de mesurer différentes grandeurs physiques et sont basés sur des principes de fonctionnement différents, ils seront explicités plus en détails dans les paragraphes suivants en commençant par une description de quelques paramètres importants servant à caractériser des capteurs biochimiques.

4.1.1.1 Caractéristiques importantes d'un capteur

La qualité d'un capteur peut s'exprimer par différents paramètres. Dans le cas des capteurs de liquide, un bon capteur aura une bonne sélectivité, une bonne sensibilité et

une limite de détection faible par rapport à la grandeur à mesurer [4]. La grandeur physique à mesurer est encore appelée la mesurande. La **sélectivité** d'un capteur est son aptitude à mesurer la mesurande sans être perturbé par des grandeurs similaires ou comparables. Un capteur servant à mesurer la concentration des ions calcium (Ca^{+}, Ca^{2+}) p.ex., ne devra pas réagir à d'autres cations présents dans la solution à mesurer. La **sensibilité** d'un capteur est sa capacité de détecter des changements et des variations de la mesurande ; la sensibilité d'un capteur décrit donc la quantité de variation de son signal de sortie pour une quantité de variation donnée de la mesurande. La sensibilité absolue d'un capteur est donc définie par [5] :

$$S_a = \frac{\Delta\ signal\ de\ sortie}{\Delta\ variation\ de\ la\ mesurande} \tag{4.1}$$

La sensibilité relative d'un capteur est sa sensibilité absolue normalisée à la valeur de la grandeur à mesurer à l'entrée initiale, la sensibilité relative servant à comparer des capteurs ayant des principes de fonctionnement différents par rapport à un critère donné [5] :

$$S_r = \frac{1}{valeur\ initiale\ de\ la\ mesurande} S_a \tag{4.2}$$

La limite de détection (LD), encore appelée **résolution** du capteur est atteinte lorsque le signal de sortie tombe sous le multiple de trois fois le seuil du bruit du capteur, le bruit du capteur étant quantifié par la déviation standard σ_{bruit} du signal [6] :

$$LD = \frac{3\sigma_{bruit}}{S_a} \tag{4.3}$$

Lorsque la mesurande s'approche de la limite de détection, il n'est plus possible de faire des mesures quantitatives ; la seule information que le capteur peut encore fournir est la présence ou non de la mesurande. Pour des quantités environ trois fois supérieures à la mesurande, on peut commencer à faire des mesures quantitatives [6]. La limite de détection d'un capteur peut changer considérablement au cours de son temps de vie, ce qui est une conséquence du vieillissement du capteur. Des causes possibles pour un tel vieillissement sont des modifications physiques et/ou chimiques des matériaux constituant le capteur (fatigue mécanique, oxydation, abrasion, cycles de température, etc.).

La plage de fonctionnement dynamique d'un capteur est la plage pour laquelle il est utilisable. La limite inférieure de la plage d'utilisation est donnée par la limite de détection, la limite supérieure de la plage de détection par des phénomènes de saturation. Un bon capteur de liquide doit fonctionner pour des variations d'un à deux ordres de grandeurs de la mesurande.

Le **temps de réponse** d'un capteur est également un facteur important. Le temps de réponse n'est généralement pas défini de manière précise, c.-à-d. que l'on prend p.ex. l'intervalle de temps que le signal de sortie met à atteindre un pourcentage donnée (p.ex. 90%) de sa valeur finale de sortie. Ce pourcentage est purement arbitraire et est choisi de façon pragmatique comme dans la plupart des cas, le signal de sortie en fonction du temps suit une loi exponentielle croissante ou décroissante, sa valeur finale étant souvent inconnue. Les temps de réponse typiques d'un capteur de liquide sont de l'ordre de quelques secondes, mais certains capteurs ont besoin de plusieurs minutes pour atteindre leur valeur finale [7]. C'est alors que l'on préfère la notion de constante de temps, car celle-ci est définie de manière plus précise : la constante de temps d'un capteur donné correspond au temps nécessaire au signal de sortie pour atteindre environ 63% de sa valeur finale ; elle peut être déterminée à partir de l'aspect de la courbe temps-signal. Le signal de sortie en fonction du temps suit généralement une loi du type :

$$V_{out} = A(1 - e^{-kt}) \tag{4.4}$$

La constante de temps k définit l'aspect de la courbe aux instants $t_0 = 0$ et $t_k = 1/k$, à l'instant t_k, la courbe atteint la valeur de $1 - e^{-1}$ à une constante près, ceci équivaut à environ 63% de la valeur finale de sortie du capteur.

Le dernier facteur important permettant de caractériser un capteur de liquide est la **fiabilité**, qui peut être interprétée de deux façons différentes. La fiabilité d'un capteur de liquide peut être comprise comme la précision avec laquelle il permet de déterminer la mesurande. La deuxième façon de percevoir la fiabilité est simplement le temps pendant lequel le capteur travaille sans défaut et de manière fiable, dans le premier sens du terme. Ce temps de fonctionnement fiable peut être très long et dépend de la stabilité des matériaux constituants le capteur. Ainsi, un capteur biochimique qui est destiné à détecter des enzymes p.ex. n'aura qu'un temps de fonctionnement fiable de quelques jours, temps pendant lequel les agents organiques intégrés au capteur pour permettre la détection de l'enzyme en question, se dégradent. Ces problèmes de temps de vie peuvent être résolus par la fabrication en grande quantité de capteurs dont les matières premières et les procédés de fabrication sont très bon marché.

D'autres facteurs importants pour des capteurs de liquide sont leur résistance au liquide à mesurer (p.ex. acides, bases), éventuellement leur biocompatibilité, leur robustesse, leur taille, les frais de production, mais aussi leur compatibilité avec les méthodes de fabrication.

4.1.1.2 Les capteurs acoustiques

Les capteurs acoustiques ont bénéficié de la recherche et des développement qui ont été faits pour les télécommunications radiofréquences. Les éléments piézoélectriques uti-

lisés couramment dans des radars, des téléphones portables, des montres à quartz, ont été utilisés avec succès pour réaliser des capteurs [8]. Il a été découvert au cours des années cinquante qu'il est possible de réaliser des capteurs sensibles et hautement résolus en exposant des ondes acoustiques stationnaires ou en propagation à des mesurandes biochimiques ou mécaniques. Les capteurs acoustiques permettent de mesurer différentes propriétés des substances biochimiques, auxquelles ils sont exposés, respectivement qui se trouvent en solution dans le liquide. De tels capteurs permettent de mesurer p.ex. la viscosité, la densité, la présence de certaines molécules bien spécifiques, mais aussi la température et la pression. Un premier exemple de capteurs biochimiques a été étudié par King en 1964 [9], qui a étudié un cristal piézoélectrique vibrant plongé dans une solution chimique.

A l'encontre des principes de détection exposés ci-dessus utilisant des marqueurs (sections B.1, B.5 et B.6), les capteurs basés sur un principe de fonctionnement acoustique, appelé principe acoustique gravimétrique, n'a, en règle générale, pas besoin de marqueurs. Dans le domaine des capteurs biochimiques, on parle de détection gravimétrique lorsqu'on observe, par un changement de fréquence, une adsorption de masse à la surface du capteur. Ce principe a été utilisé pendant des décennies pour analyser les propriétés physico-chimiques de gazes, de liquides et même de solides. Une synthèse compréhensible des principes de détection a été donnée par Coté et al. [4].

Les capteurs acoustiques se présentent sous des configurations différentes selon le type d'onde excitée, le mode de propagation et le type de déflexion, qui ont toutes des qualités ou des désavantages pour un type de mesure donné. Nous allons détailler ces différents types de capteurs et les comparer quant à leur sensibilité, leur limite de détection et leurs autres qualités dans les limites du possible dans la suite de ce paragraphe.

Une première grande subdivision peut se faire selon le type d'onde acoustique généré : on peut avoir soit des ondes acoustiques de volume (BAW, bulk acoustic waves) ou des ondes acoustiques de surface (SAW, surface acoustic waves).

4.1.2 Les capteurs de liquide à ondes de Love

Les ondes de Love sont le type d'ondes acoustiques de surface les plus prometteuses pour réaliser des capteurs de liquide, vu leur polarisation transversale et parallèle à la surface. Les interactions entre les ondes de surface et le liquide intervenant sont l'effet de masse, le couplage visqueux et les effets acoustoélectriques. Les perturbations des ondes causées par le liquide se traduisent par des changements en fréquence et des atténuations pouvant directement être mesurées à l'aide d'un oscilloscope ou d'un analyseur de spectre. Les ondes de Love sont des ondes de cisaillement se propageant dans le plan défini par la surface du capteur. Ainsi, il n'y a presque pas de pertes d'énergie irradiée dans le liquide. Tous les capteurs de liquide à ondes de Love utilisent la même structure.

Celle-ci se compose d'un substrat piézoélectrique sur lequel sont déposés les transducteurs interdigités en configuration ligne à retard. Ceux-ci sont alors recouverts par une couche piézoélectrique ou non piézoélectrique dont la vitesse de phase est inférieure à celle dans le substrat (condition d'existence des ondes de Love). Les ondes alors générées dans le substrat piézoélectrique sont alors guidées par la couche en surface, appelée couche guidante. L'épaisseur de cette couche guidante varie entre quelques % de la longueur d'onde fixée par les transducteurs interdigités, jusqu'à environ 30% de la longueur d'onde. L'épaisseur relative de la couche guidante influence la sensibilité du capteur et dépend des matériaux utilisés. Le recouvrement des transducteurs interdigités par la couche guidante présente en plus l'avantage de les isoler électriquement et chimiquement et de les protéger ainsi contre des court-circuits (dans le cas d'une exposition à une solution ionique) et contre une attaque chimique (dans le cas où le liquide à analyser serait une solution chimique corrosive p.ex.). En choisissant judicieusement les matériaux du substrat et de la couche guidante, on peut de surcroît réaliser des dispositifs compensés en température [10]. Une représentation schématique d'un capteur de liquide à ondes de Love est donnée à la figure 4.1. Certains développements font même intervenir deux couches guidantes superposées.

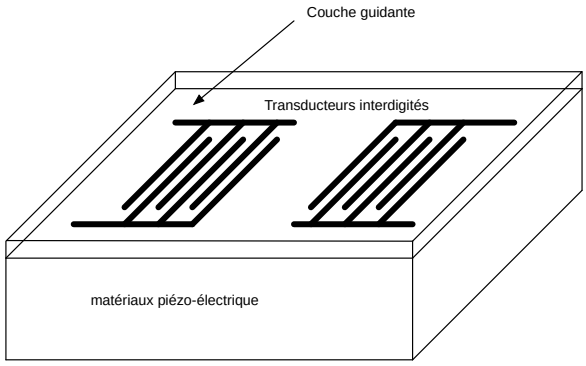


FIG. 4.1 – Représentation schématique d'un capteur de liquide à ondes de Love.

4.1.2.1 Les principes de détection

Comme nous l'avons déjà mentionné à la section précédente, il y a trois effets principaux qui rendent la détection et la caractérisation de liquides à l'aide de capteurs à ondes de Love possible. Ce sont le couplage visqueux, l'effet de masse et l'interaction électroacoustique [11].

Une onde de surface dans un matériau piézoélectrique est l'onde résultant du déplacement mécanique u des particules constituant le cristal et d'un potentiel piézoélectrique ϕ dû aux effets piézoélectriques. On peut alors avoir deux cas de figure différents : soit la surface de propagation de l'onde est métallisée, c.-à-d. court-circuitée électriquement, et le potentiel piézoélectrique ϕ devient nul à la surface, ce qui conduit à une interaction

surface-liquide purement mécanique ; soit la surface est libre et il y a une interaction et mécanique et électromagnétique à l'interface liquide-solide. Ce dernier mécanisme d'interaction est encore appelé effet électroacoustique [12].

Les influences des interactions mécaniques et électroacoustiques peuvent être calculées en utilisant la méthode de Campbell et Jones [13]. Les résultats ainsi calculés donnent les solutions exactes. Néanmoins, il faut des approximations simplifiées afin de pouvoir estimer la sensibilité des capteurs.

La théorie des perturbations [12] a été utilisée pour dériver les approximations pour l'effet des interactions mécaniques et électroacoustiques. La perturbation de l'onde acoustique de surface est donnée par :

$$\frac{\Delta\beta}{k} = \frac{\Delta v_p}{v_p} j \frac{\Delta\alpha}{k} \tag{4.5}$$

où $\Delta\beta$ est la perturbation d'une constante de propagation complexe β, v_p est la vitesse de phase, α l'amortissement et k le nombre d'onde. β est défini en fonction de k et α selon :

$$\beta = k - j\alpha \tag{4.6}$$

4.1.2.1.1 Le couplage visqueux On suppose que le liquide en question est un liquide Newtonien. Les équations suivantes donnent le changement en vitesse de phase et l'amortissement [14] :

$$\frac{\Delta v_p}{v_p} = -\frac{v_p v_n^2}{4\omega P}\left(\sqrt{\frac{\omega\eta'\rho'}{s}} - \sqrt{\frac{\omega\eta\rho}{2}}\right) \tag{4.7}$$

$$\frac{\Delta\alpha}{k} = -\frac{v_p v_n^2}{4\omega P}\left(\sqrt{\frac{\omega\eta'\rho'}{s}} + \sqrt{\frac{\omega\eta\rho}{2}}\right) \tag{4.8}$$

avec ρ et η étant la densité et la viscosité du liquide, (') représentant l'échantillon de liquide à caractériser et v_p étant la vitesse des particules de l'onde transversale.

4.1.2.1.2 L'effet de masse L'effet de masse est très important pour les capteurs de liquide, mais aussi pour les capteurs de gaz. Supposant que les propriétés des liquides ne changent pas avant et après être soumis à l'effet de masse, les perturbations d'une onde transversale sont données par [14] :

$$\frac{\Delta v_p}{v_p} = -\frac{v_p h v_n^2}{4P}\left(\rho' - \frac{\mu'}{v - p^2}\right) \tag{4.9}$$

$$\frac{\Delta\alpha}{k} = 0 \tag{4.10}$$

avec h étant l'épaisseur du film, ρ' et μ' la densité et la constante de Lame du film.

Une définition souvent utilisée en pratique pour déterminer la sensibilité de masse absolue d'un capteur de liquide est donnés par l'expression suivante [15] :

$$S_{m,a} = \lim_{\Delta M \to 0} (\frac{\Delta f}{\Delta M}) \tag{4.11}$$

où Δf représente la variation de la fréquence et ΔM la variation de masse par unité de surface, c.-à-d. $\Delta M = \Delta m/A$, A étant la surface exposée au liquide.

Nous allons utiliser la formule suivante, permettant de calculer la sensibilité absolue à l'effet de masse [16, 17] :

$$S_{m,a} = \frac{\delta f}{\delta m} \tag{4.12}$$

où δf représente la variation de la fréquence et δm la variation de masse par unité de surface, c.-à-d. $\delta m = \Delta m/A$, A étant la surface exposée au liquide. Cette sensibilité s'exprime en $[Hz \cdot mm^2/ng]$ ou encore en $[Hz \cdot cm^2/ng]$.

4.1.2.1.3 Les interactions électroacoustiques Les propriétés électriques d'un liquide sont représentés par sa permittivité relative ε_r et sa conductivité σ. Le liquide de référence est supposé être non conducteur. La permittivité du liquide de référence ε_l est donnée par :

$$\varepsilon_l = \varepsilon_r \varepsilon_0 \tag{4.13}$$

ε_0 étant la permittivité du vide. Les propriétés électriques du liquide à caractériser sont exprimées sous forme complexe :

$$\varepsilon'_l = \varepsilon'_r \varepsilon_0 - j\frac{\sigma'}{\omega} \tag{4.14}$$

La modification de l'équation 4.13 par les éléments rajoutés à l'équation 4.14 donne les équations suivantes [14] :

$$\frac{\Delta v_p}{v_p} = -\frac{K^2}{2}\frac{(\sigma'/\omega)^2 + \varepsilon_0(\varepsilon'_r - \varepsilon_r)(\varepsilon'_r\varepsilon_0 + \varepsilon^\tau_P)}{(\sigma'/\omega)^2 + (\varepsilon'_r\varepsilon_0 + \varepsilon^\tau_P)^2} \tag{4.15}$$

$$\frac{\Delta \alpha}{k} = \frac{K^2}{2}\frac{(\sigma'/\omega)(\varepsilon_r\varepsilon_0 + \varepsilon^\tau_P)}{(\sigma'/\omega)^2 + (\varepsilon'_r\varepsilon_0 + \varepsilon^\tau_P)^2} \tag{4.16}$$

avec K^2 étant le facteur de couplage électromécanique lorsque la surface non métallisée est en contact avec le liquide à caractériser et ε^τ_P la permittivité effective du cristal. On remarque que le changement en fréquence, respectivement en vitesse de phase, et en atténuation est directement proportionnel au coefficient de couplage électromécanique.

4.1.2.2 Un tour d'horizon des capteurs existants

Les combinaisons de matériaux utilisées en général sont : quartz-ST / SiO_2 [18, 15, 19, 20, 21], quartz-ST / ZnO [21], quartz-Y/Novolac [22], quartz-ST / PMMA [23, 24, 25, 26, 27], quartz-ST/polyimide [28], $LiTaO_3$ / Novolac [22], $LiTaO_3$ / SiO_2 [29], $LiTaO_3$ / ZnO [30, 31] et $LiTaO_3$/PMMA [32]. Il y également eu des essais avec des bicouches guidantes SiO_2 / PMMA déposés sur du quartz [33, 34].

Même si la structure permettant de générer les ondes de Love est identique pour tous les capteurs utilisés, la mise en contact du liquide avec la surface sensible peut se faire de différentes manières.

Une première subdivision peut se faire au niveau du régime de mesure. La mesure, c.-à-d. la caractérisation du liquide peut se faire en statique et le liquide est alors macroscopiquement immobile. La caractérisation peut également se faire en régime dynamique, le liquide circule alors pardessus la surface sensible du capteur.

Un outil utilisé en régime statique est la cellule humide (Wet Cell) [19, 20]. Elle est constituée d'un petit réservoir fixé étanchement sur la couche guidante du dispositif à ondes de Love, à l'aide d'un joint en caoutchouc ou à l'aide de silicone. Le liquide à caractériser est introduit dans le petit réservoir et interagit avec les ondes de Love à la surface de la couche guidante. Une représentation schématique d'une cellule humide est donnée à la figure 4.2.

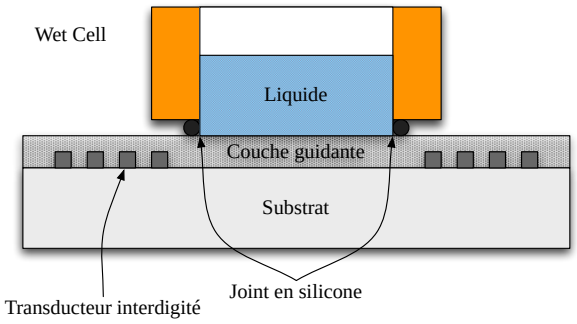


FIG. 4.2 – Représentation schématique d'une cellule humide.

Un autre outil très souvent utilisé pour réaliser des mesures en régime dynamique est la *Flow Cell* (cellule d'écoulement) [1, 3, 15, 21, 22, 31]. Celle-ci est réalisée en polymère et elle est fixée de manière étanche sur la surface sensible du capteur de liquide. Elle peut contenir un petit réservoir ou des connecteurs pour connecter des tuyaux pour faire circuler le liquide. La représentation schématique d'une Flow Cell est donnée à la figure 4.3.

Le joint intercalé entre le dispositif à ondes de Love et la Flow Cell isole le circuit liquide ; le liquide est pompé à travers la cellule pour qu'il soit en contact avec la surface sensible du dispositif à ondes de Love. Les débits utilisés se situent entre quelques *nl* par

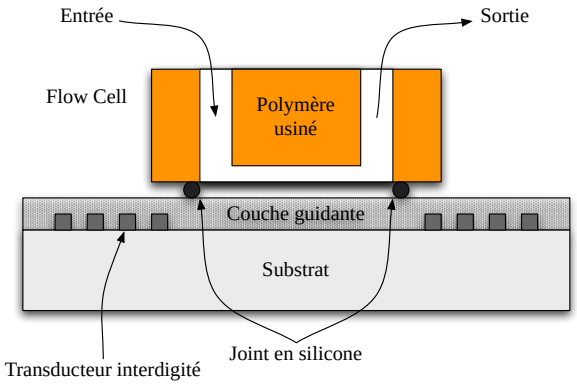


FIG. 4.3 – Représentation schématique d'une Flow Cell.

minute et quelques μl par minute. Les matériaux utilisés pour réaliser des Flow Cells sont le plus souvent le Téflon, mais on rencontre encore d'autres matériaux tels que la PDMS par exemple.

Une façon plus simple de protéger les transducteurs interdigités des liquides à analyser est l'isolation des transducteurs par une couche de silicone en ne laissant accessible que la surface sensible [2].

Une autre façon, présentant des avantages pour des cas de figure particuliers, est l'interrogation sans fil, où le capteur à ondes de Love est entièrement encapsulé [29, 35, 36].

4.1.3 Le fonctionnement à haute fréquence

La profondeur de pénétration de l'onde acoustique de surface générée dans la substrat piézoélectrique est de l'ordre de la longueur d'onde dans le substrat. La profondeur de pénétration dans la couche guidante en surface est du même ordre de grandeur. Afin de favoriser une détection par effet de masse, il faut essayer de réaliser un dispositif dont la sensibilité à l'effet de masse est maximale. On entend par détection par effet de masse la perturbation de l'onde acoustique par la masse du liquide adsorbée à la surface de la couche guidante.

Il s'en suit que la sensibilité à l'effet de masse est d'autant plus importante que l'énergie de l'onde acoustique est d'avantage concentrée dans la couche guidante. Comme nous venons de le remarquer ci-dessus, la profondeur de pénétration de l'onde acoustique correspond environ à la longueur d'onde de l'onde acoustique générée. On peut donc augmenter la sensibilité d'un capteur à ondes de Love en diminuant la longueur d'onde de l'onde générée, ce qui entraîne une concentration de l'énergie acoustique dans une couche guidante de plus faible épaisseur.

4.1.4 La structure $LiTaO_3/SiO_2$

Le choix de la structure multicouche $LiTaO_3/SiO_2$ [1] s'explique par différentes raisons. Parmi tous les matériaux au choix de ceux cités à la section 4.1.2.2, nous avons opté pour des matériaux présentant une vitesse de phase élevée, de faibles pertes de propagation acoustiques et réalisables avec les installations disponibles au laboratoire de façon contrôlée et reproductible. Ceci nous a amené à éliminer les couches guidantes en polymère dès ce moment.

Il faut un matériau piézoélectrique comme substrat pour pouvoir générer des ondes de Love dans une couche guidante. Parmi tous les capteurs de liquide cités à la section 4.1.2, les matériaux céramiques les plus utilisés pour réaliser des structures pour générer des ondes guidées sont le quartz (AT et ST), le tantalate de lithium, l'oxyde de zinc et l'oxyde de silicium, ce dernier n'étant pas piézoélectrique.

Substrat	Couche guidante	
	SiO_2	ZnO
Quartz - AT	[37], [38]	
Quartz - ST	[18], [15], [19], [20], [21], [39], [40], [41]	[21]
$LiTaO_3$	[29], [36], [39], [42]	[30], [31]

TAB. 4.1 – Relevé des combinaisons des quatre matériaux les plus utilisés pour réaliser des capteurs de liquide à ondes de Love.

Le tableau 4.1 donne un aperçu des combinaisons de ces quatre matériaux trouvés dans la littérature. L'utilisation de l'oxyde de zinc comme substrat est impossible pour générer des ondes de Love dans une couche guidante d'oxyde de silicium, car la vitesse de phase des ondes de cisaillement dans l'oxyde de silicium est supérieure à celles des ondes de cisaillement dans l'oxyde de zinc (voir tableau 4.2). Cette combinaison ne satisfait donc pas la condition d'existence des ondes de Love.

Le tableau 4.2 donne les vitesses de phase des ondes SH, LSAW et/ou SSBW de quelques matériaux, qui peuvent être utilisés pour générer des ondes de Love dans une couche guidante, et leurs facteurs de couplage électromécanique.

En comparant les structures les plus utilisées en pratique (quartz-ST / SiO_2 et $LiTaO_3$ / SiO_2), nous avons opté pour la deuxième structure pour les raisons suivantes : le SiO_2 est un excellent matériau pour réaliser des couches guidantes à cause des faibles pertes acoustiques, sa résistance mécanique et chimique élevée et de la possibilité de réaliser des dispositifs à ondes de Love à haute sensibilité [10, 39]. En optant pour l'oxyde de silicium pour la couche guidante, on peut encore choisir entre le quartz (AT et/ou ST) et

[1] Chaque fois que nous parlons dans ce chapitre de $LiTaO_3$ (tantalate de lithium), nous entendons la coupe $36° - YX$.

Matériau	v_p [m/s]	K^2 [%]
Quartz - AT	3310	0,07
Quartz - ST	5060 [18]	0,017
$LiTaO_3$	4112	4,7
SiO_2 amorphe	3765 [36]	/
ZnO	2883 [43]	0,32

TAB. 4.2 – Vitesse de phase de l'onde SH et facteur de couplage électromécanique des quatre matériaux les plus utilisés pour réaliser des capteurs de liquide à ondes de Love.

le $LiTaO_3$. En comparant ces trois matériaux, on constate que le quartz-AT est à éliminer à cause de son faible coefficient de couplage et de sa faible vitesse de phase.

La structure quartz-ST/SiO_2 présente une vitesse de phase de $5100m/s$ pour le quartz pur, jusqu'à une vitesse de phase de $4500m/s$ pour une épaisseur normalisée de la couche guidante de $h/\lambda = 0.15$ [39], h étant l'épaisseur de la couche guidante et λ la longueur d'onde correspondant à la période des transducteurs interdigités. La vitesse de phase de la structure $LiTaO_3/SiO_2$ s'étant de $4112m/s$ pour $h/\lambda = 0$ jusqu'à $3840m/s$ pour $h/\lambda = 0.15$ [42]. Le facteur de couplage électromécanique est environ 280 fois plus élevé pour le $LiTaO_3$ ($K^2_{LiTaO_3} = 4,7\%$) que pour quartz-ST ($K^2_{Quartz-ST} = 0,017$). Le facteur de couplage électromécanique du système $LiTaO_3/SiO_2$ se situe entre 5 et 6%. A cause de ce facteur de couplage électromécanique élevé, les capteurs utilisant cette structure sont soumis à des effets acoustoélectriques (voir section 4.1.2.1.3) [44]. Cette structure possède également un maximum au niveau du facteur de couplage électromécanique en fonction de l'épaisseur normalisée h/λ, mais la variation du K^2 en fonction de h/λ est beaucoup plus faible ; pour une valeur de $h/\lambda = 0,5$, le facteur de couplage électromécanique vaut toujours $1,4\%$ [39].

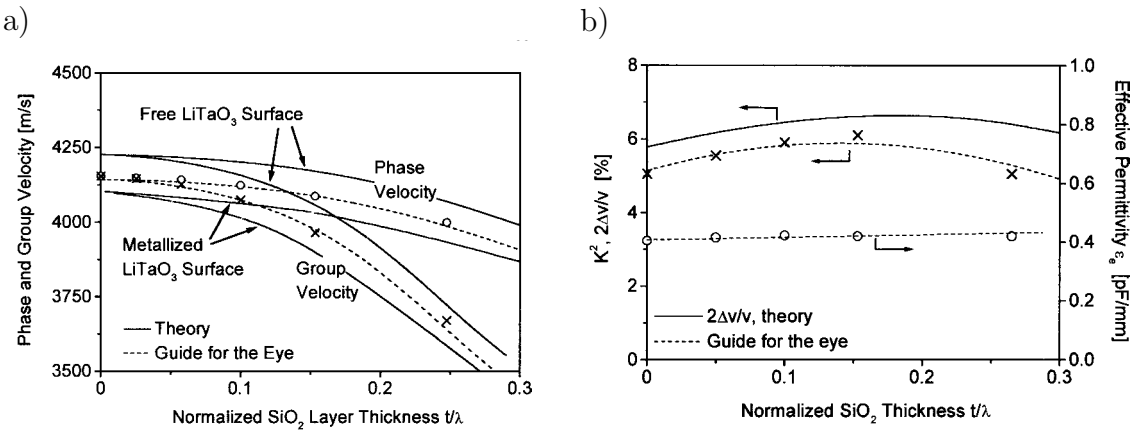


FIG. 4.4 – Courbe de dispersion pour des surfaces libres et métallisées (a) et facteur de couplage électromécanique et permittivité effective (b) pour la structure multicouche $LiTaO_3/SiO_2$ en fonction de l'épaisseur normalisée de la couche guidante [39].

La permittivité d'un dispositif à ondes acoustiques de surface réalisé sur quartz-ST vaut $\varepsilon_e = 0,05pF/mm$. Pour des dispositifs réalisés sur des structures YZ'-quartz/SiO_2, ε_e dépend fortement de h/λ. ε_e se situe entre $0,05pF/mm$ pour $h/\lambda = 0$, et tend asymptotiquement vers des valeurs de $0,065pF/mm$ pour des épaisseurs de SiO_2 supérieures à $0,1\lambda$ [45], ce qui représente une augmentation de 30%, dont il faut tenir compte lors de la conception d'un dispositif utilisant la structure quartz/SiO_2. Pour des dispositifs réalisés sur des structures $LiTaO_3/SiO_2$, quasiment aucune augmentation de la permittivité n'a pu être observée [39]. Celle-ci reste à peu près constante autour de la valeur de $\varepsilon_e = 0,42pF/mm$. Ceci s'explique par la permittivité relative du $LiTaO_3$, qui est supérieure à celle du quartz d'environ un ordre de grandeur. On peut donc négliger la variation de ε_e causée par la couche de silice déposée en surface [39]. Malgré leur permittivité élevée, les dispositifs à ondes acoustiques de surface à base de tantalate de lithium sont influencés par leurs propriétés acoustiques, et non pas par la capacité statique, due aux transducteurs interdigités, autour de la fréquence centrale.

La sensibilité à l'effet de masse dépend du rapport entre le carré de la vitesse des particules à la surface et la puissance par unité de longueur dans la couche guidante [46]. Pour des liquides Newtoniens, la sensibilité S d'un tel capteur relie la variation relative de fréquence $\Delta f/f$ et la variation des pertes de propagation ΔPL, à la viscosité η et la densité ρ du liquide [47] :

$$\frac{\Delta f}{f} = -S \cdot \frac{v_g}{v_p} \cdot \sqrt{\frac{\omega \cdot \eta \cdot \rho}{2}} \tag{4.17}$$

$$\Delta PL = S \cdot \frac{40\pi}{ln(10)} \cdot \sqrt{\frac{\omega \cdot \eta \cdot \rho}{2}} \tag{4.18}$$

avec v_g étant la vitesse de groupe, v_p la vitesse de phase et ω la fréquence angulaire. Il existe une épaisseur normalisée optimale, en considérant la sensibilité S, pour chaque système. La valeur maximale de la sensibilité dépend du rapport entre la vitesse de phase des ondes de cisaillement dans le substrat et la vitesse de phase des ondes de cisaillement dans la couche guidante, c.-à-d. il faut un substrat possédant une vitesse de phase des ondes de cisaillement la plus élevée possible et une couche guidante possédant une vitesse de phase des ondes de cisaillement la plus faible possible pour obtenir la plus grande sensibilité absolue [48]. Ceci est la raison pour laquelle la sensibilité des structures à base de $LiTaO_3/SiO_2$ est nettement inférieure à celles à base de quartz/SiO_2. La sensibilité de la structure $LiTaO_3/SiO_2$ atteint, pour $h/\lambda = 0,25$, environ la moitié de la sensibilité maximale de la structure quartz/SiO_2 située à $h/\lambda = 0,18$ (figure 4.5) [39].

Le dernier aspect à discuter dans cette section est la stabilité en température des capteurs à ondes de Love à base de quartz/SiO_2 et de $LiTaO_3/SiO_2$. Le TCF des dispositifs SAW dépend de la direction de propagation et de la vitesse de phase. Les ondes SSBW

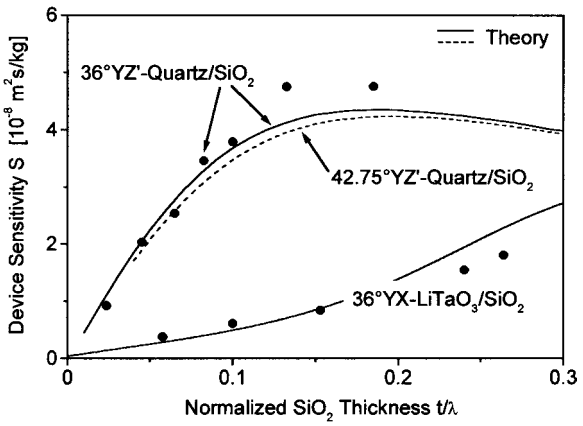


FIG. 4.5 – Sensibilité des structures multicouches quartz/SiO_2 et $LiTaO_3/SiO2$ en fonction de l'épaisseur normalisée [39].

existant dans le quartz présentent une dépendance parabolique en fréquence en fonction de la température. Par contre, le comportement fréquentiel du tantalate de lithium varie linéairement avec la température ($TCF_m = -32ppm/K$ pour un échantillon à surface métallisée et $TCF_l = -45ppm/K$ pour un échantillon à surface libre, i.e. non métallisée) [49]. De plus, le TCF du tantalate de lithium est beaucoup plus faible que ceux des autres matériaux à fort facteur de couplage électromécanique comme le niobate de lithium par exemple.

Or, les dispositifs à ondes Love ont un comportement fréquentiel en fonction de la température qui varie en fonction de l'épaisseur normalisée de la couche guidante. Dans le cas de la structure multicouche $LiTaO_3/SiO_2$, le point de compensation se laisse décaler en changeant l'épaisseur de la couche de silice déposée en surface, car le TCF de la silice est positif et celui du tantalate de lithium négatif. On peut dimensionner des capteurs à ondes de Love utilisant la structure quartz/SiO_2 avec une compensation en température pour le fonctionnement dans une gamme de température donnée, la sensibilité du dispositif tombe à environ 80% de la sensibilité maximale atteignable [39]. Pour le cas des dispositifs utilisant la structure $LiTaO_3/SiO_2$, on obtient un dispositif compensé en température pour $h/\lambda = 0,255$. Dans cette configuration, la compensation en température est même du deuxième ordre, et la sensibilité du capteur atteint environ 50% de la sensibilité maximale d'un capteur à base de quartz/SiO_2.

Nous avons donc opté pour la structure $LiTaO_3/SiO_2$ à cause de son fort couplage électromécanique, de sa permittivité constante et indépendante de l'épaisseur de la couche guidante, et de sa compensation en température au second ordre. Le désavantage de cette structure par rapport à la structure quartz/SiO_2 est sa sensibilité réduite valant environ 50% de la sensibilité maximale de la structure quartz/SiO_2.

4.2 Le capteur de liquide *Liquichip*

Le but que nous nous sommes proposés, était de concevoir et de réaliser un capteur de liquide à ondes de Love intégré, travaillant à de très hautes fréquences. La volonté de travailler à très haute fréquence traduit la volonté de réaliser un capteur dont la sensibilité et la résolution sont améliorées par rapport aux capteurs de liquides à ondes de Love existants. Les relations existant entre la fréquence de travail, la sensibilité et la résolution d'un capteur à ondes de Love ont été expliquées à la section 4.1.3. Les fréquences de travail des capteurs de liquide utilisés trouvés dans la littérature s'étalent de quelques dizaines de MHz à quelques centaines de MHz [36, 42, 45].

En prenant tous ces capteurs qui ont déjà été réalisés, on peut dire que la fréquence de travail moyenne se situe vers $200MHz$. Comme nous visons une fréquence supérieure d'un ordre de grandeur, c.-à-d. $2GHz$, et en tenant compte des propriétés des matériaux de la structure $LiTaO_3/SiO_2$ choisie, on peut déduire la période des transducteurs interdigités à réaliser. La vitesse de phase des ondes LSAW dans le $LiTaO_3$ vaut $v_p = 4112m/s$ (voir tableau 4.2), ce qui signifie qu'il faudra réaliser des transducteurs interdigités de longueur d'ondes correspondant à :

$$f_0 = \frac{v_p}{\lambda} \Rightarrow \lambda = \frac{v_p}{f_0} = \frac{4112m/s}{2GHz} = 2,056\mu m \tag{4.19}$$

Les filtres électriques réalisés au chapitre 3 avaient des longueurs d'onde entre $1,2\mu m$ et $3,2\mu m$, nous devrions donc être en mesure de réaliser des transducteurs interdigités de longueur d'onde $2\mu m$ sur des substrats de $LiTaO_3$ pour pouvoir réaliser les capteurs de liquide voulus. Nous aimerions encore rappeler le fait qu'une contrainte importante imposée par l'architecture de l'installation de lithographie électronique utilisée est la limitation du champ d'écriture à $500\mu m \cdot 500\mu m$ pour obtenir la résolution proposée ci-dessus.

Il faudra en conséquence trouver un moyen d'amener le liquide à analyser de faqn contrôlée entre les deux transducteurs, il faudra en plus essayer de réaliser un dispositif avec le gap le plus faible possible afin de limiter les pertes acoustiques dans le substrat.

Les débits trouvés dans la littérature, réalisés à l'aide d'une Flow Cell, varient entre quelques $\mu l/min$ [21, 50] et quelques ml/min [1, 31]. Les dimensions des canaux d'une Flow Cell sont le plus souvent de l'ordre du mm, mais on trouve également des canaux plus fins ($500\mu m \cdot 50\mu m$, [38]). Afin de rester dans ces zones, nous avons opté pour un canal de $300\mu m \cdot 300\mu m$. Ces dimensions de canal permettent une manipulation, et donc un alignement du canal par rapport à des structures repères sur le capteur manuel et une observation du canal entier aisée sous une binoculaire, comme on le verra par la suite.

Les matériaux utilisés en microfluidique pour réaliser des microcanaux sont le silicium [51], le verre et des polymères [52]. Le verre peut s'usiner de différentes manières, il peut être usiné par gravure sèche [53], par gravure humide [54] ou par construction successive

de couches et de séparations (gravure, dépôt de couches minces, etc.) [55]. Les polymères utilisés sont le Téflon [15], qui est usiné mécaniquement, le PMMA, qui peut être usiné par écriture directe au laser [56], par enfonçage à chaud [57] ou encore par micro-usinage mécanique [58], la polyimide (PI), usinée mécaniquement [51] ou par gravure sèche [59] et la PDMS, structurée par surmoulage [38, 60, 61]. Parmi tous les matériaux évoqués ci-dessus, nous nous sommes décidés à utiliser la PDMS pour réaliser le canal intégré pour différentes raisons. La première en est son inertie chimique et sa biocompatibilité. Deuxièmement, la PDMS est une silicone, ce qui lui confère à la fois la possibilité d'être structurée et de fonctionner comme joint d'étanchéité. La troisième raison est sa structuration facile par surmoulage. Il faut réaliser un moule contenant les structures nécessaires, et il est possible par la suite de réaliser un nombre important de pièces avec le même moule, étant donné les bonnes propriétés de démoulage de la PDMS. Le quatrième avantage de la PDMS est sa transparence optique. Étant donné les autres matériaux intervenants dans la réalisation du capteur intégré, c.-à-d. le tantalate de lithium et la silice, également transparents optiquement, la PDMS permet d'obtenir un capteur dans lequel on peut observer visuellement l'écoulement des liquides lors de la caractérisation.

En tenant compte donc de toutes ces informations et des choix faits en conséquence, nous allons détailler la conception du capteur de liquide intégré dans la section suivante.

4.2.1 La configuration choisie : Description du système *Liquichip*

Nous allons donc utiliser un substrat en $LiTaO_3$ sur lequel nous allons réaliser des transducteurs interdigités en aluminium de période $500nm$ ($\lambda = 2\mu m$). La couche guidante sera en silice et le canal dans lequel circulera le liquide sera réalisé en PDMS à l'aide d'un moule. Une représentation schématique de la section du capteur est donnée à la figure 4.6.

Pour des raisons pratiques de maniabilité et de coûts, nous avons fixé la taille des substrats en tantalate de lithium à $30 \cdot 20 \cdot 1mm^3$. Nous disposons donc d'une surface utile de $30 \cdot 20mm^2$ pour réaliser les transducteurs interdigités, les connexions électriques reliant les transducteurs interdigités à l'analyseur de réseau et placer le canal réalisé dans la pièce de PDMS pour amener le liquide de façon contrôlée dans le gap entre les transducteurs interdigités émetteur et récepteur tout en gardant le liquide confiné dans le canal. Sachant que le champ d'écriture de la lithographie électronique utilisée pour réaliser les transducteurs interdigités de $500nm$ de résolution est de $500\mu m \cdot 500\mu m$, nous aurons besoin d'une étape de lithographie optique pour définir les contacts électriques devant être accessibles pour l'analyseur de réseau. Nous avons donc élaboré un système d'électrodes réalisées par lithographie optique qui permettront de connecter les transducteurs interdigités, réalisés par lithographie électronique à l'analyseur de réseau. Ce système d'électrodes est illustré à la figure 4.7 en bleu. Le rectangle kaki représente l'emplacement du canal et les zones

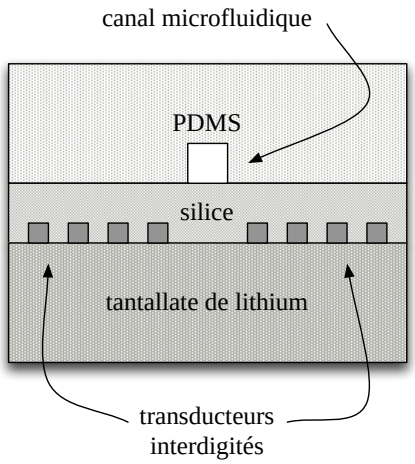


FIG. 4.6 – Représentation schématique du capteur de liquide à concevoir.

en vert clair sont les emplacements des transducteurs interdigités. Un substrat contiendra donc 3 lignes à retard. La taille du substrat est indiquée par le rectangle violet et les 6 croix bleues sont des croix d'alignement prévues pour faire un alignement optique. Le détail du masque est donné en annexe (Annexe C).

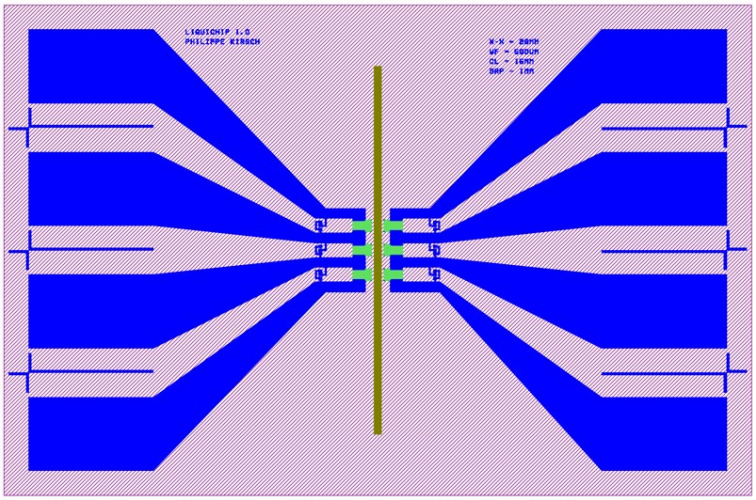


FIG. 4.7 – Masque optique utilisé pour réaliser les électrodes.

La figure 4.8 montre des agrandissements du centre de la figure 4.7. La figure 4.8a montre le positionnement des transducteurs interdigités de part et d'autre du canal (petits rectangles verts). Comme mentionné ci-dessus, la surface maximale pouvant être exposée en lithographie électronique est de $500\mu m \cdot 500\mu m$. La figure 4.8b illustre cette surface en vert clair. Nous avons en fait prévu deux positions pour l'emplacement du transducteur interdigité afin de pouvoir adapter le gap en fonction des besoins, ce qui explique que la surface en vert clair n'est pas un carré, mais ce sont deux carrés de côté $500\mu m$ qui se

chevauchent, car l'un est translaté de $250\mu m$ par rapport à l'autre. Sur chaque figure, nous avons illustré l'emplacement du canal en kaki.

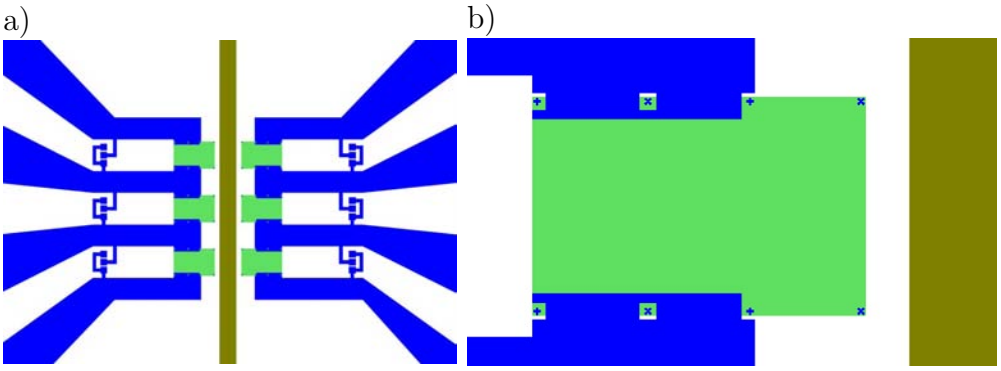


FIG. 4.8 – Agrandissement du centre de la figure 4.7 montrant le positionnement du canal intégré par rapport aux transducteurs interdigités (a) et, avec un agrandissement encore plus grand, la position d'un transducteur interdigité émetteur avec les croix d'alignement pour la lithographie électronique (b). Le rectangle en vert clair résulte du recouvrement de deux carrés de longueur d'arrête $500\mu m$ représentant les deux champs d'écriture prévus possibles.

Le moule, réalisé par électroérosion, pour réaliser la pièce en PDMS, est illustré à la figure 4.9. La pièce en PDMS est de dimensions $20mm \cdot 20mm \cdot 2mm$. La pièce en PDMS contient en fait un tranché de longueur $15mm$ et de section $300 \cdot 300\mu m^2$, dont les extrémités sont terminées par deux ouvertures de dimensions $2 \cdot 2mm^2$ et de hauteur $2mm$, traversant donc entièrement la pièce. Le canal est fermé en plaquant la pièce de PDMS contre la couche de silice déposée sur le substrat en tantalate de lithium et en alignant le canal par rapport aux transducteurs interdigités comme indiqué à la figure 4.8a.

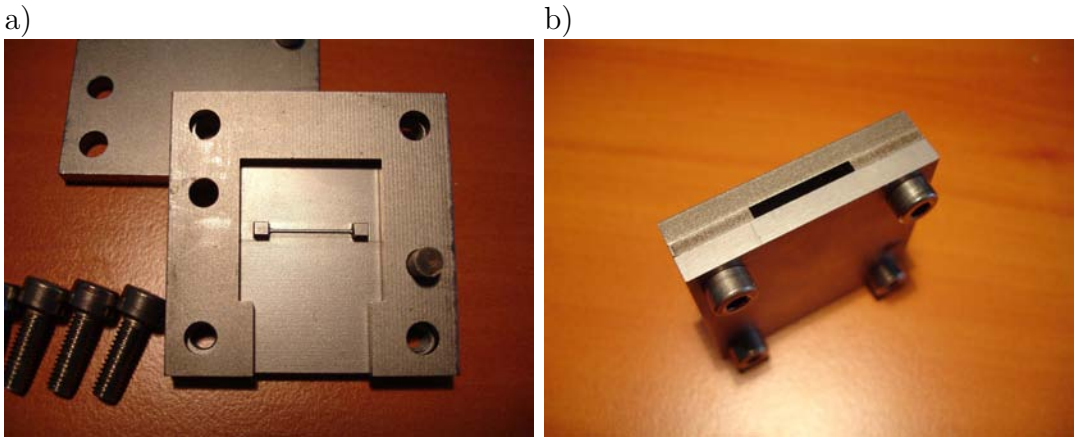


FIG. 4.9 – Images du moule mécanique ouvert (a) et ferme (b) réalisé par électroérosion pour réaliser la pièce en PDMS contenant le canal microfluidique.

Après avoir réalisé le dispositif à ondes de Love et la pièce en PDMS, il faut donc les aligner l'une par rapport à l'autre, il faut connecter le système de tuyauterie et réaliser

les connexions électriques et protéger surtout le substrat en tantalate de lithium de chocs mécaniques car c'est un matériau extrêmement fragile. Une chute d'une hauteur de $10cm$ d'un tel substrat suffit pour qu'il se casse en mille morceaux. Le coeur du capteur de liquide, qui est donc constitué de la structure $LiTaO_3/SiO_2$, sur laquelle est assemblée la pièce en PDMS pour réaliser le canal microfluidique, sera intégré dans un réceptacle qui permettra donc de réaliser toutes ces fonctions, c.-à-d. protéger le coeur du capteur contre des chocs mécaniques, permettre d'appliquer une légère pression sur le capteur de part et d'autre pour rendre le canal étanche, simplifier l'interfaçage électrique en interfaçant les électrodes du substrat avec des connecteurs électriques HF standards et simplifier la manipulation macroscopique du capteur pour le caractériser sur un banc d'essai. Nous avons donc conçu et réalisé un système de réceptacle pour le coeur du capteur de liquide présenté par la suite à la section 4.2.3.

4.2.2 Le procédé de réalisation du capteur de liquide intégré

Nous allons décrire le procédé de réalisation complet du capteur de liquide *Liquichip* en détail par la suite. Afin de pouvoir se référer à des étapes définies du procédé de réalisation avec des degrés de finition bien définis, nous introduisons des degrés de finition intermédiaires. Ces degrés de finition vont être appelés « DFx », où x est un nombre correspondant à un degré de finition bien précis. La réalisation du dispositif à ondes acoustiques de surface se compose de différentes étapes qui vont être détaillées par la suite.

4.2.2.1 Réalisation des contacts électriques

Une représentation schématique des contacts électriques est donnée à l'annexe C ; les surfaces den bleu foncé du dessin correspondent aux contacts électriques dont nous allons maintenant détailler le procédé de réalisation. Pendant cette première étape, il faut procéder au :

- Nettoyage du substrat $LiTaO_3$ à l'acétone, au RBS et aux ultrasons. Les substrats fournis par le fabricant contiennent encore des traces microscopiques des produits de polissage qui sont souvent à l'origine d'un procédé de réalisation non-réussi, résultant en des dispositifs inutilisables (figure 4.10).
- Dépôt d'une couche de Ti (titane) d'épaisseur $10nm$ par évaporation thermique sur le substrat de tantalate de lithium. Cette couche de titane est nécessaire pour obtenir une adhérence suffisante de la couche d'or déposée par la suite.
- Dépôt d'une couche de Au d'épaisseur $60nm$ par évaporation thermique (DF1).
- Dépôt d'une couche de résine photosensible $S1813$ par spin coating
- Recuit de la résine photosensible à la plaque chauffante pendant $60s$ à 115°C
- Exposition aux UV pendant une durée de $3s$ avec une énergie de $13mW/cm^2$

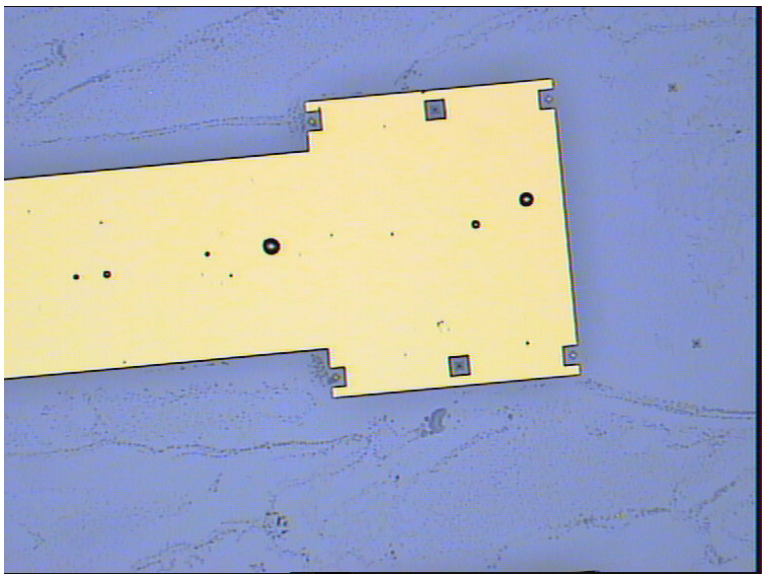


FIG. 4.10 – Traces de produit de polissage sur un substrat mal nettoyé.

- Développement de l'échantillon à la $MF319$ pendant $40s$
- Arrêt du développement à l'eau désionisée (DF2)
- Gravure de la couche d'Au à l'aide d'une solution KI/I_2
- Gravure de la couche de Ti à l'aide d'une solution de HCl/NH_4F
- Resist stripping à l'aide d'acétone (DF3)

Jusqu'à présent, nous avons donc réalisé les contacts électriques en or sur le substrat de tantalate de lithium permettant d'aligner les transducteurs interdigités à faire par lithographie électronique et d'interfacer donc les transducteurs ainsi réalisés vers une connectique macroscopique. Par la suite, nous allons donc réaliser par écriture directe au faisceau d'électrons les motifs des transducteurs interdigités de longueur d'onde correspondant à $2\mu m$ dans une double couche de résine électrosensible à la surface de laquelle a été déposée une couche de $10nm$ d'or pour évacuer l'accumulation des charges locales véhiculées par le faisceau d'électrons à la surface de l'échantillon.

4.2.2.2 Réalisation des transducteurs interdigités par lithographie électronique

Cette deuxième grande étape du procédé de réalisation requiert :

- Dépôt d'une couche de MMA par spin coating
- Recuit au four thermique pendant une heure à 160°C à l'aide de l'égaliseur de charges

En effet, nous avons constaté lors de ce recuit que l'effet pyroélectrique constituait un problème quant à la réalisation de cette étape du procédé de réalisation. Le fait d'avoir une surface non court-circuitée induit l'apparition de tensions électriques, qui apparaissent à cause du gradient de température, au niveau des contacts électriques en or réalisés à l'étape précédente. Ceci conduit à des arcs électriques lorsque les différences de potentiel

sont suffisantes pour faire circuler un courant dans l'air ambiant. Les arcs électriques vont apparaître aux endroits les plus rapprochés entre deux contacts distincts, et il en résulte une destruction partielle des contacts, qui peut facilement rendre tout la structure inutilisable par la suite. Un tel claquage dû à l'effet pyroélectrique est illustré sur la figure 4.11.

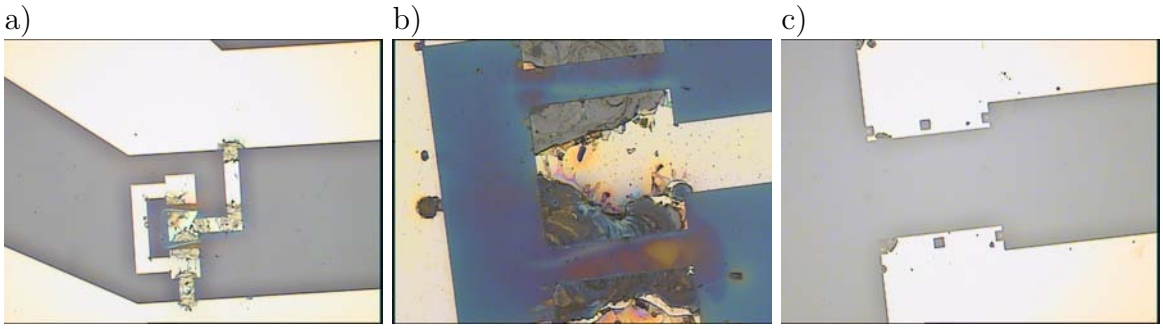


FIG. 4.11 – Claquage électrique entre deux contacts électriques distincts à cause de l'effet pyroélectrique lors du recuit de la résine électrosensible. Claquage sur les pads destinés à faire des mesures de contrôle à l'aide du prober (a), agrandissement de cette zone (b) et claquage sur les contacts électriques aux endroit destinés à accueillir les transducteurs interdigités (c).

Ce phénomène connu surtout en industrie, car il a causé nombre de problèmes lors de la réalisation de filtres électriques à base de dispositifs à ondes acoustiques de surface, a conduit entre autres au développement de matériaux piézoélectriques modifiés chimiquement pour supprimer l'effet pyroélectrique [62]. Une autre solution [63] face à ce problème et permettant de travailler avec le tantalate de lithium standard est la réalisation du court-circuit des tous les contacts électriques lors des étapes du procédé de réalisation nécessitant un changement de température. A cette fin, nous avons conçu un égaliseur de charges pour éviter la destruction de l'échantillon par l'effet pyroélectrique. Cet égaliseur des charges est illustré à la figure 4.12. Un bloc en cuivre contient des aiguilles à des endroits bien définis pour que chaque aiguille entre en contact avec un contact électrique lorsque le bloc en cuivre est posé sur le portée-substrat. Les aiguilles de contact sont enfoncées dans le bloc en cuivre et sont donc ainsi toutes court-circuitées entre elles, ce qui permet d'éviter l'apparition de différences de potentiel et d'abîmer les contacts électriques par effet pyroélectrique.

- Dépôt d'une couche de PMMA-950k par spin coating
- Recuit au four thermique pendant une heure à 160℃ à l'aide de l'égaliseur de charges illustré à la figure 4.12
- Dépôt d'une couche d'évacuation de charges de $10nm$ en Au par évaporation thermique pour éliminer les phénomènes d'accumulation de charges locales lors de l'exposition au faisceau d'électrons (DF4)
- La lithographie électronique avec alignement manuel. Les marques d'alignement,

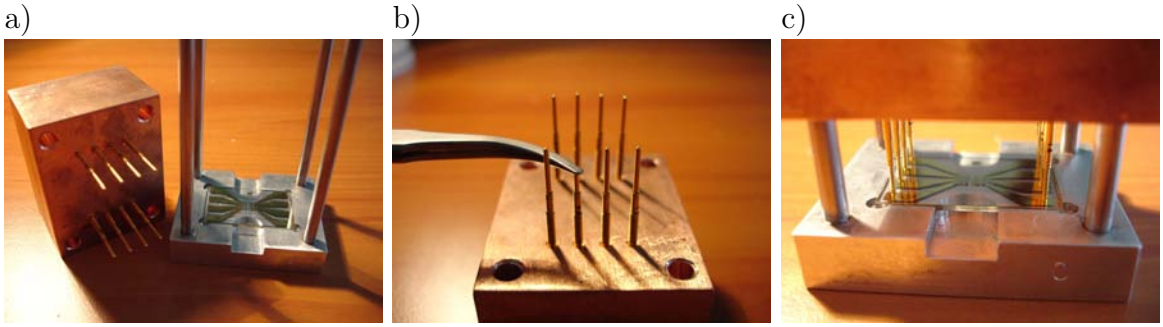


FIG. 4.12 – L'égaliseur des charges est constitué d'un porte-échantillon et d'un couvercle (a). Le couvercle contient des aiguilles de contact à ressort (b) et est dimensionné de façon à ce que chaque aiguille soit en contact avec chaque contact réalisé sur le substrat en tantalate de lithium (c).

déjà montrées à la figure 4.8b, sont utilisées pour calibrer le champ d'écriture du système de lithographie électronique et pour positionner le transducteur interdigité à exposer au faisceau d'électrons. La figure 4.13 montre les croix d'alignement d'une ligne à retard complète avec différentes longueurs de gap (a) et le détail d'une croix d'alignement (b) qui est environ de dimensions $20 \cdot 20\mu m^2$ (DF5).

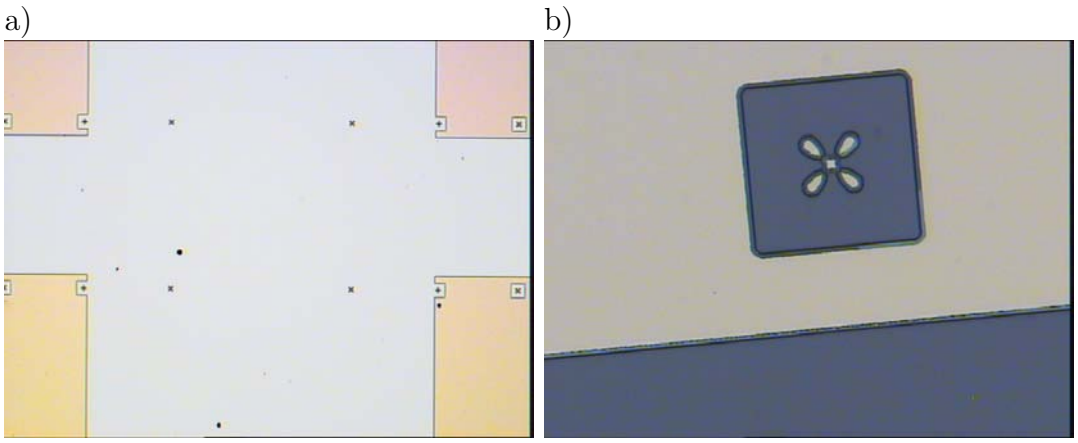


FIG. 4.13 – Croix d'alignement pour la lithographie électronique : jeux de croix d'alignement pour une ligne à retard (a) et détail d'une croix d'alignement isolée (b).

- Gravure de la couche d'évacuation de charges à l'aide d'une solution de KI/I_2
- Développement de la bicouche de résine MMA/PMMA au MIBK :IPA (1 :3) pendant $60s$
- Arrêt du développement au IPA pendant $60s$
- Dépôt d'une couche d'Al d'épaisseur $80nm$ par évaporation thermique
- Lift-Off de la couche d'Al dans de l'acétone pendant 12h
- Fin du lift-off à l'aide d'un bain d'ultrasons pendant $20s$ (DF6)

La figure 4.14 montre des images faites au microscope optique d'un transducteur interdigité de longueur d'onde correspondant à $2\mu m$ aligné par rapport aux contacts électriques réalisés par lithographie optique avec des agrandissements croissants avant le dépôt de l'aluminium.

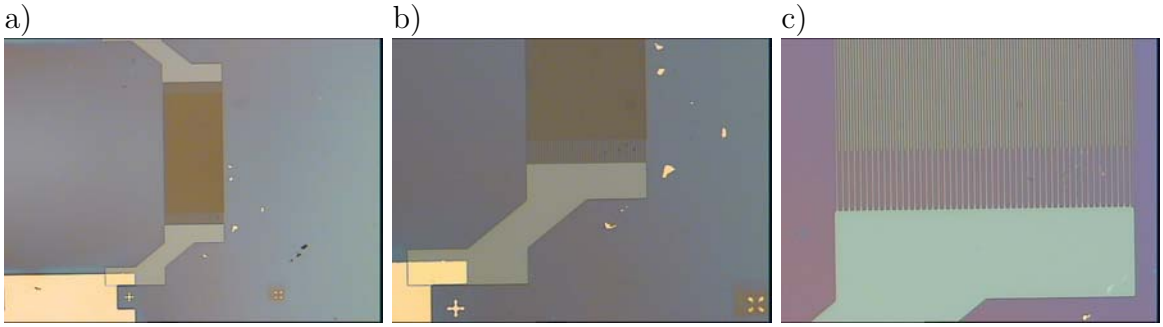


FIG. 4.14 – Transducteur interdigité aligné par rapport aux contacts électriques (a), croix d'alignement visibles en bas de l'image (b), détail des doigts du transducteur interdigité (c).

4.2.2.3 Finition et éléments complémentaires

La réalisation du capteur *Liquichip* se termine par le dépôt d'une couche de SiO_2 d'épaisseur de $500nm$ par pulvérisation magnétron sur le substrat et les transducteurs interdigités réalisés. Le dépôt de cette couche de SiO_2 se fait à l'aide d'un simple masque mécanique possédant une ouverture de $20 \cdot 20mm^2$. La silice ne sera donc déposée qu'au centre du substrat de tantalate de lithium, sur les transducteurs interdigités et les contacts électriques en or et laissera donc des deux côtés du substrat, les contacts électriques accessibles sur une profondeur de $5mm$ sur toute la largeur du substrat. Il est important de ne pas déposer la silice sur les extrémités des contacts électriques aux bords du substrat pour qu'on puisse le connecter à un circuit imprimé (DF7). Par ailleurs, il faut encore les éléments suivants avant de procéder à l'assemblage du microsystème :

- Réaliser le circuit microfluidique en PDMS par surmoulage
- Réaliser le système de réceptacle pour le coeur du capteur de liquide
- Réaliser les circuits imprimés pour interfacer électriquement le capteur SAW avec l'analyseur de réseau

La réalisation du circuit microfluidique en PDMS se fait de la façon suivante : après avoir fermé le moule (assemblage des trois pièces en acier inox maintenues ensemble par quatre vis, figure 4.9b), on laisse couler le mélange liquide composé de l'élastomère PDMS et du durcisseur (Sylgard 184), mélangés dans un rapport de 10 :1, dans le moule par l'ouverture latérale. Le moule, entièrement rempli du mélange liquide de PDMS est alors placé sous une cloche à vide pendant environ deux heures. L'élastomère PDMS possède une viscosité non négligeable ; lors du mélange des deux composantes, un nombre important

de petites bulles d'air est introduit dans ce mélange visqueux. A cause de la viscosité importante de la PDMS liquide et sans intervention extérieure, les bulles d'air restent enfermées dans la PDMS pendant la réticulation, ce qui nuit aux qualités optiques de la pièce finale, et surtout ce qui conduit à une déformation et/ou à une augmentation du volume du canal et à des turbulences supplémentaires lors de l'écoulement de liquides dans le canal. Un tel chip microfluidique est illustré à la figure 4.15.

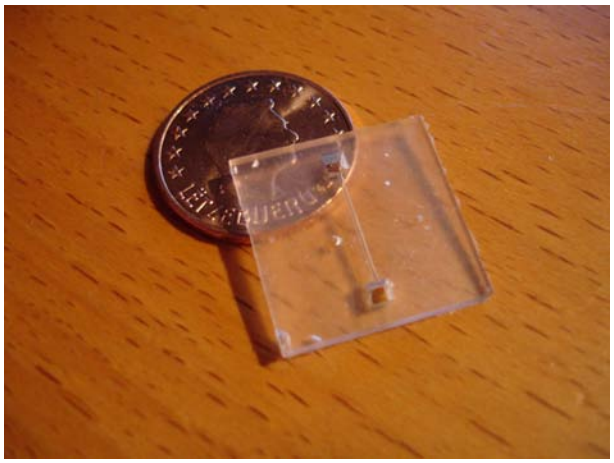


FIG. 4.15 – La pièce microfluidique en PDMS réalisé à l'aide d'une moule.

La pièce servant comme repère est une pièce de 5 centimes. On peut distinguer dans la pièce microfluidique le canal de section $300 \cdot 300\mu m^2$ ainsi que les deux ouvertures traversantes de section $2 \cdot 2mm^2$. On peut également distinguer quelques bulles d'air enfermées qui sont dues au fait que le vide n'était pas appliqué assez longtemps pendant la phase de réticulation.

Les plans du système de réceptacle pour le coeur du capteur *Liquichip* est donné en annexe (Annexe D). Le système de réceptacle a été réalisé en aluminium. Il sera présenté plus en détail à la section suivante, ce qui permettra de rendre plus clair tout le système du capteur *Liquichip*.

Le masque utilisé pour réaliser le circuit imprimé permettant d'interfacer les contacts électriques du substrat d'aluminium avec l'analyseur de réseau par le biais de connecteurs SMA et de bonding, est donné à la fin de l'annexe D.

Comme nous avons maintenant réalisé toutes les pièces nécessaires pour l'assemblage du capteur de liquide, nous pouvons procéder à l'assemblage du système *Liquichip*.

4.2.3 L'assemblage du système *Liquichip*

L'assemblage du système *Liquichip* se fait en quelques étapes. L'ensemble des pièces, y compris les outils, est illustré à la figure 4.16.

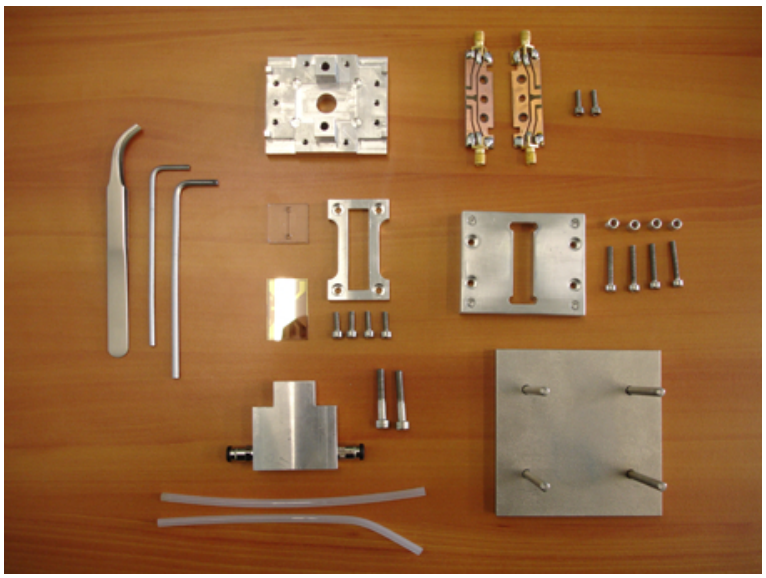


FIG. 4.16 – Ensemble de toutes les pièces et outils nécessaires pour assembler le système *Liquichip*.

a) b)

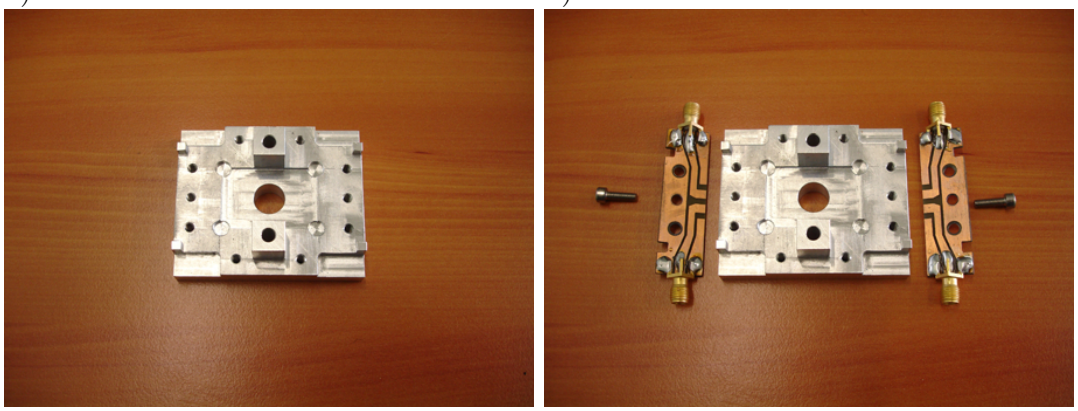


FIG. 4.17 – Base du système de réceptacle (a) et circuits imprimés avec connecteurs SMA soudés (b).

La base du système de réceptacle (figure 4.17a) est conçue de façon à pouvoir accueillir toutes les autres pièces, de maintenir le coeur du capteur à la position qui lui est prévue, et de donner une stabilité et une protection mécanique à l'ensemble sans qu'il n'y ait de jeu. Les figures 4.17b et 4.18a et b montrent l'installation des circuits imprimés sur la base à l'aide d'une vis par circuit imprimé. Le détail des circuits imprimés est donné à l'annexe D.6. Toutes les pièces sont conçues pour avoir un plan de symétrie afin de minimiser le nombre de pièces à réaliser et à simplifier l'assemblage du système. Préalablement, des connecteurs HF de type SMA ont été soudés sur les circuits imprimés aux endroits prévus. L'analyseur de réseau que nous allons utiliser par la suite est également équipé de connecteurs SMA. Ceci facilitera la connexion électrique du capteur à l'appareil de mesure

et surtout, les propriétés des connecteurs SMA et des câbles coaxiaux sont un bon choix pour travailler dans le domaine de fréquences que nous avons choisi.

a) b)

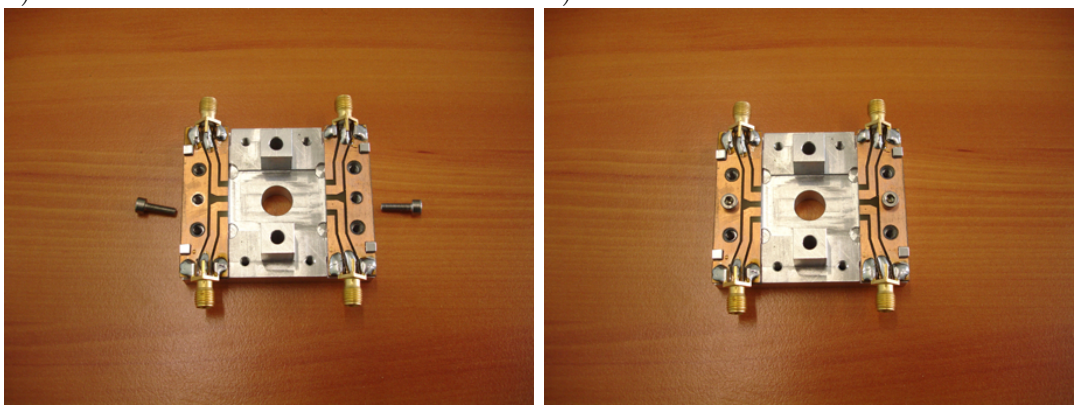


FIG. 4.18 – Positionnement des circuits imprimés (a) et fixation de ceux-ci par deux vis(b).

a) b)

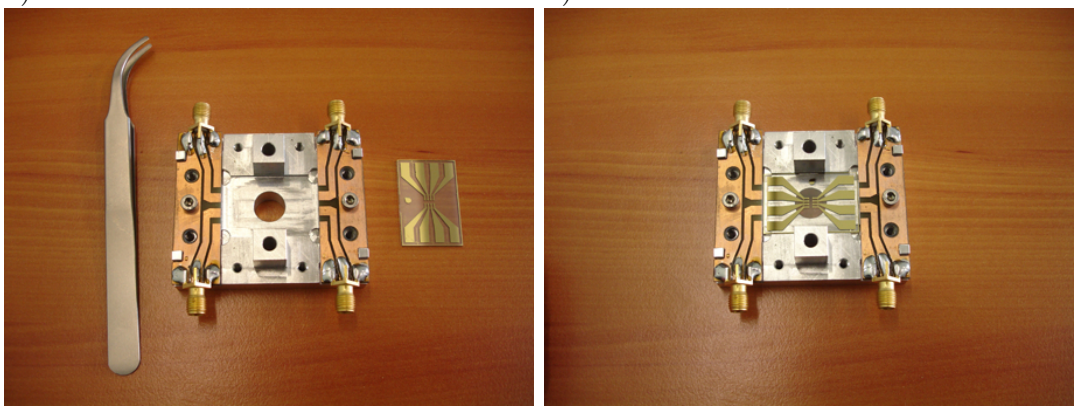


FIG. 4.19 – Intégration (a) et positionnement (b) du dispositif à ondes de Love au sein de la base du réceptable.

Il faut alors introduire le substrat processé, contenant donc les contacts électriques, les transducteurs interdigités et la couche guidante en silice, dans le creux au centre du système de réceptacle (figure 4.19a et b). Ceci permet le placement précis dans les trois directions de l'espace des contacts électriques sur le substrat en face des pistes de cuivre réalisées sur les circuits imprimés, ce qui permettra de connecter électriquement les contacts électriques aux connecteurs SMA par bonding lors d'une des prochaines étapes de l'assemblage.

Il faut ensuite placer la pièce microfluidique en PDMS sur le substrat processé avec la face de celui-ci vers le bas pour pouvoir fermer le canal lorsque la pièce microfluidique est en contact avec la surface du substrat processé, qui est constituée en l'occurrence de la couche guidante en silice. Cette étape requiert un peu d'adresse manuelle, car il faut

aligner le canal microfluidique, de largeur $300\mu m$ au centre des gaps des trois lignes à retard, dont le gap vaut $800\mu m$.

a) b)

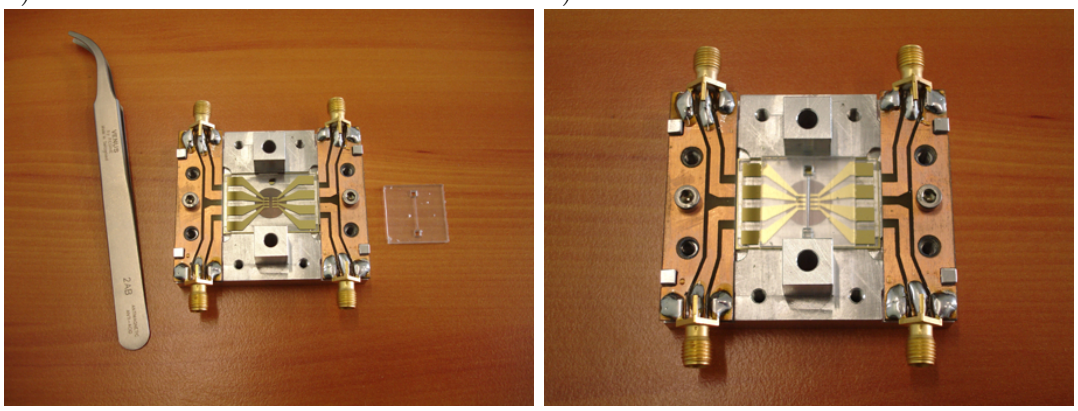


FIG. 4.20 – Préparation de la pièce microfluidique (a) et alignement de celle-ci par rapport aux transducteurs interdigités du dispositif à ondes de Love (b).

a) b)

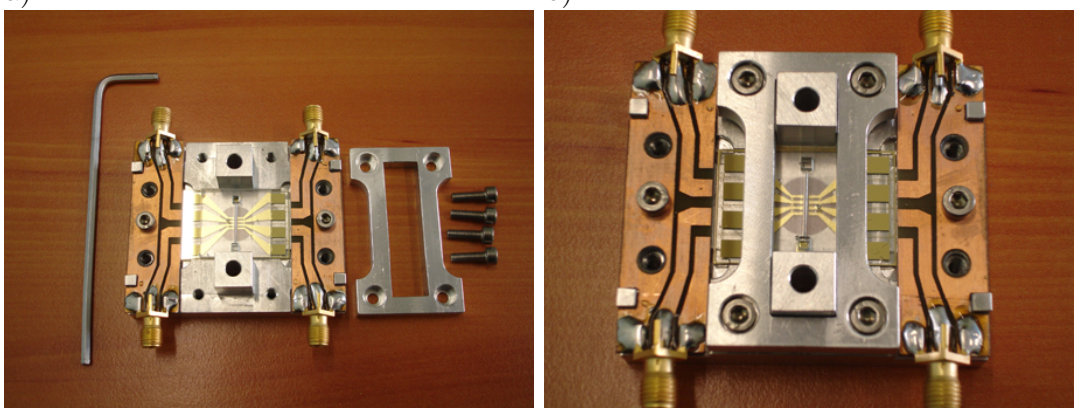


FIG. 4.21 – Positionnement (a) et fixation (b) de l'applicateur de pression.

La figure 4.21a montre l'applicateur de pression avant et après son installation (figure 4.21b). L'applicateur de pression sert à maintenir en place la pièce microfluidique alignée par rapport au substrat processé et de réaliser un premier joint d'étanchéité pour éviter que le liquide traversant le canal par la suite ne s'échappe vers les contacts électriques non protégés de part et d'autre du substrat. Il ne faut pas non plus serrer trop les vis, car le substrat en tantalate de lithium est extrêmement cassant, la présence d'une petite poussière dans le creux dans lequel il est posé, suffit pour le briser lors du serrage des vis. Il faut également veiller à serrer les vis de façon identique pour ne pas déplacer la pièce microfluidique en PDMS par rapport au substrat et de ne pas serrer trop non plus à cause de la consistance de celle-ci. En effet, comme la pièce microfluidique est réalisé en PDMS, ce qui est une silicone, celui-ci va se déformer facilement sous l'exercice de pressions mêmes faibles et peut même se déformer voire flamber.

La prochaine étape consiste alors à réaliser les connexions électriques entre les contacts électriques en or du substrat et les pistes en cuivre des circuits imprimés par bonding. La figure 4.22a montre l'équipement de microsoudure du LPMIA installé en salle blanche. Le bonding est une technique de connexion électrique utilisant un fil d'or de diamètre $25\mu m$ qui est soudé à un contacte métallique à l'aide d'ultrasons. Certains métaux, comme l'or p.ex., s'apprêtent nettement mieux pour faire ce genre de connexion électrique en donnant des connexions plus résistantes et des résistances de passages plus faibles. Le cuivre est également un métal qui s'apprête bien pour faire des connexions électriques par bonding. Il faut néanmoins le nettoyer soigneusement afin d'enlever toute trace de graisse et d'oxyde en surface, ainsi que toute autre trace de contamination organique. Le nettoyage préalable des circuits imprimés se fait avec le RBS, l'acétone et l'acide nitrique (HNO_3).

Comme les fils en or ainsi soudés aux contacts électriques du substrat d'une part et au circuit imprimé d'autre part, sont néanmoins très fragiles, nous avons prévu un couvercle protecteur pour rendre impossible l'accès direct aux fils lorsque le système est complètement assemblé et manipulé lors de caractérisations sur le banc d'essai. Nous aimerions encore préciser un petit détail qui peut sembler confus jusqu'ici. Bien que le substrat processé comporte trois lignes à retard, il n'y a que 4 connecteurs SMA pour le connecter à l'analyseur de réseau. Ceci s'explique simplement par le fait que nous avons rajouté une troisième ligne à retard au deux prévues initialement pour des raisons de taux de réussite surtout au niveau de la lithographie électronique et du lift-off. Comme nous l'avons déjà mentionné dans le chapitre 3, la lithographie électronique est un outil de prototypage, et nous pouvons dire que nous avons un taux de réussite d'environ 66%. Cela signifie simplement que sur les trois lignes à retard réalisés sur un substrat, deux sont en mesure de fonctionner très convenablement, car il peut y avoir des imprévus à l'une ou l'autre étape du procédé de réalisation. En principe, les lignes à retard supérieures et inférieures sont utilisées pour faire des mesures, celle du milieu étant une *réserve*. En cas de besoin, il suffit de modifier le circuit imprimé manuellement en interrompant quelques pistes, puis en réalisant quelques connexions adéquates simplement au fer à souder pour relier alors la ligne à retard du milieu à une paire de connecteurs SMA.

Pour se faire une idée plus concrète du branchement électrique : la première ligne à retard est connectée aux deux SMAs du haut de la figure 4.22b, ce qui correspond au deux contacts électriques en haut du substrat. La deuxième ligne à retard est connectée aux deux SMAs du bas, ce qui correspond au deux contacts électriques du substrat situés en bas de part et d'autre. La troisième ligne à retard non connectée de *réserve* est interfacée entre les deux contacts électriques du substrat du milieu situés de part et d'autre.

La figure 4.23a montre le couvercle protecteur avec les espaceurs mis en place. Les espaceurs ne sont rien d'autre que des tubes en aluminium d'une longueur de $8mm$ pour éviter que le couvercle protecteur ne vienne appuyer d'avantage sur l'applicateur de pression dont la pression à exercer sur le coeur du capteur a déjà été ajusté avec précision

a) b)

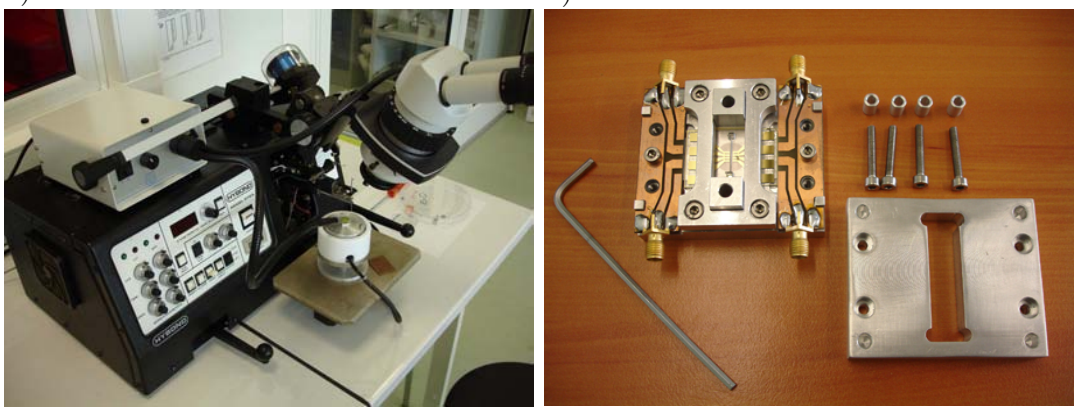


FIG. 4.22 – Connexion électrique des contacts électriques du substrat aux pistes de la platine électronique par bonding (a) et préparation du couvercle protecteur mécanique (b).

auparavant. La figure 4.23b montre le couvercle protecteur installé en vue de dessus avec l'ouverture pour le connecteur hydraulique.

a) b)

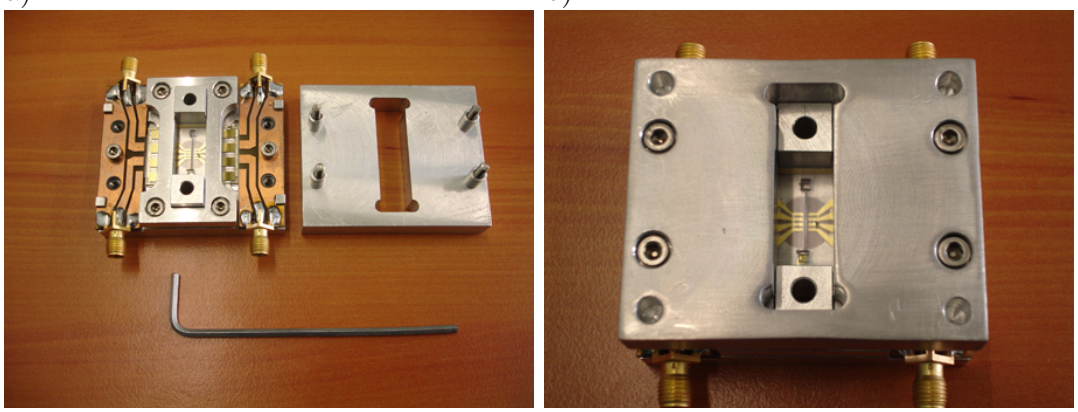


FIG. 4.23 – Mise en place des espaceurs (a) et fixation du couvercle protecteur mécanique à l'aide de quatre vis (b).

La figure 4.24a montre une vue de côté du système avec le couvercle protecteur installé (partie du bas) et fixé sur la base (partie du haut) avec quatre vis. On peut facilement distinguer les espaceurs cylindriques mentionnés ci-dessus.

La figure 4.24b montre le connecteur hydraulique, les deux vis de serrage et deux bouts de tuyau représentant le système de tuyauterie du banc de mesure. On peut distinguer sur la face étroite, tournée ver le haut, du connecteur hydraulique trois trous, dont un grand et deux petits. Les deux petits trous sont reliés à l'intérieur de la pièce au deux connecteurs de tuyauterie rapides situés de l'autre côté de la pièce. Une vue en coupe du connecteur hydraulique est donnée à l'annexe D.4, en vue d'une meilleure compréhension du fonctionnement. On peut également distinguer les deux ouvertures traversantes dans

a) b)

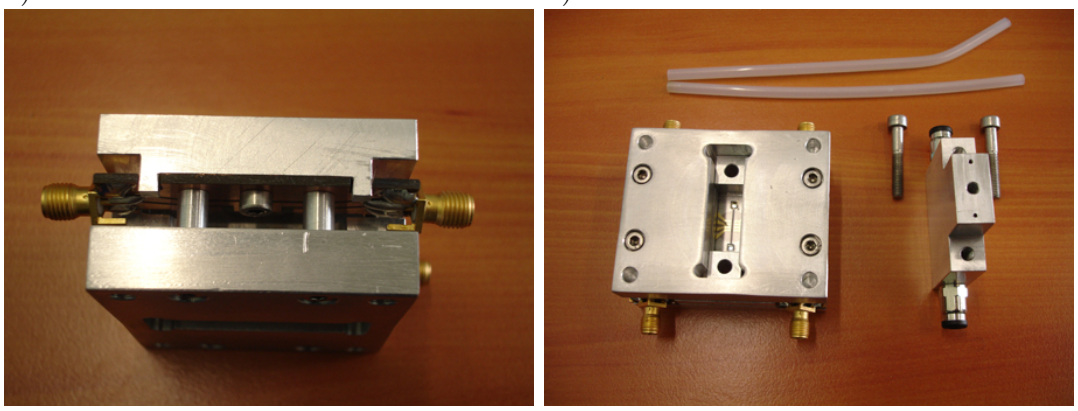


FIG. 4.24 – Visualisation du rôle des espaceurs (a) et préparation du connecteur hydraulique (b).

la pièce microfluidique en PDMS à travers l'ouverture du couvercle protecteur à gauche de la figure 4.24b. Lorsque le connecteur hydraulique est introduit dans l'ouverture prévue à cet effet, les deux petits trous vont se retrouver pardessus les ouvertures traversantes de la pièce microfluidique en PDMS. En appliquant une pression modérée à l'aide des vis pour fixer le connecteur hydraulique, on peut contrecarrer un éventuel léger flambage de la pièce microfluidique en PDMS causé par une pression légèrement trop élevée appliquée par l'applicateur de pression. On peut donc rendre étanche tout le circuit d'écoulement liquide aux deux interfaces existants, c.-à-d. à l'interface entre le substrat au niveau de la couche de silice et la pièce microfluidique du côté du canal et du côté du connecteur hydraulique appliqué sur l'autre côté de la pièce microfluidique.

La figure 4.25a montre le connecteur hydraulique inséré dans l'ouverture prévue à cet effet. On peut distinguer les deux vis de fixation du côté opposé du connecteur hydraulique. En serrant ces deux vis, il faut également veiller à les serrer de manière identique pour éviter tout déplacement et toute déformation de la pièce microfluidique en PDMS, surtout au niveau de l'interface silice/PDMS. La figure 4.25b montre le connecteur hydraulique installé avec la pression adéquate exercée par les vis.

La figure 4.26a montre le système avec le connecteur hydraulique installé de côté, et en vue de dessous (figure 4.26b). Le trou dans la base du système ($\varnothing = 10mm$) permet d'observer l'écoulement du liquide dans le canal lors des mesures.

La figure 4.27a montre le système de réceptacle et le support. La figure 4.27b montre le système *Liquichip* entièrement assemblé, posé sur son support permettant une connexion aisée des câbles électriques et des tuyaux du système d'écoulement de liquide, et une observation de l'écoulement du liquide à l'intérieur du canal à travers l'ouverture dans le milieu de la base du système de réceptacle.

Le système étant maintenant complètement assemblé, nous pouvons procéder à sa caractérisation. Même si les explications concernant l'assemblage du système ont été assez

a) b)

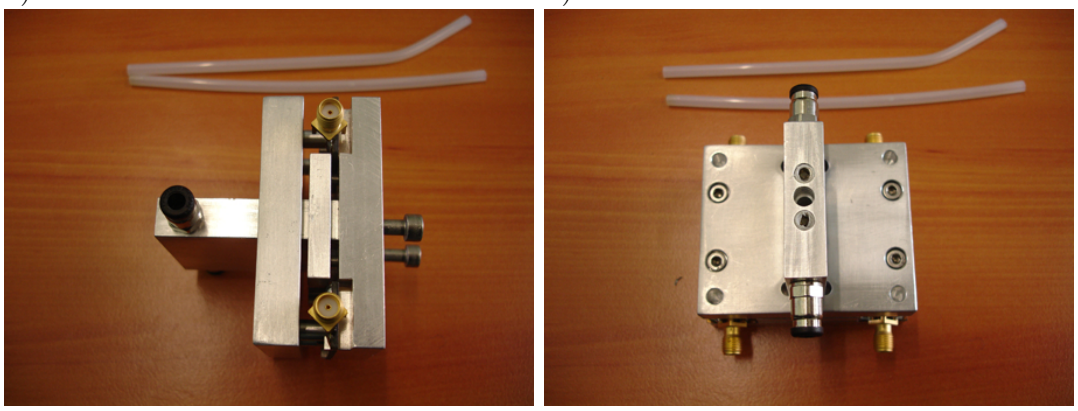


FIG. 4.25 – Installation (a) et fixation (b) du connecteur hydraulique à l'aide de deux vis.

a) b)

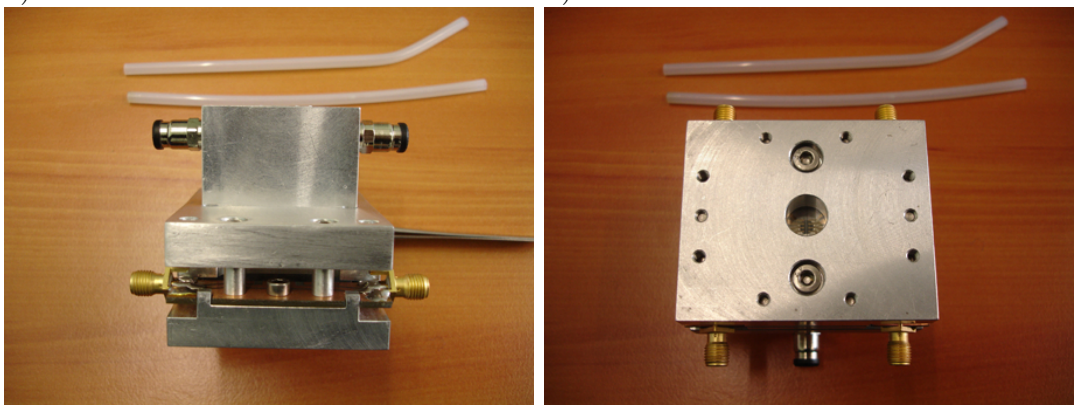


FIG. 4.26 – Vue de côté du système (a) et retournement du système de réceptacle (b) pour le poser sur son support.

a) b)

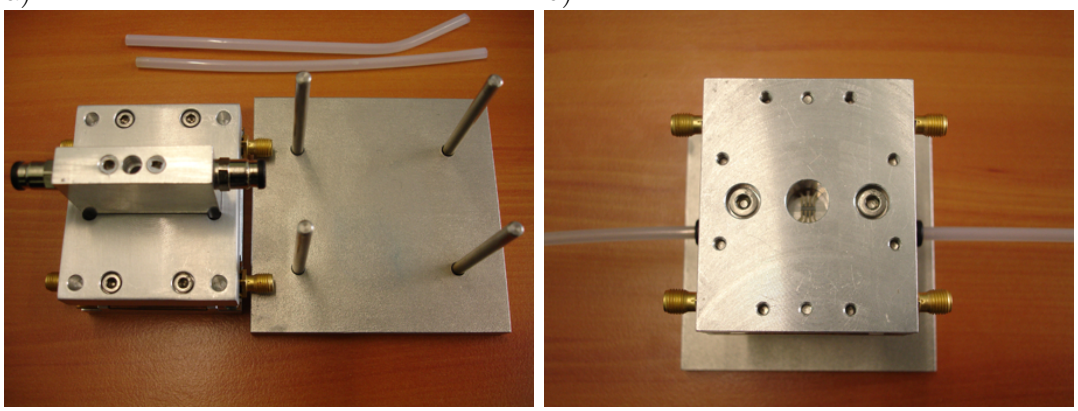


FIG. 4.27 – Réceptacle et support (a), raccordement de la tuyauterie à raccordement rapide (b).

longues, l'assemblage complet, hormis l'étape du bonding, se fait aisément en un temps d'environ cinq minutes.

4.3 Caractérisation de la structure $LiTaO_3/SiO2$

Nous avons procédé à la caractérisation du capteur de liquide réalisé sur les nombreuses étapes décrites dans les paragraphes précédents. Après chaque étape majeure du procédé de réalisation, nous avons effectué des tests pour savoir si le comportement du capteur réalisé jusqu'à ce moment correspondait bien à ce que nous attendions. Afin de vérifier rapidement que nous étions en mesure de générer des ondes de Love dans la structure multicouche $LiTaO_3/SiO_2$, nous avons réalisé et caractérisé des dispositifs élaborés à base de transducteurs interdigités structurés par lithographie optique (section 4.3.1) sur les substrats de tantalate de lithium $36° - YX$, d'abord sans, puis avec couche guidante en silice. Puis nous avons refait la même chose, mais en utilisant la lithographie électronique (section 4.3.2) afin de diminuer la longueur d'onde, qui est proportionnelle à la période des transducteurs interdigités, pour comparer les dispositifs ainsi obtenus à ceux de même longueur d'onde réalisés au chapitre 3 (section 4.3.3) et en tirer quelques premières conclusions. Ceci revient à comparer les réponses fréquentielles obtenues avec des dessins de transducteurs interdigités classiques (chapitre 3) à celles obtenues avec des transducteurs interdigités spécifiques (chapitre 4).

4.3.1 Caractérisation des modes propagatifs présents dans la structure $LiTaO_3$ / SiO_2

Nous avons réalisé plusieurs lignes à retard classiques à base de tantalate de lithium $36° - YX$ en lithographie optique avec des longueurs d'ondes correspondantes entre $14\mu m$ et $24\mu m$ et des gaps entre $1mm$ et $5mm$. Le but de cette partie est juste de mettre en évidence les différents modes propagatifs pouvant exister dans la structure $LiTaO_3/SiO_2$. Nous avons caractérisés ces dispositifs à l'aide du prober et de l'analyseur de réseau. Nous avons ensuite déposé une couche de silice d'une épaisseur de $1\mu m$ comme couche guidante pour générer des ondes de Love en excitant les transducteurs interdigités. Les mesures obtenues sont illustrées sur la figure 4.28. Elles permettent de comparer l'excitation des différents types d'ondes avec et sans couche guidante en silice.

Nous pouvons clairement distinguer cinq pics sur la figure 4.28, dont trois correspondent à des ondes existant dans le tantalate de lithium seul et deux pics correspondant à des ondes existant dans la structure multicouche $LiTaO_3/SiO_2$. Le tableau 4.3 résume les valeurs des pics de la figure 4.28 et donne également la vitesse de phase correspondant à chaque pic, déterminée à partir de la fréquence mesurée. L'épaisseur normalisée pour la couche guidante vaut dans ce cas $h/\lambda = 0,07$ ($\lambda = 14\mu m$, $h = 1\mu m$).

Le pic à $f_{0,LT}$ peut être identifié comme celui correspondant à l'onde SSBW/LSAW existant dans le $36°YX$ $LiTaO_3$, dont la valeur de la vitesse de phase trouvée dans la littérature vaut $4160m/s$ [42, 64, 65]. On observe facilement que $f_{2,LT} \cong 3 \cdot f_{0,LT}$, il s'agit

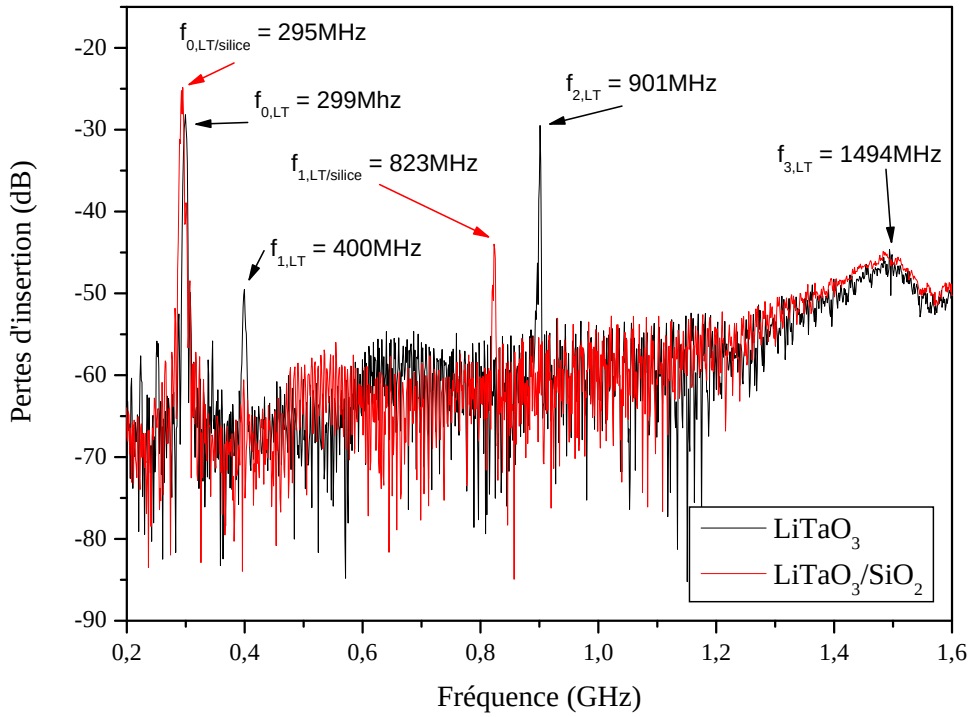


FIG. 4.28 – Réponse fréquentielle d'un dispositif à ondes acoustiques de surface de longueur d'onde correspondante $\lambda = 14\mu m$ avec et sans couche guidante en silice d'épaisseur $1\mu m$.

Pic	**Structure**	**Fréquence** $[MHz]$	**Vitesse** $[m/s]$	**Type d'onde**
$f_{0,LT}$	$LiTaO_3$	299	4186	SSBW/LSAW
$f_{1,LT}$	$LiTaO_3$	400	5600	
$f_{2,LT}$	$LiTaO_3$	901	4205	SSBW/LSAW
$f_{0,LT/silice}$	$LiTaO_3/SiO_2$	295	4130	Love
$f_{1,LT/silice}$	$LiTaO_3/SiO_2$	823	3841	Love

TAB. 4.3 – Relevé des fréquences mesurées sur des structures sur $LiTaO_3$ seul et sur $LiTaO_3/SiO_2$ pour une ligne à retard de longueur d'onde correspondant à $14\mu m$.

donc de la première harmonique de l'onde SSBW/LSAW, la vitesse calculée concorde à $0,5\%$ près. On observe également que $f_{3,LT} \cong 5 \cdot f_{0,LT}$; nous avons donc également trouvé la deuxième harmonique de l'onde SSBW/LASW, avec une précision de mesure de la différence de vitesse entre la fondamentale et la deuxième harmonique de $0,07\%$.

Le pic $f_{1,LT}$ correspond vraisemblablement à un mode supérieur de l'onde SSBW/LSAW, dont nous avons malheureusement trouvé aucune indication dans la littérature.

Le pic $f_{0,LT/silice}$ correspond à l'onde de Love existant dans la structure multicouche $LiTaO_3/SiO_2$. Comme l'épaisseur de la couche guidante est très faible ($h/\lambda = 0,07$), la vitesse de phase ne diminue que très peu [39, 42], ce qui correspond en effet à la mesure que nous avons effectuée.

Le pic $f_{1,LT/silice}$ correspond à l'harmonique 1 de l'onde de Love correspondant au pic $f_{0,LT/silice}$. Comme nous l'avons déjà mentionné au chapitre 3, les harmoniques d'une onde donnée ne se retrouvent plus à des multiples entier impairs de la fréquence fondamentale à cause de la dispersion des vitesses dans des structures multicouches. Cela signifie donc qu'on peut retrouver la vitesse de phase correspondant à ce pic en passant par l'épaisseur normalisée. La longueur d'onde de l'harmonique 1 correspond au tiers de la longueur d'onde de la fondamentale :

$$\lambda_{h1} = 1/3 \cdot \lambda_{h0} \tag{4.20}$$

ho indiquant la fondamentale et $h1$ la première harmonique. Il s'en suit que l'épaisseur normalisée exprimée en fonction de la longueur d'onde de la fréquence fondamentale vaut :

$$h/\lambda = \frac{h}{1/3 \cdot \lambda_{h0}} = \frac{3 \cdot h}{\lambda_{h0}} \tag{4.21}$$

On peut donc retrouver la vitesse de phase de la première harmonique de l'onde de Love correspond en divisant la fréquence trouvée par trois et en multipliant l'épaisseur normalisée par trois. La vitesse de phase de cette onde est donc $v_p = 1/3 \cdot \lambda \cdot f_{1,LT/silice} = 3841m/s$ pour une épaisseur normalisée de $h'/\lambda = 3 \cdot h/\lambda = 0,21$, ce qui est en parfaite concordance avec les courbes de dispersion trouvées dans la littérature [39, 42].

Nous observons de plus que l'intensité du pic de l'onde de Love pour la fréquence fondamentale ($h/\lambda = 0,07$) est légèrement supérieur à celle de l'onde SSBW/LSAW dans le tantalate de lithium seul. Dans le cas de la première harmonique, nous observons que l'intensité du pic de l'onde de Love ($h/\lambda = 0,21$) est plus faible que celui de l'onde SSBW/LSAW dans le tantalate de lithium seul. Ces deux observations sont également en parfaite concordance avec les valeurs théoriques et expérimentales trouvées dans la littérature [39, 42].

Nous avons donc réussi à générer des ondes de Love dans une structure multicouche $LiTaO_3/SiO_2$ à l'aide de transducteurs interdigités réalisés en lithographie optique. Nous allons maintenant faire de même pour des transducteurs interdigités en configuration capteur, réalisés en lithographie électronique dans la section suivante.

4.3.2 Caractérisation du dispositif *Liquichip* réalisé par combinaison de la lithographie optique et électronique

Les dispositifs que nous allons présenter ici ont été réalisés selon le procédé de réalisation présenté à la section 4.2.2. Une première caractérisation a été faite au degré de finition DF6 (voir section 4.2.2), donc sans couche guidante en silice. La caractérisation a été effectuée au « prober » avec les pads électriques prévus à cet effet (figure 4.29).

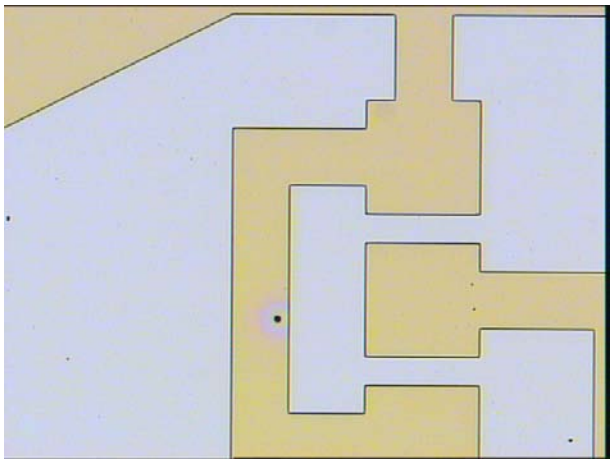


FIG. 4.29 – Pads électriques intégrés dans le masque optique pour pouvoir réaliser un contrôle et une caractérisation préliminaire des trois lignes à retard du capteur *Liquichip* avant le dépôt de la couche guidante en silice.

La figure 4.30 donne la réponse fréquentielle d'une ligne à retard au degré de finition DF6, donc sans la couche guidante en silice. Nous observons la réponse fréquentielle de la ligne à retard avec la fréquence centrale située vers $f_0 = 2,095GHz$. De plus, nous observons que la réponse fréquentielle semble être modulée, en comparaison avec toutes les réponses que nous avons pu observer jusqu'ici. La vitesse de phase calculée à partir de fréquence centrale vaut $v_p = 2,095GHz \cdot 2,0\mu m = 4190m/s$. Nous avons donc trouvé l'onde SSBW/LSAW déjà trouvée à la section précédente. Nous n'allons pas traiter le phénomène de la modulation de la réponse fréquentielle de la ligne à retard en ce point, nous allons y revenir à la section 4.4.4 pour tenter d'élucider cette observation plus en détail.

Nous avons également fait des mesures sur un dispositif réalisé par connexion des pads électriques par bonding aux connecteurs et câbles coaxiaux pour voir une éventuelle différence au niveau de la réponse fréquentielle. Autrement dit, nous voulions voir s'il y avait une influence du mode de connexion (prober ou bonding) du dispositif à l'analyseur de réseau sur la réponse fréquentielle. La figure 4.31 montre deux réponses fréquentielles, dont l'une a donc été faite à l'aide des pads électriques sur le substrat et au prober (courbe en noir) et l'autre a été fait après installation du substrat dans le réceptacle avec connexion

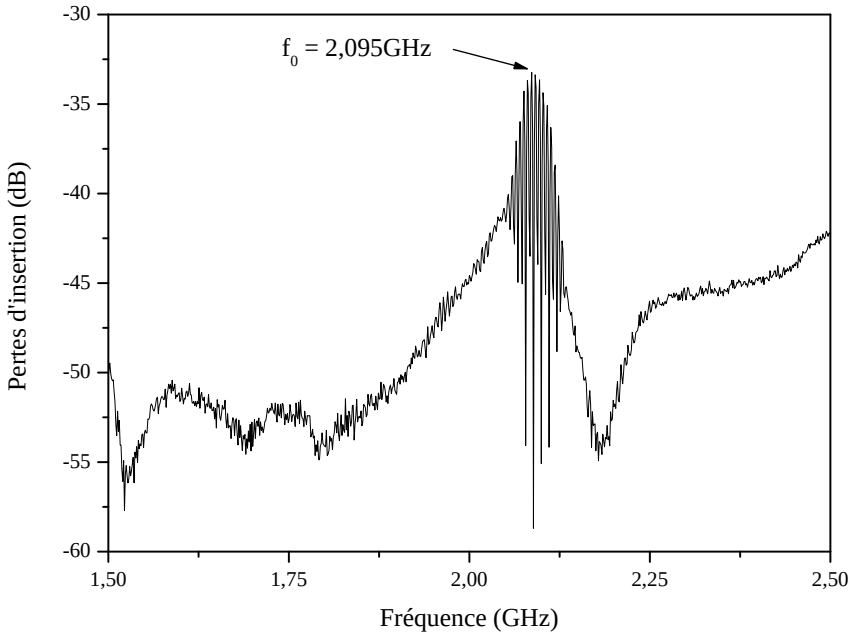


FIG. 4.30 – Réponse fréquentielle d'une des trois lignes à retard du capteur *Liquichip* avant le dépôt de la couche guidante en silice.

par bonding des contacts électriques du substrat aux platines électroniques.

Nous constatons que nous avons plus de pertes avec le système d'interfaçage des platines et des connecteurs SMA qu'avec la mesure directe au prober. Nous observons également qu'il y a un couplage parasite dans la boucle de mesure, en utilisant l'interface électrique au lieu du prober, qui génère des artefacts dans la réponse fréquentielle illustrée sur la figure 4.31. Le taux de réjection du signal utile diminue et le niveau du bruit de fond augmente, sans néanmoins modifier la fréquence centrale du pic observé. On constate également que les lobes du sinus cardinal, qui est l'allure de la réponse d'une ligne à retard telle que nous l'avons réalisée, peuvent facilement être distingués sur la réponse enregistrée au prober, alors qu'ils sont plutôt noyés dans le bruit dans le cas de la mesure après le bonding.

Comme les dispositifs à ondes acoustiques de surface réalisés au chapitre 3 sont simplement constitués de substrats de tantalate de lithium et de transducteurs interdigités, nous allons les comparer aux dispositifs que nous venons de présenter ci-dessus pour voir les différences au niveau de la réponse fréquentielle. Les dispositifs réalisés dans le chapitre 3 ont été caractérisés à l'aide du prober. Nous ferons donc la comparaison des réponses fréquentielles relevées par le prober uniquement afin de mettre en évidence s'il y a un effet sur la réponse fréquentielle qui est dû au dessin de nos transducteurs interdigités.

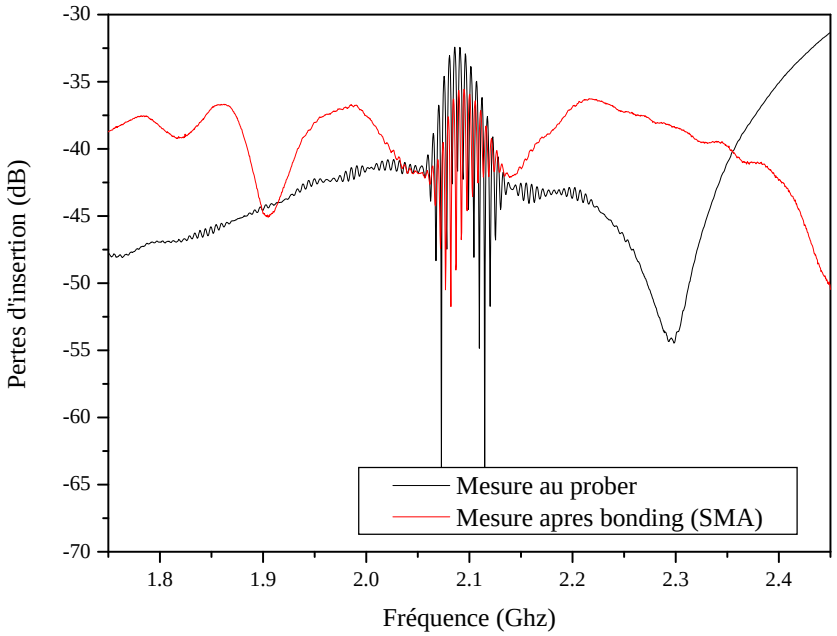


FIG. 4.31 – Réponse fréquentielle d'une des trois lignes à retard du capteur *Liquichip* mesurée au prober (courbe noire) en après bonding aux platines électroniques (courbe rouge).

4.3.3 Comparaison de dispositifs SAW de longueur d'onde $2\mu m$

Dans cette section, nous allons comparer la réponse fréquentielle d'un filtre électrique à base d'ondes acoustiques de surface réalisé sur $36°YX$-$LiTaO_3$ du chapitre 3 (section 3.2.2) à la réponse fréquentielle d'une ligne à retard du capteur de liquide *Liquichip* sans la couche guidante en silice. Nous comparons donc deux lignes à retard de même période, de même taux de remplissage réalisés sur le même matériau. Les différences se situent au niveau du gap et de l'ouverture, et aussi au niveau du dessin des transducteurs interdigités, qui diffère grandement entre les filtres et le *Liquichip*. Ces paramètres sont donnés par le tableau 4.4. Nous aimerions encore préciser que les réalisations de transducteurs interdigités du chapitre 3 se sont faits sans calibration du champ d'écriture de la lithographie électronique résultant dans des divergences dimensionnelles pouvant atteindre 10%. Ceci nous a amené à translater le pic du filtre électrique mesuré à la fréquence à laquelle se trouve le pic du capteur *Liquichip*, c.-à-d. à $2,095GHz$. Nous constatons que la largeur du lobe principal est similaire, mais concernant le capteur, le signal est modulé, les pertes d'insertion sont plus importantes et le taux de réjection est plus faible. De plus nous constatons que le niveau du bruit de fond est plus élevé.

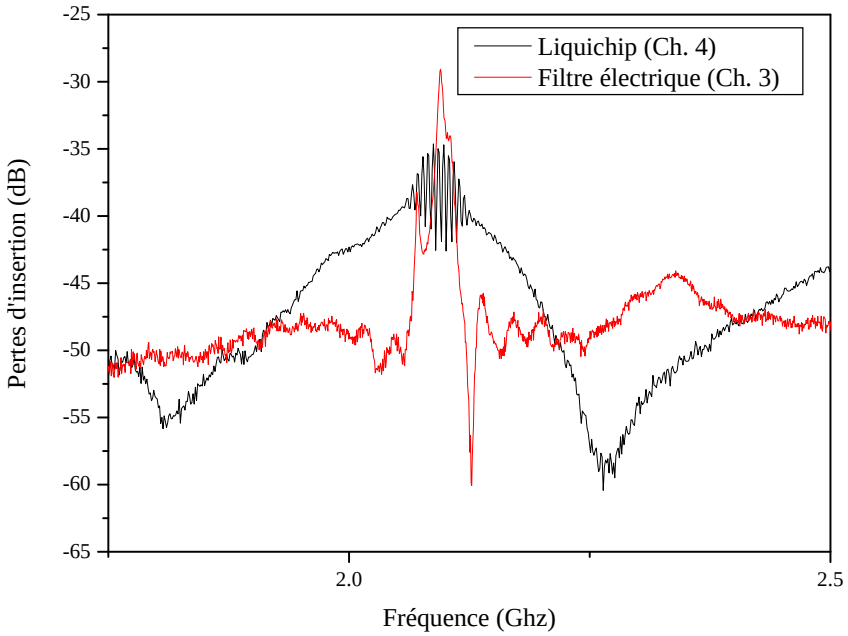


FIG. 4.32 – Réponse fréquentielle d'une des trois lignes à retard du capteur *Liquichip* mesurée au prober (courbe noire) comparée à la réponse fréquentielle d'un filtre électrique de même longueur d'onde réalisé sur tantalate de lithium (courbe rouge).

Paramètre	**Filtre électrique**	**Capteur *Liquichip***
Longueur d'onde	$2\mu m$	$2\mu m$
Ouverture	$90\mu m$	$220\mu m$
Gap	$20\mu m$	$800\mu m$
Taux de remplissage	1 : 3	1 : 2
Nombre de doigts	50 paires	50 paires

TAB. 4.4 – Comparaison des paramètres des transducteurs interdigités dont la réponse fréquentielle est représentée à la figure 4.32.

4.3.4 Précautions à prendre face aux résultats obtenus

Nous aimerions noter ici que les premières mesures faites dans cette section ont bien permis de mesurer des réponses fréquentielles des capteurs *Liquichip*, mais avec des perturbations importantes du signal. Ces perturbations sont de nature électromagnétique et leur amplitude est due aux dimensions et à la surface non négligeable des contacts électriques réalisés sur le substrat en tantalate de lithium par lithographie optique. Il faudra donc interpréter avec précaution les résultats des mesures réalisées par la suite. Nous traiterons ces perturbations observées à la section 4.4.5.

4.4 Caractérisation des capteurs réalisés

4.4.1 Le banc de mesure

Suite à la recherche d'un moyen de pompage simple pour faire circuler le liquide à caractériser à travers le canal microfluidique du capteur de liquide, nous avons trouvé toutes sortes de pompes travaillant selon des principes différents. Afin d'éviter toute modification des résultats des mesures par des artefacts induits par le système de pompage, il a fallu trouver une pompe produisant un flux continu non-saccadé. Une conversation personnelle lors d'une conférence scientifique a permis d'avancer rapidement sur ce point. Suite aux expériences menés par des collègues autrichiens[2], il y avait deux options pour résoudre le problème du pompage. La première solution consiste en l'utilisation d'une pompe spéciale destinée à faire de l'électro-chromatographie. La deuxième consiste à utiliser un récipient suspendu et de faire écouler le liquide par la gravitation. Pour des raisons de simplicité et de coûts, nous avons opté pour la deuxième solution.

La figure 4.33 montre le banc de mesure pour le capteur de liquide *Liquichip*. La réalisation du capteur et l'assemblage du système *Liquichip* ont été explicités en détail aux sections 4.2.2 et 4.2.3. Afin de pouvoir faire des caractérisations de différents liquides, nous avons réalisé le banc de mesure illustré à la figure 4.33.

Le banc de mesure consiste en un support mécanique qui se compose d'une plaque en aluminium de dimensions $500 \cdot 400 \cdot 10mm^3$. Dans cette plaque sont fixés trois tiges en acier, de longueur $1000mm$ et de diamètre $\emptyset = 13mm$ espacées l'une de l'autre de $150mm$ et alignés, à une distance des bords de la plaque de $100mm$. Sur chaque tige, nous avons suspendu une ampoule à décanter d'un volume de $1l$ à l'aide d'une pince et d'une noix de fixation. Chaque ampoule est reliée à une vanne. Les sorties des trois vannes sont reliées ensemble et un seul tuyau sort du mixeur de liquides et amène le liquide pouvant ainsi venir de l'une des trois ampoules vers l'entrée du capteur de liquide. Les tuyaux reliant les ampoules aux trois vannes sont des tuyaux en silicone. Le système de connectique de tuyauterie utilisée pour relier le mixeur à l'entrée du capteur et celui destiné à récupérer le liquide à la sortie du capteur pour l'amener dans le récipient de récupération est le système Prestolok Micro de Parker [66].

Le débit moyen à travers le système a été déterminé a l'aide d'eau désionisée. Nous avons laissé écouler de l'eau à partir d'une ampoule suspendue pendant cinq minutes. Nous avons récupéré la quantité d'eau ayant traversé le système et nous avons déterminé le volume à l'aide de la masse volumique de l'eau et de la masse d'eau écoulée. Pour deux hauteurs différentes de l'ampoule, nous avons déterminé le débit. Le tableau 4.5 donne les débits en fonction des différences en hauteur entre le canal du capteur et la surface

[2]Discussion personnelle avec le Dr. Ingrid Graz de l'université Johannes Kepler de Linz, Autriche, lors de la conférence ISAF (International Symposium on the Applications of Ferroelectrics) à Sunset Beach, Caroline du Nord, Etats-Unis d'Amérique, Juillet-Août 2006.

FIG. 4.33 – Banc de mesure pour le capteur de liquide *Liquichip*.

supérieure de l'eau dans l'ampoule au début de la mesure.

Δ hauteur $[m]$	**débit** $[l/m]$
0,30	0,004
0,80	0,005

TAB. 4.5 – Débit de l'eau désionisée en fonction du surélèvement du réservoir de liquide par rapport au canal microfluidique du capteur de liquide.

Comme la différence en débit est faible pour des changements relativement importants de la hauteur de l'ampoule, nous pouvons négliger la variation de débit au cours d'une mesure due à la baisse du niveau du liquide dans l'ampoule.

4.4.2 Les premières mesures

Nous avons donc effectué les premières mesures avec le capteur en milieu liquide. Nous avons effectué des cycles alternés avec différents liquides tels que de l'eau désionisée (H_2O), de l'éthanol (C_2H_5OH) et des solutions aqueuses de sels telles que le chlorure de potassium (KCl) et le chlorure de sodium (NaCl). Nous avons utilisé l'azote comprimé que nous avons fait circuler dans le système de tuyauterie à travers le capteur à la pression d'un bar pour sécher le capteur et les tuyaux le cas échéant. Toutes les mesures faites dans cette section ont été réalisées en boucle fermée, c.-à-d. mesure du décalage en fréquence à phase constante [67]. Nous avons utilisé un analyseur de réseau Agilent 8752A et un logiciel d'acquisition de données existant au laboratoire réalisé sous Simulink.

4.4.2.1 Détection de l'eau avec le capteur *Liquichip*

Pour la première mesure, nous avons réalisé 10 cycles alternés d'azote et d'eau désionisée que nous avons fait circuler à travers le capteur pendant 5 minutes à chaque fois. Nous avons utilisé le banc de mesure présenté à la figure 4.33 de la section 4.4.1. Nous avons relié la conduite d'azote directement à une des vannes afin de pouvoir alterner confortablement l'azote et l'eau. Le résultat de la mesure est donné à la figure 4.34.

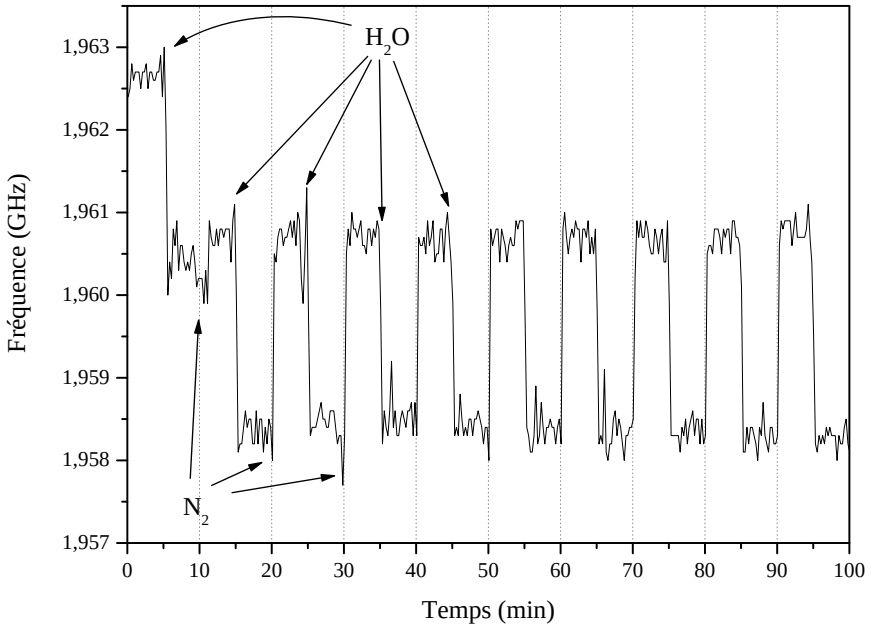


FIG. 4.34 – Caractérisation d'une dizaine de cycles alternés d'azote gazeux et d'eau distillée.

Nous observons d'abord que la fréquence moyenne du capteur au cours de l'expérience se situe à environ $1,96GHz$. Nous pouvons donc calculer la vitesse de phase moyenne, qui vaut $v_p = f_{moy} \cdot \lambda = 3920m/s$. Cette valeur concorde bien avec les valeurs des vitesse de phase pour une épaisseur normalisée de $h/\lambda = 0,25$ de la couche guidante de silice trouvées dans la littérature [39, 42]. Nous observons également que la fréquence chute après le premier cycle. Nous pensons que ceci est dû à la porosité de la couche de silice. Lors du premier contact avec l'eau circulant dans le canal, l'eau pénètre dans les pores de la silice amorphe au niveau du canal et pénètre même dans la silice protégée par la pièce en PDMS par effet capillaire.

Nous avons pu observer ce phénomène à plusieurs reprises sur des capteurs différents. Nous n'avons néanmoins pas pu faire de vérification sur un même capteur en le démontant pour le sécher convenablement et le remonter après, car l'adhérence de la silice sur les contacts électriques et les transducteurs interdigités est de qualité moyenne. Même en enlevant la pièce microfluidique avec beaucoup de précaution, la couche guidante s'enlève des parties métallisées et reste collée à la pièce en PDMS.

Après le premier cycle, on observe un comportement stable avec des paliers de fréquence relativement bien définis d'environ $1,96075GHz$ pendant l'écoulement de l'azote à travers le capteur et de $1,9584GHz$ pendant l'écoulement de l'eau désionisée à travers le capteur, ce qui correspond à un décalage en fréquence de $2,35MHz$, soit $1,2‰$. La surface en contact avec le liquide est de $A = 300 \cdot 220 \cdot 10^{-6}mm^2$, et la différence de masse agissant sur cette surface est de $19,8ng$. En utilisant l'équation 4.12 de la section 4.1.1.1, nous pouvons calculer la sensibilité absolue à l'effet de masse du capteur pour l'eau désionisée qui vaut $S_{m,a} = -7847Hz \cdot mm^2/ng$.

Le temps de réponse du capteur est difficile à estimer, les mesures ont été faites à un intervalle de $15s$. On peut néanmoins dire que le temps de réponse est inférieur à $30s$. Nous n'avons pas pu descendre en dessous de cette « fréquence d'échantillonnage » de $4\,mesures/min$ pour cause de limitations techniques des appareils de mesure utilisés.

4.4.2.2 Détection de l'éthanol avec le capteur *Liquichip*

Nous avons ensuite réalisé 10 cycles alternés d'azote et d'éthanol que nous avons fait circuler à travers le capteur pendant 5 minutes à chaque fois, de façon similaire à l'expérience précédente. Le résultat de la mesure est donné à la figure 4.35.

Nous observons que la fréquence moyenne reste inchangée, mais le décalage en fréquence est moins prononcé pour l'éthanol que pour l'eau. Nous observons des paliers de fréquence moyenne d'environ $1,9605GHz$ pendant l'écoulement de l'azote et d'environ $1,95975GHz$ pendant l'écoulement de l'éthanol, ce qui correspond à un décalage fréquentiel de $0,75MHz$, soit $0,4‰$. La surface en contact avec le liquide est de $A = 300 \cdot 220 \cdot 10^{-6}mm^2$, et la différence de masse agissant sur cette surface est de $15,6ng$.

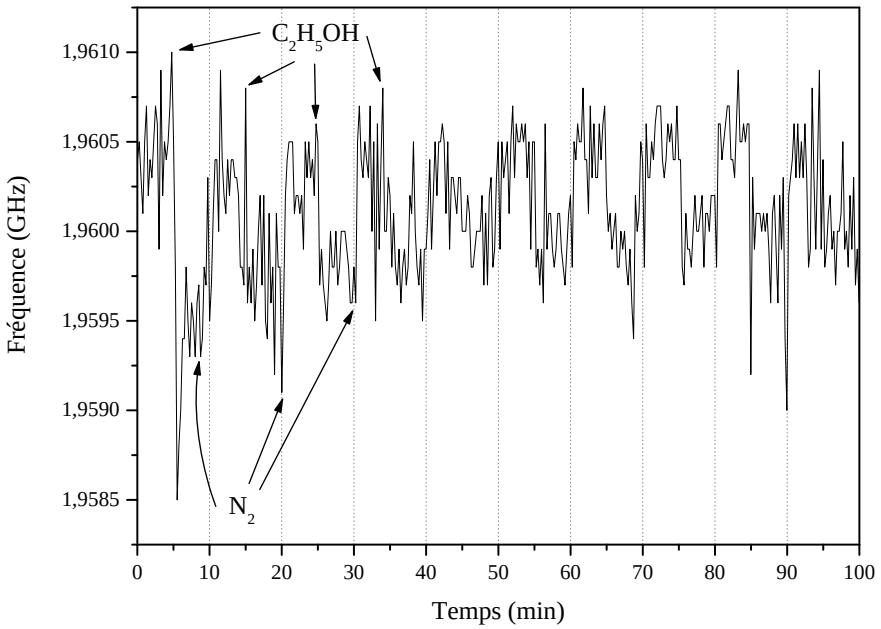


FIG. 4.35 – Caractérisation de 10 cycles alternés d'azote gazeux et d'éthanol.

Nous déterminons une sensibilité absolue à l'effet de masse de $S_{m,a} = -3167Hz \cdot mm^2/ng$ dans le cas de l'éthanol.

On constate aussi que les paliers sont moins définis, le signal semble en général « plus bruité » que dans l'expérience précédente avec l'eau désionisée.

4.4.2.3 Comparaison des détections de l'eau et de l'éthanol avec le capteur *Liquichip*

Cette fois, nous avons alterné de l'eau et de l'éthanol avec de l'azote lors de la mesure. Le résultat en est donné à la figure 4.36.

Nous observons désormais trois paliers de fréquence lors des différentes phases de circulation des liquides et gaz à travers de capteur, à savoir $1,9650GHz$ pour l'azote, $1,9640GHz$ pour l'eau désionisée et $1,9646GHz$ pour l'éthanol. Ceci qui correspond à des changements en fréquence de $1MHz$ $(0,6‰)$ pour l'alternance azote-eau, et $0,4MHz$ $(0,2‰)$ pour l'alternance azote-éthanol. Le tableau 4.6 donne quelques propriétés importantes des liquides que nous avons testés. Dans ce cas de figure, les sensibilités absolues déterminées sont de $S_{m,a} = -2004Hz \cdot mm^2/ng$ pour l'eau et de $S_{m,a} = -1689Hz \cdot mm^2/ng$ pour l'éthanol, valeurs qui sont inférieures aux valeurs trouvés lors des mesures précédentes.

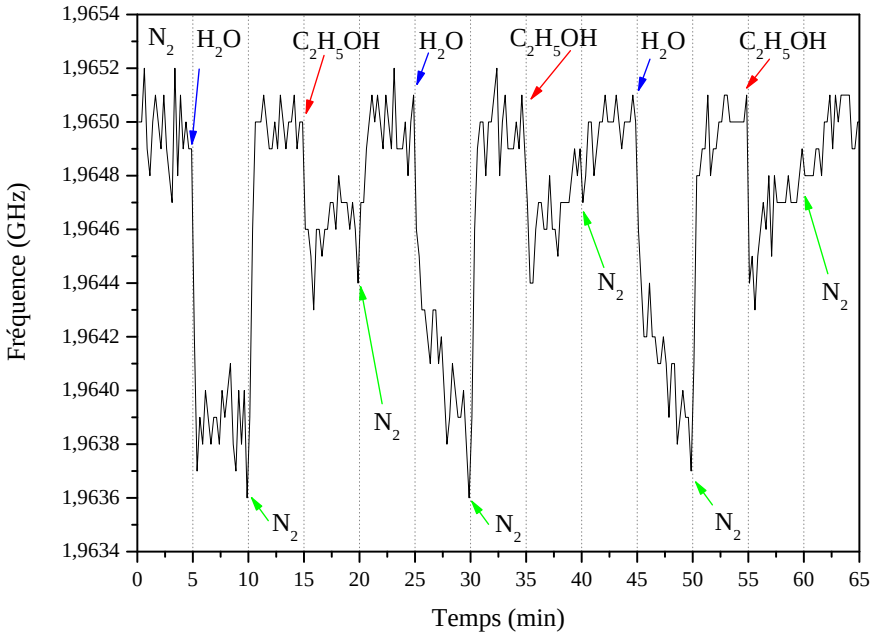


FIG. 4.36 – Caractérisation de cycles alternés d'azote gazeux et d'eau distillée et d'éthanol.

Propriété	**symbole [unité]**	**eau**	**éthanol**
densité	$\rho\ [g/cm^3]$	0,99823	0,78945
viscosité	$\eta\ [mPA \cdot s]$	1,0050	1,144
permittivité	$\varepsilon_0\ [F/m]$	80,36	24,3
tension de vapeur saturante	p $[hPa]$	23,3854	58,1192

TAB. 4.6 – Quelques propriétés importantes de l'eau et de l'éthanol à $20°C$ [68, 69].

Nous avons observé, lors des mesures, qu'il y avait certaines améliorations à apporter au banc d'essai. Le volume de liquide présent dans le mélangeur n'est pas négligeable vis-à-vis du volume circulant dans le système. De plus, lors de chaque changement, il y a des restes de liquide qui subsistent dans le mélangeur. Dans le cas de l'eau, l'évacuation par l'azote se fait facilement, ce qui est explique les paliers nets montrés à la figure 4.34.

Dans le cas de l'éthanol, l'évacuation du tuyau d'apport met beaucoup plus de temps et ne s'est jamais faite de manière comparable comme dans le cas de l'eau. Des goûtes sont restées dans le tuyau malgré le flux d'azote. L'éthanol présent dans le système à conduit à des suspensions de fines gouttelettes dans le flux d'azote qui sont venues heurter la surface du capteur tout au long de la phase séchage du canal à l'azote. Ce comportement a pu être observé visuellement et confirmé par les bruits à la sortie du tuyau d'évacuation de liquide. La diminution de la fréquence en présence d'un liquide dans le canal vient du fait que le rapport masse par unité de surface change, ce qui entraîne un ralentissement de la

vitesse de phase dans le matériau. La diminution en fréquence plus importante dans le cas de l'eau, en comparaison avec l'éthanol, est à attribuer à la plus grande densité de l'eau. Le fait que l'eau est évacuée plus facilement du canal et des tuyaux est en relation avec la différence de viscosité des deux liquides utilisés. Il semble que cette observation peut également, du moins en partie, expliquer l'allure du graphique représenté à la figure 4.36.

4.4.2.4 Détection de solutions salines avec le capteur *Liquichip*

Nous avons également réalisé des mesures avec des solutions aqueuses de sels. Nous avons utilisé des solutions 0,1 molaires de chlorure de sodium (NaCl) et de chlorure de potassium (KCl). Les mesures ont consisté de cycles alternés d'eau désionisée et de solution saline en commençant avec la solution de chlorure de sodium. Les résultats des deux mesures sont présentés sur la figure 4.37.

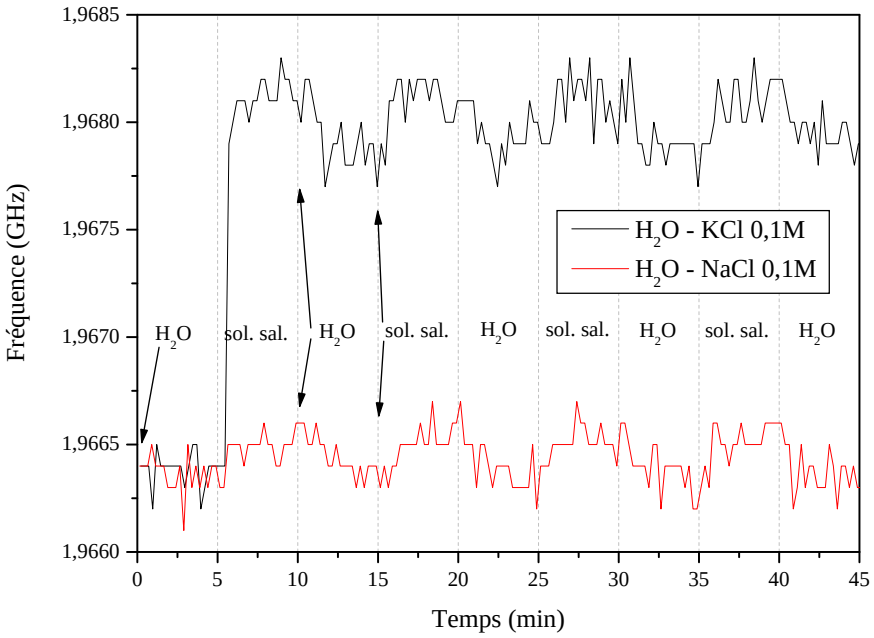


FIG. 4.37 – Caractérisation de cycles alternés d'eau distillée et de solution 0,1 molaire de chlorure de potassium et de chlorure de sodium.

Nous pouvons observer que les paliers de la réponse, bien qu'ils soient assez bruités, peuvent toujours être distingués. La réponse pour chaque solution est bien différente. Nous remarquons aussi que la résolution fréquentielle de l'analyseur de réseau limitée influence la mesure au niveau de chaque palier, il en est de même pour le temps de réponse, dont nous ne pouvons pas donner une valeur indicative. Les résultats obtenus sont à considérer uniquement d'un point de vue qualitatif : Il est possible de réaliser un capteur de liquide à

ondes de Love de très haute fréquence pouvant différentier différents liquides et ayant une sensibilité plus élevée que les capteurs à ondes de Love à basse fréquence ($\sim 100MHz$) [32].

4.4.3 Caractérisation du capteur de liquide *Liquichip*

Nous avons constaté que le système de mesure utilisé pour faire les premières mesures (section 4.4.2) ne permet d'enregistrer qu'une quantité limitée d'informations difficile à exploiter par la suite. Nous avons donc réalisé un programme Matlab permettant de commander l'analyseur de réseau et d'enregistrer directement à partir de celui-ci des spectres de fréquences entiers avec une résolution fréquentielle de 1600 échantillons toutes les $15s$. Toutes les données enregistrées sont sauvegardées pour en extraire les informations utiles, et de les traiter, le cas échéant, par un moyen approprié.

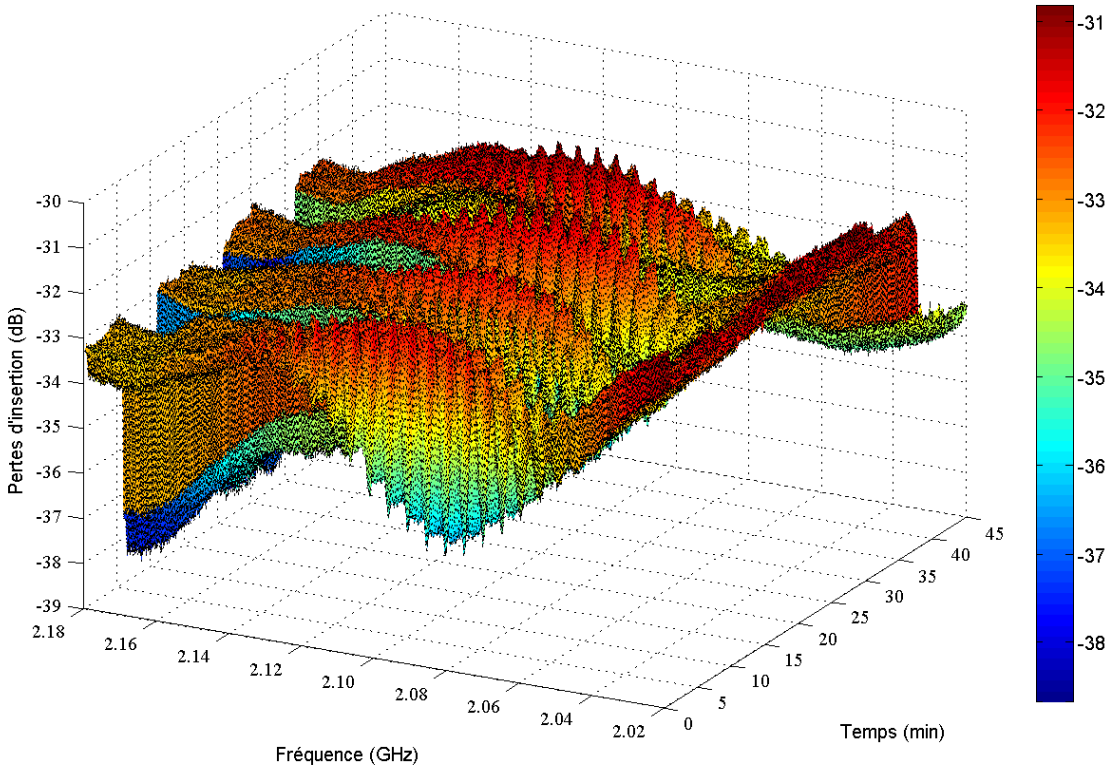


FIG. 4.38 – Réponse fréquentielle du capteur *Liquichip* lors des alternances azote-eau désionisée, représentation de l'amplitude, **visualisation de la modulation de l'enveloppe**.

Nous avons donc refait les mesures déjà présentées à la section 4.4.2.1. Nous avons réalisé 4 alternances azote-eau désionisée, et nous avons enregistré la réponse fréquentielle relevée par l'analyseur de réseau. La bande de fréquence mesurée a une largeur de $160MHz$, elle s'étend de $2,020GHz$ à $2,180GHz$. La réponse fréquentielle en fonction du

temps est illustrée sur la figure 4.38.

La figure 4.38 permet de visualiser la modulation que nous avons déjà observée à la section 4.4.2. On arrive néanmoins à distinguer les différentes phases de la mesure sur la représentation des données brutes. La mesure a commencé, au temps $t = 0$ par une phase de d'azote gazeux injecté avec une pression d'un bar dans le canal microfluidique pendant une durée de $5min$. A $t = 5min$ nous avons fait traverser de l'eau désionisée à travers le canal microfluidique pendant une durée de $5min$ également. Nous avons répété ce cycle 4 fois pour terminer avec une phase avec de l'azote. Nous pouvons voir sur la figure 4.38 que l'amplitude du signal enregistré diminue lors du passage de l'eau dans le capteur. La figure 4.39 montre la phase de la réponse fréquentielle des mesures enregistrées, on distingue également une modulation de la phase.

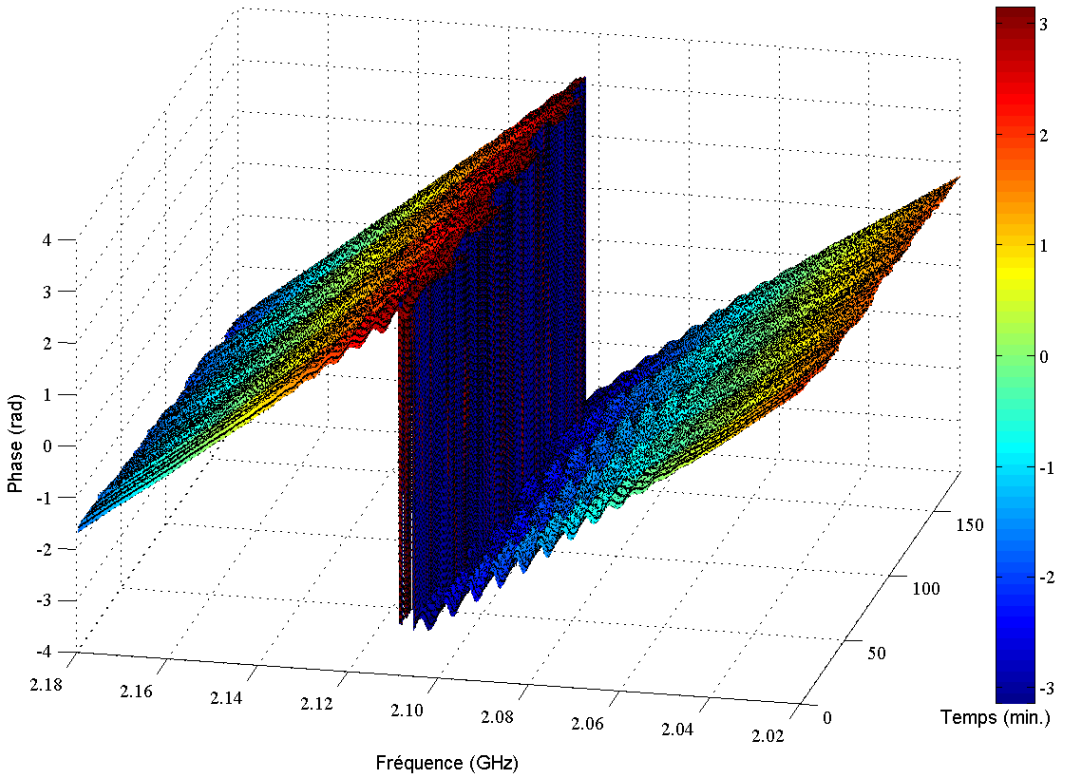


FIG. 4.39 – Réponse fréquentielle du capteur *Liquichip* lors des alternances azote-eau désionisée, représentation de la phase.

Afin de mieux visualiser les données enregistrées, nous avons réduit la quantité de données à la partie située à la fréquence de résonance. Les figures 4.40 et 4.41 montrent l'amplitude et la phase (désentrelacée) pour les données enregistrées.

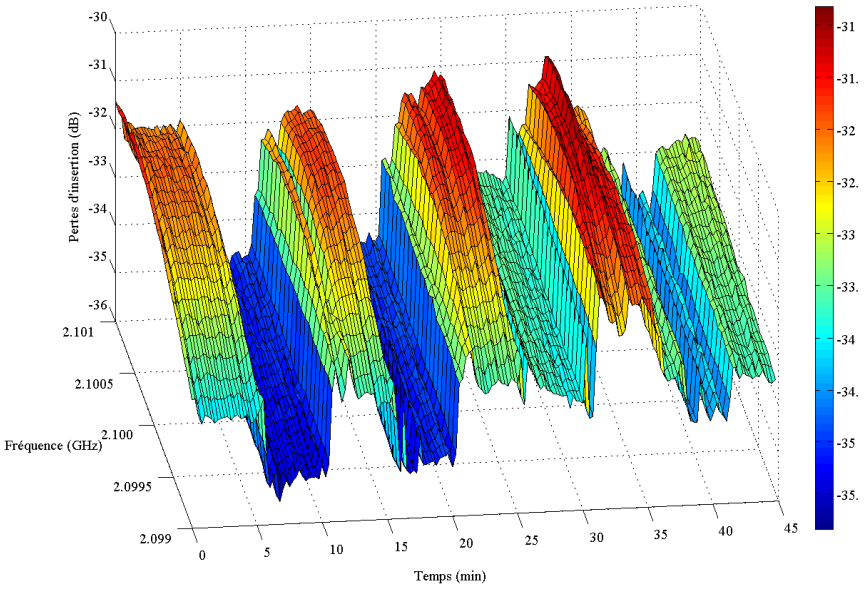


FIG. 4.40 – Réponse fréquentielle du capteur *Liquichip* lors des alternances azote-eau désionisée, **représentation de l'amplitude**, visualisation des paliers correspondants aux phases azote et eau désionisée **avec un spectre réduit à la fréquence centrale de la réponse**.

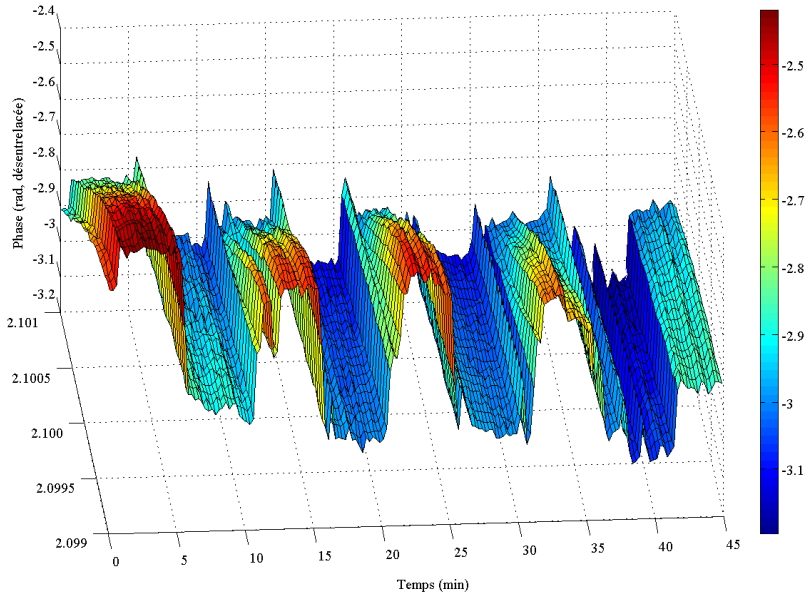


FIG. 4.41 – Réponse fréquentielle du capteur *Liquichip* lors des alternances azote-eau désionisée, **représentation de la phase**, visualisation des paliers correspondants aux phases azote et eau désionisée **avec un spectre réduit à la fréquence centrale de la réponse**.

Afin de pouvoir déterminer la sensibilité absolue à l'effet de masse $S_{m,a}$ déjà calculée à la section 4.4.2, nous avons donc pris les données représentées sur la figure 4.41, c.-à-d. la phase du signal mesuré, et nous avons extrait la variation de la fréquence à phase constante. Nous avons représenté la variation de la fréquence en fonction du temps de passage de l'azote et de l'eau désionisée à la figure 4.42.

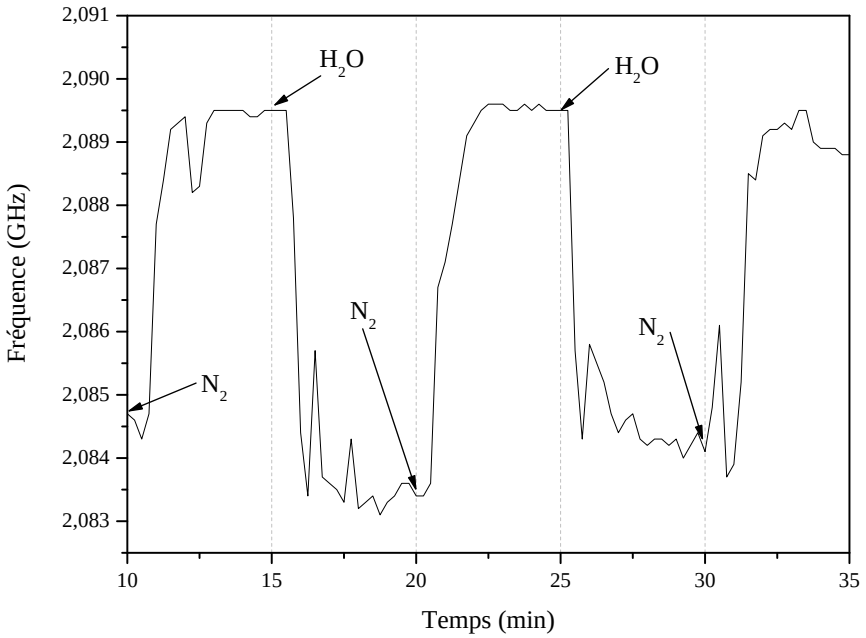


FIG. 4.42 – Variation de la fréquence à phase constante au cours des cycles alternés d'azote et d'eau désionisée.

Les fréquences des paliers azote et eau désionisée se trouvent à $2,0895GHz$ et à $2,0835GHz$ respectivement, ce qui équivaut à une variation de fréquence de $6MHz$, soit $2,9‰$. Nous déterminons donc une sensibilité absolue de $S_{m,a} = -20035Hz \cdot mm^2/ng$.

Quant au temps de réponse du capteur, nous estimons qu'il est quasi instantané. Le banc de mesure souffre de certains défauts ; il n'est pas possible de déterminer exactement le temps d'arrivée du liquide dans le canal du capteur et l'appareillage de mesure est limité à une mesure de la réponse fréquentielle toutes les 15 secondes. Le délai qui est visible à la figure 4.42 se compose du temps d'arrivée, respectivement du temps d'évacuation, du tuyau et du canal du capteur du liquide, qui peut atteindre environ 45 secondes et du temps que met l'appareillage de mesure pour prendre une mesure, qui vaut 15 secondes au pire des cas. Ceci fait un total d'une minute, ce qui correspond très précisément à la représentation de la figure 4.42.

Les différences en fréquence de résonance entre les dispositifs utilisés dans cette section ($f_0 \simeq 2,09GHz$) et ceux caractérisés à la section précédente ($f_0 \simeq 1,96GHz$) s'expliquent

par de faibles variations de certains paramètres comme la période des transducteurs interdigités réalisés par lithographie électronique ou encore l'épaisseur de la couche de silice déposée par pulvérisation, qui sont dues aux tolérances des installations de réalisation.

4.4.4 L'influence de la permittivité et du rayonnement électromagnétique

Comme l'annonce le titre de cette section, nous nous heurtons à deux problèmes : Le problème de la permittivité, qui comporte deux aspects, et le problème du rayonnement électromagnétique. Nous allons d'abord traiter le problème du rayonnement électromagnétique et proposer un outil pour traiter les signaux mesurés et enregistrés à la section suivante (section 4.4.5), qui permet de se défaire des perturbations électromagnétiques. Cet outil sera mis en oeuvre et appliqué aux résultats obtenus et présentés à la section 4.4.6. Ensuite, nous allons aborder le problème de la permittivité à la fin de cette section.

Considérons un capteur de liquide à base d'ondes de Love utilisant une configuration de ligne à retard. Le signal acoustique émis par l'un des deux transducteurs interdigités et capté par l'autre est toujours accompagné aussi d'un signal électromagnétique. L'interaction entre les deux signaux cause alors des interférences dans la fonction de transfert du capteur de liquide. Les interférences peuvent être plus ou moins fortes, néanmoins les transducteurs interdigités, censés convertir des oscillations électriques en vibrations mécaniques par effet piézo inverse, fonctionnent toujours aussi comme des antennes et émettent des ondes électromagnétiques.

Une première mesure pour éviter un couplage capacitif détériorant la fonction de transfert du capteur est la limitation de la présence du liquide à la surface sensible entre les transducteurs interdigités, c.-à-d. le gap [67].

Il existe un modèle [42, 67] pour décrire les interférences électromagnétiques sur la réponse fréquentielle d'une ligne à retard. Considérons une ligne à retard composée de transducteurs interdigités de période λ_T. Les centres des transducteurs interdigités sont espacés d'une distance L et la taille du gap, c.-à-d. la distance entre les deux transducteurs interdigités de la ligne à retard est donnée par D. Il s'en suit que $L \geq D$. L'onde guidée se propage alors avec une vitesse de phase $v_p = \omega/k$ avec $\omega = 2\pi f$ étant la pulsation et $k = 2\pi/\lambda$ le nombre d'onde.

La vitesse dépend de la fréquence et de la densité de surface $\sigma = M/A$ pour une masse M déposée sur la surface A de façon rigide et non visqueuse. Dans le cas d'une distribution uniforme de masse en surface, la densité de surface σ peut également s'exprimer en fonction de l'épaisseur de la couche d et de sa densité ρ, c.-à-d. $\sigma = \rho d$. La vitesse de phase pour une masse initiale constante en surface σ_0 est notée v_0. La vitesse de phase au niveau de la surface sensible, donc dans le gap, est notée v_p. Dans ce cas, le temps de transit τ pour la ligne à retard vaut, pour le modèle utilisé [67] :

$$\tau = \frac{D}{v_p} + \frac{L-D}{v_0} \tag{4.22}$$

Les interférences électromagnétiques sont dues à la diaphonie entre les transducteurs interdigités [70]. L'onde électromagnétique émise par le transducteur interdigité émetteur se propage beaucoup plus rapidement que l'onde acoustique, elle est donc détectée au niveau du transducteur interdigité récepteur sans retard notable. Au niveau du transducteur récepteur, les deux ondes interagissent avec un rapport α entre leurs amplitudes respectives, ce qui génère les motifs d'interférences qui peuvent alors être observés dans la fonction de transfert $H(\omega)$ de la ligne à retard. La fonction de transfert de la ligne à retard est donnée par le rapport de la tension de sortie du transducteur récepteur sur la tension d'entrée du transducteur émetteur. La fonction de transfert de la ligne à retard tenant compte des interférences électromagnétiques est donnée par :

$$H(\omega) = \underbrace{H_T(\omega) \cdot e^{-i\omega\tau}}_{signal\ acoustique} + \underbrace{\alpha H_T(\omega)}_{signal\ electromagnetique} \tag{4.23}$$

La fonction de transfert $H_T(\omega)$ dépend de la géométrie des transducteurs interdigités. La fonction de transfert résultante peut s'écrire :

$$H(\omega) = \parallel H(\omega) \parallel \cdot e^{i\phi} \tag{4.24}$$

avec

$$\parallel H(\omega) \parallel = \parallel H_T(\omega) \parallel \cdot \parallel \sqrt{1 + 2\alpha\cos(\omega\tau) + \alpha^2} \parallel \tag{4.25}$$

et

$$\phi = \phi_0 - \arctan\left(\frac{\sin(\omega\tau)}{\alpha + \cos(\omega\tau)}\right) \tag{4.26}$$

La phase ϕ_0 dépend de la configuration du capteur de et l'instrumentation de mesure, de plus elle est supposée indépendante de la fréquence et du phénomène de détection. La fréquence de synchronisme $\omega_T = 2\pi f_T$ est déterminée par la période des transducteurs interdigités et se trouve à l'amplitude maximale de $\parallel H_T(\omega) \parallel$, lorsque la longueur d'onde acoustique λ_0 concorde avec la période des transducteurs interdigités λ_T (section 1.4.5.1).

Les équations 4.25 et 4.26 décrivent l'origine des battements observées dans la fonction de transfert, dont la fréquence est approximativement donnée par $\Delta\omega \simeq 2\pi/\tau$, l'expression exacte dépend de la dispersion sur le chemin acoustique. On observe des pics d'interférence à des fréquences quantifiés f_n lorsque $\cos(2\pi f_n\tau) = -1$, respectivement :

$$f_n = \frac{2n+1}{2\tau} \tag{4.27}$$

avec $n \in \mathbb{N}$ étant le nombre du mode d'interférence. Une méthode pour se défaire des perturbations électromagnétiques sera donné à la section 4.4.5.

Le problème de la permittivité est un peu plus complexe et se compose de deux aspects différents. D'un côté, la permittivité du liquide à caractériser participe de manière importante à la caractérisation du liquide dans le capteur par effet électroacoustique, comme nous venons de la voir à la section 4.1.2.1.3. De l'autre côté, il y a une augmentation du bruit de fond sur tout le signal par couplage capacitif. La formule classique permettant de calculer la capacité d'un condensateur à plaques est donnée par :

$$C \approx \varepsilon \frac{A}{d} \tag{4.28}$$

avec C étant la capacité calculée en Farad, ε la permittivité du matériau entre les plaques, A la surface de l'une des plaques (en m^2) et d la distance entre les plaques (en m), lorsque $A \gg d^2$ [71]. Bien sûr, la capacité entre les contacts électriques du *Liquichip* est beaucoup plus difficile à déterminer à cause de la géométrie complexe du système. Néanmoins, la distance des contacts électriques aux autres éléments conducteurs du système est suffisamment faible, la permittivité du substrat est suffisamment élevée et la surface des contacts électriques est suffisamment grande pour avoir des perturbations significatives par couplage capacitif lors des mesures, phénomène que nous avons réellement observé lors de chaque mesure.

Comme déjà mentionné ci-dessus, nous allons présenter à la section suivante l'outil permettant de se défaire des perturbations électromagnétiques : Le filtrage des données dans le domaine temporel à l'aide de la transformée de Fourier rapide.

4.4.5 Traitement des données par Transformée de Fourier Rapide (FFT)

La Transformée de Fourier Rapide (Fast Fourier Transform, FFT) est un algorithme de calcul de la transformée de Fourier discrète (Discrete Fourier Transform, DFT). La transformée de Fourier discrète est la transformée de Fourier adaptée à être utilisée pour traiter des signaux numériques.

4.4.5.1 Introduction à la transformée de Fourier

La transformée de Fourier est un outil couramment utilisé en analyse de fonctions non périodiques. Elle permet d'associer un spectre de fréquences à une autre fonction, à condition que celle-ci soit intégrable. La transformée de Fourier d'une fonction $f(t)$ est alors donnée par [72] :

$$F(\omega) = \frac{1}{\sqrt{2}} \int_{-\infty}^{+\infty} f(t) e^{i\omega t} dt \tag{4.29}$$

La transformée de Fourier inverse, permettant de trouver l'expression de la fonction à partir de son spectre de fréquences, à condition quelle soit intégrable, s'écrit :

$$f(t) = \frac{1}{\sqrt{2}} \int_{-\infty}^{+\infty} F(\omega) e^{-i\omega t} d\omega \tag{4.30}$$

En traitement du signal, on utilise le plus souvent la transformée de Fourier pour déterminer le spectre fréquentiel d'un signal temporel $f(t)$, respectivement son inverse pour déterminer le signal temporel à partir d'un spectre fréquentiel observé, où $\omega = 2\pi f$ est la pulsation. Comme Les mesures et l'exploitation des résultats se fait le plus souvent à l'aide d'ordinateurs, les signaux réels sont échantillonnés, stockés et traités de façon numérique dans un ordinateur. Il faut donc recourir à transformée discrète de Fourier pour pouvoir effectuer les opérations voulues.

Considérons un signal s composé de N échantillons. L'équivalent discret de la transformée de Fourier et sont inverse sont données par [73, 74] :

$$S(k) = \sum_{n=0}^{N-1} s(n) \cdot e^{-i2\pi k \frac{n}{N}} \tag{4.31}$$

$$s(n) = \frac{1}{N} \sum_{k=0}^{N-1} S(k) \cdot e^{i2\pi n \frac{k}{N}} \tag{4.32}$$

Comme nous l'avons déjà mentionné au début de cette section, la Transformée de Fourier Rapide n'est rien d'autre qu'un algorithme de calcul rapide pour calculer la transformée de Fourier discrète, qui a été développé pour rendre le calcul de la DFT plus simple, plus efficace et plus rapide. La complexité du calcul [75] de la transformée de Fourier discrète varie en $O(n^2)$, alors que la complexité du calcul de la FFT varie en $O(n \ln(n))$, n étant le nombre d'échantillons. Pour $n = 1024$ p.ex., on peut donc gagner un facteur 100 en temps de calcul en utilisant la FFT au lieu de la DFT [73].

Afin d'éliminer les interférences électromagnétiques des réponses fréquentielles enregistrés, nous allons appliquer la transformée de Fourier rapide inverse aux spectres fréquentiels enregistrés pour retrouver les signaux temporels des lignes à retard. Dans ces signaux temporels, nous devrons pouvoir observer les deux signaux acoustiques et électromagnétiques, qui seront séparés temporellement à cause des temps de propagation différents. Nous tenterons d'éliminer la composante électromagnétique de la réponse temporelle, puis d'appliquer la transformée de Fourier rapide afin de retrouver la réponse fréquentielle sans la perturbation de la composante électromagnétique. Il s'agit là en fait d'un filtrage « passe-bas » dans le domaine temporel. Le traitement du signal ici proposé sera appliqué aux mesures faites à la section suivante.

4.4.5.2 Application de la transformée de Fourier dans nos mesures

Afin de pouvoir effectuer le traitement du signal présenté dans la section précédente, nous avons enregistré la réponse fréquentielle complexe du capteur de liquide *Liquichip* à l'aide de l'analyseur de réseau. Il faut utiliser le signal complexe pour pouvoir effectuer ce traitement, car la modulation du signal acoustique observé dans la réponse fréquentielle provient de la phase du signal électromagnétique.

Nous avons donc enregistré un tel signal complexe et nous avons représenté son amplitude et sa phase, calculées à partir du signal complexe (figure 4.43). Nous constatons que ce signal correspond aux observations déjà faites au début lors des premières mesures réalisées sur le capteur de liquide *Liquichip* (voir section 4.3.2).

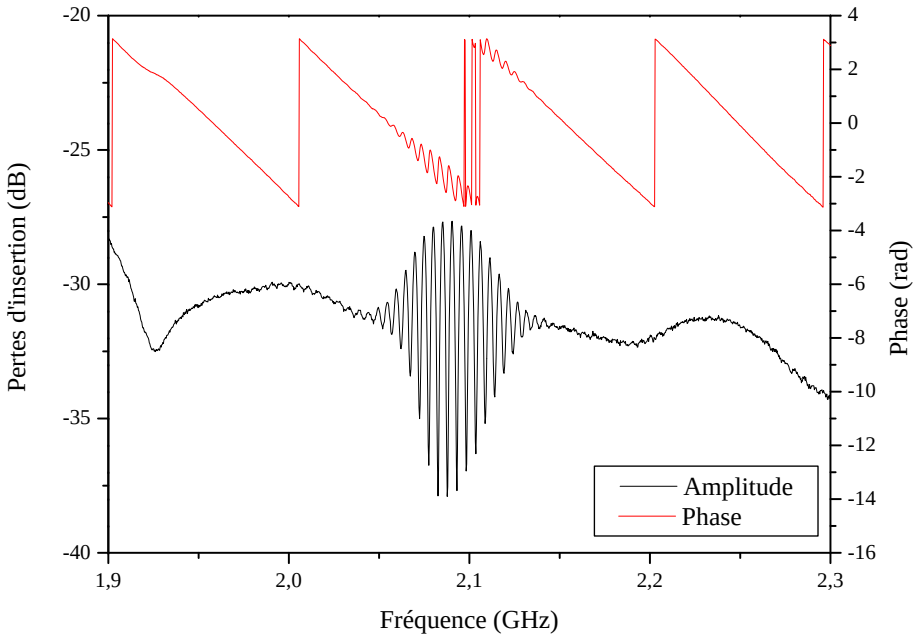


FIG. 4.43 – Réponse fréquentielle d'un capteur *Liquichip* présentant des perturbations causées par le rayonnement électromagnétique et le couplage capacitif.

Nous avons donc pris les mesures enregistrées et nous leur avons appliqué la transformée de Fourier inverse, avec les précautions nécessaires au bon fonctionnement de l'outil informatique utilisé[3], afin de déterminer la réponse temporelle du signal enregistré, illustrée par la figure 4.44. Comme nous l'avions mentionné déjà dans la section 4.4.4, nous pouvons observer en effet que le signal temporel obtenu à partir de la réponse fréquentielle du signal du capteur possède deux composantes clairement visibles : le pic très proche de l'origine, qui correspond à la réponse temporelle du signal électromagnétique rayonné, et

[3]Le logiciel utilisé en l'occurrence est MATLAB.

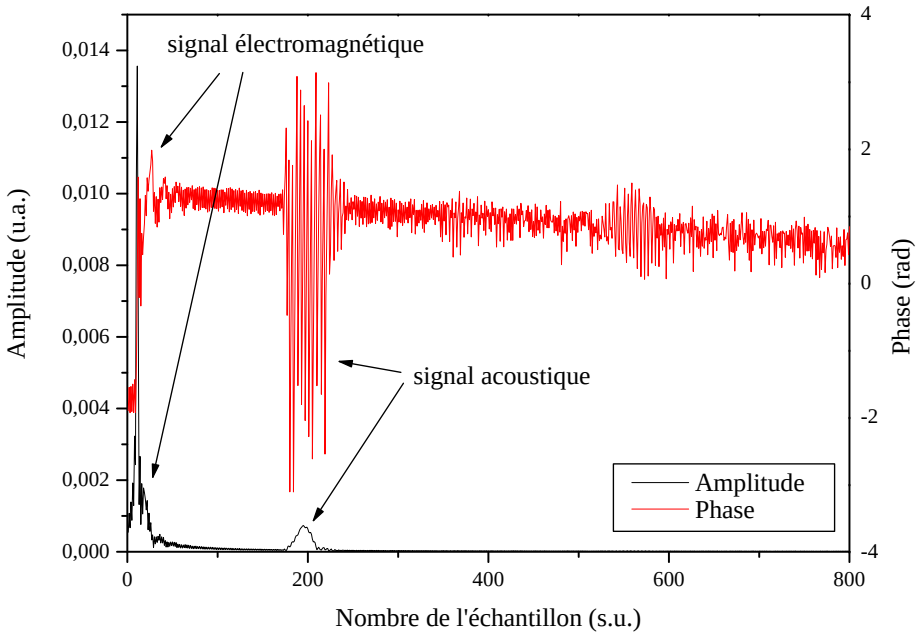


FIG. 4.44 – Transformée de Fourier inverse du spectre représenté à la figure 4.43, représentation du signal temporel.

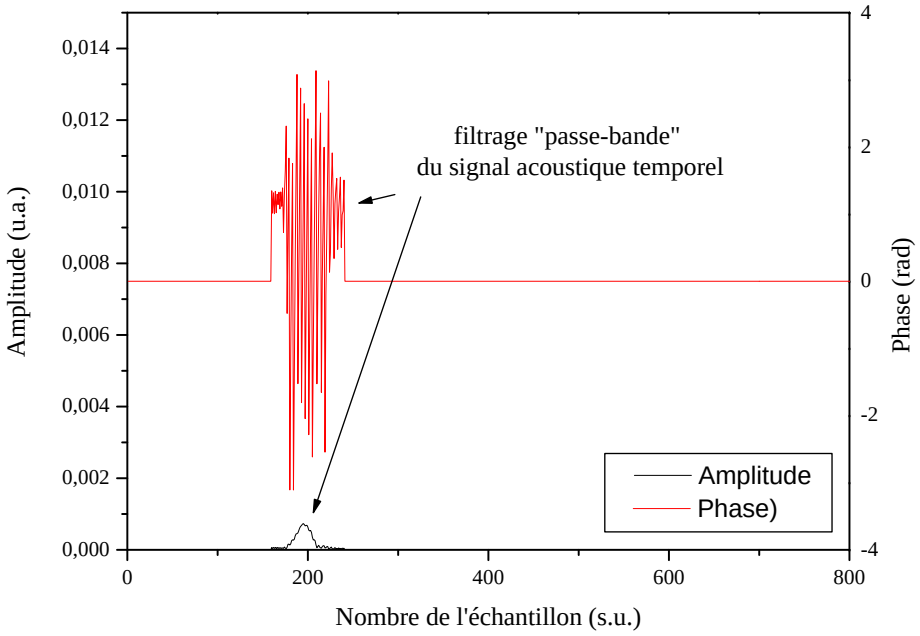


FIG. 4.45 – Représentation du signal temporel après filtrage du signal électromagnétique.

le pic de plus faible intensité, situé à l'abscisse 200 de l'axe des temps, qui correspond au signal de l'onde acoustique parcourant le capteur.

En filtrant le signal temporel pour ne garder que la partie du spectre temporel correspondant au signal acoustique, nous appliquons un filtrage « passe-bande » dans le domaine temporel. Le résultat de cette opération est illustré à la figure 4.45. En appliquant finalement la transformée de Fourier au signal temporel illustré à la figure 4.45, nous retrouvons la réponse fréquentielle du capteur, mais cette fois-ci sans la modulation de l'enveloppe (figure 4.46).

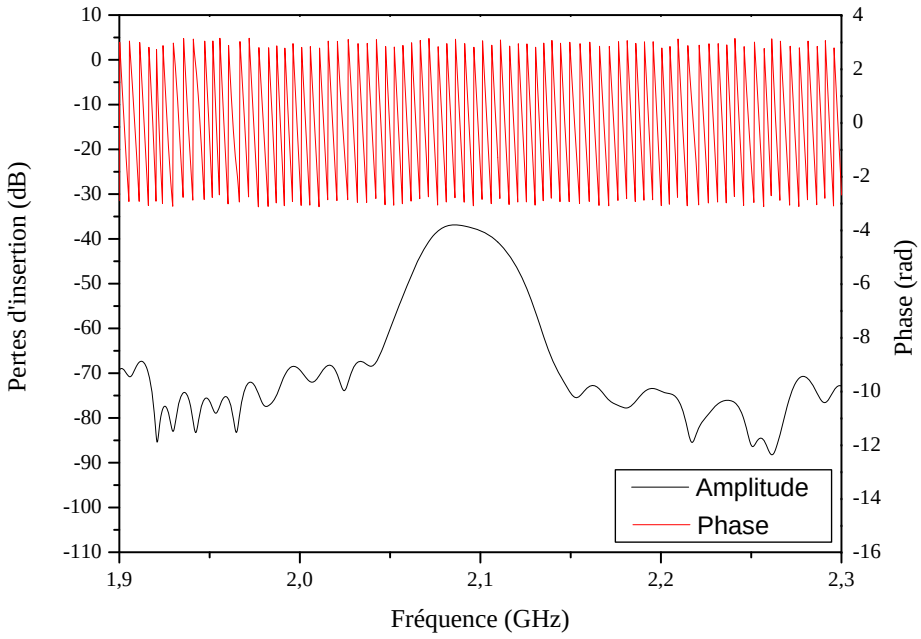


FIG. 4.46 – Transformée de Fourier du signal temporel filtré représenté à la figure 4.45, représentation de la réponse fréquentielle filtrée du signal acoustique du capteur.

4.4.6 Caractérisation du capteur avec le traitement du signal

Afin de disposer d'un maximum d'informations, nous avons réalisé un programme informatique sous MATLAB, comme nous l'avons déjà mentionné à la section 4.4.3, permettant de commander directement l'analyseur de réseau pour démarrer un cycle de mesure et pour pouvoir relever directement les valeurs enregistrées. Pour se défaire des perturbations électromagnétiques superposées au signal acoustique de la ligne à retard, nous allons traiter les données enregistrées à l'aide de la FFT et du filtrage dans le domaine temporel présenté ci-dessus (section 4.4.5). Nous avons donc pris les mesures déjà faites et présentées à la section 4.4.3 pour les traiter de la façon proposée. Les paramètres expérimentaux

ne changent donc pas, c.-à-d. que nous avons réalisé 4 alternances azote-eau désionisée, et nous avons enregistré la réponse fréquentielle relevée par l'analyseur de réseau toutes les $15s$ sur une totalité de 1601 points (résolution de la réponse fréquentielle). La bande de fréquence mesurée a une largeur de $160MHz$, elle s'étend de $2,020GHz$ à $2,180GHz$. La réponse fréquentielle en fonction du temps sans traitement du signal est reprise et illustrée sur la figure 4.47.

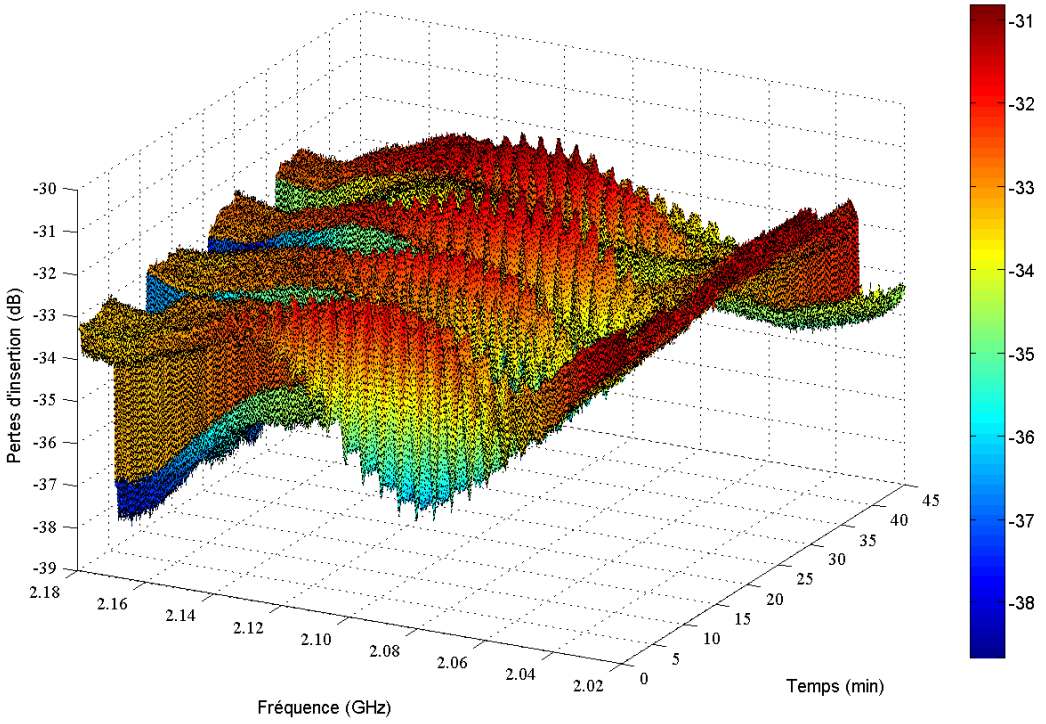


FIG. 4.47 – Réponse fréquentielle du capteur *Liquichip* lors des alternances azote-eau désionisée, représentation de l'amplitude, **visualisation de la modulation de l'enveloppe par le rayonnement électromagnétique avant le traitement du signal**.

La figure 4.47 permet de visualiser la modulation, comme nous le savons désormais, venant des perturbations électromagnétiques émises et captées par les contacts électriques réalisés sur le substrat en tantalate de lithium.

Après traitement des réponses, nous obtenons le spectre représenté à la figure 4.48. En comparant ce spectre traité au spectre brut de la figure 4.47, nous constatons que l'allure de la courbe a changé notablement dans les domaines de fréquences situés aux minima et aux maxima de la plage de fréquences enregistrés, c.-à-d. vers $2,020GHz$ et vers $2,180GHz$. Ceci ne correspond pas au signal réel, mais c'est une conséquence immédiate de l'opération de filtrage. Après avoir fait la transformée de Fourier du signal fréquentiel inverse pour trouver son équivalent temporel, nous avons « filtré » le signal temporel par un filtre passe-bande. En termes techniques de traitement du signal, nous avons en fait multiplié le signal temporel par une fenêtre rectangulaire, dont le centre de

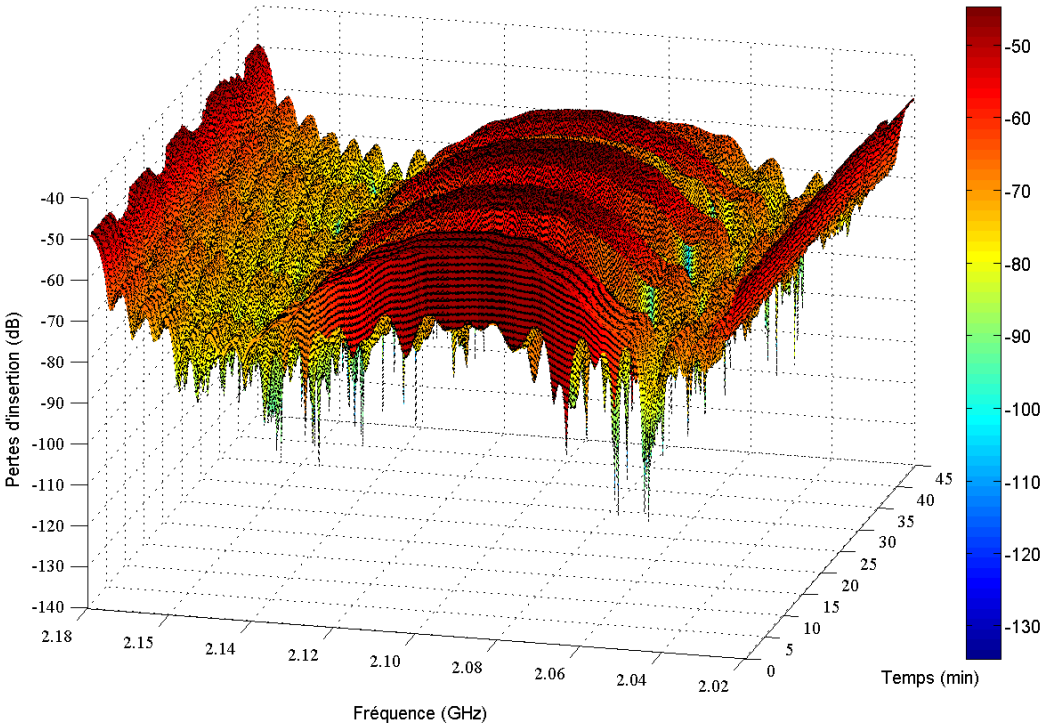


FIG. 4.48 – Réponse fréquentielle du capteur *Liquichip* lors des alternances azote-eau désionisée, **représentation de l'amplitude après le traitement du signal**.

l'ouverture temporelle correspondait au laps de temps que nous voulions conserver. En appliquant la transformée de Fourier au produit du signal temporel par la fenêtre temporelle rectangulaire, nous avons retrouvé le signal fréquentiel filtré, qui correspond à la convolution du signal initial avec la transformée de Fourier de la fenêtre rectangulaire, qui est un sinus cardinal. Sachant en plus que la FFT est en fait une fonction périodique, on retrouve facilement la sinus cardinal, qui provient de l'opération de filtrage, coupé en deux et présent aux extrémités du spectre fréquentiel [72, 73].

Afin de mieux visualiser les données enregistrées, nous avons réduit la quantité de données à la partie située à la fréquence de résonance. Les figures 4.49 et 4.50 montrent l'amplitude et la phase (désentrelacée) pour les données non traitées (Ces figures correspondent aux figures 4.40 et 4.41). Les figures 4.51 et 4.52 montrent l'amplitude et la phase (désentrelacée) des données après traitement par FFT et filtrage temporel.

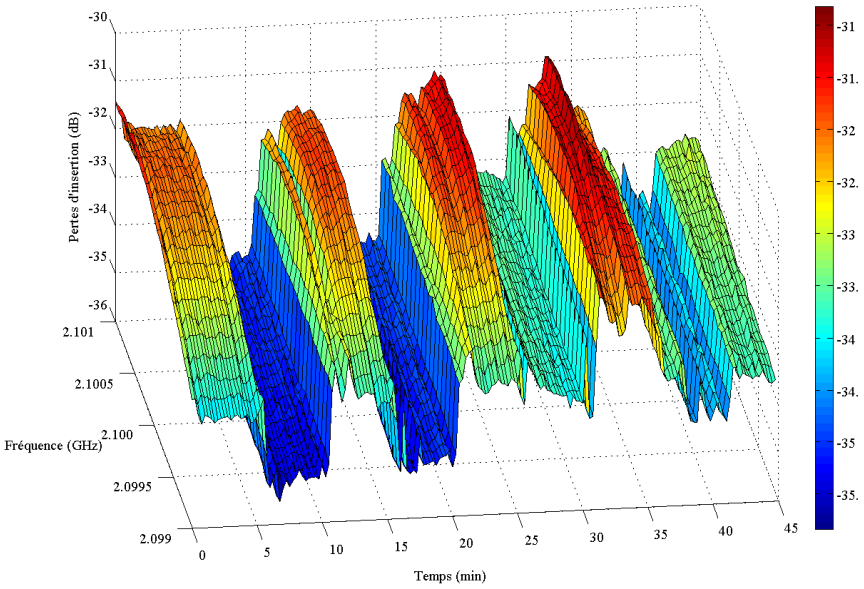


FIG. 4.49 – Réponse fréquentielle du capteur *Liquichip* lors des alternances azote-eau désionisée, représentation de l'amplitude, **visualisation des paliers correspondants aux phases azote et eau désionisée avant le filtrage avec un spectre réduit à la fréquence centrale de la réponse**.

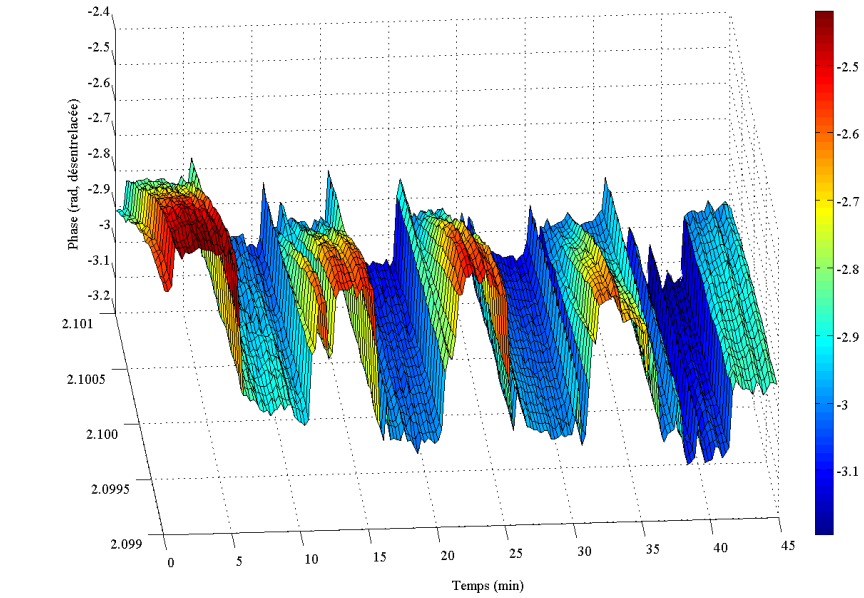


FIG. 4.50 – Réponse fréquentielle du capteur *Liquichip* lors des alternances azote-eau désionisée, représentation de la phase, **visualisation des paliers correspondants aux phases azote et eau désionisée avant le filtrage avec un spectre réduit à la fréquence centrale de la réponse**.

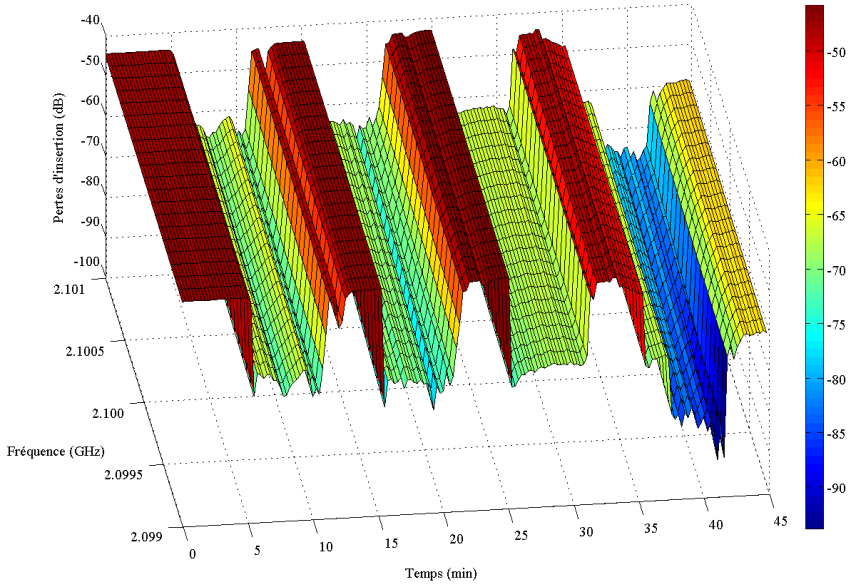


FIG. 4.51 – Réponse fréquentielle du capteur *Liquichip* lors des alternances azote-eau désionisée, représentation de l'amplitude, **visualisation des paliers correspondants aux phases azote et eau désionisée après le filtrage avec un spectre réduit à la fréquence centrale de la réponse**.

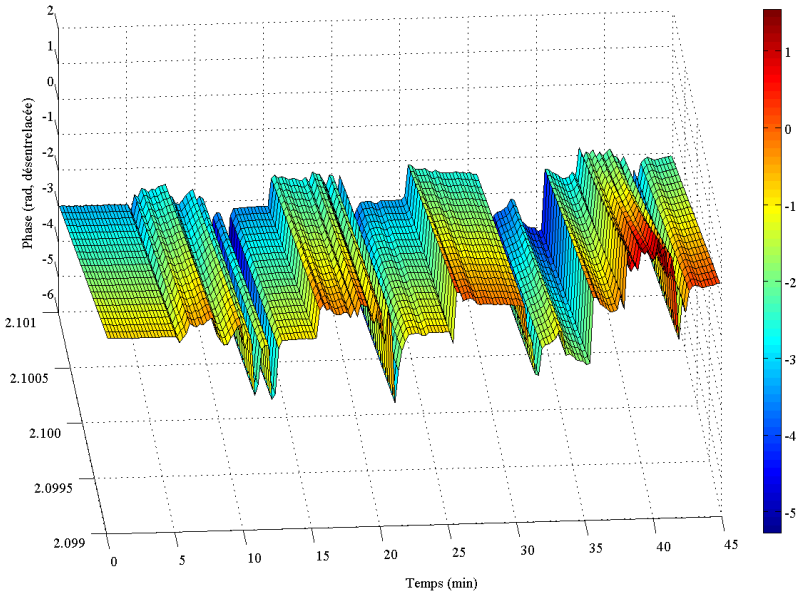


FIG. 4.52 – Réponse fréquentielle du capteur *Liquichip* lors des alternances azote-eau désionisée, représentation de la phase, **visualisation des paliers correspondants aux phases azote et eau désionisée après le filtrage avec un spectre réduit à la fréquence centrale de la réponse**.

Afin de pouvoir déterminer la sensibilité absolue à l'effet de masse $S_{m,a}$ déjà calculée à la section 4.4.2, mais cette fois-ci en tenant compte du traitement du signal, nous avons donc pris les données représentées sur la figure 4.52, c.-à-d. la phase du signal mesuré après le traitement du signal, et nous avons extrait la variation de la fréquence à phase constante. Nous avons représenté les variations de la fréquence du signal après le traitement du signal à la figure 4.53.

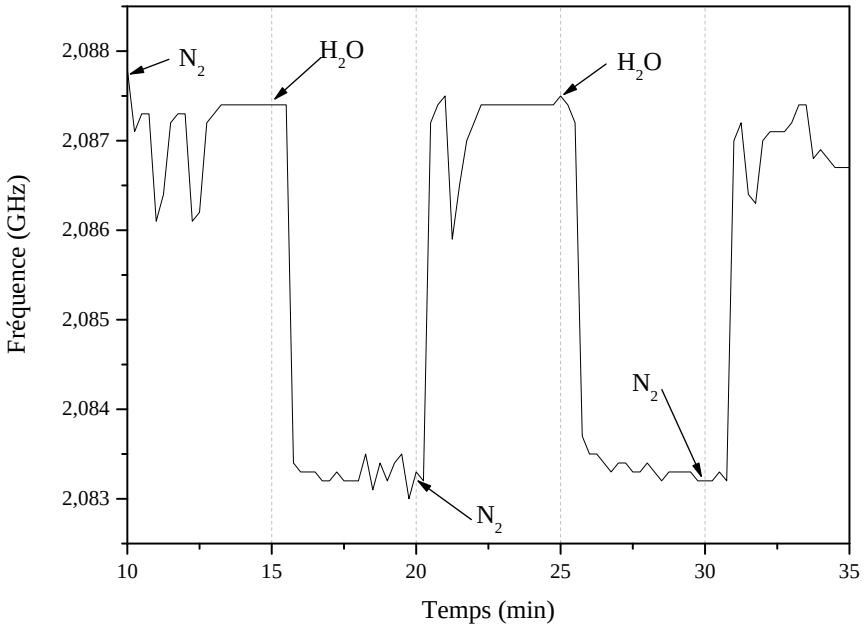


FIG. 4.53 – Variation de la fréquence à phase constante au cours des cycles alternés d'azote et d'eau désionisée après traitement des données par FFT et filtrage temporel.

Nous observons un léger décalage vers des fréquences plus basses de la courbe après le filtrage ainsi qu'une légère diminution de l'amplitude de la variation de fréquence, ce qui est dû à la contribution de la perturbation électromagnétique au signal mesuré. Nous observons également que le signal filtré est nettement moins perturbé au niveau des paliers à basse fréquence, qui correspondent aux phases de passage de l'eau désionisée à travers le capteur. Les fréquences des paliers azote et eau désionisée, **après le traitement du signal**, se trouvent à $2,0875GHz$ et à $2,083GHz$ respectivement, ce qui équivaut à une variation de fréquence de $4,5MHz$, soit $2,16‰$. Nous déterminons donc une sensibilité absolue de $S_{m,a} = -19001Hz \cdot mm^2/ng$. Nous constatons donc que le traitement du signal introduit une diminution apparente de la sensibilité de $5,2\%$ (par comparaison à la valeur trouvée à la section 4.4.3). Quant au temps de réponse du capteur, il ne change pas rapport aux résultats données à la section 4.4.3, et les mêmes remarques restent valables. Nous pouvons observer un temps de réponse total d'une minute à la figure 4.53.

4.4.7 Comparaison des résultats obtenus après traitement du signal

Les résultats obtenus sont donnés au tableau 4.7, nous avons également représenté les sensibilités absolues de quelques autres capteurs de liquide trouvés dans la littérature. Nous constatons que le capteur de liquide *Liquichip* que nous avons réalisé, présente une sensibilité absolue supérieure d'un ordre de grandeur par rapport aux capteurs de liquide à ondes de Love trouvés dans la littérature. Néanmoins, il existe des capteurs de liquide fonctionnant selon des principes différents, tels que les capteurs FBAR (Film Bulk Acoustic Resonators) sur miroir acoustique (SMR, Solidly Mounted Resonator), qui présentent des sensibilités encore plus élevées.

Capteur	**Sensibilité absolue** $S_{m,a}$ $[Hz \cdot mm^2/ng]$	**Fréquence** f_0 $[MHz]$	**Type**	**Référence**
Liquichip (Kirsch et al.)	-19001	1960	Love ($LiTaO_3/SiO_2$)	
Capteur I (Bender et al.)	-1420	103	Love ($LiTaO_3/SiO_2$)	[32]
Capteur II (Link et al.)	-73800	780	SMR	[76]
Capteur III (Lin et al.)	-217	30	QCM	[77]
Capteur IV (Vellekoop)	-1600	100	Love (quartz-ST/SiO_2)	[78]

TAB. 4.7 – Sensibilité absolue du capteur de liquide *Liquichip* et de quelques autres capteurs trouvées dans la littérature.

4.5 Conclusion

Nous avons pu développer un concept nouveau et cohérent permettant de réaliser un capteur de liquide à ondes de Love qui réunit à la fois un fonctionnement à très haute fréquence et l'intégration du canal microfluidique dans le capteur. Nous avons procédé par étapes pour s'assurer au mieux de la cohérence de la démarche et sa fiabilité. A l'aide d'une étude bibliographique et de la définition du cahier des charges, nous avons fait la sélection des matériaux, procédés de réalisation et solutions technologiques afin de rendre possible la réalisation du capteur *Liquichip*.

Suite à l'expérience acquise au niveau de la lithographie électronique lors du développement des filtres électriques présentés au chapitre 3 et des réalisations trouvés dans la littérature dans le domaine des capteurs de liquide à base d'ondes de cisaillement, nous avons réalisé des capteurs fonctionnant à de très hautes fréquences afin de pouvoir aboutir à un capteur intégré présentant une meilleure sensibilité que les capteurs existants. Compte tenu des contraintes et des différents avantages des structures multicouches les unes par rapport aux autres, nous avons opté pour une structure multicouche $LiTaO_3/SiO_2$ qui représente le meilleur choix quant au facteur de couplage électromécanique et à la compensation en température, au détriment d'une sensibilité théorique maximale légèrement réduite par rapport au dispositifs à base de quartz-ST/SiO_2. La période des transducteurs interdigités résultant de la fréquence visée et du choix des matériaux de la structure multicouche équivaut à $\lambda = 2\mu m$.

Nous avons ensuite présenté en détail le système *Liquichip* sous toutes ses facettes, ainsi que le procédé de réalisation du système complet, qui comporte la réalisation du substrat multicouche intégrant une étape de lithographie optique et une étape de lithographie électronique, la réalisation de la pièce microfluidique en PDMS comportant le canal dans lequel circulera le liquide à caractériser en contact avec la couche guidante du substrat multicouche, la réalisation du système d'interconnexion électrique et hydraulique et de protection mécanique, y compris les circuits imprimés nécessaires à l'interfaçage électrique. Nous avons présenté l'assemblage du système *Liquichip* composé d'un total de 31 pièces.

Après cette partie importante de conception et de réalisation, nous avons réalisé des vérifications fonctionnelles. Nous avons réalisé des lignes à retard sur des substrats en tantalate de lithium avec et sans couche guidante par lithographie optique pour déterminer les modes propagatifs dans la structure que nous avons choisie. L'utilisation de la lithographie optique dans ce contexte s'explique par sa simplicité relative de mise en oeuvre pour la réalisation de transducteurs interdigités par rapport à la lithographie électronique dans le seul but de caractériser les modes propagatifs de la structure $LiTaO_3/SiO_2$. Nous avons ensuite caractérisé les modes propagatifs excités dans la configuration *Liquichip*, c.-à-d. à l'aide de contacts électriques réalisés par lithographie optique sur le substrat et de transducteurs interdigités réalisés par lithographie électronique. Comme ces dispositifs ont la

même période de transducteurs interdigités que les filtres électriques réalisés au chapitre 3, nous avons comparé les réponses fréquentielles pour identifier les différences au niveau de la réponse fréquentielle dues à la structure différente des deux types de dispositifs.

Nous avons finalement réalisé un banc de mesure et nous avons effectué les premières mesures en utilisant un flux d'azote sec à pression constante comme référence. Nous avons ainsi réalisé une première caractérisation du capteur à l'aide d'eau désionisée, d'éthanol et de solutions aqueuses de chlorure de sodium et de chlorure de potassium. La variation de la fréquence observée pour ces liquides est de l'ordre du ‰, chaque liquide donnant de surcroît un changement de fréquence distinct.

Les mécanismes de détection intervenant sont le couplage visqueux, l'effet de masse et l'effet électroacoustique, sachant les dispositifs à ondes de Love présentent la sensibilité à l'effet de masse la plus importante que l'on peut obtenir, à côté des dispositifs à modes de plaques et à ondes de cisaillement [78].

Lors de ces premières mesures, nous avons pu mettre en évidence des perturbations du signal utile par du rayonnement électromagnétique et par un couplage capacitif non négligeable, qui résulte de la structure du système, mais aussi des matériaux utilisés. Nous avons donc proposé une méthode de traitement du signal par filtrage dans le domaine temporel en utilisant la transformée de Fourier rapide et son inverse pour se défaire des perturbations électromagnétiques. Nous avons pu évaluer les derniers résultats obtenus grâce à ce traitement du signal pour démontrer la faisabilité de réaliser des capteurs de liquide à ondes de Love travaillant à très haute fréquence intégrant le canal microfluidique servant au contrôle de l'écoulement du liquide. Nous n'avons pas pu décorréler les contributions de chaque mécanisme de détection, mais nous avons obtenu des résultats comparables avec plusieurs capteurs différents réalisés, ce qui nous permet de conclure que le système que nous avons développé est fonctionnel et que le capteur *Liquichip* présente une sensibilité que l'on peut encore améliorer, mais comparable à celle d'autres types de capteurs existants. Les investigations que nous avons entreprises ont permis de démontrer son fonctionnement correct, de relever sa sensibilité absolue, mais aussi de découvrir les désavantages du système, tel que le couplage capacitif parasite et la perturbation du signal due au rayonnement électromagnétique. Afin de se défaire de ce couplage capacitif parasite, il faudra modifier le dessin des contacts électriques du substrat en réduisant la surface des contacts. Pour diminuer les perturbations électromagnétiques, il faudra également revoir la géométrie des contacts électriques du substrat afin de détériorer leurs propriétés en tant qu'antennes radio. Il est possible d'éliminer l'effet électroacoustique, afin de favoriser la détection par couplage visqueux et par l'effet de masse, lors de la détection, en métallisant la surface de détection, c.-à-d. en déposant une couche de métal sur la silice au niveau du gap pour une des trois lignes à retard. Afin de déterminer la sensibilité maximale, il faudra réduire la taille, respectivement la section du canal intégré pour diminuer la quantité de liquide intervenant dans le calcul de la sensibilité, sachant

que l'interaction entre le liquide et l'onde de surface est limitée à l'interface liquide-solide. La diminution de la taille du canal permet alors aussi la réduction de la taille du gap, ce qui diminue les pertes acoustiques du signal.

L'utilisation de la lithographie électronique, installation acquise peu avant le début de cette thèse, au cours d'une thèse a été une nouveauté au laboratoire. Il a été possible de réaliser pour la première fois des dispositifs à ondes acoustiques de surface fonctionnant au-delà de $1,0GHz$, sans avoir recours à des harmoniques, dans notre laboratoire. Lors de précédents travaux de recherche menés dans notre laboratoire, il y a eu développement de capteurs de température et de pression, ainsi que de capteurs de gaz. La thématique des capteurs de liquide a été abordée pour une toute première fois au cours de cette thèse. De même nous avons utilisé, pour la première fois au laboratoire, des canaux intégrés pour contrôler l'écoulement de liquides. Il s'en suit que l'utilisation des très hautes fréquences dans un capteur de liquide à ondes de Love utilisant de surcroît un canal d'écoulement intégré n'a pas été une nouveauté uniquement au niveau du laboratoire, mais également au niveau mondial ; nous n'avons pas pu trouver de système ayant des caractéristiques comparables dans la littérature jusqu'au moment de la rédaction de cette thèse.

Bibliographie

[1] J. Kondoh, T. Furukawa, Y. Matsui, and S. Shiokawa. Identification of ionic solutions using a liquid flow system with SH-SAW sensors. In *IEEE Ultrason. Symp.*, pages 389–394, 1996.

[2] J. Kondoh, T. Muramatsu, T. Nakanishi, Y. Matsui, and S. Shiokawa. Development of practical surface acsoutic wave liquid sensing system for measurement of japanese tea. *Sens. Actuators, B*, 92 :191–198, 2003.

[3] G. Sehra, M. Cole, and J.W. Gardner. Miniature taste sensing system based on dual SH-SAW sensor device : an electronic tongue. *Sens. Actuators, B*, 103 :233–239, 2004.

[4] G.L. Coté, R.M. Lec, and M.V. Pishko. Emerging biomedical sensing applications and their applications. *IEEE Sensors*, 3(3) :251–266, 2003.

[5] S. Rey-Mermet, R. Lanz, and P. Muralt. AlN thin film resonators operating at 8 GHz used as sensors for organic films. In *IEEE Ultrason. Symp.*, pages 1253–1257, 2005.

[6] E.J. Uttenthaler. *PhD Thesis*. PhD thesis, Universität der Bundeswehr, München, 2002.

[7] T. Auth. Chemical and biochemical sensors. Technical report, Siemens IRC Technology Report, 2004.

[8] R.M. Lec. Piezoelectric biosensors : recent advances and applications. In *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, pages 419–429, 2001.

[9] W. King. Piezoelectric sorption detector. *Analytical Chemistry*, 36 :1735–1739, 1964.

[10] F. Herrmann, W. Weihnacht, and S. Büttgenbach. Temperature-compensated Love mode sensors based on $quartz/sio_2$ and $litao_3/sio_2$ systems. *SPIE Proc.*, 4205 :180–187, 2001.

[11] S. Shiokawa and J. Kondoh. Surface acoustic wave sensor for liquide-pahe application. In *IEEE Ultrason. Symp. Proc.*, pages 445–452, 1999.

[12] B.A. Auld. *Acoustic Fields and Waves in Solids*. Krieger Publisching Com., Malabar, 2^{nd} edition, 1990.

[13] J.J. Campbell and W.R. Jones. Propagation of surface waves at the boundary between a piezoelectric crystal and a fluid medium. *IEEE T. Son. Ultrason.*, SU-17(2) :71–76, April 1970.

[14] J. Kondoh, K. Saito, S. Shiokawa, and H. Suzuki. Simultaneous measurements of liquid properties using multichannel shear horizontal surface acoustic wave microsensor. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 35(5B) :3093–3096, 1996.

[15] J. Du, G.L. Harding, A.F. Collings, and P.R. Dencher. An experimental study of Love-wave acoustic sensors operating in liquids. *Sens. Actuators, A*, 60 :54–61, 1997.

[16] Y. Wu, M. de Labachelerie, and F. Bastien. Investigations on excitation and detection methods for Lamb wave sensors. *Sens. Actuators., A*, 100 :214–222, 2002.

[17] R. Duhamel, L. Robert, H. Jia, F. Li, F. Lardet-Vieudrin, J.-F. Manceau, and F. Bastien. Sensitivity of a Lamb wave sensor with $2\mu m$ AlN membrane. *Ultrasonics*, 4 :e893–e897, 2006.

[18] J. Du, G.L. Harding, J.A. Ogilvy, P.R. Dencher, and M. Lake. A study of Love-wave acoustic sensors. *Sens. Actuators, A*, 56 :211–219, 1996.

[19] G.L. Harding, J. Du, P.R. Dencher, D. Barnett, and E. Howe. Love wave immunosensor operating in liquid. *Sens. Actuators, A*, 61 :279–286, 1997.

[20] B. Jakoby and M.J. Vellekoop. Viscosity sensing using a Love-wave device. *Sens. Actuators, A*, 68 :275–281, 1998.

[21] K. Kalantar-Zadeh, W. Wlodarski, Y.Y. Chen, B.N. Fry, and K. Galatsis. Novel Love mode surface acoustic wave based immunosensors. *Sens. Actuators, B*, 91 :143–147, 2003.

[22] E. Gizeli, F. Bender, A. Rasmusson, K. Saha, F. Josse, and R. Cernosek. Sensitivity of the acoustic waveguide biosensor to protein binding as a function of the waveguide properties. *Biosens. Bioelectron.*, 18 :1399–1406, 2003.

[23] E. Gizeli, N.J. Goddard, C.R. Lowe, and A.C. Stevenson. A Love-plate biosensor utilizing a polymer layer. *Sens. Actuators, B*, 6 :131–137, 1992.

[24] E. Gizeli, N.J. Goddard, and C.R. Lowe. A novel Love-plate acoustic sensor utilizing polymer overlayers. *IEEE Trans. UFFC*, 39 :657–659, 1992.

[25] A.C. Stevenson, E. Gizeli, N.J. Goddard, and C.R. Lowe. Acoustic Love-plate sensors : a theoretical model for the optimization of the surface mass sensitivity. *Sens. Actuators, B*, 13/14 :635–637, 1993.

[26] E. Gizeli, A.C. Stevenson, N.J. Goddard, and C.R. Lowe. Acoustic Love-plate sensors : comparison with other acoustic devices utilizing surface SH waves. *Sens. Actuators, B*, 13/14 :638–639, 1993.

[27] E. Gizeli, M. Liley, and C.R. Lowe. Detection of dupported lipid layers by utilizing the acoustic Love-waveguide device : application to biosensors. In *Proceedings of the* 8^{th} *International Conference on Solid State Sensors and Actuators and Eurosensors IX, Technical Digest*, volume 2, pages 521–523, 1996.

[28] A. Turton, D. Bhattacharyya, and D. Wood. Love-mode surface acoustic wave liquid sensors using a polyimide waveguide layer. In *Proceedings of the 2004 IEEE International UFFC Joint* 50^{th} *Anniversary Conference*, pages 250–251, 2004.

[29] J. Freudenberg, S. Schelle, K. Beck, M. von Schickfus, and S. Hunklinger. A contactless surface acoustic wave biosensor. *Biosens. Bioelectron.*, 14 :423–425, 1999.

[30] D.A. Powell, K. Kalantar-zadeh, and W. Wlodarski. Numerical calculation of SAW sensitivity : application to $ZnO/LiTaO_3$ transducers. *Sens. Actuators, A*, 115 :456–461, 2004.

[31] D.A. Powell, K. Kalantar-zadeh, S. Ippolito, and W. Wlodarski. A layered SAW device based on $ZnO/LiTaO_3$ for liquid media sensing applications. In *IEEE Ultrason. Symp.*, pages 493–496.

[32] F. Bender, R.W. Cernosek, and F. Josse. Love-wave biosensors using cross-linked polymer waveguides on $LiTaO_3$ substrates. *Electron. Lett.*, 36(19), 2000.

[33] G.L. Harding and J. Du. Design and properties of quartz-based Love-wave acoustic sensors incorporating silicon dioxide and PMMA guiding layers. *Smart Mater. Struct.*, 6 :716–720, 1997.

[34] J. Du and G.L. Harding. A multi-layer structure for Love-mode acoustic sensors. *Sens. Actuators, A*, 65 :152–159, 1998.

[35] J. Wagner and M. von Schickfus. Inductively coupled, polymer coated surface acoustic wave sensor for organic vapors. *Sens. Actuators, B*, 76 :58–63, 2001.

[36] J. Freudenberg, M. von Schickfus, and S. Hunklinger. A SAW immunosensor for operation in liquid using a SiO_2 protective layer. *Sens. Actuators, B*, 76 :147–151, 2001.

[37] N. Moll, E. Pascal, D.H. Dinh, J.-P. Pillto, B. Benneteau, D. Rebière, D. Moynet, Y. Mas, D. Mossalayi, J. Pistré, and C. Déjous. A Love wave immunosensor for whole *e. coli* bacteria detection using an innovative two-step immobilisation approach, journal = Biosens. Bioelectron., year = 2007, optkey = , volume = 22, optnumber = , pages = 2145-2150, optmonth = , optnote = , optannote = .

[38] V. Raimbault, D. Rebière, C. Dejous, M. Guirardel, and V. Conedera. Acoustic Love wave platform with PDMS microfluidic chip. *Sens. Actuators, A*, xxx :xxx–xxx, 2007. Article in press.

[39] F. Herrmann, M. Weihnacht, and S. Büttgenbach. Properties of sensors based on shear-horizontal surface acoustic waves in $LiTaO_3/SiO_2$ and $Quartz/SiO_2$ structures. *IEEE Trans. Ultras. Ferro. Freq. Contr.*, 48(1) :268–273, January 2001.

[40] G.L. Harding. Mass sensititvity of Love-mode acoustic sensors incorporating silicon dioxide and silicon-oxy-fluoride guiding layers. *Sens. Actuators., A*, 88 :20–28, 2001.

[41] N. Arana, D. Puente, I. Ayerdi, E. Castaño, and J. Berganzo. SU8 protective layers in liquid operating SAWs. *Sens Actuators, B*, 118 :374–379, 2006.

[42] N. Barié, T. Wessa, M. Bruns, and M. Rapp. Love waves in SiO_2-resonators based on $LiTaO_3$. *Talanta*, 62 :71–79, 2004.

[43] N.F. Foster, G.A. Coquin, G.A. Rozgonyi, and F.A. Vannatta. Cadmium sulphide and zinc oxide thin-film transducers. *IEEE Trans. Sonics Ultrason.*, SU-15 :28–41, 1968.

[44] J. Kondoh and S. Shiokawa. Measurements of conductivity and pH usingsurface acoustic wave devices. *Jpn. J. Appl. Phys.*, Suppl. 31-1 :82–84, 1992.

[45] F. Herrmann, M. Weihnacht, and S. Büttgenbach. Properties of shear-horizontal surface acoustic waves in different layered quartz/SiO_2-structures. *Ultrasonics*, 37(5) :335–341, 1999.

[46] G. Kovacs and A. Venema. Theoretical comparison of sensitivities of acoustic shear wave modes for (bio)chemical sensing in liquids. *Appl. Phys. Lett.*, 61(6) :639–641, 1992.

[47] G. Kovacs, M.J. Vellekoop, R. Haueis, G.W. Lubking, and A. Venema. A Love wave sensor for (bio)chemical sensing in liquids. *Sens. Actuators., A*, 43 :38–43, 1994.

[48] Z. Wang, J.D.N. Cheeke, and C.K. Jen. Sensitivity analysis for Love mode acoustic gravimetric sensors. *Appl. Phys. Lett.*, 64(22) :2940–2942.

[49] K. Nakamura, M. Kazumi, and H. Shimizu. SH-Type and Rayleigh-Type Surface Waves on Rotated Y-Cut $LiTaO_3$. In *IEEE Ultrason. Symp.*, pages 819–822, 1977.

[50] D.W. Branch and S.M. Brozik. Low-level detection of a *bacillus anthractis* simulant using Love-wave biosensors on 36°$YX/LiTaO_3$. *Biosens. Bioelectron.*, 19 :849–859, 2004.

[51] S. Hediger, A. Sayah, and M.A.M. Gijs. Fabrication of a novel microsystem of cell arrays. *Sens. Actuators., B*, 56 :175–180, 1999.

[52] M. Pumera. Microchip-based electrochromatography : designs and applications. *Talanta*, 66 :1048–1062, 2005.

[53] N. Mekkakia Maaza and A. Boudghene Stambouli. Submicronic etching of borophosphosilicate glass using NF_3 nad NF_3/He radio frequency glow discharge. *Thin Solid Films*, 458 :309–313, 2004.

[54] I. Rodriguez, P. Spicar-Mihalic, C.L. Kuyper, G.S. Fiorini, and D.T. Chiu. Rapid prototyping of glass microchannels. *Anal. Chim. Acta*, 496 :205–215, 2003.

[55] M.-A. Grétillat, F. Paoletti, P. Thiébaud, S. Roth, M. Koudelka-Hep, and N.F. de Rooij. A new fabrication method for borosilicate glass capillary tubes with lateral inlets and outlets. *Sens. Actuatora., A*, 60 :219–222, 1997.

[56] J.-Y. Chen, C.-W. Wei, K.-H. Hsu, and T.-H. Young. Direct-write laser micromachining and universal surface modification of PMMA for device developement. *Sens. Actuators., B*, 99 :186–196, 2004.

[57] R. Chen, H. Guo, Y. Shen, Y. hu, and Y. Sun. Determination of EOF of PMMA microfluidic chip by indirect laser-induced fluorescence detection. *Sens. Actuators., B*, 114(2) :1100–1107, 2006.

[58] J.M. Köhler and T. Kirner. Nanoliter segment formation in micro fluid devices for chemical and biological micro serial flow processes in dependence on flow rate and viscosity. *Sens. Actuators., A*, 119 :19–276, 2005.

[59] S. Metz, A. Bertsch, D. Bertrand, and Ph. Renaud. Flexible polyimide probes with microelectrodes and embedded microfluidic channels for simultaneous drug delivery and multi-channel monitoring of bioelectric activity. *Biosens. Bioelectron.*, 19 :1309–1318, 2004.

[60] H.-Y. Wu and C.-H. Liu. A novel electrokinetic micromixer. *Sens. Actuators., A*, 118 :107–115, 2005.

[61] N. Bao, J.-J. Xu, Q. Zhang, J.-L. Hang, and H.-Y. Chen. Electroosmotic flow in poly(dimethylsiloxane) microchannels. *J. Chromatogr. A*, 1099(1-2) :203–206, 2005.

[62] S. Jen and R. Bobkowski. Black Lithium Niobate SAW Device Fabrication and Performance Evaluation. In *IEEE Ultrason. Symp.*, 2000.

[63] K. Vetelino, P. Welsch, M. Aguirre, and B. Abbot. RF-SAW filters on pyro-suppressed wafers. In *IEEE Ultrason. Ferroelec. Freq. Contr. Symp.*, pages 449–452, 2004.

[64] F.S. Hickernell. The experimental SAW propagation characteristics of $LiNbO_3$ and $LiTaO_3$ with free and metallized surfaces. In *Proc. International Symposium on the Applications of Ferroelectrics*, pages 105–108, 2001.

[65] K. Yamanouchi and M. Takeuchi. Applications for piezoelectric leaky surface waves. In *IEEE Ultrason. Symp.*, volume 1, pages 11–18, 1990.

[66] Parker Hannifin Corp. www.parker.com.

[67] L.A. Francis, J.-M. Friedt, and P. Bertrand. Influence of electromagnetic interferences on the mass sensitivity of Love mode surface acoustic wave sensors. *Sens. Actuators., A*, 123-124 :360–3696, 2005.

[68] J.A. Dean, editor. *Lange's Handbook of Chemistry*. McGraw-Hill, 1999.

[69] D.R. Lide. *CRC Handbook of Chemistry & Physics*. CRC Press, 86^{th} edition, January 2005.

[70] G. Feuillard, Y. Janin, F. teston, L. Tessier, and M. Lethiecq. Sensitivities of surface acoustic wave sensors based on fine grain ceramics. In IEEE, editor, *Instrumentation and Measurement Technology Conference Proceeding*, volume 2 of *Quality Measurements : The Indispensible Bridge Between Theory and Reality*, pages 1211–1215, 1996.

[71] D.C. Giancoli. *Physics for scientists and engineers with modern physics*. Prentice-Hall Inc., second edition, 1989.

[72] Frédéric de Coulon. *Théorie et traitement des signaux*, volume VI of *Traité d'Electricité*. Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 4^{th} edition, 1998.

[73] Murat Kunt. *Traitement Numérique Des Signaux*, volume XX of *Traité d'Electricité*. Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 3^{rd} edition, 1999.

[74] Monson H. Hayes. *Statistical Digital Signal Processing And Modeling*. John Wiley & Sons, Inc., New York, Chichester, Brisbane, Toronto, Singapore edition, 1996.

[75] Christos Papadimitriou. *Computational Complexity*. Addison-Wesley, 1993.

[76] M. Link, J. Weber, M. Schreiter, W. Wersing, O. Elmazria, and P. Alnot. Sensing characteristics of high-frequency shear mode resonators in glycerol. *Sens. Actuators., B*, 121(2) :372–378, May 2006.

[77] Z. Lin, C.M. Yip, I.S. Joseph, and M.D. Ward. Operation of an ultrasensitive 30-MHz quartz crystal microbalance in liquids. *Anal. Chem.*, 65(11) :1546–1551, 1993.

[78] M.J. Vellekoop. Acoutic wave sensors and their technology. *Ultrasonics*, 36 :7–14, 1998.

Conclusion générale et perspectives

Après beaucoup de travail, de nombreuses heures de réflexion, d'idées à améliorer et, des fois, à rejeter, une quantité innombrable d'échantillons et d'heures passés sur les différentes installations, nous voilà au point de présenter les résultats de tous ces efforts. Tout au début, nous avions décidé de se lancer dans la recherche et le développement de dispositifs à ondes acoustiques de surface pouvant servir en tant que filtres électriques passe-bande pour les nouvelles technologies de télécommunication et en tant que capteurs de liquide.

Nous avons commencé à faire l'inventaire des tous les domaines que nous allions aborder lors de nos travaux de recherche, en nous en avons présenté ce qui nous semblait important. Même si la science est le pilier principal de cette thèse, nous nous sommes assurés que nos efforts ne seraient pas vains dès le départ en analysant les besoins industriels, et donc indirectement les retombées économiques possibles, en dispositifs à ondes acoustiques de surface. Nous nous sommes donc dotés de tous les outils nécessaires pour pouvoir avancer : Nous avons étudié l'évolution des dispositifs à ondes acoustiques de surface afin de reconnaître, avec un peu de chance, des tendances et de nouvelles ouvertures. Nous avons élucidé la partie théorique correspondante, au niveau de la piézoélectricité et des ondes acoustiques de surface. Nous avons fait le tour des matériaux piézoélectriques utilisées pour se faire une idée des leurs propriétés pour pouvoir faire, le moment venu, une sélection judicieuse selon les besoins de l'application. En partant de la théorie générale des ondes acoustiques de surface, nous avons étudié les différents types d'ondes existants dans la même optique : Disposer d'une multitude intéressante de choix possibles pour trouver la bonne solution à la fin.

En connaissance des propriétés des différents matériaux, du comportement et des propriétés des ondes acoustiques de surface, il a fallu ensuite choisir comment combiner, modifier et transformer les matériaux disponibles afin des les assembler dans une configuration qui permettrait leur utilisation dans l'une ou l'autre application visée. Nous avons donc rassemblé et étudié les procédés de réalisation développés et utilisés en technologie intégré pour en connaître l'utilisation exacte, mais aussi savoir comment utiliser les installations existant au laboratoire afin de convenir à nos besoins. Parmi toutes les techniques et technologies ainsi présentés, nous avons fait la sélection de celles qui nous semblaient appropriés et nous les avons détaillés d'avantage, toujours dans l'optique de leur utilisa-

tion concrète à un moment précis lors de la réalisation des filtres électriques et/ou des capteurs de liquide. C'est à ce moment que nous avons commencé à étudier, à caractériser et à optimiser la lithographie électronique, acquisition de date récente au moment du commencement de cette thèse au laboratoire. Nous avons pu mettre au point une procédure de réglage et de calibration simple et robuste pour obtenir des résultats reproductibles et de bonne qualité sur cette nouvelle installation de lithographie électronique.

Après beaucoup de recherche bibliographique et de théorie, que constitue principalement la première moitié de cette thèse, nous nous sommes lancés dans la réalisation des deux buts initialement proposés : le développement de filtres électriques pour la bande X et le développement d'un capteur de liquide à ondes acoustiques de surface. **Nous avons développé un procédé de réalisation de transducteurs interdigités pour des matériaux hautement résistifs par lithographie électronique, et nous avons réussi pour la première fois, à notre connaissance, à réaliser des transducteurs interdigités de longueur d'onde correspondante de** $1\mu m$ **sur des substrats hautement résistifs en tantalate de lithium et en niobate de lithium.** Afin de monter d'avantage en fréquence de travail, nous sommes passés à des substrats multicouches composés de diamant polycristallin autoporté et de nitrure d'aluminium déposé par pulvérisation magnétron, sur lesquels **nous avons réalisés les transducteurs interdigités à l'aide du procédé développé pour finalement monter en fréquence au-delà de** $8,5GHz$**, ce qui fût également, à nos connaissances une première mondiale,** du fait de la combinaison des matériaux utilisés, de la lithographie électronique et de la résolution des transducteurs interdigités atteinte. **Nous avons caractérisé les dispositifs réalisés en termes de coefficient de couplage électromécanique et en température, où nous avons pu découvrir un comportement en température inattendu et, jusqu'à présent, documenté nulle part.**

Lors de la deuxième partie des réalisations dans cette thèse, nous nous sommes consacrés au développement et à la réalisation d'un système complet de capteur de liquide intégré. Afin d'améliorer la sensibilité et la résolution du capteur à développer par rapport à ce qui a déjà été fait, nous avons décidé d'augmenter la fréquence de travail du capteur de liquide à $2GHz$, ce qui correspond environ à un ordre de grandeur de plus par rapport aux réalisations trouvées dans la littérature. Cette fréquence de travail a imposé alors l'utilisation de la lithographie électronique et a fixé en même temps l'ordre de grandeur des quantités de liquide intervenant dans le système. Cet ordre de grandeur nous a amené à intégrer également l'apport, le contrôle et l'évacuation du liquide à caractériser dans le capteur en utilisant les mêmes technologies intégrées. **A partir de la recherche bibliographique et des connaissances théoriques ainsi acquises s'est développé le concept du capteur de liquide à ondes de Love avec canal microfluidique intégré travaillant à très haute fréquence. Comme il n'y avait eu aucun développement et aucune réalisation auparavant réunissant ces caractéristiques**

décrites dans la littérature, nous nous sommes lancés dans la conception d'un système complet tenant également compte des contraintes mécaniques, d'une simplicité de manipulation et d'un interfaçage facile et rapide aussi bien pour les connexions électriques que pour les connexions hydrauliques. Nous avons rassemblé tout le nécessaire et nous avons réalisé nous même chaque pièce constituant le système *Liquichip*. Nous avons effectué des tests et des vérifications à différentes étapes de la réalisation pour s'assurer du bon fonctionnement. **Malgré les difficultés rencontrés à différents niveaux, nous avons réussi à réaliser un capteur de liquide à ondes de Love travaillant à très haute fréquence capable de faire la différence entre des liquides et des solutions de nature différente et ce avec une sensibilité absolue accrue par rapport à celles trouvées dans la littérature.**

Au niveau des filtres électriques passe-bande, les améliorations à apporter à ce projet sont l'affinement du procédé de réalisation pour obtenir un meilleur rendement et une meilleure qualité des filtres réalisés. Des améliorations de plus grande envergure se situent au niveau du design des transducteurs interdigités (adaptation du design à une réponse fréquentielle spécifique, génération d'harmoniques, etc.), mais aussi au niveau de la lithographie électronique afin de repousser les limites actuelles en termes de résolution de l'installation dont nous disposons au laboratoire.

En considérant les capteurs de liquide, on peut s'imaginer une suite immédiate à ce projet qui peut facilement être déduite des imperfections et limitations du capteur *Liquichip* constatées au cours des travaux de thèse pour y remédier. Suite à une éventuelle mise au point du système, on peut s'imaginer d'améliorer les performances de détection par l'utilisation de plusieurs lignes à retard en parallèle avec des fréquences éventuellement différentes, l'utilisation de différents types d'ondes sur un même substrat pour profiter des propriétés différentes de chaque type d'onde. On peut s'imaginer l'utilisation de différentes couches sensibles et/ou sélectives déposées sur la surface active des différentes lignes à retard en parallèle. Afin de faire évoluer le capteur vers un système d'analyse et de mesure complet, on peut prévoir une réalisation de canaux intégrés par exemple dans du verre, l'assemblage du capteur se faisant par bonding anodique, l'intégration de réservoirs de liquide et le pompage du liquide à l'intérieur du capteur par effet électro-osmotique. L'utilisation du verre permettrait son utilisation dans un grand nombre de domaines d'application tel que le médical ou l'agro-alimentaire compte tenu de l'inertie chimique et de la biocompatibilité du verre.

General conclusion and perspectives

After a lot of hard work, countless hours of brainstorming, ideas to still improve or simply to drop, an amazing number of processed samples and a remarkable amount of time spent on all of those different machines have finally brought us to the point where we are able to present our results. Right at the beginning of this work, we had decided to get into the development of surface acoustic wave devices that could possibly serve as well as electric band pass filters as as liquid sensors.

We have started out by making an inventory in all domains that we would possibly be confronted with and we proposed a selection of the most valuable information that could be found. Even if science is at the heart of this thesis, we wanted to be sure that our efforts would not be opposed to real world economic and industrial needs. We have thus arranged all necessary tools to our side : From historical evolution of surface acoustic wave devices through acoustic wave theory in solids, from general piezo-electricity to surface acoustic waves. We went through commonly used piezoelectric materials in order to get an idea of their properties and differences to be able to make the right decision at the right time, similarly to the study of the different types of acoustic surface waves with always the same goal in mind : Rely on the vastest number of possibilities in order to make the right decision when required.

Knowing about material properties and surface acoustic wave behaviour, we then had to find ways to elegantly combine those raw materials into devices that would fulfill the goals that we had defined in the beginning. So we collected information about integrated fabrication technologies in order to decide which processes would be best suited for our needs, well, also to find out how to get the best use out of the existing facilities for our needs. Among all those processes and technologies reviewed, we have made a selection with the most appropriate ones, and we have presented them more in detail, always with our goal in mind. At this moment, we have started out the optimization process for electron beam lithography, which had freshly arrived at the laboratory by the time we started out this thesis. We were able to set up a simple and reproducible setup procedure for manipulation of the electron beam lithography system while yielding good an reproducible results.

After quite some bibliographic research and theory, which represents most of the first half of this thesis, we have started with the realization of our two self-proposed goals :

the realization of electric band pass filters for the X band and the development of a liquid sensor using Love waves. **We have developed a realization process for realizing interdigited transducers with a corresponding wave length of $1\mu m$ on highly resistive materials using electron beam lithography, and we have achieved this goal for the first time in the world, to our knowledge, using highly resistive lithium tantalate and lithium niobate substrates.** In order to further raise the operating frequency of the band pass filters, we have used layered structure substrates consisting of polycrystalline self-supported diamond and aluminum nitride transducer layers realized by magnetron sputtering. **Using the realization process just described above, it was possible to exceed operating frequencies of $8,5GHz$, which has been, to our knowledge, a worldwide first,** as we combined those specific materials, the electron beam lithography and the achieved interdigited transducer resolution. **We have characterized the realized devices in terms of frequency response, electromechanical coupling coefficient and temperature behaviour where we were able to equally document a temperature behaviour for this layered structure that has never been described nor documented ever before.**

During the second part of our realizations, we have concentrated on the development and the realization of a completely integrated liquid sensor system. In order to improve the sensitivity and the resolution of the to be developed sensor in comparison to what has already been done before, we decided to raise the operating frequency to $2GHz$, which is about one order of magnitude higher that current developments. This operating frequency directly imposed the use of electron beam lithography and also determined the amounts of liquid involved in the detection process. This information again set the dimensional limits for the liquid conduct leading us to use also integrated technology for the realization of the integrated liquid channel. **As there was no previous development respecting our requirements to be found in the literature, it was up to us to develop a whole system taking into account manipulation simplicity and easy and rapid interfacing with electric and hydraulic interconnects.** We have performed all necessary tasks and realized every piece of the *Liquichip* system. We have carried out different tests and verifications at different states along the realization process to assure good operation. **Nonetheless all difficulties encountered at different levels, it has been possible for us to realize a liquid sensor using Love waves operating at very high frequency and able to distinguish liquids and solutions of different kinds with an improved absolute sensitivity in comparison to the sensitivities found in the literature.**

Possible perspectives to the realized electric band-pass filters would be the direct improvement of the realization process in order to obtain a better yield and quality of the realized filters. Improvements of more importance may be seen on the interdigital transducer side, like transducer design adaptation in order to obtain a specific frequency

response or to generate higher order harmonics, as well as on the electron beam lithography side in order to overcome the actual limitations in terms of resolution of the electron beam lithography system installed in our laboratory.

When talking about perspectives concerning the liquid sensor, immediate improvements may be deduced from the actual imperfections and limitations discovered throughout the work with the *Liquichip* sensor during this thesis. After the application of these improvements, one could imagine to improve the detection performances by using multiple delay lines in parallel using possibly different operating frequencies. One could also imagine the use of sensitive and/or selective surface coatings in the sensitive area of the delay lines. In order to take the liquid sensor a step further by turning it into a complete analysis and measurement system, one could imagine realizing the integrated channel in glass and assembling the sensor substrates using anodic bonding. Furthermore, one could think about integrating liquid reservoirs into the sensor and the use of an electro-osmotic pump to move the liquid around inside the sensor. The use of glass would make it attractive to a large number of application domains like medicine and food industry due to the chemical inertia and the biocompatibility of glass.

Annexes

Annexe A

Quelques autres formats de fichiers standarts pour la lithographie électronique

A.1 CIF

Le format CIF (Caltech Intermediate Format), encore appelé CIF 2.0, et officiellement spécifié [1, 2], est beaucoup plus simple que GDSII et présente en outre l'avantage d'être lisible, car il n'utilise que des caractères ASCII. Bien qu'il offre presque toutes les fonctionnalités du format GDSII, il y a néanmoins certaines limitations :

- Les noms des cellules ne sont pas supportés, elles sont numérotées
- Les numéros des types de données ne sont pas supportés. Ceux-ci sont couramment utilisés pour attribuer des doses d'exposition différentes à l'interieur s'un motif. Si un module de correction d'effet de proximité est alors utilisé, il faut subdiviser le motif en différentes couches selon les doses d'exposition utilisées.
- Il n'y a pas de limit spécifiée en ce qui est du nombre maximal de sommets d'un polygone. Les logiciels d'interprétation CIF fixent une limite arbitraire afin d'éviter de venir à court de mémoire.
- La structure de tableau (une matrice de $n \times m$ éléments) n'est pas supportée. Les utilisateurs du format CIF ont donc rajouté des extensions au format, mais celles-ci n'ont jamais été adoptées par le standart CIF officiel.

A.2 DXF

Le format DXF (Drawing eXchange Format) est un format surtout utilisé par AutoCAD, mais aussi par un petit nombre d'autres logiciels DAO bon marché fonctionnant sous Microsoft Windows et Apple OSX. Ces programmes n'ont pas été conçus pour faire de la lithographie électronique et possèdent donc monbre de fonctionnalités qui n'ont pas

d'intérêt pour la lithographie électronique. Comme le format CIF, le format DXF ne supporte pas les numéros des types de données. Le format DXF n'est utilisable en lithographie électronique qu'après conversion en format GDSII par exemple.

Le format DXF peut prêter à confusion. Un ensemble de segments de lignes conexes peut soit être considéré comme un ensemble de segments de lignes ou comme un polygone. Les logiciels de conversion de format peuvent faire la conversion selon des règles différentes, et il est recommandé d'analyser de plus près la génération des fichiers finaux utilisés pour faire de la lithographie électronique à partir de fichier DXF, pour savoir si l'on peut obtenir le résultat voulu avant de se lancer dans des projets onéreux avec un logiciel de DAO standart pour des raisons de coûts.

A.3 PG3600

Le format PG3600, ainsi que son prédécesseur PG3000 sont des formats surtout utilisés par les générateurs de motifs optiques de GCA. Ces imprimates à réticule utilised des lampes très brillantes et un diaphragme rectangulaire variable pour imprimer sur les plaques des masques optiques. Le diaphragme rectangulaire peut tourner afin de réaliser des motifs inclinés. Des flashs de formes rectangulaires sont souvent superposés pour réaliser des courbes, des cercles ou d'autres formes encore. A cause de sa popularité , beaucoup d'installations de lithographie électronique supportent ce format qui présente néanmoins certains désavantages par rapport au format GDSII :

- Les superpositions de motifs doivent être enlevées par un logiciel de conversion
- Le format a été initiallement développé pour être enregistré sur des supports magnétiques à neuf têtes, utilisant l'encodage EBCDIC. Certains logiciels de conversion ont besoin d'un disque utilisant cet encodage, d'autres permettent la conversion de l'encodage EBCDIC en code ASCII.
- Les polygones générés par un logiciel DAO sont transformés en séries de rectangles tournés et supperposés ; cette étape est souvent source d'erreurs
- Comme le format CIF, le format PG3600 ne supporte pas les numéros des types de données
- Il n'y pas de hiérarchie de cellules, ce qui peut conduire à des ressources importantes en termes de stockage d'informations.

Bibliographie

[1] R.W. Ron and C.H. Sequin. *A Guide to LSI Implementation*. XEROX Palo Alto Research Center, 2nd edition, 1980.

[2] C. Mead and L. Conway. *Introduction to VLSI Systems*. Addison-Wesley, reading ma edition, 1980.

Annexe B

Quelques autres types de capteurs

B.1 Les capteurs optiques

Les capteurs optiques intégrés permettent la transformation de l'information portée par la lumière visible ou des rayonnements voisins (ultra-violet et infra-rouge) en signaux électriques. Ces capteurs sont réalisés à base de semi-conducteurs et peuvent être basés sur différents types d'effets dont les plus important est l'effet photoélectrique [1]. Quelques types de capteurs optiques disponibles sont les photoconducteurs, les photodiodes à jonction P-N et à jonction P-I-N, les photodiodes Schottky, les photodiodes avalanches et les phototransistors bipolaires et à effet de champ [2]. Tous ces capteurs sont des capteurs ponctuels. En les organisant en lignes ou en matrices, on peut réaliser des capteurs optiques uni- ou bi-dimensionels ; un capteur bi-dimensionel très connu est le CCD (charge coupled device) largement utilisé dans les appareils de photo numériques actuels. Tous ces capteurs sont basés sur la génération de paires électrons-trous par absorption d'énergie lumineuse dans des matériaux semi-conducteurs.

Les avancements en recherche et développement de ces dernières années en optique et en électronique ont abouti à bon nombre de capteurs bio-chimiques optiques. De nos jours, ce type de capteur représente la technologie de capteurs la plus utilisée pour des applications bio-chimiques. Les principes de fonctionnement utilisées sont entre autres l'interférométrie, l'absorption infrarouge, la diffusion, la luminescence et la polarimétrie. Ces capteurs optiques peuvent être très sensibles, mais sont souvent plus chers en comparaison à d'autres technologies de détection [3].

La détection optique utilisant la fluorescence est une des méthodes de détection les plus sensibles [4]. Grâce à la disponibilité de lasers et de marqueurs fluorescents, cette méthode de détection optique à connu un essor important durant les vingt dernières années. Les marqueurs fluorescent se fixent sur les molécules ciblées et une lumière fluorescente permet de visualiser leur présence et leur nombre. Bien que ces capteurs aient une sensibilité de détection très élevée, ce principe de détection requiert un système de lecture assez compliqué, ce qui est de fait une des plus grandes limitations par rapport à l'intégration

de tels capteurs avec un électronique embarquée. La fabrication en nombre élevé ne sera donc que possible et rentable à partir du moment où il sera possible d'intégrer également le système optique dans un seul micro-système intégré.

Les capteurs utilisant la résonance des plasmons de surface (SPR, surface plasmon resonance) permettent de détecter des changements de l'indice de réfraction d'une couche mince en déterminant l'angle minimal de réflexion d'un laser ou d'une diode lumineuse de cette couche. Après une réaction bio-chimique, l'indice de réfraction change, et donc aussi l'angle de réflexion. Les capteurs SPR peuvent fonctionner sans marqueurs, mais ils ont toujours besoin d'une source de lumière. Il est plus facile d'intégrer des capteurs SPR que des capteurs utilisant la fluorescence, mais la difficulté d'intégration des parties optiques subsiste. Les capteurs SPR sont utilisés pour surveiller des interactions bio-spécifiques ainsi que pour surveiller l'absorption de gazes. Les capteurs SPR se sont établis comme capteurs pour détecter des réactions immunologiques en temps réel [5]. Les capteurs SPR commerciaux disponibles présentant des sensibilités très élevées peuvent être dotés de beaucoup de couches sensibles différentes [6].

Il existe également des capteurs à base de fibres optiques. Ces capteurs peuvent être subdivisés en deux catégories. Dans le cas des capteurs extrinsèques, la fibre optique est seulement utilisée pour relier le détecteur au site où la mesure doit être faite. Le site de la réaction est situé à l'une des extrémités de la fibre, le détecteur à l'autre extrémité de la fibre [7]. Dans le cas des capteurs intrinsèques, la fibre optique elle-même est une partie intégrante du principe de mesure. Ces capteurs utilisent l'absorption, la réflectance, des réseaux de Bragg, la fluorescence ou encore la bio-luminescence comme principes de détection. La condition de réflexion totale interne d'une fibre optique à l'interface coeur/manteau n'est pas parfaite et donc, il y a apparition d'ondes évanescentes. Ses ondes se propagent parallèlement à l'interface coeur/manteau de la fibre optique et peuvent être utilisées pour exciter p.ex. un fluorophore immobilisé à la surface de la fibre. Cette configuration est surtout utilisée pour développer des capteurs immunologiques. On peut également utiliser des capteurs utilisant l'interférométrie ; dans ce cas, un des chemins optiques de l'interféromètre interagit avec un recouvrement bio-chimique [8]. Il y a aussi moyen d'utiliser des fibres optiques pour réaliser des capteurs SPR [9].

B.2 Les capteurs de grandeurs mécaniques

Les capteurs de grandeurs mécaniques existants sont basés principalement sur trois principes de fonctionnement : ceux qui utilisent l'effet piézorésistif ($\Delta R/R$), l'effet capacitif ($\Delta C/C$) et les résonateurs ($\Delta f/f$). Les grandeurs mécaniques mesurées sont p.ex. la pression, l'accélération.

B.3 Les capteurs thermiques

Les capteurs de température intégrés délivrent un signal électrique à leur sortie en relation avec la température à laquelle ils se trouvent.

B.4 Les capteurs de débit

Le principe d'un capteur de débit classique est basé sur le transfert de chaleur. L'échange de chaleur est fonction de la différence de température ainsi que de la vitesse de déplacement du fluide en question. Un capteur de débit peut également se faire, en milieu liquide, à base d'un transistor à effet de champ modifié. Ce type de capteur de débit sera évoqué plus en détail à la section B.6.

B.5 Les capteurs magnétiques

Le capteur magnétique le plus connu est le capteur Hall, basé sur l'effet Hall [10]. L'effet Hall se manifeste par l'apparition d'une différence de potentiel perpendiculairement aux lignes de courant d'un conducteur placé dans un champ d'induction magnétique. L'effet Hall est la conséquence de la force de Laplace qui s'exerce sur les charges électriques en mouvement.

Les capteurs bio-chimiques magnétiques son basés sur la mesure de nano-particules paramagnétiques par une magnétorésistance géante (GMR, giant magneto-resistance [11]). Ces nano-particules sont fabriquées à partir de matériaux dont on peut modifier la résistance électrique sous l'influence d'un champ magnétique extérieur. Ces nano-particules se fixent sur la quantité à mesurer ; comme les substances bio-chimiques ne sont que rarement magnétiques, la sélectivité de tels capteurs peut être très élevée [12]. De plus, il est facile d'intégrer de tels capteurs, néanmoins, il n'est pas possible de les utiliser pour faire des mesures en temps réel.

B.6 Les capteurs électro-chimiques

Il existe différents types de capteurs électrochimiques [13], qui sont utilisés pour détecter des substances organiques p.ex. Ces capteur ont fait l'objet de nombreuses recherches depuis quelques décennies et il existe actuellement nombre de capteurs dans ce domaine commercialement disponibles sur le marché. Ces capteurs sont basés sur le principe qu'une réaction chimique se déroule à l'interface d'un conducteur électronique et d'un conducteur ionique. Ces capteurs sont soit utilisés en mode ampérométrique, soit en mode potentiométrique. La plupart des capteurs biochimiques basés sur des principes de fonctionnement

électro-chimiques sont réalisés par l'association d'une préparation d'enzymes, le plus souvent directement déposée à la surface d'une électrode, et d'un capteur électro-chimique pouvant détecter la présence d'une espèce chimique impliquée dans une réaction enzymatique. La capteurs électro-chimiques ampérométriques sont prédominants et des version commerciales permettant de détecter du glucose ou de l'acide lactique sont disponibles. Pour détecter du glucose, l'enzyme glucose oxydase est fixé sur une membrane située au dessus d'une électrode en platine. En oxydant du peroxyde d'hydrogène sur l'électrode, on génère un courant proportionnel à la quantité de glucose présente [14, 15].

Un d'autres types de capteurs, en l'occurrence des transistors, sont sensibles soit à des gazes (GasFET), soit à des ions (ISFET, ion sensitive field effect transistor [16]). Ces capteurs sont des transistors FET (Field Effect Transistor, transistor à effet de champ) dont la grille en SiO_2 a été substituée ou modifiée par d'autre matériaux (oxydes, métaux) afin d'obtenir une sensibilité par rapport à la substance à détecter. Un exemple de GasFET est un capteur de gaz basé sur le modèle du transistor FET avec une grille en Palladium (Pd) qui est sensible à l'hydrogène (H_2). A 150 °C, l'hydrogène se dissocie dans le Palladium et migre à l'interface Pd/SiO_2 pour y former une couche dipolaire. Un exemple d'ISFET est basé sur le modèle du transistor FET dont on a enlevé la grille métallique qu'on a remplacé par une membrane qui peut être réalisée à partir d'un isolant inorganique ou d'un polymère p.ex. Il y a alors création d'une différence de potentiel à l'interface solution/SiO_2 de la solution à laquelle est exposée le surface sensible du transistor. Cette différence de potentiel peut être soit positive, soit négative, et la tension de drain du transistor variera en fonction de la concentration ionique de la solution appliquée. Les ISFET trouvent leurs applications dans le bio-médical, ils permettent de mesurer soit des concentrations d'ions spécifiques, soit le pH de certaines solutions données. On peut également utiliser des ISFET pour réaliser des capteurs de débit ou des capteurs de détection de niveau pour liquides [17]. En déposant une couche sensible à la surface d'un ISFET, on peut le modifier de telle sorte afin d'obtenir un capteur biochimique, dans ce cas, il est alors appelé BioFET ou ChemFET [13]. Mais, on peut aussi associer des réactions enzymatiques à des ISFET, réactions durant lesquelles de protons sont produits ou consommés [18]. Le plus grand avantage des capteurs à base de transistors FET est leur possible miniaturisation et intégration avec des circuits intégrés de traitement de signal, et donc en conséquence leur faible coût.

Bibliographie

[1] R.A. Millikan. The photoelectric effect. *Physical Review*, 7 :362, 1916.

[2] J. Gowar. *Optical Communication Systems*. Prentice-Hall, hempstead uk 2 ed. edition, 1993.

[3] D.J. Webb. Optical-fiber sensors : An overview. *Materials Research Society Bulletin*, 27 :365–369, 2002.

[4] S.D. Gawad. *Dielectric spectroscopy in a microfabricated flow cytometer*. PhD thesis, EPFL, 2004.

[5] C. Kösslinger, E. Uttenthaler, S. Drost, F. Aberl, H. Wolf, G. Brink, A. Stanglmaier, and E. Sackmann. Comparison of the qcm and the spr method for surface studies and immunological applications. *Sensors and Actuators B*, 24 :107–112, 1995.

[6] Refractive index sensors, 2006. http ://www.sensata.com/products/sensors/spreeta-r.htm.

[7] G. Asch. *Les capteurs en instrumentation industrielle*. Dunod, paris edition, 1999.

[8] T.M. Battaglia, E.E. Dunn, M.D. Lilley, J.R. Holloway, B.K Dable, B. Marquardt, and K.S. Booksh. Development of an in-situ fiber optic raman system to monitor hydrothermal vents. *The Analyst*, 129 :602–606, 2004.

[9] J.F. Masson, L.A.Obando, S. Beaudoin, and K.S. Booksh. Sensitive and real-time fiber-optic-based surface plasmon resonance sensors for myoglobin and cardiac troponin 1. *Talanta*, 62 :865–870, 2004.

[10] E.H. Hall. On a new action of the magnet on electric currents. *American Journal of Mathematics*, 2 :287–292, 1879.

[11] H. Sato, P.A. Schroeder, J. Slaughter, W.P. Pratt Jr., and W. Abdul-Razzaq. Galvanomagnetic properties of Ag/Co layered metallic films. *Superlattices and Microstructures*, 4 :45, 1988.

[12] M. Megens and M.W.J. Prins. Magnetic biochips : an new option for sensitive diagnostics. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 293 :702, 2005.

[13] A. Campitelli and E. Parton. Biomems : Marrying ics and biotech. *Solid State Technology*, 45(7) :87–93, 2002.

[14] G.L. Coté, R.M. Lec, and M.V. Pishko. Emerging biomedical sensing applications and their applications. *IEEE Sensors*, 3(3) :251–266, 2003.

[15] C. Bartic, A. Campitelli, and S. Borghs. Field-effect detection of chemical species with hybrid organic/inorganic transistors. *Applied Physics Letters*, 82(3) :475–477, 2003.

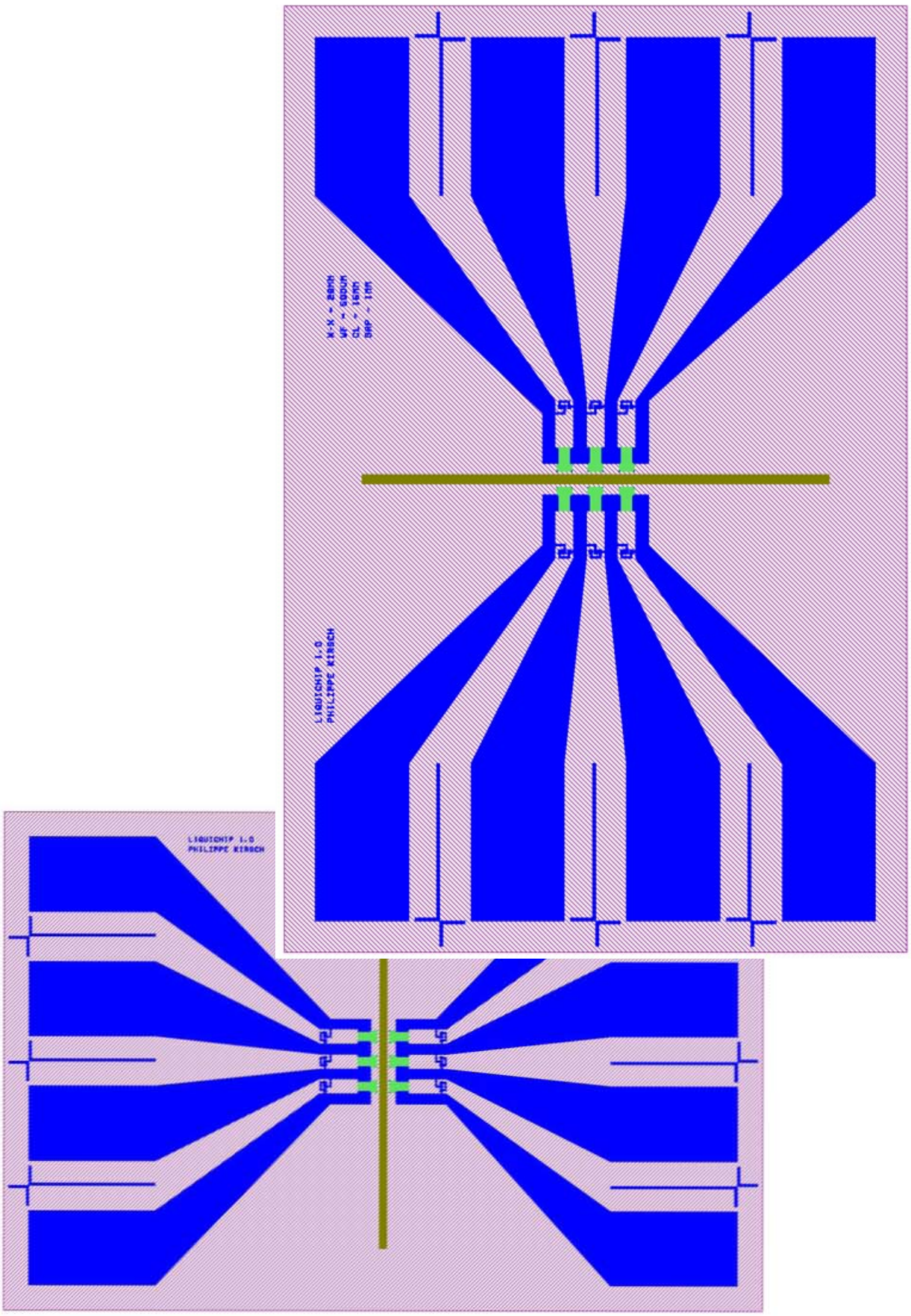
[16] P. Bergveld. Thirty years of isfetology, what happened in the past 30 years and what may happen in the next 30 years. *Sensors and Actuators B*, 88 :1–20, 2003.

[17] A. Poghossian, J.W. Schultze, and M.J. Schöning. Application of a (bio-)chemical sensor (isfet) for the detection of physical parameters in liquids. *Electrochimica acta*, 48(20) :3289–3298, 2003.

[18] W. Sant, M.L. Pourciel, J. Launay, T. Do Conto, A. Martinez, and P. Temple-Boyer. Development of chemical field effect transistors for the detection of urea. *Sensors and Actuators B*, 95 :309–314, 2003.

Annexe C

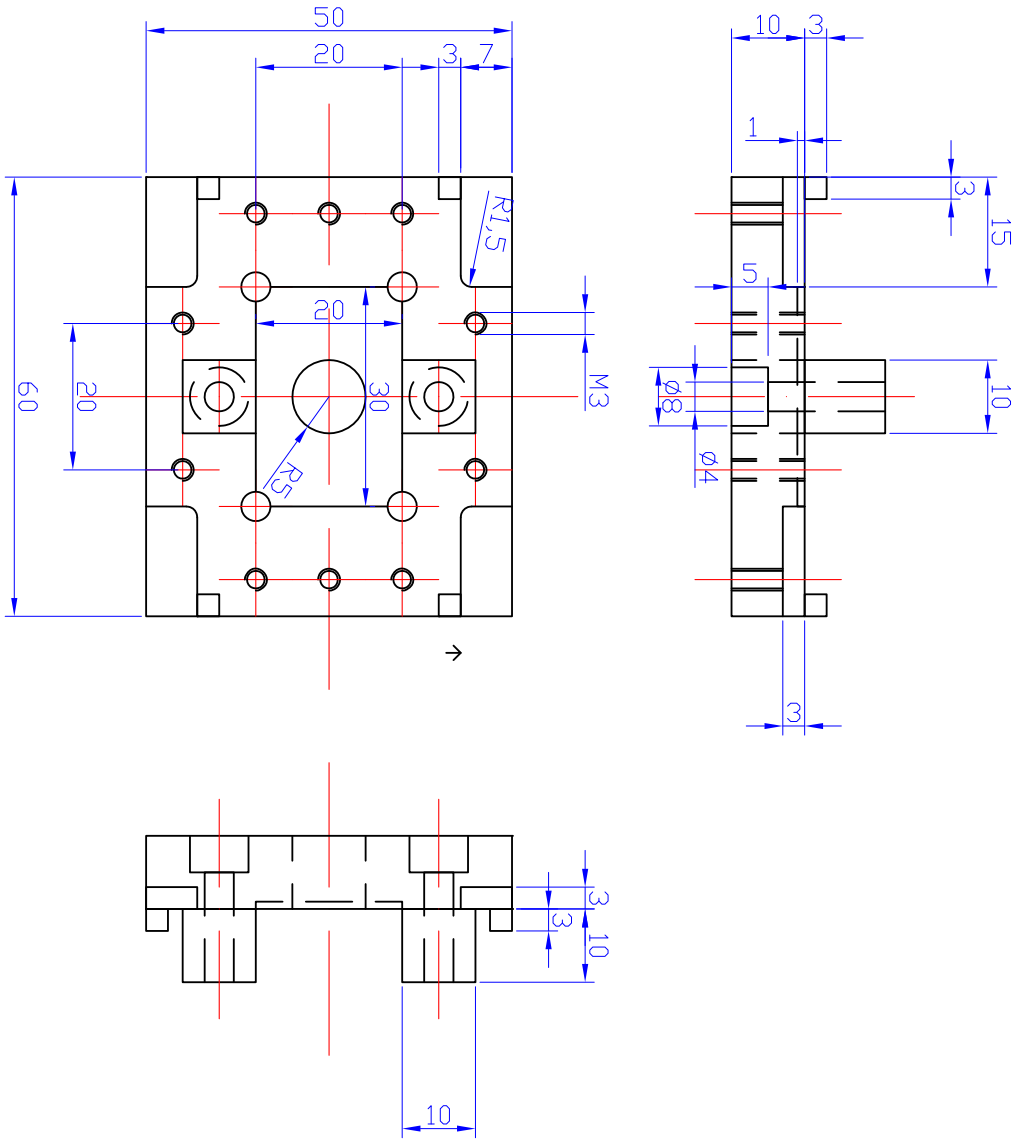
Le masque optique utilisé pour le capteur *Liquichip*


LIQUICHIP 1.0
PHILIPPE KIRSCH
LIQUICHIP 1.0
PHILIPPE KIRSCH

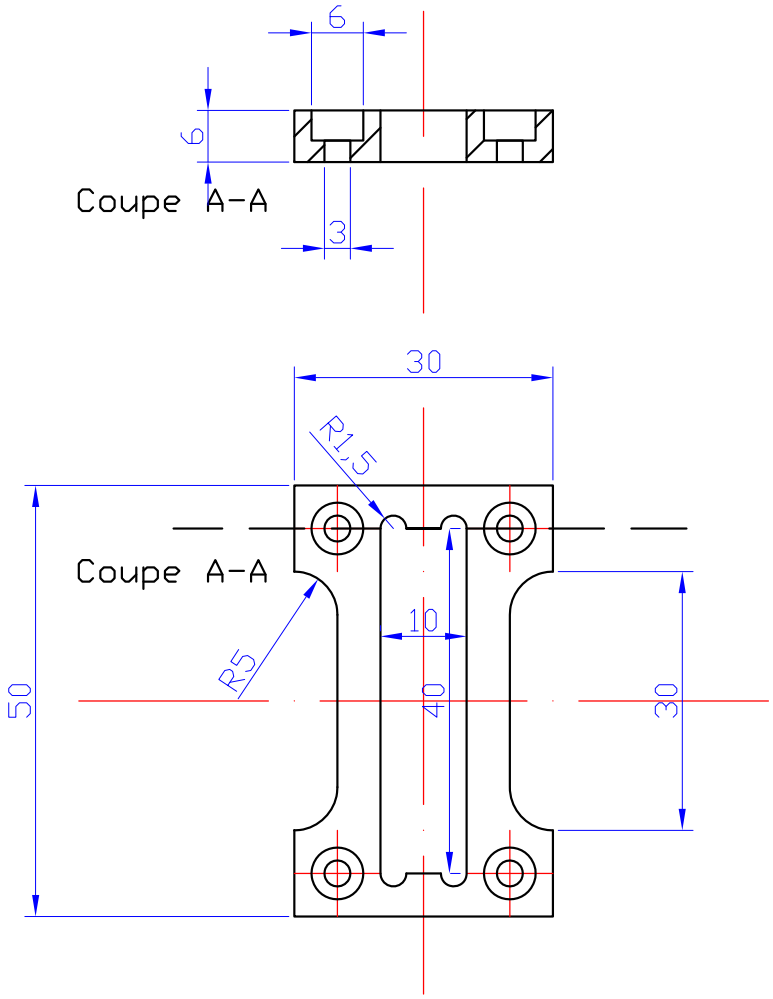
Annexe D

Plans du système de réceptacle

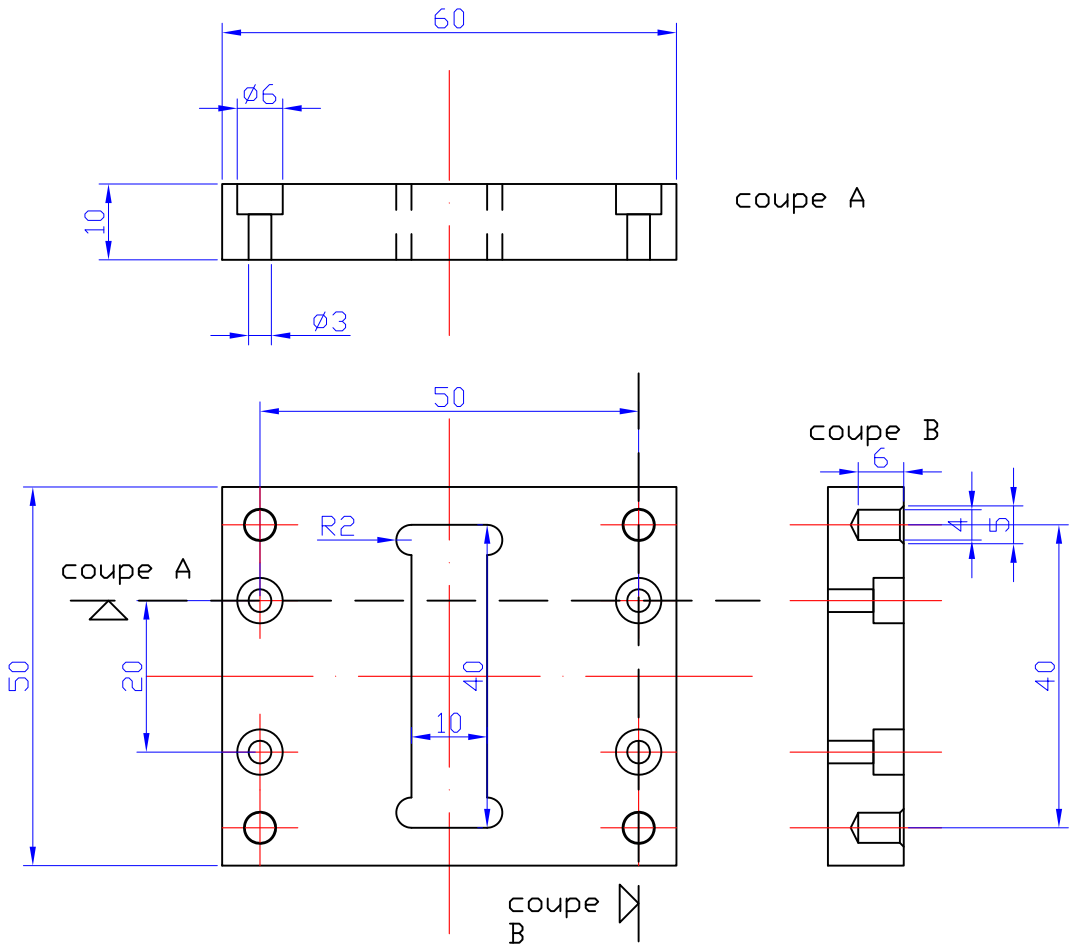
D.1 Base du système de réceptacle



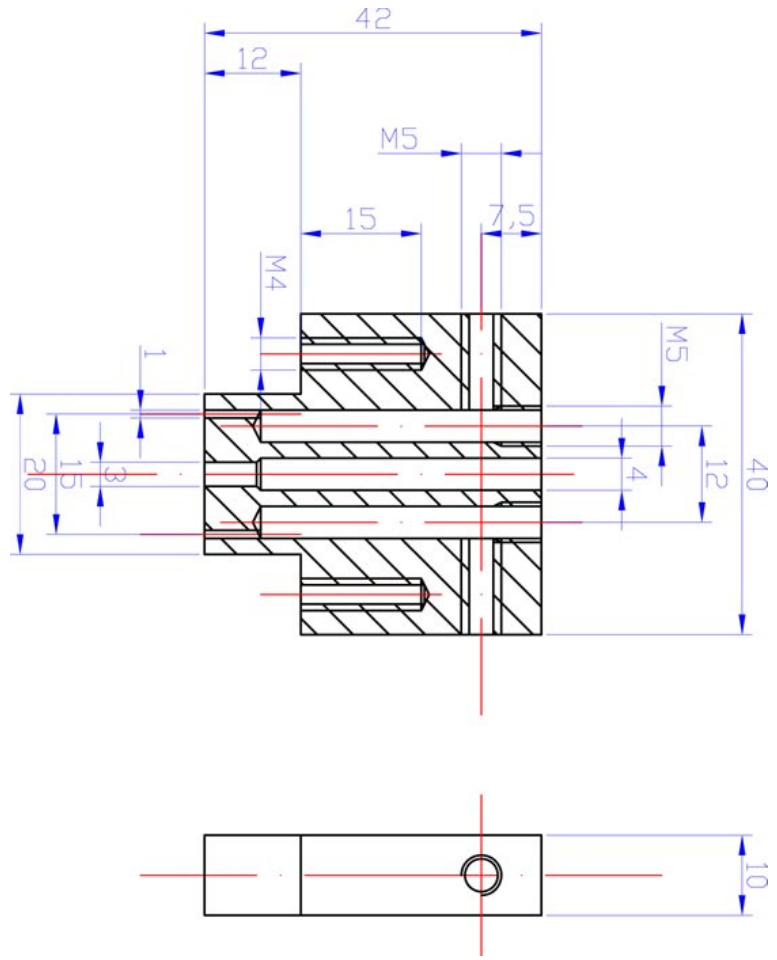
D.2 Applicateur de pression

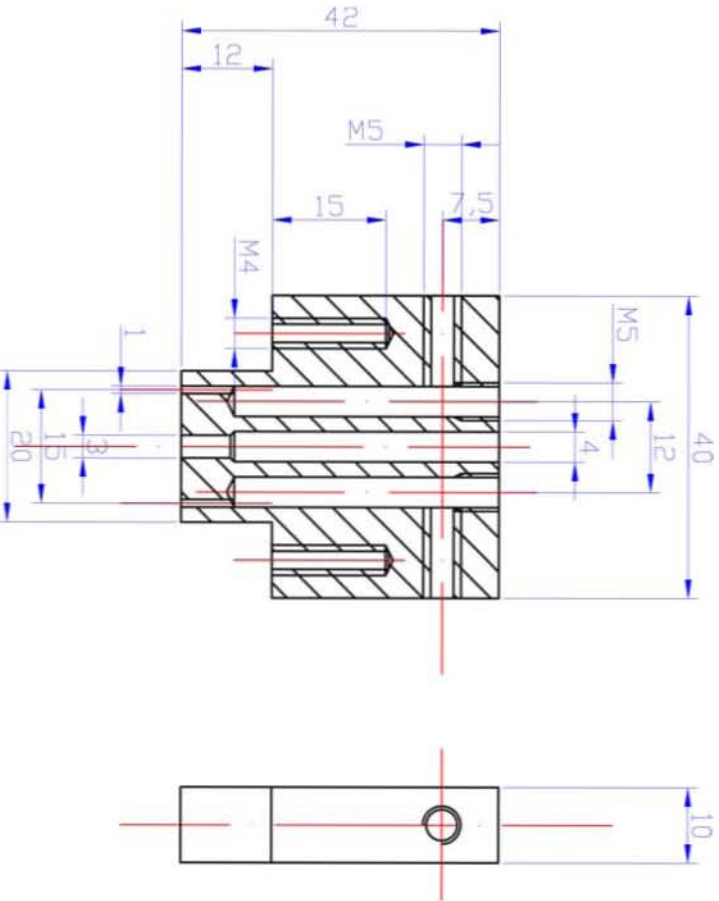


D.3 Couvercle de protection mécanique

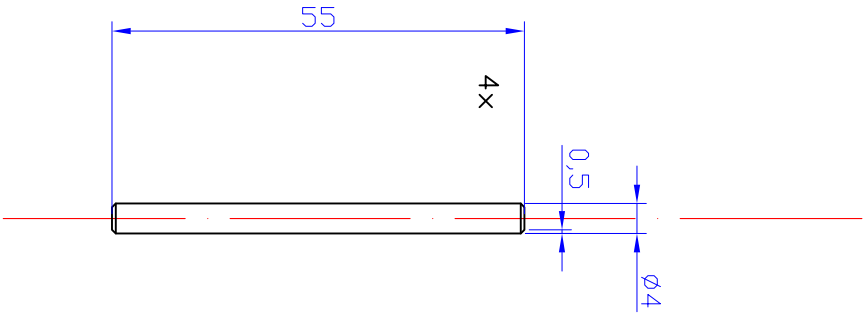


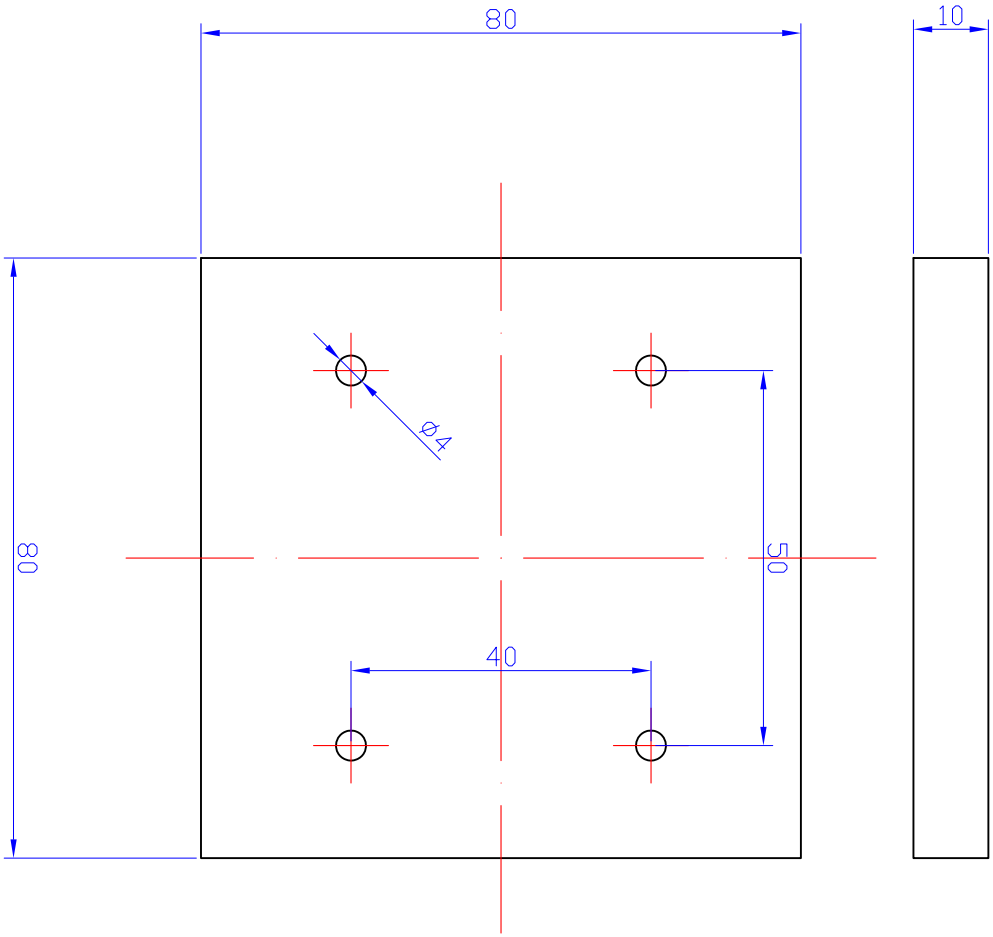
D.4 Connecteur hydraulique



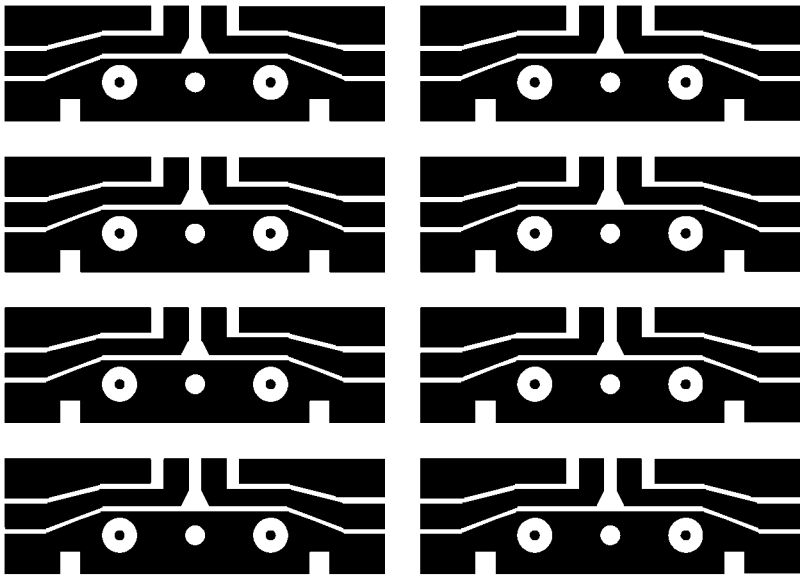


D.5 Support pour la base





D.6 Platine électronique



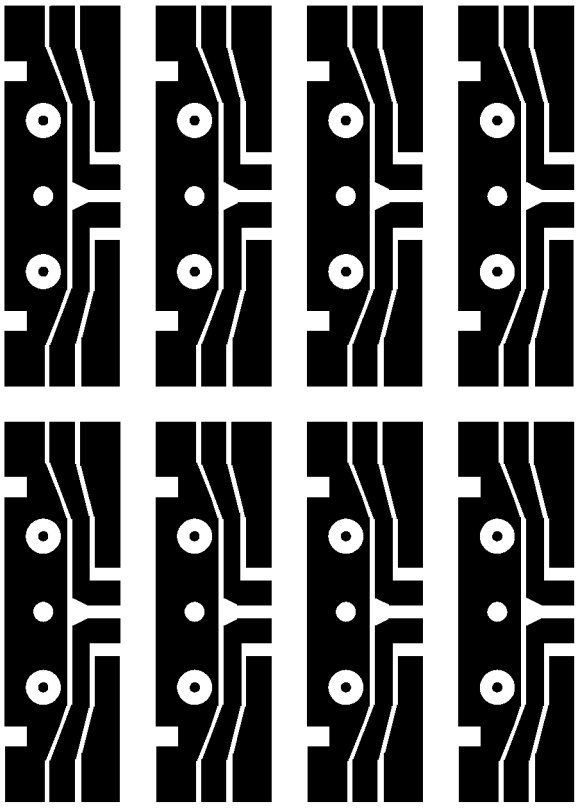


Table des figures

1.1 Revenu mondial des télécommunications mobiles en milliards de dollars américains [9]. 17
1.2 Système de coordonnées cartésiennes avec représentation des contraintes T_{ij} 23
1.3 Excitation des ondes acoustiques de surface à l'aide d'électrodes interdigitées déposées à la surface d'un matériau piézoélectrique. 31
1.4 Vue en coupe transversale d'une partie d'un IDT avec représentation des lignes du champ électrique généré à l'intérieur du matériau piézoélectrique. 31
1.5 Réponse du transducteur IDT en sinus cardinal 33
1.6 Géométries de quelques transducteurs unidirectionnels utilisant des géométries asymétriques suivant l'axe de propagation. 35
1.7 Maille élémentaire de la wurzite. 37
1.8 Structure trigonale du niobate de lithium. 38
1.9 Simplification apportée pour la caractérisation et la comparaison des différentes ondes de surface 39
1.10 Simulation numérique FEMLAB visualisant les différents modes avec les harmoniques correspondantes d'une structure multicouche ZnO sur silicium, avec des électrodes interdigitées déposées à la surface ; modèle en 2-D [89]. Les couleurs rouges et bleues représentent les déformations de la structure normales au plan de la feuille, dans les sens opposés respectivement. Selon la nomenclature définie ci-dessus, les différentes représentations correspondent à M_0H_1 (a), M_0H_3 (b), M_0H_5 (c), M_1H_1 (d) et M_1H_3 (e). . 41
1.11 Représentation qualitative (a) et schématique (b) des ondes de Rayleigh. . 42
1.12 Représentation schématique des ondes de Lamb. 43
1.13 Représentation schématique des ondes STW. 43
1.14 Représentation schématique des ondes de Gulyaev-Bleustein. 44
1.15 Représentation schématique des ondes de Love. 45
1.16 Représentation schématique des ondes Leaky. $e^{-\gamma x}$ est la fonction d'atténuation de l'onde selon sa direction de propagation. 46
1.17 Représentation schématique des ondes SSBW. x^{-p} est la fonction d'atténuation de l'onde en selon la direction de propagation. 46

2.1 Représentation schématique d'une installation de lithographie électronique illustrant les composantes principales. 61
2.2 Coupe à travers un lentille magnétique avec les lignes de champs entre les pôles. 65
2.3 Coupe à travers une lentille électrostatique. La longueur focale est contrôlée par la tension Vf. 66
2.4 La figure illustre schématiquement un simple déflecteur magnétique (électrostatique) en a) et un stigmateur en b). L'axe optique du faisceau est perpendiculaire au plan de la page. 67
2.5 L'escamoteur de faisceau DEBEN installé sur la colonne du microscope électronique. 68
2.6 La figure montre les différentes contributions qui élargissent le diamètre du faisceau d'électrons pour un système de lithographie donné [5]. 70
2.7 Simulation Monte Carlo des électrons dans de la résine PMMA sur substrat en silicium pour des tension d'accélération de 10kV (a) et 20kV (b) [6]. . . 71
2.8 Simulation du profile d'absorption en énergie lors d'une exposition au faisceau d'électrons [5]. 71
2.9 Évolution du profil de la résine en fonction du temps de développement, a) court, b) moyen et c) long. 72
2.10 Distance de parcours d'un électron en fonction de son énergie pour le PMMA, le silicium et l'arséniure de gallium. 72
2.11 Effet de proximité sur une structure interdigitée de période 400nm. 74
2.12 Principe de l'exposition par balayage séquentiel. 77
2.13 Le système NPGS de Nabity. 80
2.14 Le système ELPHY Plus de Raith 81
2.15 Épaisseur moyenne d'une couche de résine électrosensible positive (a) et négative (b) en fonction de la dose d'exposition. 85
2.16 Creusets utilisés et installées à l'intérieur du bâti d'évaporation thermique MECA2000 pour faire du dépôt d'aluminium, de titane et d'or par évaporation thermique installé dans la salle blanche du LPMIA. 93
2.17 Moule micrométrique assemblé avec l'ouverture de remplissage en haut (a). Moule micrométrique contenant le canal micrométrique intégré de section carrée $300\mu m$ (b). 97
2.18 Exemple de packaging d'un transistor de puissance dans un boîtier métallique. 99
2.19 Procédé pour effectuer une exposition par écriture directe au faisceau d'électrons. 102
2.20 Représentation schématique des transducteurs interdigités d'une ligne à retard. 105

2.21 Rapport largeur de doigt-interstice pour des structures IDT de longueur d'onde de $2,4\mu m$ (a) et de $2,0\mu m$ (b). 105
2.22 Rapport largeur de doigt-interstice pour des structures IDT de longueur d'onde de $1,6\mu m$. 106
2.23 Dose d'exposition en fonction de la résolution des structures pour un rapport e/f de 1 : 1, 1 : 2 et 1 : 3 et des résolution entre $1,6\mu m$ et $3,2\mu m$. D_{moy} indique la dose moyenne utilisée pour réaliser les structures de façon correcte. D_{min} et D_{max} indiquent respectivement les doses minimales et maximales qui permettent encore d'avoir des motifs définis et développés sans avoir de sous- ou surexposition. 106
2.24 Rapport largeur de doigt-interstice pour des structures IDT de longueur d'onde de $1,2\mu m$ à $2,0\mu m$ en mode *exposition en ligne de pixel*. 107
2.25 Microscope électronique à balayage JEOL 6500F du LPMIA (a), observation d'un réseau de lignes en aluminium de largeur $180nm$ déposé sur un substrat en silicium (b). 109
2.26 Loi de Bragg donnant les directions où les interférences sont constructives pour un matériau cristallin. 110
2.27 Représentaiton schématique du principe de mesure de la rocking curve. . . 111
2.28 Représentation schématique d'une installation SIMS. 111
2.29 Réseau de μcanaux réalisés par lithographie électronique dans une couche de PMMA épaisse. 113

3.1 Représentation schématique des transducteurs interdigités d'une ligne de retard 123
3.2 Procédé de réalisation de structures IDT sur $LiTaO_3$. 126
3.3 Dessin d'une structure SAW entière (a) et zoom (b) sur les transducteurs interdigités de longueur d'onde correspondante $2\mu m$. 128
3.4 Image MEB d'un transducteur interdigité de longueur d'onde correspondante $2\mu m$. 129
3.5 Image AFM d'un transducteur interdigité en fausses couleurs (a) en vue de dessus et en profil (b). La taille latérale du transducteur est $400nm$, ce qui correspond à une longueur d'onde de $\lambda = 1,6\mu m$. 129
3.6 Le banc de mesure RF microprober de Suss Microtech (a). Le banc de mesure est équipé d'un porte-échantillon qui est asservi en température (b). 130
3.7 Réponse fréquentielle d'un filtre électrique de longueur d'onde de $3,2\mu m$ réalisé sur tantalate de lithium. 130
3.8 Réponse fréquentielle d'un filtre électrique de longueur d'onde de $2,4\mu m$ réalisé sur tantalate de lithium. 131

3.9 Réponses fréquentielles de filtres électrique de longueur d'onde respectives $2,4\mu m$ (a) et $2,0\mu m$ (b) réalisés sur niobate de lithium. 133
3.10 Réponse fréquentielle d'un filtre électrique de longueur d'onde de $1,2\mu m$ réalisé sur niobate de lithium. 134
3.11 Diagramme de phases du carbone établi par F.P. Bundy [24]. 137
3.12 Procédé de réalisation du diamant auto-porté. 139
3.13 Analyse XRD $\theta - 2\theta$ de la couche de nitrure d'aluminium déposée sur la face de nucléation d'un substrat de diamant auto-porté [40]. 141
3.14 Analyse XRD - rocking curve du nitrure d'aluminium (002) déposé sur la face de nucléation d'un substrat de diamant autoporté [40]. 142
3.15 Analyse de la microstructure du nitrure d'aluminium déposé sur la surface de nucléation du substrat en diamant autoporté par microscopie électronique à transmission. 143
3.16 Analyse 3D de la rugosité de surface du nitrure d'aluminium déposé sur la surface de nucléation du substrat en diamant autoporté par microscopie à force atomique. 144
3.17 Procédé de réalisation des filtres électriques très haute fréquence à base d'ondes acoustiques de surface utilisant des substrats multicouches à base de nitrure d'aluminium déposé sur du diamant polycristallin autoporté. . . 145
3.18 Images réalisées par microscopie optique d'un dispositif à ondes acoustiques de surface de longueur d'onde $2,4\mu m$. Vue globale (a) et agrandissement sur les doigts au niveau du gap (b). 146
3.19 Analyses 3D d'un transducteur interdigité de longueur d'onde $1,6\mu m$ en aluminium réalisé à la surface du nitrure d'aluminium déposé sur la surface de nucléation du diamant polycristallin autoporté. 146
3.20 Analyses nanoSIMS d'un transducteur interdigité de longueur d'onde $2,0\mu m$ en aluminium réalisé à la surface du nitrure d'aluminium déposé sur la surface de nucléation du diamant polycristallin autoporté. 147
3.21 Représentation de la dispersion des vitesses en fonction de l'épaisseur normalisée kh. 149
3.22 Représentation du coefficient de couplage électromécanique en fonction de l'épaisseur normalisée kh pour la structure multicouche AlN/diamant. . . . 149
3.23 Images MEB de dispositifs à ondes acoustiques de surface de longueurs d'ondes $1,2\mu m$ (a) et $1,0\mu m$ (b) réalisés sur AlN/diamant. 150
3.24 Réponses fréquentielles de filtres électrique de longueur d'onde respectives $2,8\mu m$ (a) et $2,4\mu m$ (b) réalisés sur AlN/diamant. 151
3.25 Réponse fréquentielle d'un dispositif à ondes acoustiques de surface de longueur d'onde $2,0\mu m$. 152

3.26 Réponse fréquentielle d'un dispositif à ondes acoustiques de surface de longueur d'onde $1,2\mu m$. 153
3.27 Réponse fréquentielle d'un dispositif à ondes acoustiques de surface de longueur d'onde $1,0\mu m$. 153
3.28 Vitesse de phase des trois premiers modes de la structure multicouche AlN/diamant en fonction de l'épaisseur normalisée $kh_{AlN} = 2{\cdot}\pi h_{AlN}/\lambda$. Les courbes continues représentent les valeurs théoriques des vitesses de phase obtenues par simulation numérique, les différents points, carrés et triangles correspondent aux valeurs des vitesses de phase mesurées et calculées à partir de dispositifs réalisés. 155
3.29 Dispersion du K^2. Représentation du coefficient de couplage électromécanique mesuré et calculé du mode 1 en fonction de l'épaisseur normalisée kh_{AlN}. La courbe continue en rouge donné les valeurs simulées du coefficient de couplage électromécanique du mode 1 pour la structure multicouche AlN/diamant. 157
3.30 Variation de éa fréquence en fonction de la température d'un dispositif à ondes acoustiques de surface de longueur d'onde $2,0\mu m$. 158
3.31 Courbe expérimentale de dispersion du TCF. 159

4.1 Représentation schématique d'un capteur de liquide à ondes de Love. . . . 174
4.2 Représentation schématique d'une cellule humide. 177
4.3 Représentation schématique d'une Flow Cell. 178
4.4 Courbe de dispersion pour des surfaces libres et métallisées (a) et facteur de couplage électromécanique et permittivité effective (b) pour la structure multicouche $LiTaO_3/SiO_2$ en fonction de l'épaisseur normalisée de la couche guidante [39]. 180
4.5 Sensibilité des structures multicouches quartz/SiO_2 et $LiTaO_3/SiO2$ en fonction de l'épaisseur normalisée [39]. 182
4.6 Représentation schématique du capteur de liquide à concevoir. 185
4.7 Masque optique utilisé pour réaliser les électrodes. 185
4.8 Agrandissement du centre de la figure 4.7 montrant le positionnement du canal intégré par rapport aux transducteurs interdigités (a) et, avec un agrandissement encore plus grand, la position d'un transducteur interdigité émetteur avec les croix d'alignement pour la lithographie électronique (b). Le rectangle en vert clair résulte du recouvrement de deux carrés de longueur d'arrête $500\mu m$ représentant les deux champs d'écriture prévus possibles. 186
4.9 Images du moule mécanique ouvert (a) et ferme (b) réalisé par électroérosion pour réaliser la pièce en PDMS contenant le canal microfluidique. . . . 186

4.10 Traces de produit de polissage sur un substrat mal nettoyé. 188
4.11 Claquage électrique entre deux contacts électriques distincts à cause de l'effet pyroélectrique lors du recuit de la résine électrosensible. Claquage sur les pads destinés à faire des mesures de contrôle à l'aide du prober (a), agrandissement de cette zone (b) et claquage sur les contacts électriques aux endroit destinés à accueillir les transducteurs interdigités (c). 189
4.12 L'égaliseur des charges est constitué d'un porte-échantillon et d'un couvercle (a). Le couvercle contient des aiguilles de contact à ressort (b) et est dimensionné de façon à ce que chaque aiguille soit en contact avec chaque contact réalisé sur le substrat en tantalate de lithium (c). 190
4.13 Croix d'alignement pour la lithographie électronique : jeux de croix d'alignement pour une ligne à retard (a) et détail d'une croix d'alignement isolée (b). 190
4.14 Transducteur interdigité aligné par rapport aux contacts électriques (a), croix d'alignement visibles en bas de l'image (b), détail des doigts du transducteur interdigité (c). 191
4.15 La pièce microfluidique en PDMS réalisé à l'aide d'une moule. 192
4.16 Ensemble de toutes les pièces et outils nécessaires pour assembler le système *Liquichip*. 193
4.17 Base du système de réceptacle (a) et circuits imprimés avec connecteurs SMA soudés (b). 193
4.18 Positionnement des circuits imprimés (a) et fixation de ceux-ci par deux vis(b). 194
4.19 Intégration (a) et positionnement (b) du dispositif à ondes de Love au sein de la base du réceptable. 194
4.20 Préparation de la pièce microfluidique (a) et alignement de celle-ci par rapport aux transducteurs interdigités du dispositif à ondes de Love (b). . 195
4.21 Positionnement (a) et fixation (b) de l'applicateur de pression. 195
4.22 Connexion électrique des contacts électriques du substrat aux pistes de la platine électronique par bonding (a) et préparation du couvercle protecteur mécanique (b). 197
4.23 Mise en place des espaceurs (a) et fixation du couvercle protecteur mécanique à l'aide de quatre vis (b). 197
4.24 Visualisation du rôle des espaceurs (a) et préparation du connecteur hydraulique (b). 198
4.25 Installation (a) et fixation (b) du connecteur hydraulique à l'aide de deux vis. 199
4.26 Vue de côté du système (a) et retournement du système de réceptacle (b) pour le poser sur son support. 199

4.27 Réceptacle et support (a), raccordement de la tuyauterie à raccordement rapide (b). 199
4.28 Réponse fréquentielle d'un dispositif à ondes acoustiques de surface de longueur d'onde correspondante $\lambda = 14\mu m$ avec et sans couche guidante en silice d'épaisseur $1\mu m$. 201
4.29 Pads électriques intégrés dans le masque optique pour pouvoir réaliser un contrôle et une caractérisation préliminaire des trois lignes à retard du capteur *Liquichip* avant le dépôt de la couche guidante en silice. 203
4.30 Réponse fréquentielle d'une des trois lignes à retard du capteur *Liquichip* avant le dépôt de la couche guidante en silice. 204
4.31 Réponse fréquentielle d'une des trois lignes à retard du capteur *Liquichip* mesurée au prober (courbe noire) en après bonding aux platines électroniques (courbe rouge). 205
4.32 Réponse fréquentielle d'une des trois lignes à retard du capteur *Liquichip* mesurée au prober (courbe noire) comparée à la réponse fréquentielle d'un filtre électrique de même longueur d'onde réalisé sur tantalate de lithium (courbe rouge). 206
4.33 Banc de mesure pour le capteur de liquide *Liquichip*. 208
4.34 Caractérisation d'une dizaine de cycles alternés d'azote gazeux et d'eau distillée. 209
4.35 Caractérisation de 10 cycles alternés d'azote gazeux et d'éthanol. 211
4.36 Caractérisation de cycles alternés d'azote gazeux et d'eau distillée et d'éthanol. 212
4.37 Caractérisation de cycles alternés d'eau distillée et de solution 0,1 molaire de chlorure de potassium et de chlorure de sodium. 213
4.38 Réponse fréquentielle du capteur *Liquichip* lors des alternances azote-eau désionisée, représentation de l'amplitude, **visualisation de la modulation de l'enveloppe**. 214
4.39 Réponse fréquentielle du capteur *Liquichip* lors des alternances azote-eau désionisée, représentation de la phase. 215
4.40 Réponse fréquentielle du capteur *Liquichip* lors des alternances azote-eau désionisée, **représentation de l'amplitude**, visualisation des paliers correspondants aux phases azote et eau désionisée **avec un spectre réduit à la fréquence centrale de la réponse**. 216
4.41 Réponse fréquentielle du capteur *Liquichip* lors des alternances azote-eau désionisée, **représentation de la phase**, visualisation des paliers correspondants aux phases azote et eau désionisée **avec un spectre réduit à la fréquence centrale de la réponse**. 216

4.42 Variation de la fréquence à phase constante au cours des cycles alternés d'azote et d'eau désionisée. 217
4.43 Réponse fréquentielle d'un capteur *Liquichip* présentant des perturbations causées par le rayonnement électromagnétique et le couplage capacitif. . . . 222
4.44 Transformée de Fourier inverse du spectre représenté à la figure 4.43, représentation du signal temporel. 223
4.45 Représentation du signal temporel après filtrage du signal électromagnétique. 223
4.46 Transformée de Fourier du signal temporel filtré représenté à la figure 4.45, représentation de la réponse fréquentielle filtrée du signal acoustique du capteur. 224
4.47 Réponse fréquentielle du capteur *Liquichip* lors des alternances azote-eau désionisée, représentation de l'amplitude, **visualisation de la modulation de l'enveloppe par le rayonnement électromagnétique avant le traitement du signal**. 225
4.48 Réponse fréquentielle du capteur *Liquichip* lors des alternances azote-eau désionisée, **représentation de l'amplitude après le traitement du signal**. 226
4.49 Réponse fréquentielle du capteur *Liquichip* lors des alternances azote-eau désionisée, représentation de l'amplitude, **visualisation des paliers correspondants aux phases azote et eau désionisée avant le filtrage avec un spectre réduit à la fréquence centrale de la réponse**. . . . 227
4.50 Réponse fréquentielle du capteur *Liquichip* lors des alternances azote-eau désionisée, représentation de la phase, **visualisation des paliers correspondants aux phases azote et eau désionisée avant le filtrage avec un spectre réduit à la fréquence centrale de la réponse**. 227
4.51 Réponse fréquentielle du capteur *Liquichip* lors des alternances azote-eau désionisée, représentation de l'amplitude, **visualisation des paliers correspondants aux phases azote et eau désionisée après le filtrage avec un spectre réduit à la fréquence centrale de la réponse**. . . . 228
4.52 Réponse fréquentielle du capteur *Liquichip* lors des alternances azote-eau désionisée, représentation de la phase, **visualisation des paliers correspondants aux phases azote et eau désionisée après le filtrage avec un spectre réduit à la fréquence centrale de la réponse**. 228
4.53 Variation de la fréquence à phase constante au cours des cycles alternés d'azote et d'eau désionisée après traitement des données par FFT et filtrage temporel. 229

Liste des tableaux

1.1 Fabricants de dispositifs SAW regroupés par pays [3, 4]. 15
1.2 Propriétés de quelques matériaux piézoélectriques 38
1.3 Les différents types d'ondes et de pseudo ondes de surface 40

2.1 Comparaison des différentes sources d'électrons. 64
2.2 Comparaison des différentes résines électrosensibles. 86
2.3 Températures de fusion des matériaux aluminium, titane et or déposés par évaporation thermique. 93
2.4 Paramètres utilisés pour l'enrésinement. 100

3.1 Comparaison des propriétés du niobate de lithium simple et noir en coupe $128°YX$ [6]. 124
3.2 Propriétés de quelques matériaux piézoélectriques. 125
3.3 Comparaison des propriétés du tantalate de lithium selon différentes coupes cristallographiques [6, 10]. 128
3.4 Comparaison des propriétés du niobate de lithium selon différentes coupes cristallographiques [6, 10, 14]. 132
3.5 Vitesses de propagation et facteurs de couplage électromécanique théoriques des différents dispositifs à ondes acoustiques de surface réalisés en fonction de leur kh_{AlN}. 150
3.6 Comparaison des pertes d'insertion et des taux de réjection des dispositifs réalisés de longueurs d'ondes de $1,0\mu m$ et de $2,0\mu m$ du mode 1. 154
3.7 Fréquences centrales et vitesses de propagation mesurées des différents dispositifs à ondes acoustiques de surface réalisés en fonction de leur kh_{AlN}. . 155
3.8 Fréquences centrales et vitesses de propagation mesurées des différents dispositifs à ondes acoustiques de surface réalisés en fonction de leur kh_{AlN}. . 156

4.1 Relevé des combinaisons des quatre matériaux les plus utilisés pour réaliser des capteurs de liquide à ondes de Love. 179

4.2 Vitesse de phase de l'onde SH et facteur de couplage électromécanique des quatre matériaux les plus utilisés pour réaliser des capteurs de liquide à ondes de Love. 180
4.3 Relevé des fréquences mesurées sur des structures sur $LiTaO_3$ seul et sur $LiTaO_3/SiO_2$ pour une ligne à retard de longueur d'onde correspondant à $14\mu m$. 201
4.4 Comparaison des paramètres des transducteurs interdigités dont la réponse fréquentielle est représentée à la figure 4.32. 206
4.5 Débit de l'eau désionisée en fonction du surélèvement du réservoir de liquide par rapport au canal microfluidique du capteur de liquide. 208
4.6 Quelques propriétés importantes de l'eau et de l'éthanol à $20°C$ [68, 69]. . 212
4.7 Sensibilité absolue du capteur de liquide *Liquichip* et de quelques autres capteurs trouvées dans la littérature. 230

Publications

Publications internationales avec comité de lecture

P. Kirsch, M.B. Assouar, O. Elmazria, M. El Hakiki, V. Mortet, P. Alnot
« *Combination of e-Beam Lithography and of High Velocity AlN/Diamond-Layered Structure for SAW Filters in X Band* »
IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, vol. 54, No. 7, pp. 1489-1491 (July 2007)

M.B. Assouar, O. Elmazria, **P. Kirsch**, P. Alnot, V. Mortet, C. Tiusan
« *High-frequency surface acoustic wave devices based on AlN/diamond layered structure realized using e-beam lithography* »
Journal of Apllied Physics 101, 11 (12 June 2007)

P. Kirsch, M.B. Assouar, O. Elmazria, P. Alnot
« *5 GHz surface acoustic wave devices based on aluminum nitride/diamond structure realized using electron beam lithography* »
Applied Physics Letters 88, 223504 (29 May 2006)

Proceedings internationaux avec comité de lecture

M.B. Assouar, O. Elmazria, **P. Kirsch**, V. Mortet, P. Alnot
« *Study of temperature coefficient of frequency and electromechanical coupling coefficient of X band frequency SAW devices based on AlN/diamond layered structure* »
IEEE International Ultrasonics Symposium 2007, *In Press*

P. Kirsch, M.B. Assouar, O. Elmazria, P. Alnot
« *5GHz SAW devices based on AlN/diamond layered structure* »
IEEE International Ultrasonics Symposium 2006, pp. 2293 - 2296

P.Kirsch, M.B. Assouar, O. Elmazria, P. Alnot
« *Achievement of SAW Based Devices on* $36°YX\ LiTaO_3$ *Substrates Using Electron Beam Lithography* »
IEEE International Symposium on the Applications of Ferroelectrics 2006, *In Press*

Communications orales dans des congrès internationaux avec comité de lecture

M.B. Assouar, O. Elmazria, **P. Kirsch**, V. Mortet, P. Alnot
« *Temperature coefficient of frequency and electromecanical coupling coefficient study of saw devices operating in the X band and based on AlN/diamond layered structure* »
IEEE Ultrasonics Symposium 2007
28 - 31 October 2007, New York, NY, USA

P. Kirsch, M.B. Assouar, O. Elmazria, O. Alnot
« *5GHz SAW devices based on AlN/diamond layered structure* »
IEEE Ultrasonics Symposium 2006
3 - 6 October 2006, Vancouver, BC, Canada

P. Kirsch, M.B. Assouar, O. Elmazria, P. Alnot
« *Achievement of SAW Based Devices on* $36°YX\ LiTaO_3$ *Substrates Using Electron Beam Lithography* »
IEEE International Symposium on the Applications of Ferroelectrics 2006
30 July - 2 August 2006, Sunset Beach, NC, USA

P. Kirsch, M.B. Assouar, O. Elmazria, P. Alnot
« *La lithographie électronique appliquée à la réalisation de dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW) hautes fréquences* »
INTERREG IIIC 2006
8 - 9 Juin 2006, Nancy, France

Communications dans des congrès nationaux

P. Kirsch, M.B. Assouar, O. Elmazria, P. Alnot
« *Réalisation de dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW) par lithographie électronique* »
Innovations dans l'Elaboration et les Applications de Couches Minces, IEACM2
22 - 24 novembre 2005, Nancy, France

P. Kirsch, M.B. Assouar, O. Elmazria, P. Alnot
« *Dispositifs SAW hautes fréquences à base de* $LiTaO_3$ *réalisés par lithographie électronique : procédé de fabrication et caractérisation* »
Doctoriales de Lorraine 2005
17 - 22 octobre 2005, La Bresse, France

P. Kirsch, M.B. Assouar, O. Elmazra, P. Alnot
« *Réalisation de dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW) par lithographie électronique : procédés de fabrication et caractérisation* »
Séminaire de l'école doctorale EMMA 2005
14 avril 2005, Metz, France

Curriculum vitae

Philippe Jean Charles Kirsch
Ingénieur diplômé EPFL en microtechnique
Docteur en Physique des Plasmas, Optique, Opto-Electronique et Micro-Nanosystèmes
Né le 30 octorbe à Luxembourg, Luxembourg
Email : philippe.kirsch@a3.epfl.ch

Expérience professionelle

2001 - 2004 :	Ingénieur de recherche et de développement au laboratoire d'électronique de IEE S.A., Luxembourg
1998 - 2001 :	Assistant au cours de systèmes intustriels et informatique temps réel, EPFL, Lausanne, Suisse
1998 - 2001 :	Assistant au cours de programmation en C et en Pascal, EPFL, Lausanne, Suisse

Formation

2004 - 2007 :	Thèse de physique en Plasmas, Optique, Opto-Electronique et Micro-Nanosystèmes, Laboratoire de Physique des Milieux Ionisés et Applications, Université Henri Poincaré, Nancy, France
1995 - 2001 :	Etudes d'ingénieur en mictrotechnique, orientation produit intégré, à l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, Suisse
1988 - 1995 :	Etudes secondaires classiques, section B classique, à L'Athénée de Luxembourg, Luxembourg
1982 - 1988 :	Ecole primaire à Schuttrange, Luxembourg

Stages

2004 :	Stage au Laboratore d'Analyse des Matériaux (LAM) au Centre de Recherche Publique Gabriel Lippmann, Luxmbourg
2004 :	Stage au Laboratoire de Physique Expérimentale des Corps Solides à Sarrebruck, Allemagne
1999 :	Stage au Laboratoire de Microinformatique (LAMI) à Lausanne, Suisse
1997 :	Stage industriel chez Paul Wurth S.A., Luxembourg

Langues

Luxembourgeois, Français, Allemand, Anglais

Autorisation d'impression

Nancy-Université
Université Henri Poincaré

Monsieur **KIRSCH Philippe**

DOCTORAT DE L'UNIVERSITE HENRI POINCARE, NANCY 1

en PLASMAS OPTIQUE OPTO-ELECTRONIQUE & MICRO-NANOSYSTEMES

VU, APPROUVÉ ET PERMIS D'IMPRIMER

Nancy, le 12 décembre 2007

Le Président de l'Université

J.P. FINANCE

UNIVERSITÉ HENRI POINCARÉ, NANCY I * LE PRESIDENT

Université Henri Poincaré, Nancy I
24-30 rue Lionnois - B.P. 3069 - 54013 NANCY Cédex
Tél. : 03 83 68 20 00 - Fax : 03 83 68 21 00