

Capteurs à ondes élastiques confinées, sans fil et étirables : application à l'électronique imperceptible sur peau

Cécile Floer

► To cite this version:

Cécile Floer. Capteurs à ondes élastiques confinées, sans fil et étirables : application à l'électronique imperceptible sur peau. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université de Lorraine, 2019. Français. NNT : 2019LORR0188 . tel-02526524

HAL Id: tel-02526524 https://hal.univ-lorraine.fr/tel-02526524v1

Submitted on 31 Mar 2020

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 <u>http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php</u> <u>http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm</u>









Présentée en vue d'obtenir le grade de

Docteur de l'Université de Lorraine en Physique - Nanosciences

par

Cécile FLOER

Capteurs à ondes élastiques confinées, sans fil et étirables : application à l'électronique imperceptible sur peau

Thèse soutenue publiquement le 20 novembre 2019 devant le jury d'examen :

Rapporteurs	Mme Corinne DEJOUS	Professeur, Bordeaux INP Professeur, Université de Bourgegne Franche Comté
	Mille Therese LEDLOIS	r folesseur, Université de Bourgogne Franche-Comte
Examinateurs	Mme Rose-Marie SAUVAGE M. Abdelkrim TALBI	Responsable Innovation Nanotechnologies, DGA/AID Professeur, École Centrale de Lille
	M. Sergei ZHGOON	Professeur, National Research University Moscow
Directeur de thèse	M. Omar ELMAZRIA	Professeur, Université de Lorraine
Co-directeur de thèse	M. Sami HAGE-ALI	Maître de conférences, Université de Lorraine

Institut Jean Lamour, UMR 7198, Département N2EV *Campus Artem – 2 allée André Guinier – 54000 Nancy* Université de Lorraine, Pôle M4 (Matière, Matériaux, Métallurgie, Mécanique) École Doctorale C2MP (Chimie, Mécanique, Matériaux, Physique)

« C'est dans l'effort que l'on trouve la satisfaction et non dans la réussite. Un plein effort est une pleine victoire. » Gandhi

À ma famille, À mes parents,

Sommaire

R	emer	cieme	nts	9
\mathbf{Li}	iste d	les abr	éviations	12
In	trod	uction		15
1	$\mathbf{D}\mathbf{u}$	dispos	sitif SAW au capteur de température : intérêts et enjeux	19
	1.1	L'esso	r des objets connectés	20
		1.1.1	Les définitions et secteurs d'applications	20
		1.1.2	L'utilisation en santé	21
		1.1.3	Les enjeux et limites	23
	1.2	Les di	spositifs SAW	24
		1.2.1	Les grands principes associés	24
		1.2.2	Les éléments constitutifs	28
		1.2.3	Les champs d'applications	36
		1.2.4	Les structures multicouches	42
	1.3	L'élec	tronique souple	46
		1.3.1	Les généralités	46
		1.3.2	Les fonctionnalités	48
		1.3.3	Les différentes approches	49
		1.3.4	Les capteurs de température pour une utilisation sur la peau	53
		1.3.5	Les dispositifs SAW réalisés sur des substrats souples \hdots	56
	1.4	Concl	usion du chapitre	61
2	La	structu	re à ondes confinées AlN/ZnO/LN-Y128: de la modélisation aux	2
	tech	nnique	s expérimentales	63
	2.1	Le cho	pix des matériaux et de la configuration	64
		2.1.1	Le LN-Y128 comme substrat	64
		2.1.2	Le Au/Ti comme métallisation des peignes interdigités \hdots	65

		2.1.3	Le ZnO et l'AlN comme couches supérieures	65
		2.1.4	Le résonateur synchrone	. 66
		2.1.5	Les considérations fréquentielles	. 66
	2.2	Les sin	mulations numériques	. 68
		2.2.1	Le choix du modèle	. 68
		2.2.2	L'identification des modes dans la structure	. 69
		2.2.3	Les épaisseurs des couches supérieures	. 70
	2.3	La fab	prication des dispositifs SAW	73
		2.3.1	Le procédé de photolithographie et de gravure	73
		2.3.2	Le cas de la structure AlN/ZnO/LN-Y128	76
	2.4	Les dé	épôts et caractérisations des couches minces de ZnO et d'AlN	78
		2.4.1	Les dépôts des couches minces	. 78
		2.4.2	La diffraction des rayons X	. 80
		2.4.3	La microscopie électronique et à force atomique	81
		2.4.4	L'optimisation de la couche de ZnO	. 85
	2.5	Les ca	ractérisations électriques	90
		2.5.1	Les grandeurs d'intérêt	. 90
		2.5.2	Le système de caractérisation ex-situ sous pointes	91
		2.5.3	La configuration des zones de connexion	. 91
		2.5.4	Le masquage des zones de connexion	. 92
		2.5.5	Les mesures de la structure AlN/ZnO/LN-Y128 \ldots	95
	2.6	Conclu	usion du chapitre	. 99
3	Ver	s des s	structures à ondes confinées optimisées	101
	3.1	La str	ucture Diamant/ZnO/LN-Y128	103
		3.1.1	L'intérêt du diamant	103
		3.1.2	Le diamant comme couche supérieure du tricouche WLAW	104
		3.1.3	Les résultats expérimentaux	106
	3.2	Les II	OTs connectés pour les applications d'identification $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots$	113
		3.2.1	La preuve de concept	. 113
		3.2.2	Les applications pour la structure AlN/ZnO/LN-Y128	115
		3.2.3	L'extension du concept pour les substrats à faible facteur de couplage	117

	4.24.34.4	La con 4.2.1 4.2.2 La réa 4.3.1 4.3.2 4.3.3 Concl ⁴	Inception et la modélisation d'antennes étirables	159 159 160 164 164 167 170 177
	4.2	La con 4.2.1 4.2.2 La réa 4.3.1 4.3.2 4.3.3	Inception et la modélisation d'antennes étirables	159 159 160 164 164 167 170
	4.24.3	La con 4.2.1 4.2.2 La réa 4.3.1 4.3.2	Inception et la modélisation d'antennes étirables	159 159 160 164 164 167
	4.24.3	La con 4.2.1 4.2.2 La réa 4.3.1	Inception et la modélisation d'antennes étirables	159 159 160 164 164
	4.24.3	La con 4.2.1 4.2.2 La réa	nception et la modélisation d'antennes étirables	159 159 160 164
	4.2	La con 4.2.1 4.2.2	nception et la modélisation d'antennes étirables	159 159 160
	4.2	La con 4.2.1	nception et la modélisation d'antennes étirables	159 159
	4.2	La con	nception et la modélisation d'antennes étirables	159
	4.0			
		4.1.4	Les généralités sur les antennes et les télétransmissions	156
		4.1.3	Les mesures de température à distance	154
		4.1.2	Les techniques de fabrication des antennes souples et étirables	150
		4.1.1	Le contexte	150
	4.1	Les ar	ntennes pour l'environnement du corps humain	150
4	Ant	ennes	étirables pour l'interrogation à distance du capteur ultrafin	149
	3.6	Concl	usion du chapitre	146
		3.5.4	Les dispositifs SAW et WLAW sur LN-Z aminci	143
		3.5.3	Les résultats expérimentaux sur LN-Z massif	139
		3.5.2	Les modélisations numériques	138
		3.5.1	L'intérêt de la coupe Z pour les structures WLAW	138
	3.5	Les ré	sonateurs sur substrat LN-Z	138
		3.4.2	Les <i>wafers</i> autosupportés	133
		3.4.1	Les membranes	132
	3.4	L'ami	ncissement du substrat	132
		3.3.4	Les perspectives	130
		3.3.3	L'étude numérique de la configuration ligne à retard	129
		3.3.2	Les résultats expérimentaux avec AlN/IDT(Pt)/LN-Y128	125
	0.0	3.3.1	Les résultats théoriques avec AlN/IDT(Pt)/LN-Y128	124
	3.3	Les st		124
		3.2.4	Les lines de la structure à IDTs connectés	122
		324	Les mesures sous hautes températures	118

6 Annexes					
	6.1	La pulvérisation cathodique magnétron	185		
	6.2	La diffraction des rayons X	187		
	6.3	La microscopie électronique	190		
Li	ste d	es figures	194		
Li	ste d	es tableaux	202		
Ré	éfére	nces bibliographiques	204		
Pι	ıblica	ations et communications	221		
Ré	ésum	é	224		

Remerciements

Les travaux présentés dans ce manuscrit ont été réalisés au sein de l'Institut Jean Lamour (IJL), un laboratoire du CNRS et de l'Université de Lorraine avec le soutien financier de la Direction Générale de l'Armement (DGA). Ainsi, je remercie le service de direction, et plus particulièrement M. Thierry Belmonte, directeur du laboratoire et Mme Clotilde Boulanger, directrice adjointe, pour leur accueil chaleureux. Je remercie également Mme Rose-Marie Sauvage, référente DGA, pour sa confiance en accordant le financement de cette thématique de recherche. Merci également à M. Dominique Daloz et Mme Christine Sartori, respectivement, directeur et gestionnaire pédagogique de l'Ecole Doctorale C2MP pour leur intérêt envers ce projet.

Mes remerciements se portent également vers les membres du jury, Mme Corinne Dejous, Mme Thérèse Leblois, Mme Rose-Marie Sauvage, M. Abdelkrim Talbi et M. Sergei Zhgoon qui ont accepté d'évaluer ce manuscrit. Je les remercie aussi pour les échanges particulièrement enrichissants que nous avons eus lors de ma soutenance.

J'adresse ma profonde reconnaissance à mes directeurs de thèse, Omar Elmazria et Sami Hage-Ali, pour leur encadrement pendant ces trois années. Je les remercie pour la grande confiance qu'ils m'ont témoignée mais aussi pour leur soutien et leurs conseils qui m'ont permis de donner le meilleur de moi-même. Merci également pour tous les bons moments partagés au laboratoire ou à l'extérieur (*Mention spéciale pour notre séjour au Japon!*).

Ce travail n'aurait pu être mené à bien sans l'aide précieuse des centres de compétences (CC) de l'IJL. Ainsi, j'adresse mes remerciements les plus sincères aux personnels du :

- CC MiNaLor, et plus spécifiquement à Gwladys Lengaigne et Laurent Badie pour leurs formations aux procédés de microtechnologie mais aussi pour leur investissement et leur réactivité face à mes nombreuses requêtes (*J'ai une petite question!*) pendant ces longues journées passées en salle blanche.
- CC 3M, pour l'accueil chaleureux lors des caractérisations matériaux. Je remercie plus particulièrement Jaafar Ghanbaja pour l'imagerie MET, Sylvie Migot pour la prépara-

tion des lames FIB, Sandrine Mathieu pour les micrographies MEB et Erwan Etienne pour les tests de polissage et de gravure.

- CC X-Gamma, et en particulier à Pascal Boulet pour la formation aux équipements et à Sylvie Robert pour les discussions bien sympathiques sur le sujet de la diffraction des rayons X.
- CC Ermione, et notamment à Christian Senet et Francis Kosior pour les dépannages informatiques (5Go de plus au quota!).

Je remercie également l'atelier de mécanique et plus particulièrement Jean-Georges Mussot et Emmanuel Vatoux pour leur aide technique et leur efficacité concernant la DP650.

Je n'oublie pas non plus les nombreux collaborateurs à l'échelle nationale et internationale :

- Thierry Aubert du LMOPS pour son expertise des matériaux mais aussi pour son soutien et sa gentillesse lors de ses visites à l'IJL.
- Pascal Nicolay du CiSMAT et Hugo Chambon du CTR pour certaines simulations numériques et leur relecture de plusieurs communications scientifiques.
- Fabien Bénédic et Damia Dekkar du LSPM pour leur persévérance sur les dépôts de diamant.
- Sergei Zhgoon du MPEI qui m'a transmis avec passion et douceur sa maitrise du logiciel *Comsol Multiphysics*. Merci également pour ses conseils lors des corrections des écrits scientifiques.
- Natalya Naumenko du MISIS pour son aide et ses précieuses explications dans l'étude des structures bicouches.

Merci également aux membres de l'équipe 405, Micro et Nanosystèmes, que j'ai eu plaisir à côtoyer pendant ces trois années: Didier Rouxel et Frédéric Sarry qui ont été successivement de brillants chefs d'équipe; Denis Beyssen pour ses conseils sportifs; Hamid M'Jahed pour son aide lors des campagnes de mesures à Polytech Nancy; Jérémy Streque pour ses compétences en microfabrication; mes voisins, Hanna Riahi et Stefan Mc Murtry, pour la formation à la lithographie électronique et les heures passées aux réglages (*Sacré spot!*) mais aussi pour les pauses réconfortantes et enfin, Anne-Sophie Latreille, notre gestionnaire, pour son dynamisme et sa disponibilité en toutes circonstances.

Je remercie également Caroline Barjon, responsable de la communication, pour sa gentillesse et ses articles dans l'hebdo interne de l'IJL.

Merci également aux membres de l'AFFDU-Lorraine pour leur soutien dans ce projet et les réunions conviviales à Metz.

Je pense aussi à l'ensemble des doctorants que j'ai rencontré et avec qui j'ai pu discuter et passer de bons moments : en particulier, Camille et Florian qui m'ont montré le chemin; Harshad, mon colocataire de bureau depuis le premier jour; Baptiste et Jordan qui prennent le relais; sans oublier Arnaud, Jérémy, Kosseila, Lucile, Maryam, Pedro, Prince, Sunija, Sébastien, Vincent et tous ceux que je n'ai pas pu citer mais que je n'oublie pas!

Je remercie également les étudiants de Master que j'ai co-encadré et qui ont pu apporter des réponses à certaines de mes interrogations: Quentin et Bulent qui ont travaillé sur les simulations des structures bicouches, Clément pour les dépôts de ZnO et Louis pour son aide sur les modélisations des antennes.

J'ai également une pensée pour mes amis les plus proches qui m'ont écouté (parler de ma thèse) et encouragé. Je n'oublierai pas les moments partagés à Sarreguemines, à Nancy, à Paris ou ailleurs!

Enfin, je voudrais exprimer toute ma reconnaissance à ma famille et tout particulièrement à mes parents pour leur soutien sans faille durant ces trois années.

Liste des abréviations

AFM	Atomic Force Microscope
BF	Bright Field
CVD	Chemical Vapor Deposition
DF	Dark Field
DRX	Diffractométrie de Rayons X
EDS	Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy
FEM	Finite Element Method
FIB	Focused Ion Beam
FWHM	Full Width at Half Maximum
HAADF	High Angle Annular Dark Field
IBE	Ion Beam Etching
IDT	InterDigital Transducer
IJL	Institut Jean Lamour
ILAW	Isolated Layer Acoustic Wave
IoT	Internet of Things
ISM	Industriel Scientifique et Médical
MEB	Microscope Electronique à Balayage
MET	Microscope Electronique en Transmission
NCD	Nanocrystalline Diamond
PDMS	Polydiméthylsiloxane
PFA	Power Flow Angle
POI	Piezoelectric On Insulator
PVD	Physical Vapor Deposition
RFID	Radio Frequency Identification
SAW	Surface Acoustic Wave
TCF	Temperature Coefficient of Frequency
WLAW	Waveguiding Layer Acoustic Wave

Introduction

A l'heure actuelle, la société s'inscrit dans une dynamique de contrôle permanent. Etre connecté à tout instant et en tout lieu est une véritable nécessité, et ce, quel que soit le motif (accès à l'information, protection personnelle, gain de temps, économie, etc.). Le marché des capteurs connait donc un essor sans précédent et est promis à un brillant avenir.

Le domaine de la santé ne déroge pas à cette tendance croissante et le grand public est particulièrement sensible à cette thématique. Le suivi en continu des paramètres corporels devient attractif, notamment pour la surveillance post-opératoire, les performances des sportifs, l'autonomie des seniors voire pour les équipements des militaires. Les solutions proposées sur le marché sont cependant associées à un inconfort d'utilisation lié au poids, à la taille, au moyen de fixation ou encore à la présence d'électronique embarquée. Il y a donc une réelle demande d'optimisation de ces capteurs. C'est justement dans ce contexte que le domaine de l'électronique sur peau a émergé. Il s'agit d'une nouvelle classe de dispositifs capables de s'étirer, se tordre et se déformer à souhait pour suivre les mouvements du corps humain dans un format potentiellement ultrafin.

Les dispositifs à ondes élastiques de surface, plus communément appelés dispositifs SAW, semblent prometteurs dans ce contexte. Initialement employés comme filtres dans le secteur des télécommunications, ils suscitent également un grand intérêt en tant que capteur. Leur sensibilité aux perturbations environnementales leur permet d'être utilisés pour les mesures de température, de pression, de déformation ou d'espèces chimiques. De plus, ils ont l'avantage d'être passifs et interrogeables à distance. La protection des électrodes au moyen d'une encapsulation par boîtier reste cependant le principal inconvénient de ces dispositifs en matière de coût et d'encombrement. En proposant un empilement de matériaux à gradient de vitesse, appelé WLAW [1], il est cependant possible de s'affranchir de cette limite et de réaliser des structures « autoprotégées » à ondes élastiques confinées. Le découplage des ondes aux perturbations de surface permet donc d'envisager une application en électronique sur peau.

L'objectif de ce sujet de thèse est de développer un capteur de température sans fil et « imperceptible » pour une utilisation sur le corps humain, basé sur :

- un dispositif WLAW autoprotégé réalisé sur un substrat monocristallin aminci
- des antennes étirables fabriquées sur un élastomère aussi souple que la peau

Cette structure permet d'envisager des performances au-delà de l'état de l'art des capteurs de température de l'électronique souple. Les dispositifs SAW développés directement sur un substrat souple font en effet face à d'importantes pertes d'insertion dues à la propagation de l'onde dans un polymère. Les mesures à distance, tout comme celles sur la peau, sont donc fortement compromises. L'utilisation d'une structure WLAW et d'un substrat monocristallin permettent de s'affranchir de cette limitation. L'extensibilité du capteur sans fil est alors assurée par les antennes étirables directement reliées au dispositif WLAW. Ce dernier est tellement petit qu'il est considéré comme ponctuel.

Le présent document expose les principaux travaux conduits depuis trois ans au sein de l'équipe Micro et Nanosystèmes de l'Institut Jean Lamour sous la direction du Pr. Omar Elmazria et du Dr. Sami Hage-Ali avec le soutien financier de la DGA. Ce projet de thèse s'inscrit plus largement dans le cadre de l'ANR SAWGOOD qui vise à développer une plateforme de capteurs multifonctionnels dont la brique de base est le capteur de température. Celui-ci peut en effet servir pour la mesure en température seule ou comme référence pour d'autres types de capteurs (humidité, gaz, pression, etc.).

Ainsi, ce manuscrit intitulé « *Capteurs à ondes élastiques confinées, sans fil et étirables : application à l'électronique imperceptible sur peau* » s'organise autour de quatre parties distinctes.

Le premier chapitre présente le contexte de l'étude avec notamment une vue d'ensemble du domaine des objets connectés. Les notions de base des dispositifs SAW, utiles à la compréhension de la suite du manuscrit, sont également abordées. Enfin, les techniques de fabrication des dispositifs de l'électronique sur peau sont discutées. L'objectif étant ainsi de démontrer la pertinence de la technologie des ondes élastiques dans le domaine de l'électronique souple pour l'élaboration d'un capteur de température.

Dans un second chapitre, les procédés numériques et expérimentaux utilisés pour la réalisation et la caractérisation du capteur de température sont explicités et illustrés avec le tricouche AlN/ZnO/LN-Y128.

Le troisième chapitre présente certaines possibilités d'optimisation de l'empilement AlN/ZnO/ LN-Y128, et ce, en matière de choix des matériaux (apport du diamant), de configuration des IDTs (structure à IDTs connectés), de structure de confinement (structure bicouche), d'épaisseur de substrat (*wafer* autosupporté) ou de nature de substrat (coupe LN-Z).

Le quatrième et dernier chapitre se concentre sur l'interrogation à distance d'une structure à base de LN-Z aminci, développée lors des paragraphes précédents. Après avoir abordé les différentes techniques de fabrication des antennes souples, une étude numérique et expérimentale des antennes réalisées à partir d'élastomères est présentée.

Enfin, la conclusion donne l'occasion de rappeler les principaux résultats, met en évidence certaines limitations du capteur et propose de nouvelles perspectives d'études.

1. Du dispositif SAW au capteur de température : intérêts et enjeux

Dans notre société moderne, la connaissance en continu des paramètres du corps humain tend à devenir une nécessité. Qu'il s'agisse d'une utilisation dans le domaine biomédical ou dans celui du sport ou du bien-être, les objets connectés qui mesurent les paramètres corporels font partie d'un marché en pleine croissance estimé à plusieurs milliards de dollars [2]. Cependant, le port de ces objets est parfois inconfortable et empêche une utilisation permanente sur le long terme. Ainsi, un nouveau domaine a vu le jour, celui de « l'électronique sur peau ». Il correspond à une nouvelle classe d'électronique incluant des dispositifs tatoués sur la peau de manière transparente et capables de se déformer selon les mouvements du corps humain.

Les recherches conduites sur les capteurs ultrasouples à base d'ondes élastiques pour une mesure en continu de la température corporelle s'inscrivent parfaitement dans ce contexte. La première partie du chapitre est consacrée à l'essor des objets connectés tout en identifiant certaines de leurs limites. L'intérêt des dispositifs à ondes élastiques de surface, et en particulier de leur fonction de capteur, est présenté dans une seconde partie. Enfin, le chapitre se termine par un exposé dans le domaine de l'électronique sur peau. Le but de cette analyse est de justifier la structure du capteur de température visée par ce travail de thèse.

1.1 L'essor des objets connectés

1.1.1 Les définitions et secteurs d'applications

Par définition, un objet connecté est un objet capable de communiquer et d'interagir avec un réseau informatique appelé IoT pour Internet of Things (figure 1.1). Ce concept a vu le jour en 1999 au MIT (Massachusetts Institute of Technology) et n'est autre que la combinaison des capteurs et d'Internet. Plus précisément, l'objet est équipé d'un ou plusieurs capteurs qui recueillent, transforment et envoient des données à distance. Chaque capteur possède un identifiant unique qui lui permet d'être reconnu dans le réseau et ainsi éviter le mélange d'informations. En 2020, le marché de ces objets connectés pourrait atteindre 7100 milliards de dollars [3]. L'enjeu commercial est donc particulièrement important, d'autant plus que les fonctions et les champs d'applications sont très variés. Il est par exemple possible de distinguer les objets connectés domestiques, mobiles ou à porter sur le corps humain. En récoltant des données dans un environnement proche, les objets connectés peuvent influencer le comportement des utilisateurs (achats en magasin), interagir avec leur écosystème (domotique) ou encore communiquer avec leur entourage social (médecin, famille, groupe sportif, etc.). Dans le secteur de la domotique par exemple, les objets connectés sont nombreux et tendent à intégrer les objets du quotidien allant de la cuisine (machine à café ou réfrigérateur connecté) à la chambre (ampoule ou réveil connecté) en passant par la salle de bain (baignoire connectée).



FIGURE 1.1 – Illustration du réseau de l'Internet of Things [4]

1.1.2 L'utilisation en santé

Les domaines de la santé et du bien-être sont les plus développés en matière d'objets connectés. Le cardiofréquencemètre associé à la montre pour contrôler la fréquence cardiaque pendant l'effort a été commercialisé pour la première fois en 1982 [5]. Depuis, les technologies ont évolué et de nombreux sportifs utilisent des objets connectés pour contrôler leur fréquence cardiaque, mesurer leurs progressions ou encore compter les calories dépensées. Ces objets qui se veulent rassurants font partie intégrante de la vie quotidienne. Qu'ils soient utilisés dans des établissements professionnels ou à titre personnel, ils permettent de récolter des données du corps humain afin d'informer en continu l'utilisateur et/ou un professionnel de santé.

Les paramètres physiologiques suivis par ces objets connectés sont variés [6]. Les plus courants sont :

- la fréquence cardiaque. Elle s'obtient généralement avec le nombre de battements par minutes et est utilisée pour le suivi de l'activité cardiovasculaire du cœur. Elle peut aussi se mesurer par la technique non invasive généralement associée aux montres et aux bracelets connectés : la photopléthysmographie (PPG). Les fluctuations de volume sanguin, liées aux battements du cœur, modifient légèrement l'intensité de la lumière émise par l'objet et réfléchie par la peau. L'enregistrement de ces légères oscillations permet ainsi de remonter à l'activité cardiaque [7].
- l'activité électrodermale. Elle correspond à la mesure de l'impédance de la peau à partir de deux électrodes placées en surface de la peau. Cette grandeur permet entre autres d'identifier des comportements liés au stress [8].
- la température de la peau. Elle correspond à la température mesurée en surface de la peau et est donc différente de la température interne du corps. Cette grandeur est particulièrement importante car elle donne également accès à d'autres grandeurs physiologiques traduisant l'état de santé de l'utilisateur (risque cardiaque, activité cérébrale, etc.). Elle est au cœur de ce sujet de thèse et un paragraphe complet lui a donc été consacré dans la suite.
- le niveau d'hormones. La sécrétion d'hormones peut être liée à certaines pathologies ou conditions physiques [9]. Ce type de détection s'inscrit plus généralement dans les plateformes de diagnostic de la sueur (capteurs chimiques).
- l'électromyographie (EMG). Elle fait référence à l'activité électrique des muscles et

est largement utilisée dans le diagnostic des maladies du système nerveux périphérique puisqu'elle indique avec précision l'endroit du corps où le nerf n'assure plus sa fonction de transmission d'information entre le cerveau et le muscle [10].

— l'électroencéphalographie (EEG). Elle enregistre l'activité électrique du cerveau grâce à de nombreuses électrodes placées au contact du cuir chevelu. Les impulsions électriques détectées par les électrodes sont converties en tracés graphiques. Relativement lourds pour les patients, ces dispositifs évoluent et peuvent se présenter sous la forme d'un bandeau [11].

Aujourd'hui, les objets les plus attrayants sur le marché sont ceux à détections multiples. Ils sont extrêmement nombreux et se différencient de par leur forme, leurs matériaux, leur technologie de détection, leur système d'interrogation ou encore le public visé. En effet, les dispositifs peuvent cibler un groupe d'individus précis (seniors, malades, etc.) ou peuvent être réservés à certaines conditions d'utilisations (soldats du feu, militaires, etc.). Le cahier des charges est précis et doit être adapté à l'application souhaitée. Le tableau 1.1 illustre la diversité de l'offre en matière de dispositifs multifonctionnels dans le domaine de la santé ou du bienêtre. Si certains sont déjà commercialisés, d'autres sont seulement à l'état de recherche et développement. Le stade intermédiaire est celui de prototype pour une éventuelle mise sur le marché à plus ou moins court terme.

Produit	Type	Formo	Caractère	Taille	Poids	Rof
Société (Pays)	туре	Forme	sans fil	$(mm \times mm \times mm)$	(g)	mer.
E4 wristband	commercialisé	bracelet	oui	$44 \times 40 \times 16$	25	[12]
Empatica (USA)	commercianse	bracelet	oui	11/10/10	20	[12]
BioHarness 3.0	commorcialisó	ceinture	011	$28(diam) \times 7$	18	[12]
Zephyr (USA)	commercianse	abdominale	oui	$20(\text{utall}) \times 1$	10	[10]
EQ02 LifeMonitor	commorcialisó	ceinture	011	$78 \times 53 \times 10$	38	[14]
Equivital (UK)	commercianse	abdominale	oui	10×03×10	30	[14]
VitalPatch	commorcialicó	natch	0.11	$120 \times 40 \times 0.5$	12	[15]
VitalConnect (USA)	commercianse	paten	oui	120×40×9,5	10	[10]
Stress patch	prototra	natah	non	$25 \times 15 \times 0.072$	0.05	$\begin{bmatrix} 16 \end{bmatrix}$
$(Cor \acute{e} e)$	prototype	paten	поп	23×13×0,072	0,05	[10]
Biosensors	no chonch o	mant		/	/	[17]
(UK)	recherche	gant	oui	/	/	[1/]

TABLEAU1.1- Exemples d'objets connectés capables de détecter entre autres la température du corps humain

1.1.3 Les enjeux et limites

Si le marché des objets connectés en santé est abondant c'est notamment parce qu'il a permis une simplification des mesures à partir de techniques non invasives. Pour donner un exemple, la détection des comportements liés au stress est généralement mesurée par la présence de marqueurs dans le sang, la salive ou les urines. Or, les recherches dans le domaine ont montré qu'il était possible d'obtenir certains paramètres physiologiques à l'aide de capteurs non invasifs pouvant être portés régulièrement à titre informatif et non dans le cadre d'un diagnostic. La simplification des mesures passe également par le confort du dispositif. En effet, plus le dispositif est petit et facile à porter, tout en restant fiable et robuste, plus il est accepté et apprécié des utilisateurs. Des progrès considérables ont déjà été fait mais la présence de fils, de bracelets ou parfois de ceintures reste encore inconfortable et empêche l'utilisation en continu et à long terme de ces objets. Les batteries, généralement onéreuses, encombrantes et à durée de vie limitée, doivent être régulièrement rechargées ou remplacées et constituent donc aussi un inconvénient majeur de ces systèmes.

Les objets connectés sont également au centre de plusieurs débats. Certains craignent une dégradation de la relation médecin-patient et une baisse des consultations en raison d'une surveillance à distance (télémédecine). D'autres voient en ces objets le risque d'une hypersensibilisation des utilisateurs à leur état de santé. De plus, dans un cadre professionnel où les performances physiques sont essentielles, les agents redoutent une sélection basée sur la mesure en continu des données médicales. Enfin, la question de la vie privée avec notamment la protection des données est également une problématique sous-jacente. En effet, les dispositifs enregistrent une quantité importante d'informations qui pourrait être utilisée à des fins commerciales. A l'heure actuelle, seule la vigilance de l'utilisateur (en vérifiant les paramètres de sécurité des applications mobiles par exemple), peut pallier ce problème. La question de l'introduction de ces données de « santé publique » dans le périmètre de l'assurance maladie ou des complémentaires de santé reste ouverte [3, 4, 18].

1.2 Les dispositifs SAW

1.2.1 Les grands principes associés

Dans ce contexte de miniaturisation et de mesure en continu, les dispositifs à ondes élastiques de surface, aussi appelés dispositifs SAW (de l'anglais *Surface Acoustic Wave*) sont particulièrement pertinents. Ils sont à l'interface de plusieurs disciplines allant des concepts physiques à des notions de chimie. Certains phénomènes tels que la piézoélectricité ou les ondes élastiques leur sont étroitement liés.

La piézoélectricité

L'effet piézoélectrique direct a été prédit et vérifié en 1880 par les frères P. et J. Curie dans certains matériaux comme le quartz. Plus exactement, il s'agit de la capacité naturelle de certains matériaux à générer une tension électrique sous l'action d'une contrainte mécanique [19, 20]. L'existence de l'effet inverse a été prédite l'année suivante par G. Lippmann et vérifiée par les frères Curie [21]. Si le quartz, la tourmaline et la topaze ont permis de mettre en évidence ce phénomène, il existe bien d'autres matériaux aux propriétés piézoélectriques intéressantes. En revanche, il faut savoir qu'il se manifeste uniquement dans les cristaux dont la maille élémentaire ne possède pas de centre de symétrie. L'effet d'une action mécanique peut ainsi créer un dipôle électrique dans chaque maille du matériau grâce aux déplacements des barycentres des charges positives et négatives (figure 1.2).



FIGURE 1.2 – Illustration du principe de la piézoélectricité directe : apparition d'une polarisation électrique \vec{P} dans une maille sans centre de symétrie sous l'action d'une déformation

La première application de la piézoélectricité voit le jour pendant la première guerre mondiale avec l'invention du sonar par P. Langevin [22]. Les premiers oscillateurs à quartz ont ensuite été découverts par W. Cady dans les années 1920 puis s'en suit une multitude de découvertes liées aux phénomènes piézoélectriques directs et indirects dans des domaines variés. De nos jours encore, ces phénomènes font partie intégrante de notre quotidien. La compression d'un cristal piézoélectrique génère un petit arc électrique utilisé dans l'allume gaz mais sert aussi en tant que capteur de pression dans le domaine automobile ou aéronautique. L'effet inverse quant à lui, fait office d'actionneur et trouve notamment un intérêt dans les systèmes de positionnement de précision comme dans les imprimantes à jet d'encre ou dans les microscopes à force atomique (AFM pour *Atomic Force Microscope*). Enfin, certains systèmes utilisent une combinaison des deux effets : c'est le cas des dispositifs SAW.

Les ondes élastiques

De façon très générale, une onde correspond à la propagation d'une perturbation dans un milieu matériel ou immatériel. Ici, seules les ondes mécaniques qui se propagent avec une vitesse dépendante du milieu matériel seront abordées. De plus, si le milieu matériel est élastique, c'està-dire si la perturbation engendre une variation réversible des propriétés du milieu, les ondes sont dites élastiques. Les vibrations d'un matériau (corde, acier, etc.) suite à un choc sont une illustration simple du phénomène. A plus grande échelle, les ondes sismiques ou les vagues sont également des exemples.

A la suite de l'impact, deux principaux types d'ondes peuvent se propager : les ondes élastiques de **volume** lorsque la propagation se fait au sein du matériau, et les ondes élastiques de **surface** si la propagation reste confinée en surface.

Au sein de la famille des ondes élastiques de volume, il existe encore deux catégories distinctes :

- les ondes longitudinales où la perturbation se déplace parallèlement à la direction de propagation de l'onde, créant ainsi une succession de zones de compression-dilatation et provoquant un déplacement d'avant en arrière des particules du milieu (figure 1.3a)
- les ondes transversales (aussi dites de cisaillement) où la perturbation se déplace perpendiculairement à la direction de propagation de l'onde, induisant ainsi un déplacement vertical ou horizontal des particules du milieu (figure 1.3b)

La vitesse de propagation des ondes longitudinales est toujours supérieure à celle des ondes transversales. Ce principe est d'ailleurs bien connu en sismologie puisque les ondes longitudinales, aussi appelées ondes primaires (ondes P), sont les premières enregistrées par les sismographes, suivies des ondes transversales, aussi appelées ondes secondaires (ondes S).



FIGURE 1.3 – Vue 3D de la propagation des ondes de volume: (a) Ondes longitudinales (b) Ondes transversales verticales (représentation à gauche) et horizontales (représentation à droite) [23]

Pour parler d'ondes de surface, les conditions aux limites imposées par l'absence de matière au-dessus du chemin de propagation doivent être vérifiées (nullité des contraintes mécaniques perpendiculaires à la surface). En associant une onde longitudinale et transverse verticale de même vitesse mais déphasées de $\frac{\pi}{2}$, il est possible de compenser les contraintes perpendiculaires générées par l'une avec celles, opposées, générées par l'autre. L'onde de Rayleigh, découverte en 1885 par Lord Rayleigh, résulte de ce couplage, créant ainsi un mouvement elliptique rétrograde dans le milieu [24, 25]. Celui-ci se concentre sur la partie superficielle du milieu, c'est-à-dire sur une profondeur de l'ordre d'une longueur d'onde (figure 1.4).



FIGURE 1.4 – Propagation d'une onde de Rayleigh dans un solide semi-infini : (a) Vue 3D (b) Vue 2D avec \vec{n} le sens de propagation de l'onde (c) Décroissance de la composante longitudinale u_1 et de la composante transversale u_2 en fonction de la profondeur [26, 27]

Il existe également d'autres ondes pouvant se propager en surface, les plus connues étant :

les ondes de cisaillement horizontal qui émanent de leur équivalent volumique sous réserve que les conditions limites de surface entrainent un amortissement dans la profondeur. Dans ce manuscrit la dénomination d'ondes *Shear Horizontal* a été utilisée. Les ondes de Bleustein-Gulyaev peuvent être vues comme un cas particulier avec une composante purement surfacique pour certains matériaux de symétrie cristallographique particulière (figure 1.5a) [28, 29, 30].

- les pseudo-ondes de surface, aussi appelées *Leaky waves* qui correspondent à une dégénérescence des ondes de Rayleigh. En effet, lorsque la vitesse des ondes de Rayleigh devient égale à la vitesse de l'onde transversale de volume, l'onde ne reste plus confinée en surface mais fuit dans le volume [30, 31].
- les ondes de Love, découvertes en 1911, qui correspondent à un mouvement purement transversal horizontal dans une couche déposée en surface d'un milieu semi-infini (figure 1.5b) [30].



FIGURE 1.5 – (a) Propagation des ondes de Bleustein-Gulyaev [26] (b) Propagation des ondes de Love [26]

Enfin, les ondes de Lamb sont considérées comme des ondes de plaque et se situent à l'interface entre les ondes de volume et de surface. Elles apparaissent lorsque le milieu est fini et assimilé à une plaque d'épaisseur de l'ordre de la longueur d'onde (figure 1.6).



FIGURE 1.6 – Vue 2D de la propagation des ondes de Lamb (avec \vec{n} la direction de propagation) [26]

Le travail de thèse abordé ici se focalise sur l'étude des ondes de Rayleigh en raison de leur simplicité de génération et de détection à la surface des matériaux piézoélectriques.

La propagation des ondes élastiques de surface dans les matériaux piézoélectriques est gouvernée par un couplage entre les équations du mouvement et les équations du champ électrique, selon :

$$\begin{aligned}
 T_{ij} &= C_{ijkl}S_{kl} - e_{kij}E_k \\
 D_i &= e_{ikl}S_{kl} + \epsilon_{ij}E_j
 \end{aligned}
 \tag{1.1}$$

où T_{ij} représente les composantes du tenseur des contraintes mécaniques, C_{ijkl} celles du tenseur d'élasticité, e_{kij} celles du tenseur piézoélectrique, ϵ_{ij} celles du tenseur de permittivité, E_k celles du tenseur du champ électrique, S_{kl} celles du tenseur des déplacements mécaniques et enfin D_i celles du tenseur des déplacements électriques [30, 32].

1.2.2 Les éléments constitutifs

Une bonne compréhension des dispositifs SAW impose également l'étude de ses éléments fondamentaux, à savoir le substrat, les peignes interdigités et le boîtier de protection.

Le substrat

Monocristaux : Le substrat piézoélectrique est nécessaire à la génération de l'onde élastique de surface. Généralement obtenus par découpe d'un cristal piézoélectrique massif en tranches (*wafer*), les substrats se caractérisent par leur plan de coupe et par la direction de propagation des ondes à leur surface. En effet, l'absence de centre de symétrie du cristal implique une anisotropie du matériau et donc par définition, une variation des propriétés du milieu selon les directions de propagation.

La coupe utilisée peut être identifiée à partir des angles d'Euler¹ (ψ, θ, ϕ), eux-mêmes définis à partir de transformations élémentaires des axes du repère de référence (XYZ). Pour rappel, la précession ψ , correspond à une rotation autour de l'axe Z de façon à obtenir le nouveau référentiel (X'Y'Z). La nutation θ correspond à une rotation autour de l'axe X' (obtenu lors de la transformation précédente) afin de générer le repère (X'Y"Z'). Enfin, la rotation propre ϕ , correspond à une rotation autour de l'axe Z' (obtenu lors de la transformation précédente) afin de créer le repère (X"Y"Z'). La figure 1.7 schématise les différentes transformations successives.

Par convention, le substrat est généralement défini par l'axe perpendiculaire au plan de coupe et par la direction de propagation de l'onde. La majorité des travaux de ce document ont été réalisés sur des substrats de niobate de lithium (LiNbO₃) de coupe $Y+128^{\circ}$ ce qui correspond

^{1.} A titre informatif, les angles de rotation des coupes peuvent également se définir avec le standard international IEEE.



FIGURE 1.7 – Illustration des angles d'Euler

aux angles d'Euler (0;38;0) comme représenté sur la figure 1.8. Pour toute la suite de l'étude, l'abréviation LN-Y128 sera utilisée. Seule la direction de propagation X a été étudiée et n'est donc plus mentionnée dans la suite.



FIGURE 1.8 – Illustration de la coupe LN-Y128 largement utilisée dans ce travail

Les substrats et coupes largement utilisés dans les applications SAW se caractérisent selon différentes propriétés, à savoir :

— la vitesse des ondes élastiques de surface v qui intervient dans la formule de la fréquence de fonctionnement du dispositif selon :

$$f = \frac{v}{\lambda} \tag{1.2}$$

avec λ la longueur d'onde du dispositif (se référer au paragraphe sur les peignes interdigités pour plus de détails).

— le coefficient de couplage électromécanique (K^2) qui caractérise l'efficacité de la conversion entre l'énergie électrique et mécanique. Lors des modélisations numériques, la valeur de K^2 se calcule généralement à l'aide de l'expression donnée par C.K. Campbell [32]:

$$K^2 = 2\frac{v_0 - v_m}{v_0} \tag{1.3}$$

avec respectivement v_0 et v_m la vitesse des ondes élastiques de surface dans le cas d'une surface libre ou d'une surface métallisée. Pour une détermination expérimentale, l'approximation faisant intervenir les fréquences de résonance f_r et d'antirésonance f_a est souvent préférée [33] :

$$K^{2} = 2\frac{f_{r} - f_{a}}{f_{r}} \tag{1.4}$$

- le coefficient température/fréquence (TCF pour Temperature Coefficient of Frequency) qui quantifie la variation de fréquence en réponse à une modification de la température. Afin d'assurer une stabilité thermique des dispositifs, une valeur de TCF proche de 0 est souhaitable. En revanche, pour un capteur de température, plus le TCF est élevé (en valeur absolue), plus la sensibilité est importante. Une description plus détaillée de ce coefficient est proposée dans la section 1.2.3.
- l'angle de flux d'énergie (PFA pour Power Flow Angle) qui est estimé entre la direction de propagation de l'onde et la limite du rayonnement de l'énergie. Afin de concentrer un maximum d'énergie et ainsi compenser les pertes de propagation, un angle proche de 0° est préférable dans la plupart des structures.
- Il est également intéressant de préciser que les constantes (notamment élastiques) dépendent du milieu de propagation et de la coupe cristallographique.

Dans le cas des substrats monocristallins, les propriétés des coupes les plus utilisées pour les applications SAW sont rassemblées dans le tableau 1.2. Pour donner quelques exemples, le quartz est particulièrement intéressant pour sa stabilité en température. En revanche, ses valeurs de K^2 restent relativement faibles par opposition au LiNbO₃. Ce dernier présente généralement des valeurs de TCF élevées (en valeur absolue) ce qui le rend particulièrement intéressant pour une utilisation en tant que capteur de température. A l'interface de ces deux matériaux, se trouve le LiTaO₃ avec des coefficients de couplage plus élevés que ceux du quartz mais plus faibles que ceux du LiNbO₃, et des valeurs de TCF différentes de 0 mais plus faibles (en valeur absolue) que celles du LiNbO₃. Enfin, la langasite (La₃Ga₅SiO₁₄, souvent abrégé par LGS) est un substrat de choix pour les applications à haute température grâce à son absence de transition de phase jusqu'à sa température de fusion (1470°C) [34].

Substrat	Coupe	Direction	Angles d'Euler	v (m/s)	K^2 (%)	TCF $(ppm/^{\circ}C)$	Ref.
Quartz	ST	Х	$(0;-47,25^\circ;0)$	3159	0,12	$0 (a 25^{\circ}C)$	[32, 35]
$LiNbO_3$	$Y+128^{\circ}$	Х	$(0;38^{\circ};0)$	3992	5,3	-75	[32, 35]
$LiNbO_3$	Υ	\mathbf{Z}	(0;-90°;-90°)	3488	4,8	-94	[35]
$LiNbO_3$	$Y+41^{\circ}$	Х	$(0;-49^{\circ};0)$	4792	17	-52	[35]
$LiNbO_3$	Z	Х	(0;0;0)	3798	$0,\!53$	-77	[36, 37]
$LiTaO_3$	$Y+36^{\circ}$	Х	$(0;-54^{\circ};0)$	4212	4,8	-32	[35]
LGS	/	/	$(0;138,5^{\circ};26,3^{\circ})$	2743	$0,\!34$	1	[38]

TABLEAU 1.2 – Propriétés des substrats les plus couramment utilisés

Variantes: Les dispositifs SAW ne se limitent pas à l'utilisation des substrats massifs piézoélectriques monocristallins. En effet, des films piézoélectriques peuvent être déposés sur des substrats non-piézoélectriques tels que le silicium, le saphir ou le diamant. Ainsi, des structures de type ZnO/Si [33], ZnO/Saphir [39], AlN/Saphir [40] ou AlN/Diamant [41] ont déjà été étudiées. Ces associations de matériaux se font exclusivement par rapport aux paramètres de mailles: plus ils sont proches, meilleure est la croissance du film mince. Cette dernière est essentielle puisqu'elle est directement liée aux performances du dispositif, notamment en matière de pertes de propagation. L'épaisseur du film étant généralement de quelques micromètres, la propagation de l'onde se fait principalement dans le substrat non-piézoélectrique qui, en raison de sa dureté présente une vitesse particulièrement élevée. Ainsi, à longueur d'onde fixée, des fréquences de fonctionnement bien plus élevées que celles obtenues avec des monocristaux piézoélectriques sont possibles (d'après la relation $f = \frac{v}{\lambda}$). Il s'agit de l'un des principaux intérêts de ces substrats. Plus récemment, le POI² qui correspond à un assemblage de couches monocristallines a été proposé pour atteindre des vitesses encore plus élevées [42]. Enfin, les polymères piézoélectriques tel que le PVDF³ ont fait l'objet de nombreux travaux et peuvent également être envisagés comme substrats [43].

Les peignes interdigités

Définition : C'est uniquement à partir de 1965 avec l'invention des transducteurs à peignes interdigités par R.M. White et F.W. Voltmer que le terme de dispositifs à ondes élastiques de surface prend tout son sens [44]. Les transducteurs interdigités, aussi abrégés par IDTs, sont de

^{2.} Piezoelectric On Insulator (se référer à la section 1.2.4 pour plus de détails).

^{3.} Polyfluorure de vinylidène

fines électrodes métalliques déposées sur un matériau piézoélectrique (figure 1.9). L'alternance des potentiels positifs et négatifs appliqués aux électrodes permet de générer et de détecter les ondes élastiques de surface. Les IDTs font donc le lien entre piézoélectricité directe et inverse. Ils définissent également la longueur d'onde λ du système à partir de la période spatiale entre deux paires d'électrodes successives.



FIGURE 1.9 – (a) Schématisation des IDTs (b) Grandeurs caractéristiques

Epaisseurs et matériaux: Le choix de l'épaisseur et du matériau des IDTs dépend de l'application visée. De manière générale, l'épaisseur est de l'ordre de quelques dizaines à quelques centaines de nanomètres. Si l'épaisseur est trop faible, la résistance électrique des électrodes devient importante, entrainant ainsi une mauvaise conversion de l'énergie. En effet, l'épaisseur intervient dans l'expression de la section S, elle-même impliquée dans la formule de la résistance selon $R = \rho \frac{L}{S}$ avec ρ la résistivité et L la longueur. A l'inverse, si l'épaisseur est trop importante, l'onde se propage essentiellement dans le métal et un amortissement est visible. Il est alors utile de déterminer l'épaisseur de métal optimale.

Concernant les matériaux constitutifs, l'aluminium est de loin le plus utilisé. Il a l'avantage d'être bon conducteur et peu dense, ce qui limite l'atténuation des ondes lors de leur propagation. En effet, la vitesse de propagation des ondes de l'ensemble métal/substrat est inférieure à la vitesse dans le substrat seul. Ce ralentissement, aussi appelé phénomène de mass loading est d'autant plus marqué que la vitesse de la couche métallique est faible, c'est-à-dire que la couche est dense [32]. L'aluminium permet également de limiter les phénomènes de réflexion des ondes entre le substrat et les IDTs puisqu'il présente une impédance acoustique similaire à celle des substrats piézoélectriques usuels. Celle-ci est calculée à partir de la densité ρ et de la vitesse v de propagation des ondes dans le matériau selon la relation $Z = \rho \times v$. Enfin, l'aluminium présente un coût réduit et est donc le candidat idéal pour une production de masse à échelle industrielle. Seule sa température de fusion est une contrainte puisqu'elle limite généralement son utilisation à des applications basses températures. Son oxydation peut être problématique si de faibles épaisseurs sont considérées.

Le tableau 1.3 repend les propriétés des métaux utilisés dans cette étude pour la fabrication des IDTs. Le choix a été fait en priorité selon les propriétés physiques mais les moyens expérimentaux à disposition au laboratoire ont également été pris en compte.

TABLEAU 1.3 – Propriétés des métaux couramment utilisés pour la réalisation des IDTs [34, 45, 46, 47]

Mátal	Structure	Dangitá	Température	Résistivité
Metal	$\operatorname{cristalline}$	Densite	de fusion (° C)	$(\mu\Omega.cm)$
Aluminium (Al)	cfc $(a = 0, 40 nm)$	2,5	660	2,7
Cuivre (Cu)	cfc $(a = 0, 36 nm)$	8,4	1083	1,7
Or (Au)	cfc $(a = 0, 40 nm)$	18,3	1063	2,3
Platine (Pt)	cfc $(a = 0, 39 nm)$	20,2	1769	$10,\!6$

Différentes configurations: Les IDTs en aluminium proposés par R.M. White et F.W. Voltmer et déposés en surface du quartz ont permis de construire une structure de type ligne à retard (figure 1.10). Le principe consiste à appliquer un champ électrique sur l'IDT émetteur afin de créer (par effet piézoélectrique inverse) une onde mécanique se propageant à la surface du matériau jusqu'à l'IDT récepteur qui la reconvertie (par effet piézoélectrique direct). Cette configuration est particulièrement utilisée pour introduire un retard dans les systèmes électroniques.



FIGURE 1.10 – Schéma de la configuration ligne à retard

L'autre configuration particulièrement intéressante est la structure résonateur, initialement développée pour les oscillateurs SAW (figure 1.11). Dans cette configuration, une onde est émise par l'IDT central, réfléchie par les réflecteurs puis reconvertie par le même IDT central. Dans le cas particulier du résonateur dit synchrone, les réflecteurs se situent dans la continuité des doigts de l'IDT. Cette proximité minimise les pertes de propagation et permet d'augmenter le facteur de qualité Q qui correspond à une mesure sans unité du taux d'amortissement d'un système oscillant.



FIGURE 1.11 – Schéma de la configuration résonateur associée à un système d'interrogation

Enfin, les lignes à retard réflectives aussi appelées ID-tags (figure 1.12) permettent d'identifier avec précision un dispositif dans un environnement de détection multiple. En effet, le nombre et la position des réflecteurs génère un « code » sur le signal réfléchi propre à chaque dispositif.



FIGURE 1.12 – Schéma de la configuration ID-tag associée à un système d'interrogation

Le boîtier de protection

Le boîtier d'encapsulation est un élément essentiel dans la fabrication des dispositifs SAW. Il a pour objectif principal de protéger les électrodes et la surface libre des perturbations extérieures indésirables (poussière, humidité ou oxydation) qui peuvent atténuer ou modifier la vitesse de propagation de l'onde et par conséquent affecter les performances du dispositif. Le processus d'encapsulation largement utilisé dans l'industrie s'articule autour de quatre grandes étapes [48] :
- la découpe. En effet, contrairement à la fabrication en laboratoire où la découpe des substrats se fait en amont de la fabrication, l'industrie réalise les dispositifs SAW sur des *wafers* entiers et impose donc une découpe des substrats en aval de la fabrication. Celle-ci est généralement réalisée à l'aide d'une scie à disque diamantée.
- le collage. Le dispositif découpé est ensuite fixé sur la base du boîtier de protection. Cette étape est particulièrement délicate en raison de la différence de dilatation thermique entre les matériaux du boîtier et les substrats. Elle est assurée par l'utilisation de colles spécifiques (époxydes ou siliconées) fortement ductiles qui permettent de compenser la contrainte générée entre le substrat et le support.
- la connexion. Les zones de connexion du dispositif et du boîtier sont ensuite reliées par microcâblage grâce au wedge bonding ou au ball bonding (figure 1.13). Les fils d'alliage d'aluminium (Al-Si) ou d'or (Au-Cu) d'environ $30 \,\mu m$ de diamètre sont soudés entre les deux plots de connexion par ultrasons et/ou thermocompression. Si les plots de connexion du boîtier sont toujours recouverts d'or afin de faciliter la microsoudure, les zones de contact des SAW sont très souvent en aluminium. Ainsi, quelle que soit la nature du fil utilisé (Al-Si ou Au-Cu), une jonction Al/Au devra être réalisée, entrainant avec elle la formation de la « peste pourpre ». Ce composé AuAl₂, formé exclusivement à haute température, génère des cavités au niveau du contact Au/Al et fragilise la soudure. La détérioration des contacts électriques est d'ailleurs la principale faiblesse du processus d'encapsulation. Aujourd'hui, la technique d'interconnexion flip-chip qui utilise également les balls tend à s'imposer. Les performances du dispositif sont en réalité directement liées au procédé et à la qualité des interconnexions.



FIGURE 1.13 – (a) Principe du wedge bonding (b) Principe du ball bonding [49]

 l'encapsulation. Il existe trois grands types de boîtiers : les plastiques, les métalliques et les céramiques. La fermeture du boîtier s'effectue par collage (à froid) ou par soudure électrique (à chaud), et s'accompagne généralement d'une étape de dégazage. Le choix et la classe d'encapsulation se font selon les conditions d'environnement de l'application visée (tableau 1.4).

TABLEAU 1.4 – Caractéristiques de l'encapsulation en fonction de l'application visée [48]

Application	Températures (° C)	Encapsulation	Boîtier
Militaire/Spatiale	-55 a + 125	hermétique	métallique/céramique
Télécommunication	-20 a + 80	hermétique	métallique/céramique/plastique
Domestique	0 à 40	étanche	métallique/plastique

Afin de vérifier la fiabilité du dispositif final, des tests d'herméticité, de chocs et de cycles thermiques sont réalisés. En effet, en plus des potentiels problèmes de connectique, une détérioration du collage au support et des fuites en zone de fermeture peuvent apparaître.

Malgré le développement des technologies d'encapsulation toujours plus performantes, le boîtier reste coûteux et encombrant, limitant ainsi la miniaturisation à l'extrême. En effet, des épaisseurs de l'ordre du millimètre sont encore inadaptées au caractère « imperceptible » des objets connectés en santé. Dans ce contexte, les dispositifs SAW autoprotégés, dits aussi *packageless*, sont particulièrement prometteurs puisqu'ils permettent de s'affranchir de l'utilisation des boîtiers. Leur champ d'application peut ainsi être élargi aux environnements hostiles où les boîtiers conventionnels ne conviennent pas (hautes températures, accessibilité réduite). Le caractère *packageless* est notamment rendu possible par l'utilisation des structures multicouches (se référer à la section 1.2.4).

1.2.3 Les champs d'applications

Les filtres pour les télécommunications

Dans les années 80, l'explosion industrielle des télécommunications permet l'envol du marché des dispositifs SAW et en particulier celui des filtres. Dans l'objectif de développer la téléphonie mobile, l'électronique légère et peu encombrante, mais aussi économique, résistante et à haute fréquence de fonctionnement, devient un réel besoin. Les filtres SAW ont justement réussi à s'imposer dans ce domaine, grâce :

— à leur grande plage de fréquence de fonctionnement. La gamme de fréquence la plus utilisée s'étend généralement de 70 MHz à 2,45 GHz avec des substrats piézoélectriques monocristallins. En dessous de 70 MHz, la taille du dispositif devient trop grande pour les applications de téléphonie mobile (typiquement quelques millimètres). De même, au-dessus de $2,45 \, GHz$, la distance entre deux doigts successifs est égale à la limite de résolution du processus de photolithographie (typiquement $400 \, nm$). Les techniques qui offrent une meilleure résolution (lithographie électronique) ne sont cependant pas adaptées à une production de masse. En revanche, l'utilisation de structures multicouches (type POI) permet d'étendre la plage fréquentielle et ainsi d'adresser les nouveaux marchés comme celui de la 5G.

- à leur encombrement réduit. Comme énoncé précédemment, le boîtier de protection est essentiel au bon fonctionnement des dispositifs SAW. Néanmoins, de nombreux progrès ont été faits afin de réduire au maximum la taille des dispositifs et ainsi répondre aux besoins de miniaturisation de l'industrie.
- à leur faible coût de production. En effet, ils se composent uniquement d'un matériau piézoélectrique, d'électrodes métalliques (généralement en aluminium) et d'un boîtier de protection. Ce dernier étant la partie la plus encombrante et la plus onéreuse. La miniaturisation à l'extrême a permis de multiplier le nombre de dispositifs produits sur une taille de substrat donnée et donc par conséquent, de limiter l'augmentation des coûts. De plus, les systèmes de production déjà imaginés pour la réalisation des capteurs électroniques à base de semi-conducteurs (types CCD⁴ ou CMOS⁵) ont simplement été adaptés.

Les industries spécialisées dans la fabrication des filtres SAW sont nombreuses. Les entreprises comme Murata, RF360 (coentreprise entre Qualcomm et TDK-EPCOS) ou encore Qorvo se trouvent parmi les leaders mondiaux.

Les capteurs

Principe: Si une grande stabilité fréquentielle est recherchée pour les filtres, à l'inverse, une variation de fréquence est exploitée pour les capteurs. Les dispositifs SAW présentent en effet une sensibilité à certaines perturbations extérieures, ce qui leur offre des perspectives

^{4.} Charge Coupled Devices

^{5.} Complementary Metal Oxide Semiconductor

intéressantes pour une utilisation en tant que capteur. Plus précisément, ces perturbations peuvent être de deux grands types:

- une déformation géométrique entrainant une modification de la distance de parcours de l'onde
- un changement des paramètres (notamment élastiques) du matériau conduisant à une modification de la vitesse de l'onde

Ainsi, certains phénomènes bien connus peuvent être exploités :

- une variation de température modifie non seulement la vitesse de propagation mais aussi la distance de parcours de l'onde (se référer au paragraphe sur la sensibilité en température).
- une prise de masse peut se traduire par une modification de la vitesse des ondes dans le cas des espèces gazeuses (détection de la présence d'un gaz [50], microbalances à quartz [51]), ou par une modification du mode de propagation des ondes dans le cas des espèces liquides ou solides (atténuation d'une onde de Rayleigh pour détecter la présence d'un liquide en surface par exemple).
- une détection de certaines grandeurs (champ électrique, magnétique, luminescence, etc.) peut s'expliquer par un changement des paramètres physiques (propriétés élastiques, piézoélectriques, etc.) de la couche sensible. Les capteur chimiques utilisent aussi très largement la sensibilité d'une couche pour détecter et identifier certaines espèces (capteur de gaz par exemple).
- la déformation d'une membrane permet d'estimer la différence de parcours de l'onde entre les cas avec et sans contrainte, et constitue le principe du capteur de déformation [52].

Pour les capteurs (autre que de température), le quartz (coupe ST-X) est un matériau de choix puisqu'il assure une stabilité en température à $25^{\circ}C$. Un autre moyen d'assurer cette stabilité est d'exploiter les structures multicouches dont le TCF est proche de 0. Enfin, il est également possible d'utiliser une configuration à deux dispositifs SAW afin de déduire l'effet indésirable de la température. Ces configurations doubles font des capteurs de température l'élément essentiel d'une détection fiable. C'est exactement dans ce contexte que s'inscrit ce travail de thèse. L'objectif est de poser les bases d'un capteur de température ultrafin à ondes élastiques confinées. Celui-ci pourra également servir de référence dans des dispositifs multifonctionnels. Sensibilité en température : Lors d'une variation de température, deux phénomènes entrent en jeu. Le premier est la modification de la vitesse de propagation des ondes qui s'explique par une modification des constantes élastiques et de la densité du substrat. Le deuxième est le phénomène de dilatation qui entraine une modification de la période spatiale des IDTs et donc un décalage fréquentiel. Plus précisément, la variation de température dT appliquée à l'expression de la fréquence $f = \frac{v}{\lambda}$ se traduit par la relation :

$$\frac{1}{f}\frac{df}{dT} = \frac{1}{v}\frac{dv}{dT} - \frac{1}{\lambda}\frac{d\lambda}{dT}$$
(1.5)

où chacun des termes s'identifie à une perturbation. Le terme de gauche, correspond au TCF et définit la sensibilité en température du dispositif. Dans le membre de droite, le premier terme est appelé TCV (*Temperature Coefficient of Velocity*) et traduit la sensibilité en vitesse des dispositifs, tandis que le deuxième correspond à la dilatation thermique du substrat généralement notée α . D'où la relation :

$$TCF = TCV - \alpha \tag{1.6}$$

L'absence de la variable de fréquence dans les expressions de TCV et α prouve que ces phénomènes sont indépendants de la fréquence de fonctionnement du dispositif. Par conséquent, le TCF l'est aussi. En revanche, le TCF dépend directement de la température de fonctionnement. Le quartz (coupe ST-X) est un bon exemple puisqu'il présente un TCF proche de 0 à 25°C et une valeur de -175 ppm/°C aux alentours de 100°C.

La sensibilité en température correspond à la variation de fréquence par unité de température. Ainsi, pour un dispositif fonctionnant à 868 MHz réalisé à partir d'un substrat de LiNbO₃ dont le TCF est de -75 $ppm/^{\circ}C$, la sensibilité $\left(\frac{df}{dT}\right)$ est de 65,1 $kHz/^{\circ}C$. Plus cette sensibilité sera grande, plus il sera facile de séparer les pics de fréquence lors d'une variation de température, et donc plus la précision du capteur sera importante. En règle générale, la limite de détection des instruments de mesure conditionne la précision du capteur. Toujours avec l'exemple du dispositif fonctionnant à 868 MHz dont le TCF de -75 $ppm/^{\circ}C$, il est possible d'obtenir une précision (dT) de 0,01°C, si le système offre une résolution (df) de 1 kHz. Pour augmenter cette sensibilité, il est possible de travailler à plus haute fréquence. En revanche, cela se fait généralement au détriment du procédé expérimental et de la qualité du signal (pertes importantes, augmentation du niveau de bruit). **Capteurs de température usuels :** Avant d'introduire les capteurs de température basés sur le principe SAW, il est intéressant de préciser que les méthodes de mesure de température sont extrêmement nombreuses, tant par leurs principes de fonctionnement que par leurs formes, chacune possédant ses propres avantages et inconvénients.

Pour rappel, l'énergie thermique doit son origine à la vibration locale des atomes et des électrons. Celle-ci peut se transmettre de trois manières différentes [53, 54]. Lorsque les atomes interagissent avec leurs propres voisins sans mouvement de matière, il s'agit du processus de **conduction**. De plus, tout corps est source de rayonnement, et ce d'autant plus que sa température est élevée. Le transfert se fait donc sans support matériel par l'intermédiaire des photons : il s'agit du processus de **rayonnement**. Enfin, le phénomène de **convection** se fait entre un fluide en mouvement et une paroi. Quel que soit le processus, le transfert d'énergie thermique se traduit par une variation de température. Celle-ci est estimée par le capteur à partir de la modification d'une grandeur caractéristique du système (résistance, volume, tension, etc.). Il existe alors deux groupes : les capteurs avec et sans contact.

Parmi les capteurs avec contact, les plus répandus sont :

- les thermomètres à dilatation de liquide. Sous l'effet de la chaleur, la dilatation du liquide provoque un déplacement mesurable [54]. Ces dispositifs sont très simple d'utilisation mais leur précision est de l'ordre de $0.5^{\circ}C$ et leur gamme de mesure est relativement restreinte (quelques dizaines de degrés).
- les thermocouples. Leur principe de fonctionnement est basé sur l'effet Seebeck. La différence de potentiel mesurée est directement liée à la différence de température appliquée entre les deux jonctions reliant les élements conducteurs. Le type K, constitué d'un fil de chromel (alliage nickel-chrome) et d'un autre en alumel (alliage nickel-aluminium) est très largement répandu en raison de son faible coût [55]. De façon plus générale, les thermocouples sont faciles à utiliser, leur temps de réponse est court (quelques fractions de secondes) et ils peuvent fonctionner sur une gamme de température relativement élevée (-270°C à 1700°C). En revanche, il doivent être associés à une électronique de mesure spécifique.
- les thermomètres à résistance variable (ou RTD pour Resistance Tempera-

ture Detectors). Ils sont basés sur le fait que la résistance des métaux varie avec la température [25, 55]. Le modèle le plus connu est le thermomètre à sonde de platine, aussi nommé Pt100 en raison de sa résistance de 100Ω à $0^{\circ}C$. Ils sont plus précis et plus stables que les thermocouples mais sont plus coûteux et présentent une gamme de mesure plus restreinte.

Dans la famille des capteurs sans contact, les plus connus sont les pyromètres. Ils permettent de déterminer la température d'un corps placé à distance en mesurant l'intensité lumineuse rayonnée par ce dernier. L'inconvénient majeur est la connaissance au préalable de l'émissivité⁶ du corps à mesurer en température. De plus, si l'interrogation à distance est un avantage (mesures dans des zones inaccessibles par exemple), elle est aussi une limitation. En effet, lorsque la température du milieu environnant est supérieure ou égale à celle du corps à mesurer, la détection à distance devient impossible. Il s'agit du phénomène d'aveuglement des pyromètres [25].

Pour certaines applications, les capteurs de température basés sur la technologie SAW peuvent dépasser les inconvénients des méthodes citées ci-dessus. Ils entrent dans la catégorie des mesures par contact mais peuvent être interrogés à distance. De plus, ils sont économiques, ne nécessitent pas d'électronique embarquée ou de batterie et peuvent atteindre une grande précision. Ces propriétés sont d'ailleurs particulièrement adaptées pour les objets connectés en santé.

Les autres applications

Si les principales applications des dispositifs SAW sont les fonctions de filtres et de capteurs, ils sont aussi intéressants dans d'autres secteurs. Leur utilisation dans le domaine de la radio identification (RFID pour *Radio Frequency Identification*) est en plein essor notamment grâce au marché de l'IoT [56, 57].

Les dispositifs à ondes élastiques trouvent aussi un intérêt dans le domaine de la microfluidique. En effet, ils ont de plus en plus leur place dans les laboratoires sur puces (LOC pour *Lab-on-Chip*) puisqu'ils peuvent mixer, chauffer ou encore déplacer des microgouttes. Les travaux de J. Friend *et al.* illustrent particulièrement bien leur potentiel dans ce domaine [58, 59].

^{6.} Il s'agit du rapport entre l'émission du flux radiatif par rayonnement thermique du corps réel et celle du corps idéal, appelé corps noir, porté à la même température.

1.2.4 Les structures multicouches

Les principaux intérêts

Les progrès importants dans les télécommunications ont permis l'expansion des dispositifs SAW amenant avec eux des exigences de plus en plus strictes en matière de performances. L'effet piézoélectrique doit être maximal (pour les lignes à retard), à l'inverse, les pertes de propagation et le coût de fabrication doivent être minimisés. Le fonctionnement dans une large gamme de température est également demandé, tout en minimisant la variation de fréquence afin d'assurer la stabilité des performances. Or, aucun des substrats monocristallins utilisés pour les applications SAW ne possèdent l'intégralité de ces propriétés.

Les structures multicouches sont donc apparues comme la solution alternative. Si elles sont étudiées depuis les années 80, c'est seulement depuis une dizaine d'années, grâce aux progrès sur les technologies de dépôts et de simulations des couches minces, qu'elles ont été commercialisées [60]. Elles offrent en effet plusieurs voies d'améliorations. L'exemple le plus connu étant la stabilité en température grâce à l'association de deux matériaux dont le TCF est de signe opposé pour obtenir un TCF nul. Ainsi, il devient possible d'utiliser des matériaux aux propriétés intéressantes (fort K^2 ou PFA nul par exemple) sans se soucier de la valeur du TCF puisque celle-ci peut être compensée par la couche supérieure. Sur ce modèle, des structures utilisant un film de SiO₂ déposé sur un substrat de LiNbO₃ [61, 62] ou de LiTaO₃ [63, 64] dont le facteur de couplage est important ont vu le jour. Un autre exemple d'amélioration est l'augmentation du coefficient de couplage K^2 ou de la vitesse de propagation des ondes et donc par conséquent de la fréquence de fonctionnement des dispositifs (à encombrement constant) notamment grâce à l'utilisation du diamant. Son absence de propriétés piézoélectriques impose d'exploiter celles des couches de ZnO ou d'AlN qui lui sont généralement associées [41, 65]. T. Omori et al. ont démontré l'existence de résonateurs SAW fonctionnant à 4,5 GHz avec un K^2 égal à 1% à partir de l'association Al
N/Diamant [66]. H. Nakahata $et\ al.$ ont obtenu des valeurs de K^2 jusqu'à 9% et des vitesses de propagation jusqu'à 12000 m/s en étudiant les structures multicouches ZnO/Diamant/Si, LiNbO₃/Diamant/Si et LiTaO₃/Diamant/Si [67]. Dans l'idée d'associer le fonctionnement à haute fréquence et la compensation en température, une structure $SiO_2/ZnO/Diamant/Si$ a aussi été imaginée [68].

Plus récemment, la technologie basée sur le POI fait figure de révolution dans le domaine des structures multicouches. En effet, les supports de silicium recouverts de tantalate de lithium

ou de niobate de lithium permettent d'obtenir des vitesses particulièrement élevées et des coefficients de couplage très importants. Des filtres SAW aux performances remarquables ont déjà été réalisés [42].

Le confinement des ondes

La génération d'ondes d'interfaces comme les ondes de Stoneley qui se propagent à la frontière de deux milieux semi-infinis, a permis d'élargir l'intérêt des structures multicouches en minimisant la distance surface/boîtier de protection et donc en réduisant l'encombrement des dispositifs SAW. Leur apparition est cependant propre à certains matériaux (ZnO/verre ou LiNbO₃/verre) [69]. L'optimisation des paramètres intéressants pour les dispositifs SAW est alors très limitée.

Les structures multicouches développées par K. Bhattacharjee, A. Shvetsov et S. Zhgoon ont l'avantage de faire intervenir les ondes de Rayleigh et peuvent donc s'appliquer à de nombreux matériaux [1].

La première structure proposée, appelée ILAW (*Isolated Layer Acoustic Wave*) se base sur le principe de l'onde isolée (figure 1.14 à gauche). Le substrat piézoélectrique est recouvert d'une couche de faible impédance acoustique (SiO₂, Pyrex), elle-même recouverte d'une couche de forte impédance acoustique créant ainsi un isolement de l'onde. L'importante différence d'impédance acoustique à l'interface permet de limiter la propagation de l'onde dans la couche supérieure. En alternant plusieurs niveaux de couches de faible et de forte impédance acoustique de façon à former une structure de type miroir de Bragg⁷, l'isolement de l'onde est d'autant plus efficace.

La deuxième structure, appelée WLAW (*Waveguiding Layer Acoustic Wave*) se base sur le principe de l'onde guidée (figure 1.14 à droite). Dans cette structure tricouche, les deux couches externes possèdent une vitesse acoustique élevée alors que la dernière, au centre, présente une vitesse acoustique faible. Le gradient de vitesse ainsi généré est à l'origine du guidage de l'onde dans la couche centrale qui peut être vu comme l'équivalent acoustique de la fibre optique. Plus exactement, l'onde est confinée dans le tricouche et est donc **insensible aux perturbations de surface, notamment celles pouvant être générées par le contact**

^{7.} A l'origine, le miroir de Bragg permet l'amélioration des lasers. Il est constitué d'un empilement de plusieurs couches d'indice optique différent et permet, grâce aux phénomènes d'interférences constructives, de réfléchir plus de 90% de l'énergie incidente. Il a aujourd'hui des équivalents dans d'autres domaines comme ici en acoustique avec des couches d'impédance différente.



FIGURE 1.14 – Schémas des structures ILAW (à gauche) et WLAW (à droite) [1]

avec la peau. Ainsi, le concept WLAW supprime en partie l'intérêt des boîtiers de protection et ouvre la voie vers les structures **autoprotégées**.

Les structures WLAW restent cependant sensibles à la contrainte et à la destruction violente. Du fait du confinement de l'onde, le principe WLAW limite également les mesures basées sur la détection de surface (capteurs chimiques). Cette approche n'est cependant pas complètement exclue puisque plusieurs ondes peuvent coexister : l'une étant confinée et l'autre non. De façon plus générale, la mesure de grandeurs se propageant dans le volume (température) ou identifiables à distance (champ magnétique) est plus adaptée.

Les travaux sur les structures WLAW n'ont cessés de se développer ces dernières années, permettant ainsi de tester différentes associations de matériaux en fonction des applications recherchées. La structure AlN/IDT/ZnO/Si a été étudiée afin d'être utilisée en milieu humide ou propice à l'oxydation [70]. L'ajout d'une couche de SiO₂ a permis d'obtenir l'empilement AlN/IDT/ZnO/SiO₂/Si pour étudier numériquement une structure compensée en température [71]. Les structures autoprotégées AlN/IDT/AlN/Saphir [72], Al₂O₃/IDT/GaN/Saphir [73], AlN/IDT/GaN/Saphir [74] ou encore Si₃N₄/IDT/GaN/Saphir [75] ont permis d'élargir l'utilisation des dispositifs SAW aux environnements hostiles sous haute température. Le corps humain peut également être considéré comme un environnement difficile, notamment à cause des pertes de propagation acoustiques et électromagnétiques qu'il impose. La structure autoprotégée Al₂O₃/ZnO/IDT/LiNbO₃ a été la première à être envisagée pour des applications impliquant le corps humain [76]. Grâce à sa vitesse élevée, le diamant est également un bon candidat pour la réalisation de structures WLAW. La structure AlN/ZnO/IDT/Diamant a par exemple été étudiée dans l'objectif de développer des capteurs de gaz ou de liquide compensés en température [77, 75]. En revanche, son coût élevé et sa mauvaise compatibilité avec les technologies conventionnelles de microfabrication restent les principales limitations du diamant pour une production de masse. Ces exemples témoignent des nombreux empilements envisageables et la position des électrodes multiplie encore les cas possibles.

Les modélisations

L'étude des structures multicouches débute généralement par une modélisation numérique afin d'optimiser la position et l'épaisseur des électrodes mais aussi l'épaisseur des films. La méthode de calcul TMM (*Transfer Matrix Method*) est la plus connue mais présente certaines limitations, notamment lorsque l'épaisseur du film devient supérieure à trois ou cinq fois la longueur d'onde [78]. K. Hashimoto *et al.* ont proposé une amélioration avec le logiciel FEM-SDA [79]. La méthode SDA (*Spectral Domain Analysis*) est appliquée dans des régions à géométrie simples comme le substrat, et la méthode FEM (*Finite Element Method*) est utilisée pour les électrodes et les couches supérieures où les géométries sont généralement plus complexes et régulièrement modifiées. N. Naumenko est allée encore plus loin en développant la méthode SDA-FEM-SDA où le calcul FEM est uniquement appliqué à l'électrode. Les couches supérieures sont sujettes au calcul SDA grâce à l'ajout de couches d'air (milieu diélectrique de densité très faible) [80].

Dans le cadre de cette thèse, le logiciel *Comsol Multiphysics* qui peut être caractérisé de *full* FEM a largement été utilisé. Plus lent en temps de calcul, il reste cependant plus facile d'accès.

1.3 L'électronique souple

1.3.1 Les généralités

Le domaine de l'électronique sur peau correspond à une nouvelle classe de dispositifs qui sont « tatoués » sur la peau de manière harmonieuse (i.e. adaptés mécaniquement). Dotés d'électrodes, de fils, de composants électroniques ou encore de systèmes d'interrogation, ils peuvent s'étirer, se plier, se tordre ou se conformer à n'importe quelle forme, en particulier pour suivre les mouvements du corps humain. La peau apparait alors comme l'organe à l'interface entre les données corporelles collectées et le capteur, lui-même directement associé à l'utilisateur. Particulièrement riche en informations, elle permet de récupérer de façon non intrusive des signaux de l'organisme. La figure 1.15 reprend les informations physiologiques qui peuvent être détectées par l'intermédiaire de la peau.



FIGURE 1.15 – Illustration de la peau comme plateforme de diagnostic [81]

La principale difficulté de ce type de systèmes réside dans la reproductibilité des propriétés physiques et mécaniques de la peau. En effet, dans l'idéal, les dispositifs doivent s'intégrer de manière harmonieuse avec la peau et donc être au plus près des caractéristiques de l'épiderme en matière d'épaisseur, de module d'élasticité ou encore de permittivité. En sachant que l'épiderme a un module d'élasticité allant de 10 kPa à quelques centaines de kilopascal, les élastomères sont les matériaux aux caractéristiques les plus proches [82]. Le PDMS⁸, l'Ecoflex⁹ ou encore le Solaris¹⁰ sont d'ailleurs les références dans le domaine. Certaines variantes ou combinaisons sont toutefois possibles. S.H. Jeong *et al.* ont proposé le S3-PDMS, obtenu par ajout de PEIE¹¹[83]. Il doit son nom à ses propriétés *highly Soft, Stretchable and Sticky*. Les propriétés de déformation, de conformité mécanique, d'allongement à la rupture et de force d'adhésion sont fonction de la proportion de PEIE introduite. Tout comme le PDMS, cette nouvelle formule a l'avantage d'être facile à utiliser puisqu'elle conserve une viscosité faible dans son état liquide, une transparence et surtout un collage puissant lors d'un traitement par plasma O_2 . Le S3-PDMS a donc des chances de s'imposer dans le domaine de l'électronique souple voire de dépasser l'Ecoflex. Les propriétés de ces élastomères sont rappelées dans le tableau 1.5.

TABLEAU1.5 – Propriétés générales des élastomères couramment utilisés dans le domaine de l'électronique souple

	Module	Trans-	Elongation	Force	Viscosité	Bio-	
Matériau	d'élasticité	parence	à la rupture	d'adhésion	(mPa.s)	compa-	Ref.
	(kPa)		(%)	(N)		tibilité	
Epiderme	10-500	/	15	/	/	/	[81]
PDMS	2000	oui	140	$0,\!22$	3500	oui	[81, 84]
Solaris	172	oui	300	$0,\!37$	1200	oui	[81, 85]
Ecoflex	69	non	900	$0,\!24$	3000	oui	[81, 86]
3S-PDMS	24	oui	300	1,2	/	/	[83]

Les électrodes qui constituent les dispositifs sont très souvent en or ou en platine. Ces métaux sont inertes chimiquement et possèdent une faible impédance de contact [81]. Pour les interconnexions entre les différents dispositifs ou pour la métallisation des antennes, le cuivre est le plus approprié en raison de sa faible résistance électrique. Il n'est cependant pas biocompatible pour les implants.

Si les dispositifs du domaine de l'électronique sur peau sont complexes à réaliser, leurs petites dimensions, notamment en matière d'épaisseur et leur caractère ultrasouple sont des atouts considérables pour une utilisation prolongée. Certains de ces dispositifs deviennent même imperceptibles du point de vue de l'utilisateur (figure 1.16). Dans le domaine de l'*Epidermal*

^{8.} Le polydiméthylsiloxane (PDMS) est un polymère siliconé. La référence la plus utilisée est le Sylgard 184 (Dow Corning).

^{9.} Nom commercial de la société Smooth-On. La référence Ecoflex 00-30 a été utilisée ici.

^{10.} Nom commercial de la société Smooth-On.

^{11.} Polyéthylèneimine éthoxylé

electronics, le groupe du Pr. J. Rogers est le leader mondial [87]. Il a réalisé le premier capteur d'hydratation sans fil et tatoué sur la peau [88].



FIGURE 1.16 – Capteur d'hydratation ultrafin imperceptible pour l'utilisateur : (a) Représentation schématique (b) Réalisation expérimentale [88]

1.3.2 Les fonctionnalités

Dans la famille de l'électronique souple, en plus du critère de taille et de poids, certaines propriétés sont particulièrement recherchées, notamment :

- l'autoalimentation / la téléalimentation. Les fils sont en effet inconfortables et empêchent les utilisateurs de porter les dispositifs en permanence. Les batteries, quant à elles, ont une durée de vie limitée et sont peu pratiques pour une utilisation en continu. Les dispositifs TENG (*TriboElectric NanoGenerator*) qui sont des générateurs de taille nanométrique utilisant l'effet triboélectrique¹² sont un moyen d'assurer cette autoalimentation. En se basant sur cette technologie, W. Song *et al.* ont développé un capteur permettant de détecter le changement de position d'une personne pendant son sommeil [89]. L'alimentation à distance peut aussi se faire par couplage inductif [88] ou en champ lointain [90]. Les dispositifs SAW entièrement passifs prennent alors tout leur sens dans ce contexte.
- la transparence. Cette caractéristique purement esthétique est particulièrement recherchée par les utilisateurs afin de garantir l'invisibilité du dispositif lors d'une application sur le visage ou le cou. J. Chen *et al.* ont proposé un capteur de contrainte basé sur la technologie SAW, flexible et totalement transparent. Un substrat de verre aminci $(100 \ \mu m)$ est recouvert d'une fine couche de ZnO et d'électrodes en ITO (oxyde étainindium) [91].

^{12.} Il correspond à un transfert de charges électriques entre deux matériaux différents.

- l'autonettoyage. Il est garanti en développant une super-hydrophobie de surface. En obtenant un angle de contact supérieur à 150° et un angle de glissement inférieur à 10°, les gouttes glissent en surface [92]. La réalisation d'une microstructuration de surface est aussi un moyen d'augmenter l'hydrophobie. La présence de micropyramides en surface du PDMS permet par exemple d'augmenter son angle de contact de 113° à 131° [93].
- l'autoguérison. Elle peut être mécanique et/ou électrique et permet de prolonger la durée de vie des dispositifs. Y. He *et al.* ont montré qu'un capteur basé sur un polymère autoréparable présentait la même sensibilité thermique avant et après réparation [94].
- la biodégradation. Après un temps donné, le capteur disparait par hydrolyse ou réaction biochimique. Sur ce principe, G. A. Salvatore *et al.* ont développé un capteur de température étirable et totalement résorbable [95].

1.3.3 Les différentes approches

De façon plus générale, l'électronique souple contient en réalité au moins deux niveaux de dispositifs : ceux qui sont **flexibles** et ceux qui sont en plus **étirables**. Si dans le langage commun la différence paraît minime, elle a toute son importance ici.

Pour des raisons de simplicité, le caractère flexible est souvent abordé en premier. L'approche la plus intuitive consiste à amincir le support. En effet, la théorie des poutres d'Euler-Bernoulli¹³ prédit que la rigidité à la flexion (définie comme la résistance du matériau à plier) est proportionnelle à l'épaisseur élevée à la puissance 3. Dans ce contexte, les travaux de l'équipe du Pr. R. Dahiya portant sur l'amincissement des substrats de silicium (épaisseur inférieure à $50\mu m$) peuvent être cités [96].

L'étude du caractère étirable vient généralement dans un second temps. Pour répondre à ce challenge, J. Rogers *et al.* ont suggéré deux approches, à savoir utiliser des « structures qui s'étirent » ou des « matériaux qui s'étirent » (*« structures that stretch or materials that stretch »*) [97, 98].

Structures that stretch:

Dans la catégorie des structures qui s'étirent, l'objectif est de réaliser une configuration capable d'absorber la déformation sans imposer de contrainte significative au matériau sup-

^{13.} Théorie qui néglige l'effet du cisaillement.

port. Initialement développé pour des matériaux supports non déformables, le concept s'est très rapidement étendu aux matériaux déformables afin d'améliorer encore davantage le caractère étirable des dispositifs. Avec la fabrication de rubans de silicium (d'épaisseur 200 nm) transférés sur un substrat de PDMS préalablement étiré, les travaux de Y. Sun et al. sont un premier exemple (figure 1.17a) [99]. Plus généralement, un moyen d'obtenir des structures étirables à partir de matériaux non-déformables est de modifier la géométrie des électrodes. Les structures 2D assurent en effet une déformation plus importante que les configurations linéaires. Y. Wang *et al.* ont par exemple développé un capteur de déformation grâce à un maillage ouvert à base de graphène fixé sur du PDMS (figure 1.17b) [100]. La structure en serpentin et la forme de fer à cheval sont également intéressantes puisqu'elles assurent des déformations importantes avec une concentration de contrainte minimale [101, 102]. Les structures fractales étudiées par J. Fan *et al.* ont l'avantage de supporter une déformation importante dans une direction donnée et même de prendre en charge un second type de déformation (radiale, dans une autre direction, etc.) (figure 1.18) [103]. Plus encore, les structures 3D suppriment la contrainte locale dans la couche conductrice pendant l'étirement. Les fibres de graphène en structure hélicoïdales développées par Y. Cheng et al. ont montré une sensibilité très élevée lors d'un effort de traction (limite de détection de 0,2% de la déformation) et une déformation pouvant atteindre 100% [104]. Enfin, un autre moyen d'obtenir une structure étirable est d'utiliser le principe « pont-îlot » dans laquelle les lignes conductrices (ponts) relient les composés rigides à hautes performances (îlots) (figure 1.17c) [105].



FIGURE 1.17 – Exemples de « structures qui s'étirent » : (a) Rubans de silicium sur PDMS [99] (b) Réseau lisse en graphène [100] (c) Configuration 3D pont-îlot [105]

von Koch curve	Peano curve	Hilbert curve	Moore curve	Vicsek fractal	Greek cross
		කියි නිර ල කිනි කිනි කිනි කිනි කිනි කිනි කිනි කි	STATATAS SUMMAS STATASA SUMMAS SUMMAS	H H H H H	STANCESSING STANCESSIN STANCESSIN STANCESSING STANCESSING STANCESSING STANCESI

FIGURE 1.18 – Différentes géométries fractales [103]

Materials that stretch:

L'autre stratégie consiste à développer des matériaux qui s'étirent. Une première approche utilise les métaux liquides. Intrinsèquement plus déformables que les métaux solides, ils offrent en effet la meilleure combinaison de conductivité et d'étirement. Des alliages de gallium et d'indium (GaIn) liquides ont par exemple été introduits dans des canaux de PDMS [106, 107, 108]. Ces structures peuvent servir de capteur de température ou d'humidité [109]. Néanmoins pour une utilisation à long terme, le principal défi est l'intégrité du métal à l'intérieur des canaux (aucune altération, aucune fuite, etc.). Le coût et la solidification à basse température du métal sont également des limitations. Enfin, bien que l'alliage ne soit pas en contact direct avec la peau, la toxicité potentielle du gallium peut poser problème pour une utilisation prolongée sur le corps humain. Une deuxième approche est de synthétiser des nanomatériaux innovants. Ils peuvent être obtenus à partir de nanostructures dispersées dans des matrices de polymères. Les nanotubes de carbone sont un premier exemple. Ils possèdent d'excellentes propriétés mécaniques, une conductivité élevée, une transparence, une stabilité thermique et peuvent donc être utilisés pour les capteurs de température [110] (figure 1.19a) ou les électrocardiogrammes [111]. Les nanofils métalliques, comme les nanofils d'argent ou de cuivre, présentent une conductivité bien plus élevée que les nanotubes de carbone et ont donc également été utilisés [112]. Dans la catégorie des matériaux carbonés, le graphène et ses dérivés (oxyde de graphène par exemple) sont aussi intéressants. Ils disposent d'une excellente conductivité ainsi que d'une grande stabilité chimique et thermique. En revanche, le procédé de fabrication est relativement coûteux et le rendement assez mauvais. L'étirabilité relativement limitée du graphène, conduit généralement à associer ce nouveau matériau à un substrat de PDMS préalablement étiré [113, 114]. Enfin, une dernière approche est obtenue avec les polymères conducteurs. Le polypyrole (PPy) a par exemple été étudié en raison de sa haute conductivité, de sa non-toxicité ou encore de sa bonne adhésion sur d'autres substrats (figure 1.19b) [115]. La sensibilité des capteurs de déformation

ainsi développés reste cependant relativement faible. Le PEDOT:PSS, obtenu par mélange de deux polymères ¹⁴, est également intéressant puisqu'il est conducteur, thermiquement stable et transparent. Il a notamment été utilisé par C. Choong *et al.* pour la fabrication d'un capteur de déformation à structure pyramidale (figure 1.19c) [116]. En revanche, la baisse de conductivité en environnement humide rend ces polymères difficilement utilisables sur le long terme.



FIGURE 1.19 – Exemples de « matériaux qui s'étirent » : (a) Nanotubes de carbone [110] (b) Fibres de PPy [115] (c) Dépot de PEDOT:PSS sur une structure pyramidale [116]

Dans l'approche *structures that stretch*, la fabrication est en générale plus complexe que dans l'approche *materials that stretch*. De plus, la limite d'extensibilité est souvent plus rapidement atteinte. En revanche, les dispositifs présentent de bonnes performances électriques puisqu'ils tirent profit des avantages des matériaux conventionnels de l'électronique (électrodes métalliques par exemple). A l'inverse, l'instabilité électrique du dispositif est le principal inconvénient de l'approche *materials that stretch*. Toutefois, le point fort est le très bon contact et l'intégration parfaite des dispositifs avec le corps humain. Bien évidement, une combinaison de ces deux stratégies est envisageable afin de maximiser les avantages de chacune.

Intégration sur la peau:

Qu'ils soient flexibles et/ou étirables, les dispositifs du domaine de l'électronique souple peuvent aussi se classer selon la façon dont ils sont intégrés à la peau. Il existe alors trois catégories : les « tatouages temporaires », les dispositifs « durs/mous » et ceux à substrat fonctionnel [81]. Le concept de « tatouage » utilise généralement des matériaux siliconés en guise de substrat (PDMS, Ecoflex, Solaris). L'ensemble, très fin est directement laminé sur la peau

^{14.} Il s'agit du mélange du polyéthylènedioxythiophène (PEDOT) et du polystyrène sulfonate de sodium (PSS).

en prenant soin de faire coïncider le côté apparent de l'électrode avec la peau (figure 1.20a). Les recherches sur ce sujet se sont largement développées et de nouveaux matériaux sont utilisés pour faire office de substrat (film de PVA ¹⁵, film de PET ¹⁶, adhésifs médicaux). La complexité de fabrication de ces dispositifs tatoués impose certaines limitations, notamment en matière de connexion à distance, de traitement du signal ou de transmission d'énergie. La deuxième catégorie fait référence à des dispositifs commerciaux (généralement aux performances optimales) et des interconnexions étirables. Le tout est alors encapsulé dans une matrice flexible (figure 1.20b). Le principal inconvénient réside dans l'épaisseur du dispositif final si les composants commerciaux ne sont pas miniaturisés. Enfin, la troisième classe combine l'électronique sur films minces avec des substrats fonctionnels et se limite à certaines applications. Un exemple est le capteur d'analyse de la sueur développé par X. Huang *et al.* sur un substrat poreux qui collecte la sueur (figure 1.20c) [117].



FIGURE 1.20 – Stratégies d'intégration des dispositifs sur la peau : (a) Dispositif « tatouage » [81] (b) Dispositif à composants encapsulés [90] (c) Dispositif à substrat fonctionnel [117]

1.3.4 Les capteurs de température pour une utilisation sur la peau

Les stratégies présentées dans le paragraphe précédent s'appliquent entre autres aux mesures de température. En effet, les réalisations de capteurs de températures flexibles et/ou étirables sont nombreuses et quelques exemples sont donnés dans le tableau 1.6. En raison de sa simplicité de réalisation et de sa haute sensibilité, l'effet thermorésistif est la stratégie

^{15.} Polyalcool vinylique

^{16.} Polytéréphtalate d'éthylène

Structure	Stratégie	Méthode	Intervalle	Eti-	
ou	de	de	de tempé-	rabilité	Ref.
Matériau	déformation	détection	rature (° C)	(%)	
Serpentins Au	structure	thermorésistivité	/	30	[119]
Serpentins Au	structure	${\rm thermor}\acute{{\rm e}sistivit}\acute{{\rm e}}$	0-23	/	[120]
Fibres PPy	matériau	${\rm thermor}\acute{{\rm e}sistivit}\acute{{\rm e}}$	35 - 95	100	[121]
Graphite	matériau	${\rm thermor}\acute{{\rm e}sistivit}\acute{{\rm e}}$	25 - 45	0	[122]
Graphite dans PEO/PVDF	matériau	${\rm thermor}\acute{e}{ m sistivit}\acute{e}$	25 - 42	0	[123]
Graphène	matériau	$thermor{\acute{e}sistivit}{\acute{e}}$	25-120	/	[124]
Fibres ZnO/polyuréthane	matériau	pyroélectricité	25 - 55	150	[125]
PDMS/polydiacetylene	matériau	thermochromisme	25-85	300	[126]
Pectine-Gomme Xanthane	matériau	thermochromisme	26-50	21	[127]

TABLEAU 1.6 – Exemples de capteurs de température flexibles et/ou étirables pour une éventuelle utilisation sur la peau

la plus utilisée. Les effets pyroélectriques¹⁷, thermoélectriques¹⁸ ou thermochromiques¹⁹ sont également considérés [118].

Pour les applications biomédicales, l'étude de la température est particulièrement intéressante puisqu'elle donne de précieuses informations sur l'état de santé du patient (état cardiovasculaire, état d'hydratation ou encore état cognitif). Z. Wu *et al.* ont par exemple développé un capteur flexible sur un substrat de polyimide à base de thermistances en polysilicone pour suivre l'évolution de la température du cerveau et ainsi espérer détecter certaines pathologies [128]. Les travaux de R.C. Webb *et al.* quant à eux, sont consacrés à l'élaboration d'un capteur souple et ultrafin capable de cartographier en température une zone du corps humain [129]. Ils espèrent ainsi s'affranchir des méthodes conventionnelles de thermographie de la peau. En effet, les caméras infrarouges sont onéreuses et requièrent l'immobilisation du patient. Le dispositif proposé correspond à une matrice de 4×4 capteurs de températures basés sur le principe thermorésistif et réalisés à partir de fins serpentins d'or (50 nm) sur un film mince $(1,2\mu m)$ de polyimide (figure 1.21). L'ensemble tient sur la peau grâce aux forces de Van der Waals. Des mesures ont été réalisées pendant un stimulus mental (calcul mental) ou physique (mouvement des doigts) afin de lier la température de la paume à l'activité cérébrale. En mesurant la température audessus de l'artère ulnaire²⁰, il est possible de caractériser le flux sanguin et donc d'identifier

^{17.} Il correspond à la variation de polarisation électrique d'un matériau avec la température.

^{18.} Il relie le flux de chaleur qui traverse le matériau au courant électrique.

^{19.} Il s'agit de la capacité de certains matériaux à changer de couleur en fonction de la température.

^{20.} Elle nait juste au-dessous du coude et descend le long de l'avant-bras jusqu'à la paume.

les phases de contractions et de dilatation des vaisseaux. Une diminution trop importante de la température peut correspondre à un blocage du flux alors qu'une augmentation peut être associée à une quantité anormale de sang dans un organe. Il s'agit donc d'indicateurs de risques cardiovasculaires. Ce dispositif est extrêmement sensible (gamme du millikelvin) mais ne peut pas être interrogé à distance puisqu'un câble conducteur fin et flexible, assure la connexion avec l'électronique d'acquisition.



FIGURE 1.21 – Réseau de capteurs thermorésistifs placé sur la peau [129]

La température est aussi largement utilisée lors des détections multiples puisqu'elle peut servir de référence. Les travaux de T.Q. Trung *et al.* illustrent un capteur, totalement transparent, capable de détecter simultanément un changement de température et une déformation lors d'une activité physique [130]. L'idée consiste à introduire des nanoparticules d'oxyde de graphène dans une matrice d'élastomère pour obtenir des électrodes souples, transparentes et sensibles à la température. La déformation, quant à elle, est détectée par la présence de nanofils d'argent dans la matrice d'élastomère. Pour finaliser la structure, les deux couches sensibles sont empilées sur un substrat de PDMS (figure 1.22). Là encore, les mesures sont filaires.



FIGURE 1.22 – Schématisation de la plateforme multifonctionnelle [130]

Pour pallier ces problèmes de connectiques, J.W. Les *et al.* se sont concentrés sur l'élaboration d'un capteur de température incluant un module de communication sans fil miniature (figure 1.23) [131]. Le dispositif, de dimensions $35 \times 28 \, mm^2$, est totalement imperméable et propose un enregistrement des données sur une longue période (jusqu'à 3000 s). Il semble donc particulièrement pertinent pour le domaine du sport. La présence d'une LED, permet également d'alerter sur l'apparition d'une température trop basse ou trop élevée, et donc de prévenir des risques de brûlures ou d'engelures. En revanche, la principale limitation de ce type de dispositif vient de la batterie qu'il faut régulièrement enlever et recharger. Ainsi, l'utilisation en continu n'est plus envisageable.



FIGURE 1.23 – Capteur de température développé à partir de composants miniatures encapsulés [131]

1.3.5 Les dispositifs SAW réalisés sur des substrats souples

Pour répondre au caractère fin, flexible, passif et sans batterie, l'introduction des dispositifs SAW dans le domaine de l'électronique sur peau prend tout son sens.

Plusieurs groupes se sont alors consacrés à la fabrication de dispositifs SAW sur des substrats flexibles. Ces derniers sont caractérisés par un module d'Young dans la gamme du gigapascal. Sur cette thématique, la collaboration entre l'université de Zhejiang (Chine) et l'université de Bolton (Royaume-Uni) est particulièrement active. Il a été démontré que les polymères tels que le polyimide ou le PET recouverts d'une couche de ZnO pouvaient être utilisés pour réaliser des SAW flexibles (figure 1.24) [132, 133]. Ainsi, des dispositifs sensibles à l'humidité [134], aux rayonnements UV [135] et à la température [132] ont été fabriqués et les résultats publiés. Avec un caractère flexible, une faible épaisseur ($100 \, \mu m$) et une valeur de TCF élevée (plusieurs centaines de $ppm/^{\circ}C$ due à la dilatation thermique du substrat), le capteur de température proposé par H. Jin *et al.* pourrait *a priori* concurrencer le projet de thèse présenté ici. Cependant, au regard des longueurs d'ondes utilisées (minimum $10 \, \mu m$) et de l'épaisseur de ZnO déposée (maximum $4 \, \mu m$), les ondes élastiques de surface de la configuration ligne à retard sont en contact direct avec le substrat de polyimide. Il en résulte donc d'importantes pertes d'insertion (-50 dB dans le meilleur des cas) et par conséquent de grandes difficultés pour l'interrogation à distance. L'augmentation de l'épaisseur de ZnO pourrait être envisagée par les auteurs pour obtenir une propagation de l'onde exclusivement dans le matériau piézoélectrique. Or, avec des épaisseurs importantes, il est extrêmement difficile de conserver une bonne qualité cristalline du dépôt. Les pertes de propagation seraient probablement élevées et l'interrogation sans fil ne serait finalement pas plus avantagée. Une autre possibilité envisageable par les auteurs pourrait être le travail à plus haute fréquence. En effet, avec une longueur d'onde plus petite, la propagation de l'onde pourrait se faire uniquement dans la couche de ZnO. En revanche, cette stratégie implique des procédés de fabrication plus contraignants qu'à basse fréquence. De plus, la mauvaise adhésion des films minces sur le substrat polymère ou le caractère uniquement flexible (et donc non étirable) de ce dispositif laisse à penser que certaines améliorations sont encore possibles.



FIGURE 1.24 – SAW flexible sur polymère: (a) Représentation schématique (b) Réalisation experimentale (c) Mesures en température [132]

Pour pallier la mauvaise adhésion et la qualité cristalline limitée des couches minces piézoélectriques, il peut être intéressant d'utiliser un polymère piézoélectrique tel que le PVDF-TrFE²¹. V.S. Nguyen *et al.* ont proposé une structure FBAR (*Thin Film Bulk Acoustic Resonator*) à partir d'une couche mince de PVDF-TrFE déposée sur un substrat de PET [136]. L'ensemble est donc flexible et présente une grande sensibilité en température. En revanche, la configuration génère des ondes de volume à basse fréquence (50 MHz) et non de surface. A. Kumar *et al.* ont réussi à générer des ondes de surface à plus haute fréquence (450 MHz) à partir d'un film mince de PVDF-TrFE déposé sur un substrat de verre [43], mais en consé-

^{21.} Polyfluorure de vinylidène et trifluoroéthylène

quence l'ensemble n'est plus flexible. Plus encore, le PVDF-TrFE est responsable de pertes de propagation importantes (-50 dB) et n'est donc pas une alternative adaptée pour une utilisation sur le corps humain.

Pour limiter les problèmes d'atténuation de l'onde mais surtout pour augmenter les valeurs de TCF, Y. Liu et al. ont suggéré de remplacer les substrats polymères par des feuilles d'aluminium (figure 1.25) [137]. En effet, le faible module d'Young et les larges coefficients d'expansion thermique des feuilles d'aluminium par rapport aux substrats polymères expliquent le décalage fréquentiel plus important lors d'une variation de température et donc un TCF plus élevé. En revanche, la qualité cristalline relativement faible du dépôt de ZnO et la présence de nombreux défauts dans le film affectent significativement les performances du dispositif SAW. Pire encore, le film d'aluminium $(50 \,\mu m)$ se recroqueville à cause des contraintes résiduelles dans la couche de ZnO (5 μm). Les auteurs ont ainsi mis en évidence l'importance d'un recuit à une température optimisée de $350 \,^{\circ}C$ après la fabrication. Ce post-traitement permet d'améliorer la microstructure du dépôt en augmentant la taille des cristallites et en réduisant les microcontraintes. De plus, avec sa forte sensibilité en température $(TCF = -217 \, ppm/^{\circ}C)$, ce dispositif est un potentiel capteur de température. R. Tao et al. ont voulu aller encore plus loin en maximisant le TCF de la structure ZnO/Al [138]. En fixant l'épaisseur de ZnO $(5 \,\mu m)$, la valeur du TCF a été déterminée pour différents films d'aluminium et différentes longueurs d'onde. Le maximum (-760 $ppm/^{\circ}C$) a été atteint avec une épaisseur de 50 μm d'aluminium et une longueur d'onde de 400 μm . A priori attrayante, cette valeur s'obtient pourtant au détriment de la taille du dispositif final. Or, les grands dispositifs ne sont pas compatibles avec une détection de précision puisque la résolution spatiale est faible (mesure d'une température moyenne sur une zone). De plus, le rapport $\frac{\lambda}{h}$, avec λ et h respectivement la longueur d'onde et l'épaisseur du substrat, est supérieur à 1. Il confirme que la structure excite les ondes de Lamb et rend ainsi la mesure par contact peu crédible. En effet, le dispositif ne peut pas être fixé sur une surface sans que l'onde soit atténuée. Le champ d'application de ce type de dispositif reste donc très limité (mesure dans l'air par exemple).

Pour mettre en avant le caractère transparent et biocompatible des dispositifs, L. Lamanna et al. ont proposé la fabrication de SAW flexibles sur le polymère PEN ²² (125 μm d'épaisseur) (figure 1.26). Ce dernier est recouvert d'une couche d'AlN (de 1,5 à 4,5 μm d'épaisseur) réalisée en plusieurs étapes afin d'optimiser les propriétés cristallines (et donc le caractère piézoélec-

^{22.} Polynaphtalate d'éthylène



FIGURE 1.25 – SAW flexible sur feuille d'aluminium : (a) Représentation schématique (b) Réalisation expérimentale [137]

trique) tout en évitant la formation de microfissures. Les dispositifs fabriqués présentent une onde de Rayleigh et un mode de Lamb à haute fréquence. Si le mode de Rayleigh permet d'obtenir un TCF important ($810 \, ppm/^{\circ}C$), les pertes d'insertions sont encore relativement importantes (-50 dB). De plus, ce mode n'est pas adapté pour une propagation dans un substrat mou puisqu'il génère des signaux parasites. A l'inverse, le mode de Lamb est plus approprié aux substrats flexibles mais possède un TCF beaucoup plus faible ($67 \, ppm/^{\circ}C$). Comme il a déjà été évoqué, ce mode serait fortement atténué lors d'un contact avec un milieu environnant (autre que l'air). Ainsi, quel que soit le mode utilisé, l'interrogation à distance sur la peau ne sera pas envisageable ici.



FIGURE 1.26 – SAW flexible sur polymère transparent: (a) Représentation schématique (b) Réalisation expérimentale [139]

Une approche qui semble plus prometteuse est l'utilisation de films minces monocristallins amincis. Très récemment, un dispositif SAW réalisé sur un substrat de niobate de lithium aminci, lui-même supporté par un substrat de PET a été proposé (figure 1.27) [140]. Le capteur de déformation développé est flexible et présente de bonnes performances. A ce stade, il n'est cependant pas étirable et aucune interrogation à distance n'a été démontrée.

Les caractéristiques des dispositifs présentés ci-dessus sont reprises dans le tableau 1.7.



FIGURE 1.27 – SAW flexible sur LiNbO₃ aminci : (a) Représentation schématique (b) Réalisation expérimentale [140]

TABLEAU 1.7 – Caractéristiques des dispositifs SAW sur substrats flexibles

Caractéristique	H. Jin <i>et al.</i> [132]	Y. Liu <i>et al.</i> [137]	L. Lamanna <i>et al.</i> [139]	H. Xu <i>et al.</i> [140]
Substrat	polyimide	feuilles Al	PEN	LN
Epaisseur	$100\mu m$	$50\mu m$	$125\mu m$	$58\mu m$
Couche	ZnO	ZnO	AlN	/
Modes générés	Rayleigh; Lamb	Lamb	Rayleigh; Lamb	Rayleigh; Shear
TCF $(ppm/^{\circ}C)$	-442;-245	-217	810;67	-85;-59
Pertes moyennes (dB)	-50	-50	-70;-60	-15;-45
Caractère sans fil	non	non	non	non
Applicable sur peau	non	non	non	oui

Le domaine des capteurs de température sans fil, ultrafins, étirables et basés sur la technologie SAW est donc plus que jamais d'actualité et fait l'objet de ces travaux de thèse.

1.4 Conclusion du chapitre

Depuis ces dernières années, les objets connectés connaissent une croissance remarquable. Ils sont particulièrement utiles dans le domaine de la santé ou du sport puisqu'ils sont capables de suivre en continu certains paramètres du corps humain. Généralement facile d'utilisation, ces objets sont d'autant plus appréciés des utilisateurs qu'ils communiquent et alertent sur une situation précise. La durée de fonctionnement et le confort du dispositif sont également des points essentiels pour un consommateur. Or, la présence de fils, de bracelets ou de connectiques est généralement inconfortable et empêche les utilisateurs de porter en permanence ces dispositifs. Ainsi, un nouveau champ a émergé, celui de l'électronique sur peau. En effet, en raison de leur souplesse, de leur légèreté et de leur faible coût, ces dispositifs ont attiré l'attention dans de nombreux domaines.

En parallèle, les dispositifs SAW, généralement associés aux filtres pour les communications mobiles, connaissent aujourd'hui un essor pour leur utilisation en tant que capteurs. En effet, la vitesse de propagation des ondes peut être sensible aux perturbations extérieures. Par construction, les dispositifs à ondes élastiques sont aussi passifs (sans batterie) et interrogeables à distance (sans fil). Utilisés en structure multicouche WLAW, ils sont également autoprotégés (sans boîtier) et sont donc particulièrement pertinents dans de nombreux domaines (environnements hostiles, biomédicales, etc.).

L'association des dispositifs SAW et de l'électronique souple semble extrêmement prometteuse pour le suivi des paramètres physiologiques. L'objectif de ce projet de thèse est donc de développer un capteur de température sans fil basé sur la technologie des ondes acoustiques et directement « imprimable sur la peau » (ultrafin et étirable). Dans la littérature, les réalisations expérimentales de dispositifs SAW sur substrats flexibles présentent certaines limitations notamment en matière d'interrogation à distance. Le concept proposé ici consiste à associer un dispositif WLAW aminci à des antennes également ultrafines et étirables. En effet, l'utilisation d'un monocristal en guise de substrat permet d'assurer des performances satisfaisantes pour une mesure sans fil. L'ensemble, représenté dans la figure 1.28, sera ainsi fixé harmonieusement sur la peau. La structure WLAW ultrafine n'est pas extensible mais au vu de ses dimensions $(0, 5 \times 0, 5 \times 0, 06 mm^3)$, elle ne compromet pas le caractère étirable du dispositif final. En ce sens, ces travaux s'inscrivent parfaitement dans l'approche *Structures that strech* décrite dans la section 1.3.3. L'étude se consacre à l'élaboration d'un capteur de température comme première étape d'un projet plus vaste qui vise la réalisation de capteurs multifonctionnels. En effet, la donnée en température pourra servir de référence pour d'autres grandeurs mesurables.



FIGURE 1.28 – Dispositif « prêt à tatouer » envisagé dans ce projet de thèse

2. La structure à ondes confinées AlN/ZnO/LN-Y128: de la modélisation aux techniques expérimentales

L'élaboration du capteur de température « prêt à tatouer » proposé au chapitre précédent se décompose en deux grandes sous-parties, à savoir : le dispositif WLAW et les antennes étirables.

Dans l'idée de réaliser un dispositif WLAW sensible à la température, ce chapitre traite d'une première structure multicouche AlN/ZnO/LN-Y128 avec une étude numérique et expérimentale complète. Le développement de cet empilement nécessite la maitrise d'outils théoriques et de techniques expérimentales qui sont présentées ici. Plus précisément, une justification des matériaux choisis est d'abord présentée. Le chapitre se concentre ensuite sur les modélisations numériques effectuées à l'aide du logiciel *Comsol Multiphysics*. Ces dernières permettent de prévoir le type et la vitesse de l'onde générée mais aussi sa sensibilité aux perturbations de surface. Les procédés expérimentaux sont également détaillés (lithographie et dépôt de couches minces). Le chapitre se termine par la présentation des techniques de caractérisation (structurale, électrique et en température) de la structure tricouche.

2.1 Le choix des matériaux et de la configuration

L'étape du choix des matériaux est essentielle puisqu'elle conditionne toute la suite de l'étude.

2.1.1 Le LN-Y128 comme substrat

Le niobate de lithium est un substrat très largement utilisé pour la fabrication des dispositifs SAW grâce à son caractère piézoélectrique. Les *wafers* les plus commercialisés de ce cristal ferroélectrique¹ sont de type congruent avec un ratio Li/Nb proche de 0,97. La version stœchiométrique, plus rare et plus onéreuse, possède un ratio de 1 et suscite aujourd'hui une certaine curiosité, notamment pour son utilisation à haute température [141]. En effet, le type congruent est limité par la forte diminution de résistivité aux alentours de 600°C, et ce, bien que sa température de Curie² soit supérieure à 1000°C [142, 143]. Pour la gamme de température du corps humain visée ici, le type congruent est amplement suffisant et a donc été retenu.

Pour la thématique de ces travaux, deux types de structures sont visés :

- les résonateurs à des fins de prototypage
- -les ID-tags à plus long terme pour une identification dans un réseau de capteurs

Pour démarrer le travail, la coupe Y+128° a été choisie en raison de sa vitesse élevée ($v_{LN-Y128} = 3992 m/s$) qui s'avère attractive pour la couche externe de la structure WLAW. De plus, son fort facteur de couplage ($K^2 = 5, 3\%$) est utile pour le principe d'identification. En effet, dans les structures ID-tags, l'énergie récupérée après deux conversions électromécaniques et une propagation en surface du substrat doit encore être suffisante pour générer un signal détectable lors d'une interrogation sans fil. Dans la configuration de type résonateur, la forte valeur de K^2 n'est *a priori* pas nécessaire. Dans l'optique de faciliter la détection du signal à distance des configurations ID-tags, le LN-Y128 présente un PFA proche de 0 et limite par conséquent les pertes de propagation. Enfin, il possède un TCF important (-75 ppm/°C) ce qui le rend particulièrement sensible à une variation de température et donc très intéressant pour une utilisation en tant que capteur de température.

^{1.} Le matériau possède une polarisation électrique (création d'un dipôle électrique) dans l'état spontané. Cette polarisation peut être inversée en appliquant un champ électrique.

^{2.} Température à partir de laquelle les matériaux ferroélectriques perdent leur polarisation permanente.

2.1.2 Le Au/Ti comme métallisation des peignes interdigités

Comme évoqué dans la section 1.2.2, l'aluminium est largement utilisé pour la fabrication des IDTs. Pour rappel, il est bon conducteur, économique et simple d'utilisation. En revanche, il n'est pas compatible avec le procédé de *ball-bonding* présent à l'IJL. Pour éviter la formation de la peste pourpre lors des dépôts des couches minces supérieures (généralement réalisés à haute température pour optimiser la qualité cristalline), des électrodes en or ont été choisies. La mauvaise adhésion de l'or a été compensée par une fine couche d'accroche en titane.

2.1.3 Le ZnO et l'AlN comme couches supérieures

Les deux couches supérieures, à savoir l'oxyde de zinc (ZnO) et le nitrure d'aluminium (AlN), font office de couches protectrices. Le ZnO, abondamment utilisé dans les dispositifs SAW, a été retenu pour sa faible vitesse de propagation ($v_{ZnO} = 2500 \, m/s$). Son TCF, plus faible et de même signe que celui du LN-Y128 (-40 $ppm/^{\circ}C$), évite une compensation en température et permet donc d'assurer la sensibilité du dispositif final. La principale faiblesse du ZnO est son caractère conducteur à partir de 400°C, mais celle-ci n'entre pas en compte dans l'approche visée ici [144].

Enfin, pour la couche supérieure, l'AlN a été choisi notamment pour sa vitesse de propagation élevée ($v_{AlN} = 5600 \text{ m/s}$). De plus, il a l'avantage d'être stable chimiquement à température ambiante (et même jusqu'à $1000^{\circ}C$) [145]. Dans la gamme de température du corps humain, l'AlN présente une résistance à l'oxydation et à l'humidité. En effet, l'oxydation de surface apparait uniquement à partir de $700^{\circ}C$ dans l'air [146, 147]. Son faible TCF en valeur absolue (-19 $ppm/^{\circ}C$) ne devrait par dégrader la sensibilité en température de l'ensemble puisque l'onde ne se propagera que très partiellement dans l'AlN dans le cas d'un bon confinement (se référer à la section 2.2) [148].

Le ZnO et l'AlN ont également été retenus pour leur faible coût de production, notamment grâce à l'abondance et au caractère économique de leurs éléments constitutifs (zinc, oxygène, aluminium et azote). De plus, ils peuvent être élaborés rapidement avec les techniques classiques de dépôts des couches minces qui sont bien maitrisées au sein de l'équipe. Il n'est d'ailleurs pas nécessaire d'optimiser les dépôts de ZnO et d'AlN pour exploiter le phénomène piézoélectrique puisque celui-ci est déjà assuré par le substrat (se référer au paragraphe 2.4.1 pour davantage de détails sur les dépôts).

Ces choix des matériaux conduisent à la structure tricouche WLAW finale représentée dans la figure 2.1.



FIGURE 2.1 – Schématisation de la structure WLAW étudiée (vue en coupe)

2.1.4 Le résonateur synchrone

Parmi les configurations évoquées au chapitre 1, celle du résonateur synchrone a été retenue pour les premières applications de *monitoring*, et ce, notamment pour des raisons de simplicité. Le dispositif est excité par voie hertzienne à une fréquence proche de la fréquence de résonance et renvoie un signal amorti à sa propre fréquence de résonance. Dans le design étudié ici, l'IDT central contient 100 paires de doigts et 200 réflecteurs de part et d'autre. Ces derniers sont court-circuités par les *busbars*. Enfin, l'ouverture est de $271 \,\mu m$. Ces éléments de géométrie sont schématisées dans la figure 2.2.



FIGURE 2.2 – Design du résonateur envisagé pour la structure AlN/ZnO/LN-Y128

2.1.5 Les considérations fréquentielles

La fréquence de fonctionnement du dispositif ne peut pas être choisie arbitrairement mais doit répondre aux normes imposées par les régulateurs des télécommunications. Ces derniers attribuent en effet des intervalles fréquentiels propres à chaque application. Les bandes ISM (Industriel, Scientifique et Médical) sont des bandes de fréquences libres pouvant être utilisées pour des applications sans fil. Dans la gamme des bandes ISM basses, la norme européenne autorise par exemple les intervalles autour de 433 MHz et 868 MHz. Dans une gamme de fréquences plus hautes, les bandes à 2,45 GHz ou 5,8 GHz sont préférées (figure 2.3). En contrepartie de ce libre accès, l'utilisateur doit respecter les restrictions de puissance (généralement $10 \, mW$ maximum). Ainsi, lors du choix de la bande fréquentielle, certains paramètres sont à prendre en compte (puissance d'émission, taille de l'antenne, largeur de la bande, territoire d'utilisation, etc.).

La bande à 433 MHz est la plus ancienne et la plus utilisée mais impose une taille d'antenne relativement grande pour un dispositif tatoué. Les bandes fréquentielles plus hautes (2,45 GHz)et 5,8 GHz) permettent une miniaturisation des dispositifs, mais imposent en conséquence une réalisation expérimentale plus complexe et des pertes accrues. Un compromis a donc été trouvé en visant la bande à 868 MHz. Celle-ci a cependant l'inconvénient d'être décomposée en plusieurs sous-bandes de puissances maximales différentes et d'être limitée à l'Europe (le continent nord-américain autorise une bande beaucoup plus large autour de 915 MHz en guise d'équivalent).

Dans le cas de la structure AlN/ZnO/LN-Y128, un fonctionnement autour de 868 MHzimpose une longueur d'onde (λ) de 4,4 μm . Pour des raisons technologiques (taille des antennes, épaisseurs des couches supérieures, niveau de pertes, etc.), certaines structures évoquées dans les chapitres suivants ont été dimensionnées pour un fonctionnement dans les bandes à 433 MHzet 2,45 GHz.



FIGURE 2.3 – Bandes ISM libres en France [149]

2.2 Les simulations numériques

2.2.1 Le choix du modèle

Le résonateur synchrone basé sur l'empilement AlN/ZnO/LN-Y128 et fonctionnant aux alentours de 868 MHz a d'abord été étudié numériquement grâce à un modèle 3D développé sous le logiciel *Comsol Multiphysics* avec l'appui du Pr. S. Zhgoon (*Moscow Power Engineering Institute*, Russie). Il utilise la méthode des éléments finis (FEM) afin de résoudre un système d'équations régissant la propagation d'une onde dans un matériau piézoélectrique. Ce système fait notamment intervenir les constantes élastiques C_{ij} , les constantes piézoélectriques e_{ij} , les constantes diélectriques E_{ij} et la densité ρ des matériaux constitutifs de la structure. Ces données ont été extraites de la littérature ou de la bibliothèque du logiciel [150, 151].



FIGURE 2.4 – Schéma 3D de la géométrie utilisée dans le logiciel Comsol Multiphysics

La géométrie du modèle, illustrée en figure 2.4, ne représente qu'une seule électrode sur une demi-période $(\frac{\lambda}{2})$. L'application des conditions antipériodiques sur les frontières (faces rouges) permet de simuler une structure « infinie » qui est une bonne approximation d'un résonateur synchrone muni de réflecteurs. La profondeur est également limitée à une valeur de $\frac{\lambda}{2}$ et associée à des conditions périodiques. La largeur de l'électrode, quant à elle, est définie à partir du taux de métallisation (rapport entre la largeur de l'électrode et la demi-période, imposé à 60% ici). Les épaisseurs des matériaux sont à l'échelle, excepté pour le substrat. En effet, pour limiter le temps de calcul, l'épaisseur de 500 μm du LN-Y128 a été représentée par une valeur de 100 μm associée à une condition absorbante sur le demi-volume inférieur du substrat. Enfin, une condition d'encastrement est appliquée sur la surface inférieure de façon à fixer la structure. Dans les études par éléments finis, le maillage est un point clé. Plus celui-ci est fin, plus le temps de calcul est long. A l'inverse, si celui-ci est trop grossier, des résultats erronés apparaissent. Etant donné que la propagation des ondes se fait essentiellement aux alentours de l'électrode, le maillage a été renforcé dans cette zone (mailles d'épaisseur 5 nm).

Les simulations numériques ainsi réalisées donnent accès à certaines caractéristiques de la structure. En particulier, il est possible d'identifier les fréquences d'apparition des ondes et donc d'en déduire leur vitesse de propagation. Il est également possible de visualiser le déplacement particulaire au sein de la structure et de conclure sur le type d'onde généré.

2.2.2 L'identification des modes dans la structure

Pour espérer obtenir une structure WLAW, il est indispensable d'identifier les ondes générées et en particulier l'onde de Rayleigh sur les tracés de l'admittance $|Y_{11}|$ (figure 2.5). Or, par définition, l'onde de Rayleigh est une onde de surface. Il devient alors incorrect de parler d'onde de Rayleigh lorsque celle-ci est confinée dans une structure multicouche. Ainsi, il a été choisi d'utiliser le terme « onde WLAW » pour désigner l'onde ayant des déformations similaires à l'onde de Rayleigh dans une structure multicouche.



FIGURE 2.5 – Evolution expérimentale de l'admittance $|Y_{11}|$ pour différentes configurations

Le type d'onde est alors déterminé en visualisant les déformations selon les différents axes de propagation. En considérant le repère (XYZ), une onde de Rayleigh se caractérise par l'absence de déplacement selon l'axe Y et par un déplacement maximal selon l'axe Z. A l'inverse, une onde *Shear Horizontal* (SH), se caractérise par un déplacement maximal selon l'axe Y. La figure 2.6, illustre les principaux types d'ondes de la structure AlN/ZnO/LN-Y128 avec différentes épaisseur d'AlN.



FIGURE 2.6 – Visualisation numérique du déplacement particulaire des modes pertinents de la structure AlN/ZnO/LN-Y128

2.2.3 Les épaisseurs des couches supérieures

L'un des objectifs de cette étude numérique est de déterminer les épaisseurs des couches supérieures (ZnO et AlN) les plus adaptées à une structure WLAW.

L'optimisation du facteur de couplage

En fixant une épaisseur d'AlN suffisamment importante pour confiner l'onde WLAW, l'épaisseur de ZnO a été modifiée afin de déterminer une valeur permettant d'obtenir un coefficient de couplage satisfaisant. Celui-ci a été calculé en utilisant l'approximation $K^2 = 2\left(\frac{f_a - f_r}{f_r}\right)$ avec f_r et f_a respectivement les fréquences de résonance et d'antirésonance identifiées sur la courbe d'admittance $|Y_{11}|$ (figure 2.5). D'après le graphe de la figure 2.7, l'épaisseur de $2 \mu m$ de ZnO correspond à une valeur de K^2 supérieure à 5% pour l'onde WLAW et a donc été retenue. Cette optimisation est essentiellement utile pour les capteurs de type ID-tags.


FIGURE 2.7 – Evolution du facteur de couplage électromécanique en fonction de l'épaisseur de ZnO (pour une épaisseur d'AlN fixée à $8 \mu m$)

L'optimisation du confinement de l'onde

L'épaisseur de ZnO étant connue, l'objectif est ensuite de déterminer une épaisseur d'AlN proche de la valeur minimale afin d'assurer le confinement de l'onde WLAW. Le critère de confinement qui a été choisi stipule que le déplacement en surface soit inférieur à 1% du déplacement maximal dans les structures. C'est là un point clé de cette étude: si l'onde a un déplacement très faible, elle est très peu influencée par les perturbations de surface et le dispositif peut être considéré comme autoprotégé (*packageless*).

Les simulations ont été réalisées avec une épaisseur de ZnO fixée à $2 \mu m$ et une épaisseur d'AlN variant entre 0 et $8 \mu m$. D'après les courbes de déplacement 1D de la figure 2.8 (à gauche), une épaisseur de $6 \mu m$ d'AlN est suffisante pour respecter le critère de confinement. De plus, les déplacements 2D (figure 2.8 à droite), montrent que l'onde n'est plus située en surface mais est bien confinée à l'intérieur du tricouche.

Ainsi, la structure AlN $(6 \mu m)$ /ZnO $(2 \mu m)$ /IDT(Au/Ti)/LN-Y128 semble être une structure WLAW autoprotégée prometteuse. Il est maintenant essentiel de le vérifier expérimentalement.



FIGURE 2.8 – Déplacement particulaire total (représentation 1D à gauche et 2D à droite) dans la structure AlN/ZnO/LN-Y128 en fonction de l'épaisseur d'AlN

2.3 La fabrication des dispositifs SAW

Au-delà du dispositif résonateur qui fait l'objet de ce chapitre, 135 échantillons (SAW et antennes) à visée fonctionnelle -hors échantillons de test- ont été réalisés et une quinzaine de variations significatives de procédés a été mise en œuvre. Toute la fabrication a été effectuée au sein de la centrale de micro et nanofabrication de l'Institut Jean Lamour : le CC ³ MiNaLor.

2.3.1 Le procédé de photolithographie et de gravure

Pour les dispositifs SAW présentés dans ce mémoire, un procédé commun de lithographie et de gravure a été retenu. Les différentes étapes sont illustrées dans la figure 2.9 et détaillées ci-dessous.



FIGURE 2.9 – Etapes de fabrication des IDTs par lithographie et gravure

^{3.} Centre de compétences

Dépot métallique : Une couche mince métallique (Al, Au, Pt ou Cu) est déposée par pulvérisation cathodique magnétron sur le substrat piézoélectrique de niobate de lithium (se référer à l'annexe 6.1 pour plus de détails).

Enduction : Une résine photosensible (positive S1813) ou électrosensible (ARN-7520) est ensuite étalée sur l'échantillon par centrifugation à l'aide d'une tournette (principe du *spincoating*). L'épaisseur déposée est fonction de la viscosité et des conditions de rotation (vitesse, accélération et temps). La durée et la température du recuit, quant à eux, permettent de contrôler le degré de polymérisation de la résine.

Lithographie: Dans le cas d'une photolithographie, le substrat est aligné grâce à l'aligneur de masque MJB4 (SUSS MicroTec) sous un masque contenant les motifs à insoler. Ce dernier est une plaque de verre transparente aux UV et recouverte d'une couche de chrome structurée. Pour éviter le phénomène de diffraction de Fresnel et ainsi assurer un transfert parfait du motif, le masque est plaqué sur la couche de résine. Ce contact se fait sous vide de façon à retirer le film d'air résiduel entre la résine et le masque. Durant l'étape d'exposition, les rayonnements à 365 nm traversent uniquement les zones transparentes du masque pour affecter la résine. Les régions exposées deviennent plus solubles en raison d'une rupture des chaînes du polymère. Le degré d'exposition, quantifié par une énergie surfacique (mesurée en $J.m^{-2}$), traduit l'état d'avancement du phénomène de modification de la résine. Celui-ci doit être optimisé puisqu'une sous- ou sur- exposition engendre une dégradation de la résolution des motifs. Il est contrôlé à partir du temps d'exposition, lui-même déterminé en fonction de la puissance de la lampe.



 ${\rm FIGURE}$ 2.10 – Aligneur de masque MJB4 (SUSS MicroTec) utilisé pour le procédé de photolithographie

La lithographie électronique (RAITH150 Two) a été utilisée pour dépasser les limites de résolution de l'appareil MJB4. Un faisceau d'électrons finement localisé irradie la résine selon le motif dessiné dans le logiciel de pilotage. La vitesse d'écriture dépend donc directement de la taille du motif : plus il est grand, plus l'exposition est longue. Au vu de la taille des motifs dans cette étude, une juxtaposition de plusieurs champs d'écriture (*writefield*) a été utilisée. La dose (en $\mu C/cm^2$) définie comme la quantité de charges qui bombardent l'échantillon permet de contrôler le degré d'exposition de la résine. Une optimisation des doses avec une résine positive (PMMA⁴) a été réalisée mais celle-ci est associée à des phénomènes de couplage capacitif (perturbation des mesures RF en présence d'un grand plan de masse métallique après la gravure). La résine négative (ARN-7520) a donc été préférée pour limiter les phénomènes de détourage qui allongent considérablement les temps d'exposition. Les réglages standard préconisés par RAITH ont été utilisés, à savoir : 20 kV, 30 μm et 9 mm. Ils correspondent respectivement à la tension d'accélération des électrons, au diamètre du filtre spatial structurant le faisceau et à la distance entre la pointe d'émission et l'échantillon.



FIGURE 2.11 – Appareil de lithographie électronique RAITH150 Two utilisé pour la structure AlN/ZnO/LN-Y128

Développement : L'échantillon est placé dans un développeur afin de dissoudre les parties de résine exposées ou non (selon la polarité) et donc de révéler les zones métalliques à structurer.

Gravure : La structuration de la couche métallique se fait ensuite à l'aide d'un procédé de gravure dont le masque n'est autre que le motif de résine réalisé précédemment. Dans le cas

^{4.} Polyméthacrylate de méthyle

d'une résine photosensible et d'une métallisation en aluminium, une gravure humide à l'aide d'une solution d'acide phosphorique (H_3PO_4), d'acide nitrique (HNO_3) et d'eau (H_2O) a été utilisée. Pour les électrodes en or, platine ou cuivre, une gravure sèche par faisceau d'ions (IBE pour *Ion Beam Etching*) a été préférée.

En raison d'une dissolution partielle de la résine électrosensible ARN-7520 dans les solutions de gravure, un procédé IBE a été utilisé pour toutes les métallisations lors des lithographies électroniques.



FIGURE 2.12 – Bâti de gravure IBE (4Wave) utilisé dans le cadre de cette thèse

Retrait de la résine : La dernière étape est le retrait de la résine. A la suite d'une gravure humide, elle se retire facilement en plongeant l'échantillon dans un bain d'acétone. En revanche, lors d'une gravure sèche, elle a pu être durcie avec la chaleur dégagée par le plasma d'argon et nécessite donc un retrait (partiel ou total) par plasma O_2 . Ce dernier peut avoir un effet oxydant sur certaines métallisations.

2.3.2 Le cas de la structure AlN/ZnO/LN-Y128

Pour la réalisation du résonateur AlN/ZnO/IDT(Au/Ti)/LN-Y128 fonctionnant aux alentours de 868 MHz, le procédé de lithographie électronique associé à une résine négative (ARN-7520) a été retenu. Le résultat est illustré dans la figure 2.13.



FIGURE 2.13 – Peignes interdigités Au/Ti de longueur d'onde 4,4 μm réalisés par lithographie électronique sur un substrat de LN-Y128 (vue du dessus)

2.4 Les dépôts et caractérisations des couches minces de ZnO et d'AlN

2.4.1 Les dépôts des couches minces

Dans le cadre de cette thèse, les dépôts ont été réalisés par pulvérisation cathodique magnétron dont le principe est rappelé dans l'annexe 6.1.

Les bâtis de pulvérisation cathodique

Le bâti DP650 (Alliance Concept), largement utilisé dans le cadre de cette thèse est représenté dans la figure 2.14a et se caractérise par une chambre comprenant 6 cibles (4 pouces). L'échantillon préalablement fixé sur le porte substrat est transféré dans/hors de la chambre à partir d'un bras manuel localisé dans le sas (figure 2.14c). Le chargement ou déchargement s'effectue sous vide primaire $(5 \times 10^{-2} mbar)$ assuré par la pompe primaire. La chambre, quant à elle, présente un vide secondaire $(10^{-7} mbar)$ obtenu par la pompe turbomoléculaire. Les trois lignes de gaz reliées à la chambre permettent l'introduction d'argon (Ar), de diazote (N₂), de dioxygène (O₂) ou d'un mélange. Dans l'enceinte, le porte substrat est situé à une distance fixe des différentes cibles (environ 10 cm). Il peut être chauffé par rayonnement grâce à un élément chauffant pouvant atteindre une température de consigne de $800^{\circ}C$ et/ou mis en rotation afin d'assurer une plus grande homogénéité du dépôt. L'ensemble est alors refroidi par un système de circulation d'eau.



FIGURE 2.14 – Bâti de pulvérisation cathodique magnétron DP650 (Alliance Concept): (a) Vue d'ensemble (b) Intérieur de l'enceinte contenant les 6 cibles (c) Intérieur du sas de transfert

Certaines structures (abordées dans les chapitres suivants) ont été réalisées à partir de deux autres bâtis de pulvérisation cathodique :

- le modèle AC450 de chez Alliance Concept pour les dépôts d'aluminium et de platine (figure 2.15a).
- un bâti conçu au laboratoire pour certains dépôts d'AlN (figure 2.15b). La résistance chauffante en tungstène, placée à quelques millimètres de l'échantillon favorise la croissance.



FIGURE 2.15 – Autres bâtis de pulvérisation cathodique magnétron utilisés : (a) Modèle AC450 (b) Bâti conçu au laboratoire

Les paramètres de dépôts

Pour la structure AlN/ZnO/IDT(Au/Ti)/LN-Y128 présentée ici, les dépôts ont été réalisés dans le bâti DP650 et les paramètres sont résumés dans le tableau 2.1. Les dépôts métalliques (Au/Ti) indispensables à la synthèse des IDTs ont été effectués en mode DC. Les dépôts de ZnO et d'AlN, quant à eux, ont été obtenus en mode RF de manière réactive, respectivement à l'aide d'une cible d'oxyde de zinc en présence de dioxygène et d'argon, et d'une cible d'aluminium dans un milieu de diazote.

Il est important de noter que les dépôts de ZnO se font dans un premier temps à $170^{\circ}C$ pour espérer obtenir une bonne cristallisation du matériau. La croissance d'AlN quant à elle, se fait sans chauffage intentionnel pour limiter la création de contraintes lors d'un dépôt de 6 ou 8 μm . Les caractérisations des dépôts et de la structure sont détaillées dans les sections suivantes.

	AlN	ZnO	Au	Ti
Cible	Al (4 pouces)	ZnO (4 pouces)	Au (4 pouces)	Ti (4 pouces)
Gaz	$16 \operatorname{sccm} N_2$	$6 \operatorname{sccm} O_2$ $6 \operatorname{sccm} Ar$	$8 \operatorname{sccm} Ar$	$8 \operatorname{sccm} Ar$
Température du substrat (T_s)	Sans chauffage intentionnel	$170^{\circ}C$	Sans chauffage intentionnel	Sans chauffage intentionnel
Pression	$8 \times 10^{-3} mbar$	$6 \times 10^{-3} mbar$	$6 \times 10^{-3} mbar$	$6 \times 10^{-3} mbar$
Puissance	200 W	150 W	100 W	100 W
Epaisseur visée	$(6\mu m + 2\mu m)$	$2\mu m$	90nm	10nm

TABLEAU 2.1 – Paramètres de dépôt utilisés pour la structure AlN/ZnO/IDT(Au/Ti)/LN-Y128

2.4.2 La diffraction des rayons X

Les premiers dépôts réalisés ont été analysés par diffraction des rayons X (DRX). Le principe général et les configurations de mesures ($\theta - 2\theta$ et rocking curve) sont détaillés en annexe 6.2.

Dans le cadre de cette thèse, le modèle D8-Advance (Bruker), doté d'un tube de cuivre $(\lambda=1,5406\text{ Å})$ où les électrons sont accélérés par une différence de potentiel de 40 kV a été utilisé pour les analyses $\theta - 2\theta$. Les tracés des *rocking curves* ont été réalisés avec l'équipement X'Pert Pro MRD (PANalytical).

La figure 2.16a correspond à un diagramme $\theta - 2\theta$ du tricouche AlN/ZnO/LN-Y128. Il en ressort notamment que l'AlN déposé est polycristallin puisqu'au moins deux familles de plans sont visibles, à savoir : (002) et (101). Le ZnO, quant à lui, ne fait apparaître qu'une seule famille de plan (002) et semble donc texturé. D'après le graphe de la figure 2.16b qui correspond à un dépôt de ZnO comparable, la désorientation des grains est estimée à 6,9°. Cette différence de qualité entre le ZnO et l'AlN peut s'expliquer par la différence de température pendant le dépôt. En effet, la croissance de ZnO a été réalisée à une température de 170°C alors que la couche d'AlN a été synthétisée sans chauffage intentionnel. De plus, la couche d'AlN doit croître sur un dépôt de ZnO potentiellement rugueux en surface.

La propriété de piézoélectricité des films est généralement d'autant plus marquée que celui-ci est texturé. Etant donné que le caractère piézoélectrique est déjà assuré par le substrat monocristallin LN-Y128, il ne semble pas nécessaire d'optimiser la qualité des couches supérieures sur ce point. De plus, d'après les simulations numériques (figure 2.8), la propagation de l'onde WLAW dans le multicouche se fait essentiellement dans le LN-Y128 et le ZnO. Par conséquent, la qualité cristalline de l'AlN n'est pas forcément cruciale ici.



FIGURE 2.16 – (a) Diagramme $\theta - 2\theta$ de la structure AlN/ZnO/LN-Y128 (b) Tracé rocking curve d'un dépôt de ZnO d'orientation préférentielle (002) et réalisé à $T_s = 170^{\circ}C$.

2.4.3 La microscopie électronique et à force atomique

Les dépôts réalisés ont également été caractérisés à l'aide des différentes techniques de microscopie. La microscopie électronique permet de s'affranchir des limites de grandissement et de résolution imposées par la microscopie optique. L'image est formée à partir d'un faisceau d'électrons accélérés qui peut :

- balayer l'échantillon, comme dans le microscope électronique à balayage (MEB), aussi appelé SEM pour Scanning Electron Microscopy.
- traverser l'échantillon, comme dans le microscope électronique en transmission (MET), aussi désigné par le sigle TEM pour *Transmission Electron Microscopy*.

Plus généralement, lorsque le faisceau d'électrons entre en contact avec la surface de l'échantillon, l'interaction électron-matière a lieu. Celle-ci donne naissance à différents types de particules (électrons secondaires, rétrodiffusés, Auger) ou rayonnements (rayons X) qui apportent des informations sur les éléments constitutifs de l'échantillon (topographie, composition chimique, etc.).

Une description détaillée des équipements de microscopie électronique est donnée en annexe 6.3.

La microscopie électronique à balayage (MEB) et à force atomique (AFM)

Dans le cadre de cette thèse, les micrographies ont été obtenues à l'aide du MEB Phillips-XL30 situé au centre de compétences 3M (Microscopies, Microsondes et Métallographie), et du JEOL 6500 issu du centre de compétences MiNaLor.

La figure 2.17a est une vue en coupe de l'échantillon AlN/ZnO/LN-Y128 après les dépôts des couches minces supérieures. Les épaisseurs déposées peuvent ainsi être mesurées précisément. De plus, la croissance colonnaire du ZnO et de l'AlN est bien mise en évidence. La largeur des colonnes (quelques centaines de nanomètres) reste cependant bien inférieure à la longueur d'onde du dispositif et n'affecte *a priori* pas significativement la propagation de l'onde. La rugosité de surface du dépôt d'AlN est également visible dans la figure 2.17b. Celle-ci a été estimée à 75 nm à l'aide de l'AFM (Asylum Research, Oxford Instrument) en mode *tapping* qui consiste à faire osciller la pointe (aussi appelée *cantilever*⁵) à sa fréquence de résonance avec une amplitude donnée. La topographie de surface se traduit alors par la variation de l'amplitude et est illustrée dans la figure 2.18. Enfin, la stœchiométrie du ZnO a été vérifiée par analyse EDS (*Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*).

Les électrodes de 100 nm d'épaisseur situées à l'interface entre le substrat et la couche de ZnO entrent dans la limite de résolution du MEB. L'observation au MET est à privilégier et fait donc l'objet du point suivant.



FIGURE 2.17 – Micrographies MEB de la structure $AlN(6 \mu m)/ZnO(2 \mu m)/LN-Y128$: (a) Structure colonnaire des couches supérieures (vue en coupe) (b) Rugosité de surface de l'AlN (vue inclinée)

^{5.} Levier au bout duquel se situe une pointe miniature (quelques nanomètres de large). Sa position est déterminée grâce à l'enregistrement d'un faisceau laser réfléchi.



FIGURE 2.18 – Topographie AFM de surface du dépôt d'AlN: (a) Vue 2D (b) Vue 3D

La microscopie électronique en transmission (MET)

L'analyse MET est rendue possible par les lames minces (inférieures à 200 nm) qui ont été préparées au centre de compétences 3M par amincissement ionique à l'aide d'une sonde ionique focalisée, plus connue sous le nom de FIB (*Focused Ion Beam*). Le FEI Helios NanoLab 600i a été utilisé et les différentes étapes de préparation de la lame d'un échantillon AlN/ZnO/IDT(Au/Ti)/LN-Y128 sont illustrées dans la figure 2.19. Etant donné que la profondeur de prélèvement est limitée à $8 \mu m$, seule une épaisseur de $2 \mu m$ d'AlN a été déposée. Ainsi, il devient possible d'observer les interfaces des couches successives.



FIGURE 2.19 – Etapes de fabrication d'une la
me FIB de la structure AlN/ZnO/IDT(Au/Ti)/LN-Y128

Les micrographies MET présentées dans ce manuscrit ont été obtenues à partir du JEOL ARM 200F situé au centre de compétences 3M (figure 2.20). Cet appareil de très haute performance, corrigé en sonde et en image, peut être utilisé dans le mode TEM et STEM, offrant une résolution de 0,12 nm et de 0,083 nm respectivement.



 $\mbox{Figure 2.20}$ – Microscope électronique en transmission JEOL ARM 200F de l'Institut Jean Lamour

Une fois de plus, la structure colonnaire des films minces est mise en évidence et une inhomogénéité de la taille des grains est observée (figure 2.21a). Le MET montre également une légère gravure du substrat (30 nm) au niveau des électrodes (figure 2.21b). De plus, le relief imposé par les IDTs ne favorise pas les dépôts de ZnO puisque la croissance est « déviée ». La cartographie X élémentaire montre cependant une bonne homogénéité des dépôts (figure 2.22).



FIGURE 2.21 – Micrographies HAADF de la structure tricouche Al
N/ZnO/IDT(Au/Ti)/LN-Y128 $\,$



FIGURE 2.22 – Cartographie X élémentaire de la structure AlN/ZnO/IDT(Au/Ti)/LN-Y128

2.4.4 L'optimisation de la couche de ZnO

L'optimisation de la croissance des dépôts de ZnO et d'AlN est nécessaire pour améliorer les performances de la structure WLAW, notamment en matière de mesures sans fil. En effet, d'après les simulations numériques, la propagation de l'onde WLAW a lieu essentiellement dans la couche de ZnO (se référer à la figure 2.8). La bonne qualité cristalline de cette dernière permet donc de réduire les pertes de propagation. Il en résulte une valeur du facteur de qualité plus importante et donc possiblement une interrogation sans fil sur une plus grande distance. Une valeur de Q élevée conduit également à un pic bien résolu et donc à une mesure en température précise.

L'objectif ici est alors d'obtenir une bonne cristallisation de la couche de ZnO par pulvérisation cathodique magnétron. Son optimisation a été étudiée dans la littérature, et ce, sur différentes coupes du niobate de lithium [152, 153]. Une densité élevée et une faible rugosité sont également recherchées. En revanche, comme cela a déjà été évoqué, le caractère piézoélectrique du film n'est pas nécessaire puisqu'il est assuré dans le dispositif final par le substrat de niobate de lithium.

L'influence des paramètres

Lors d'un dépôt par pulvérisation cathodique magnétron, de nombreux paramètres influencent la croissance du film. La nature du substrat et sa qualité (rugosité et propreté de surface) ont évidemment un rôle essentiel. Ici, seuls les paramètres les plus importants pour les dépôts de ZnO sont évoqués :

- la distance cible/substrat. Plus elle est grande, plus les collisions entre les atomes pulvérisés et les atomes du plasma sont nombreuses. Ceci a pour conséquence que les atomes perdent l'essentiel de leur énergie cinétique et arrivent sur l'échantillon avec une énergie relativement faible (de l'ordre de 0,1 eV) [154]. Leurs déplacements à la surface sont donc limités et la qualité du revêtement est impactée. Dans le bâti DP650 utilisé ici, cette distance est fixe et n'a donc pas été prise en compte dans l'étude.
- la température du substrat. Une température élevée s'apparente à un apport d'énergie. Elle favorise donc la mobilité des atomes et la ré-évaporation des structures faiblement ordonnées. Cela conduit à une couche dense, lisse en surface et très bien orientée. La température optimale du substrat est définie comme $T_s = 0,33 \times T_b$ avec T_b le point d'ébullition du matériau du film [155]. Un dépôt à haute température réduit également les contraintes intrinsèques du film. Il faut cependant rester prudent sur ce point puisqu'il faut tenir compte des différences de dilatation thermique entre le film et le substrat. Après refroidissement, le film déposé peut être sous tension ou compression provoquant ainsi une tendance à la délamination.
- la pression de l'enceinte. Le libre parcours moyen est d'autant plus grand que la pression est faible (nombre de collisions limité). Ainsi, les atomes arrivent en surface avec une énergie plus importante, ce qui peut conduire à une meilleure cristallisation.
- la puissance (RF ou DC). Elle est en lien directe avec la quantité d'ions dans le plasma. Plus elle est élevée, plus le bombardement de la cible devient important et donc plus la vitesse de dépôt augmente. Les atomes en surface ont moins de temps pour se positionner et la cristallisation est donc dégradée. La puissance est également liée à la taille des grains. Ils sont généralement d'autant plus petits que la puissance est élevée [156].
- la pression partielle de dioxygène. Elle permet d'assurer la stœchiométrie du film puisqu'un dépôt à partir d'une cible de ZnO est généralement déficitaire en oxygène. Ce-

pendant, si le taux devient trop grand, d'autres orientations cristallines apparaissent [157]. Il y a donc un optimum à trouver. Il a également été observé que la position de l'échantillon par rapport au magnétron influence la croissance [157]. Ceci s'explique par le bombardement de l'échantillon avec les ions O⁻ hautement énergétiques générés au niveau de la zone d'érosion de la cible.

La grande difficulté de l'optimisation est le caractère dépendant des paramètres. Il est alors essentiel de procéder par une étude systématique en faisant varier une seule grandeur à la fois. Dans le cadre de ces travaux, seuls les paramètres de température et de pression ont été modifiés.

Les résultats sur LN-Y128

Pour simplifier l'étude, les IDTs en surface du substrat n'ont pas été considérés. Les dépôts ont été réalisés dans le bâti DP650 avec une cible de ZnO (pureté de 99,99%) et un taux de dioxygène de 50% (8 sccm O_2 et 8 sccm Ar). Le temps de dépôt a été fixé à deux heures afin d'obtenir une épaisseur de l'ordre de 1 μm . La puissance RF a été maintenue à 150 W. Dans un premier temps, la pression a été fixée à $3 \times 10^{-3} mbar$ et la température de consigne a été modifiée entre 300 et 600°C. Etant donné que l'élément chauffant se trouve à quelques millimètres du porte substrat, le transfert de chaleur se fait essentiellement par rayonnement et la température réelle du substrat est différente de la température de consigne. L'utilisation d'un thermocouple de type K a permis d'estimer la température du substrat T_s pour différentes températures réelles du substrat T_s sont utilisées. Les paramètres testés sont repris dans le tableau 2.2.

La figure 2.23a correspond à l'analyse par diffraction X pour différentes températures et une pression fixe de $3 \times 10^{-3} mbar$. Par soucis de clarté, les courbes rouges, bleues et vertes ont été décalées en abscisses et en ordonnées. Les angles 2θ ne doivent donc pas être comparés. D'après les tracés, une augmentation de la température favorise la croissance selon l'orientation (002). La température T_s de $300^{\circ}C$ est optimale puisqu'elle offre la plus faible dispersion d'orientation des grains (FWHM de $3,7^{\circ}$ pour la *rocking curve* de l'orientation (002)) (figure 2.23b).

Température	Température	Pression	FWHM
de consigne T_c (° C)	du substrat T_s (°C)	$(10^{-3}mbar)$	$(^{\circ})$
300	170	3	6,9
400	240	3	/
500	300	3	3,7
550	330	3	5
600	360	3	6
500	300	6	/
500	300	8	
500	300	10	/

TABLEAU 2.2 – Récapitulatif des principaux dépôts de ZnO réalisés sur LN-Y128



FIGURE 2.23 – Analyses DRX de la systématique en température pour un dépôt de ZnO à une pression fixe de $3 \times 10^{-3} mbar$: (a) Configuration θ -2 θ (ne pas comparer les angles 2θ) (b) Tracé rocking curve de l'orientation (002) pour $T_s = 300^{\circ}C$

La figure 2.24 correspond aux diagrammes θ -2 θ des différentes pressions étudiées à $T_s = 300^{\circ}C$. Pour une valeur de $3 \times 10^{-3} mbar$, la famille de plans (002) est privilégiée puisque le nombre de pics est réduit. Cela confirme qu'une faible pression conduit à une meilleure cristallisation.

Le couple $(300^{\circ}C, 3 \times 10^{-3} \, mbar)$ semble donc prometteur pour l'application SAW. La micrographie MET de cet échantillon montre la croissance colonnaire du film (figure 2.25a). Plus précisément, les colonnes sont fines à la base et s'élargissent au cours de la croissance (jusqu'à $300 \, nm$). La naissance des colonnes est d'ailleurs visible sur l'image haute résolution (figure 2.25b). Enfin, l'homogénéité chimique du film est vérifiée par la cartographie X (figure 2.26).



FIGURE 2.24 – Analyses DRX de la systématique en pression pour un dépôt de ZnO à une température fixe de $300^{\circ}C$: Configuration θ -2 θ (ne pas comparer les angles 2θ)



FIGURE 2.25 – Analyse du dépôt à $T_s=300^\circ C$ sur LN-Y128 (a) Micrographie MET (b) Image haute résolution



FIGURE 2.26 – Cartographie X élémentaire du dépôt de ZnO à $T_s=300^\circ C$ sur LN-Y128

Ces dépôts optimisés n'ont cependant pas été utilisés dans la suite de ce chapitre puisqu'il s'agissait d'une étude ultérieure aux caractérisations de la structure tricouche AlN/ZnO/LN-Y128.

2.5 Les caractérisations électriques

2.5.1 Les grandeurs d'intérêt

Les dispositifs sont caractérisés par les paramètres S (Scattering parameters). Dans le cas de la configuration de type résonateur, le paramètre $|S_{11}|$ est relevé. Cette grandeur, exprimée en dB, permet de conclure sur l'adaptation d'impédance par rapport à la référence 50 Ω . La donnée de S_{11} donne également accès à l'admittance Y_{11} , exprimée en Siemens (S). Cette dernière permet non seulement d'identifier la fréquence propre du dispositif mais est également utile au calcul du coefficient de couplage K^2 et du facteur de qualité Q qui caractérisent le système.

Par définition,

$$S_{11} = \frac{Z_{11} - Z_0}{Z_{11} + Z_0} \tag{2.1}$$

avec Z_{11} l'impédance du dispositif et Z_0 la référence fixée à 50 Ω . Ainsi,

$$Z_{11} = \frac{Z_0(S_{11}+1)}{(1-S_{11})} \tag{2.2}$$

Or, $Y_{11} = \frac{1}{Z_{11}}$, d'où

$$Y_{11} = \frac{(1 - S_{11})}{Z_0(S_{11} + 1)} \tag{2.3}$$

En développant $S_{11} = a + ib$, il en résulte que:

$$Y_{11} = \frac{1 - a^2 - b^2}{Z_0 \left[(a+1)^2 + b^2 \right]} + i \frac{-2b}{Z_0 \left[(a+1)^2 + b^2 \right]}$$
(2.4)

Ainsi, par identification dans 2.4:

$$\Re(Y_{11}) = \frac{1 - a^2 - b^2}{Z_0 \left[(a+1)^2 + b^2 \right]} \text{ et } \Im(Y_{11}) = \frac{-2b}{Z_0 \left[(a+1)^2 + b^2 \right]}$$
(2.5)

La valeur de Q est alors déterminée à partir du tracé de $\Re(Y_{11})$ et de l'expression $Q = \frac{f_0}{\Delta f}$ où f_0 représente la fréquence de résonance et Δf la largeur du pic à mi-hauteur.

Le tracé de $|Y_{11}|$ est utilisé pour identifier les fréquences de résonance et d'antirésonance, et ainsi calculer la valeur du coefficient de couplage selon $K^2 = 2\left(\frac{f_a - f_r}{f_r}\right)$.

2.5.2 Le système de caractérisation ex-situ sous pointes

Les mesures fréquentielles ont été réalisées à l'aide d'un banc de mesure sous pointes (PM5 SUSS MicroTec), lui-même relié à un analyseur de réseau (VNA Agilent-N5230A) comme illustré sur la figure 2.27. L'installation permet également de déterminer le TCF de la structure grâce au support chauffant (jusqu'à $60^{\circ}C$).



FIGURE 2.27 – Banc de mesure sous pointes utilisé dans le cadre de cette thèse

2.5.3 La configuration des zones de connexion

Plusieurs géométries des zones de connexion ont été testées afin de faciliter la prise de contact lors des caractérisations électriques. En effet, il est préférable d'avoir les deux accès du même côté du dispositif de façon à pouvoir le caractériser en présence d'une perturbation de surface (type élastomère) sur les IDTs (zone active du dispositif) et ainsi tester le confinement de l'onde. La mesure est d'autant plus facile à réaliser que les zones de contact sont loin des IDTs. L'éloignement par rapport aux IDTs permet également de simplifier l'étape de masquage physique nécessaire avant un dépôt (se référer à la section 2.5.4). La configuration (d) de la figure 2.28 semble alors adaptée. En revanche, la longueur des accès induit des pertes et des impédances parasites. La figure 2.29 illustre la différence de signal entre une mesure proche et éloignée sur les zones de contact. La contribution de cette impédance parasite pourrait être retirée des mesures par « épluchage » ou « de-embedding ». Pour une utilisation à plus court terme, la configuration (e) avec des accès réduits a été préférée.



FIGURE 2.28 – Différentes géométries du résonateur synchrone testées au cours de cette thèse



FIGURE 2.29 – Influence des lignes d'accès lors d'une caractérisation électrique d'un dispositif en configuration (d) (électrodes en aluminium réalisées sur LN-Y128)

2.5.4 Le masquage des zones de connexion

Afin d'assurer les caractérisations des structures multicouches, il est essentiel de protéger les zones de connexion avant tout dépôt. Une solution classique consiste à utiliser un procédé de lithographie pour créer un motif protecteur en résine. Cette méthode n'a cependant pas été retenue en raison des inconvénients qu'elle présente (incompatibilité de certaines résines avec les températures de dépôt, réalisation de masques, etc.). D'autres techniques ont donc été utilisées.

La méthode des balls

Pour la structure AlN/ZnO/IDT(Au/Ti)/LN-Y128, une première méthode dite des *balls* a été proposée par le Pr. S. Zhgoon. L'idée est de fixer sur les zones de contact deux billes en or

issues du principe de microcâblage appelé *ball-bonding*. Espacées de $1500 \,\mu m$, elles offrent aux pointes de type GS (*Ground-Signal*), la possibilité de traverser les couches minces et donc de reprendre contact avec l'électrode (figure 2.30). Cette technique peut s'utiliser sur des zones de connexion relativement petites et proches des IDTs. De plus, elle est adaptée à des températures de dépôt élevées (température du substrat supérieures à $400^{\circ}C$). En revanche, elle impose une très bonne adhésion de la couche métallique au substrat. La force appliquée par l'outil de microcâblage risque d'arracher le métal au point d'impact. Le nombre de mesures est également limité (généralement entre 2 et 5) puisque la bille finit par se décoller de l'électrode. Enfin, l'utilisation d'électrodes en aluminium est à proscrire en raison du risque de formation du composé de la peste pourpre (lors d'un dépôt à haute température par exemple). C'est notamment pour cette raison qu'une métallisation en or avait été retenue pour cette étude. Les billes réalisées sont illustrées dans la figure 2.31.



FIGURE 2.30 – Schéma de principe de la technique de masquage des balls (vue en coupe)



FIGURE 2.31 – Réalisation expérimentale de la technique *des balls* : (a) Vue d'ensemble du dispositif (b) Micrographie MEB d'une bille

L'utilisation du Kapton et du tantale

Dans le cas d'électrodes en aluminium ou d'une mauvaise adhérence de la métallisation au substrat, d'autres techniques ont été préférées. Un masquage physique à l'aide de feuilles de Kapton d'épaisseur 75 μm et d'un adhésif en Kapton a été utilisé (figure 2.32a). Avec ce principe, le nombre de mesure n'est pas limité puisque la zone protégée est relativement grande. En revanche, la manipulation des morceaux de Kapton de taille millimétrique est fastidieuse. De plus, si ces derniers sont trop grands, ils « gondolent » au moment du dépôt et ne remplissent plus leur rôle de protection. La colle du Kapton adhésif limite également les dépôts à une température de 300°C. Plus les zones de contact sont grandes et éloignées des IDTs, plus le masquage physique est facile. Ce type de configuration dégrade cependant la qualité du signal (se référer à la figure 2.29). Un compromis est donc nécessaire.

Pour les dépôts à plus haute température (entre $400^{\circ}C$ et $600^{\circ}C$) avec une mauvaise adhérence de la métallisation, une technique de masquage avec de fines lamelles de tantale ($25 \, \mu m$ d'épaisseur) a été imaginée. Elles sont maintenues avec des fils d'aluminium issus de la technique de microcâblage appelée *wedge-bonding* (figure 2.32b). Ce montage est relativement long et minutieux et peut endommager le substrat (par les soudures en aluminium).

Chaque technique présente donc ses avantages et ses inconvénients. Les contraintes sont donc à prendre en compte dès le choix des matériaux et du motif du dispositif SAW. Ces méthodes restent pertinentes pour la validation des concepts en laboratoire mais n'ont pas vocation à être utilisées à l'échelle industrielle.



FIGURE 2.32 – Techniques de masquage physique : (a) Avec des feuilles de Kapton (b) Avec des lamelles de tantale

2.5.5 Les mesures de la structure AlN/ZnO/LN-Y128

L'identification des ondes

La figure 2.33a correspond aux tracés expérimentaux de l'admittance $|Y_{11}|$ à différents stades de fabrication de la structure AlN/ZnO/LN-Y128. Les comportements observés sont tout à fait similaires à ceux obtenus numériquement. Les différents types d'ondes ont d'ailleurs été déterminés par identification avec la figure 2.5 de la section 2.2.2. Ainsi, il a été vérifié expérimentalement que l'ajout des couches de ZnO et d'AlN a pour conséquence un décalage fréquentiel. En effet, après le dépôt de ZnO, la vitesse de propagation de l'onde de Rayleigh est ralentie par la présence de cette couche dite « lente » par rapport au substrat (pour rappel $v_{ZnO} < v_{LN-Y128}$). De même, avec la couche d'AlN dite « rapide » ($v_{AlN} > v_{ZnO}$), la vitesse est augmentée, impliquant un décalage vers les fréquences plus hautes.

La qualité des signaux empêche une estimation précise des valeurs de Q et K^2 . Une approximation des fréquences de résonance et d'antirésonance conduit à des valeurs de facteur de couplage prometteuses. Elles semblent supérieures à 6% et s'expliquent en partie par la présence du LN-Y128 dans les empilements. A produit $Q \times K^2$ constant, il en résulte des valeurs du facteur de qualité relativement faibles pour assurer une haute sensibilité lors d'une interrogation à distance. Cependant, en traçant le coefficient de réflexion $|S_{11}|$ de la structure tricouche, il s'avère que le mode WLAW est particulièrement bien adapté à 50 Ω (pic à -25 dB sur la figure 2.33b). La connexion à des antennes de même impédance est donc envisageable.



FIGURE 2.33 – (a) Evolution expérimentale de l'admittance $|Y_{11}|$ à différentes étapes de fabrication (b) Coefficient de réflexion $|S_{11}|$ du dispositif AlN/ZnO/LN-Y128

La preuve du confinement

Rappelons que l'un des objectifs est d'obtenir une structure autoprotégée à partir du tricouche AlN/ZnO/LN-Y128. Pour vérifier que les dépôts de ZnO et d'AlN jouent bien le rôle de couches protectrices et assurent le confinement de l'onde WLAW, la structure a été testée en situation de perturbation. Le système est considéré comme autoprotégé lorsque le signal $|S_{11}|$ ne subit aucune modification en présence d'une perturbation de surface. Ici, l'élastomère Solaris dont les propriétés élastiques sont similaires à celles de la peau, a été retenu comme perturbateur (figure 2.34). Ce test est particulièrement pertinent puisqu'à plus long terme le dispositif sera directement déposé sur la peau. Celle-ci ne doit donc pas altérer le signal.



 $\label{eq:FIGURE 2.34-Mesure des paramètres S d'un dispositif AlN/ZnO/IDT(Au/Ti)/LN-128 avec l'élastomère Solaris en guise de perturbateur$

La figure 2.35 illustre les mesures du paramètre S_{11} avec et sans Solaris en fonction de l'épaisseur d'AlN déposée. En l'absence d'AlN, le Solaris perturbe fortement l'onde de Rayleigh qui se propage encore en surface (graphe du haut). Avec 6 μm d'AlN, l'onde située aux alentours de 800 *MHz* ne diffère pas en présence du Solaris. Elle est bien confinée dans la structure tricouche et peut donc être qualifiée d'onde WLAW (graphe du centre). Ce comportement est tout à fait conforme aux simulations numériques de la section 2.2. Une analyse plus précise de la courbe $|S_{11}|$ a également permis de mettre en évidence un mode non confiné à plus haute fréquence. Il faut une épaisseur d'AlN supérieure (8 μm) pour assurer son confinement (graphe du bas).

A ce stade, il a donc été démontré que la structure $AlN(6 \mu m)/ZnO(2 \mu m)/IDT(Au/Ti)/LN-$ Y128 est autoprotégée. De plus, si l'épaisseur d'AlN est bien choisie, il est possible d'obtenir une structure mixte (un mode confiné et d'autres modes non confinés). Cette propriété est alors particulièrement intéressante pour le développement de capteurs multifonctions. Pour conserver une certaine marge dans la réalisation expérimentale, les structures étudiées dans les chapitres suivants ont été réalisées avec $8 \,\mu m$ d'AlN.



FIGURE 2.35 – Tracé des paramètres S pour différentes épaisseurs d'AlN : vérification expérimentale du confinement de l'onde WLAW

La sensibilité en température

L'autre objectif majeur de la structure tricouche AlN/ZnO/LN-Y128 est de démontrer sa sensibilité en température, afin de l'utiliser comme capteur de température. La structure a donc été caractérisée entre 20 et $60^{\circ}C$ et les variations de fréquence associées sont données dans la figure 2.36a. D'après l'expression du TCF, cette valeur est donnée par la pente des courbes de la figure 2.36b. La valeur de $-78 ppm/^{\circ}C$ a été obtenue expérimentalement sur le substrat nu et est tout à fait conforme avec la valeur de $-75 ppm/^{\circ}C$ reportée dans la littérature. Pour la structure globale, une valeur élevée de $-106 ppm/^{\circ}C$ a été mesurée. Ainsi, un dispositif fonctionnant à 868 MHz avec un TCF de $-106 ppm/^{\circ}C$ peut avoir une précision de $0,01^{\circ}C$ sur la mesure en température si une variation de fréquence de 1 kHz est détectable. La limite de détection est généralement imposée par l'électronique de mesure. Le facteur de qualité joue également sur cette détection : plus il est élevé, plus la mesure est précise.

La mesure expérimentale conduit donc à un très bon TCF pour la structure tricouche. En revanche, la valeur de $-106 \, ppm/^{\circ}C$ reste difficile à interpréter puisqu'elle est inférieure aux

valeurs de TCF du LN-Y128, du ZnO et de l'AlN qui sont respectivement de $-75 ppm/^{\circ}C$, $-40 ppm/^{\circ}C$ et $-19 ppm/^{\circ}C$. Les contraintes initiales dans les couches et la mécanique de dilatation du tricouche jouent certainement un rôle. Il s'agit d'un problème complexe qui n'a pas été abordé dans cette thèse.



FIGURE 2.36 – Sensibilité en température: (a) Coefficient de réflexion $|S_{11}|$ entre 20 et 60°C (b) Variations de fréquences en fonction de la température

2.6 Conclusion du chapitre

Dans ce chapitre une étude complète de la structure AlN/ZnO/IDT(Au/Ti)/LN-Y128 a été réalisée. Elle comprend la modélisation, la réalisation et les caractérisations. Ces travaux ont été valorisés dans [158, 159].

Après une justification du choix des matériaux et de la configuration, un modèle *Comsol Multiphysics* a été établi afin d'orienter les choix expérimentaux. Il a notamment permis d'identifier les ondes générées dans la structure et de déterminer les épaisseurs adéquates des couches supérieures. Ainsi, il a été démontré que les épaisseurs de $2 \mu m$ de ZnO et $6 \mu m$ d'AlN assurent le confinement d'une onde WLAW.

La réalisation expérimentale s'est ensuite décomposée en deux grandes étapes : la fabrication des IDTs grâce aux procédés de lithographie et de gravure, et le dépôt des couches protectrices par pulvérisation cathodique. Les caractérisations structurales (MEB, MET, DRX, EDS et AFM) et électriques (analyseur de réseau, avec et sans perturbateur de surface et en température) permettent de conclure quant à la faisabilité de la structure WLAW AlN/ZnO/LN-Y128.

Le confinement prédit numériquement a ainsi été vérifié expérimentalement en présence d'un perturbateur acoustique (élastomère). De plus, la forte sensibilité en température (-106 $ppm/^{\circ}C$) observée a permis de confirmer l'intérêt de cette structure en tant que capteur de température. Une étape importante du projet a donc été validée avec succès.

L'objectif final est, rappelons-le, d'associer un dispositif WLAW ultrafin à des antennes ultrasouples afin d'obtenir un capteur de température interrogeable à distance et directement « imprimable » sur la peau. Or, à ce stade, certains éléments peuvent être discutés :

- la synthèse d'un empilement de couches minces épaisses présente des challenges
- les facteurs de couplage des structures multicouches sont élevés grâce à la présence du LN-Y128. Il s'agit d'une très bonne opportunité pour la réalisation de structures de type ID-tag. A l'inverse, les facteurs de qualité qui sont associés sont faibles et limitent donc l'interrogation à distance des configurations de type résonateur.

Ainsi, les chapitres suivants sont consacrés à l'optimisation des structures WLAW (couches, design) et à leur interrogation à distance.

3. Vers des structures à ondes confinées optimisées

Le chapitre précédent a montré la pertinence de la structure AlN/ZnO/LN-Y128 pour le développement d'un capteur de température « imprimable » sur la peau. En plus d'être sensible à la température, la structure est aussi autoprotégée et sans batterie grâce à l'association de la technologie SAW et du principe WLAW. Cette première preuve de concept présente cependant de multiples variantes et des optimisations en terme de type de structure, de choix et de qualité des matériaux sont possibles. Certaines d'entre elles ont été étudiées et sont présentées dans ce chapitre.

L'objectif commun à ces modifications de structure est l'amélioration des performances du dispositif WLAW avec notamment la minimisation des pertes de propagation. L'idée est d'obtenir une meilleure qualité de signal et ainsi atteindre des distances d'interrogation satisfaisantes pour l'application visée. Des capteurs de type ligne à retard identifiables ont également été proposés.

Les premières optimisations se sont portées sur le choix et la qualité des couches formant le WLAW. En effet, grâce à sa vitesse particulièrement élevée, le **diamant** a été envisagé pour remplacer la couche supérieure d'AlN.

Pour aller plus loin, des structures **bicouches** plutôt que tricouches ont également été étudiées. Cette approche permet de relaxer significativement la contrainte sur le développement de l'empilement de couches minces de qualité.

Les structures développées jusqu'ici présentent des coefficients de couplage élevés. Elles sont donc particulièrement adaptées pour des capteurs de type ligne à retard avec identification (ID-tags). Dans cette sous-partie, **une structure originale à base d'IDTs connectés** est introduite et comparée avec la configuration traditionnelle des lignes à retard réflectives. Une autre amélioration possible est **l'amincissement** du substrat afin d'obtenir un dispositif ultrafin. Rappelons que l'objectif final est la réalisation d'un dispositif « tatoué » sur la peau, c'est-à-dire ultrafin et ultrasouple. L'utilisation de membranes de LN-Y128 puis de *wafers* amincis autosupportés a donc été envisagée.

Enfin, une autre coupe du niobate de lithium est introduite. Si la coupe Y+128° du niobate de lithium a été initialement choisie pour anticiper la réalisation des structures à identification (ID-tags), la coupe **LN-Z** offre un fort potentiel pour obtenir des résonateurs à fort facteur de qualité. Leur implémentation sans fil sera traitée au chapitre 4.

3.1 La structure Diamant/ZnO/LN-Y128

3.1.1 L'intérêt du diamant

L'utilisation du diamant dans les structures multicouches a déjà été évoquée au chapitre 1. En effet, en raison de sa vitesse acoustique élevée $(11000 \ m/s)$ pour une onde de Rayleigh)[160], le diamant est particulièrement intéressant en tant que substrat pour atteindre des fréquences de fonctionnement supérieures au gigahertz, et ce, en relâchant les contraintes liées aux procédés de lithographie et de gravure. En revanche, pour combler son absence de propriétés piézoélectriques, il doit être associé à des films minces piézoélectriques (AlN, ZnO ou même LiNbO₃ [161]). Ainsi, des structures AlN/Diamant [162] ou ZnO/Diamant [163] ont été étudiées numériquement puis expérimentalement et semblent prometteuses pour les applications SAW. La faisabilité de la structure WLAW AlN/ZnO/Diamant a également été démontrée [164, 165].

La croissance du diamant de synthèse par CVD se fait habituellement sur un substrat de silicium. Leurs coefficients d'expansion thermique étant relativement proches, les contraintes du film sont ainsi minimisées. Les dépôts peuvent être réalisés sur de grandes surfaces et sont généralement polycristallins de croissance colonnaire. En revanche, la rugosité de surface est très importante et s'avère défavorable à la réalisation des dispositifs SAW. En effet, la fabrication des électrodes ou le dépôt d'une couche mince piézoélectrique devient difficile. De plus, les pertes de propagation à l'interface sont importantes [166]. Un polissage mécanique est donc généralement réalisé [167]. Cette étape fastidieuse (notamment à cause de la dureté du diamant), peut toutefois être évitée en utilisant la méthode de croissance CVD autosupportée proposée par O. Elmazria et al. L'idée est de graver le silicium après le dépôt afin de libérer l'interface avec le diamant. Cette surface lisse sert ensuite de base pour la croissance d'une couche piézoélectrique [168]. Le principe peut encore être amélioré en effectuant une croissance du diamant en deux étapes de façon à générer deux couches de qualité différente [169]. La première, très fine $(25 \,\mu m)$ et de haute qualité cristalline, permet d'assurer les bonnes performances du dispositif SAW. La deuxième, plus épaisse $(100 \,\mu m)$ sert de support et ne nécessite donc pas d'optimisation particulière.

Une autre solution pour éviter le polissage est la croissance de diamant nanocristallin (NCD pour *Nanocrystalline Diamond*) par germination afin d'obtenir des cristaux nanométriques. Cette technique conduit à une faible rugosité de surface, et ce, quelle que soit l'épaisseur déposée.

En revanche, en raison de la faible résistivité de surface, il n'est pas conseillé de réaliser les IDTs directement en surface du diamant. Il est préférable d'intercaler une couche piézoélectrique.

Dans les méthodes et structures abordées jusqu'ici, le diamant joue le rôle de substrat. Les techniques de croissance qui lui sont associées utilisent des mélanges de gaz Ar/CH_4 , $Ar/H_2/CH_4$ et H_2/CH_4 à des températures comprises entre 800 et 1000°C. Elles empêchent donc l'utilisation du diamant en tant que couche mince sur certains substrats (perte des propriétés piézoélectriques, oxydation, etc.). Seuls les substrats présentant une grande stabilité thermique comme la langasite, peuvent être envisagés. L'étude essentiellement numérique de M. El Hakiki *et al.* a montré une augmentation significative des vitesses et du couplage électromécanique lorsqu'une couche mince est déposée sur un substrat de LGS [170]. Les hautes températures limitent également les dépôts après la fabrication des IDTs (dégradation des électrodes). En réduisant la température de croissance à 500°C, D. Mukherjee *et al.* ont déposé des films de NCD sur des SAW commerciaux à base de niobate de lithium. Si les propriétés piézoélectriques du substrat ont été conservées, le signal a été atténué de 20 dB. De plus, les fréquences de fonctionnement n'ont pas été augmentées puisque le dépôt est délaminé entre les doigts [166].

La croissance du diamant nanocristallin à basse température ($<400^{\circ}C$) permet alors de contourner les limitations de la CVD classique et offre ainsi de nouvelles perspectives. Une synthèse à 250°C a été mise en évidence par B. Baudrillart *et al.* en utilisant un mélange de gaz H₂/CH₄/CO₂ [171].

3.1.2 Le diamant comme couche supérieure du tricouche WLAW

L'idée est d'utiliser le diamant comme couche protectrice « rapide » dans la structure WLAW. Ainsi, l'empilement Diamant/ZnO/LN-Y128 a été étudié numériquement à l'aide du logiciel *Comsol Multiphysics*. Dans un premier temps, l'épaisseur de ZnO a été fixée à 2 μm afin de comparer les résultats à ceux de la configuration AlN(6 μm)/ZnO(2 μm)/LN-Y128 présentés dans le chapitre 2. De plus, un fonctionnement dans la bande fréquentielle à 868 *MHz* a également été visé ici ($\lambda = 4, 4 \mu m$). La couche de diamant a ensuite été augmentée progressivement de façon à déterminer l'épaisseur minimale nécessaire au confinement de l'onde WLAW. Comme pour la structure AlN/ZnO/LN-Y128, le critère de confinement des 1% a été retenu.

Les courbes de déplacement de la figure 3.1 montrent qu'une épaisseur de $2,5 \,\mu m$ de diamant est suffisante pour confiner l'onde WLAW. Cette valeur, bien inférieure aux $6 \,\mu m$ d'AlN, justifie *a priori* l'intérêt du diamant. En effet, pour les réalisations expérimentales (notamment en matière de qualité de croissance), il est préférable de minimiser les épaisseurs de dépôt. De plus, en observant les déplacements 2D (figure 3.1 à droite), l'onde est située davantage dans le substrat par rapport à la structure avec AlN où le déplacement se fait majoritairement dans la couche de ZnO. Cette différence de localisation peut s'expliquer par la dureté du diamant (supérieure à celle de l'AlN) qui permet de « repousser » l'onde dans le substrat. Le niobate de lithium étant monocristallin (contrairement au dépôt de ZnO réalisé par pulvérisation cathodique magnétron), les pertes de propagation sont donc certainement plus faibles dans la structure avec diamant. Il s'agit là encore d'un avantage lié à l'utilisation du diamant.



 $\label{eq:FIGURE 3.1-Deplacement particulaire total (représentation 1D à gauche et 2D à droite) dans une structure tricouche en fonction de l'épaisseur de NCD ou d'AlN$

Dans un deuxième temps, un travail d'optimisation similaire à celui effectué avec la structure AlN/ZnO/LN-Y128 a été réalisé. L'épaisseur de diamant à été fixée à 2,5 μm afin d'assurer le confinement de l'onde, et celle de ZnO a été augmentée progressivement de 600 nm à 4 μm . L'objectif est de déterminer la valeur de ZnO permettant de maximiser le déplacement de l'onde dans le substrat, tout en conservant une valeur de K^2 acceptable. La figure 3.2 montre que l'épaisseur de 1,2 μm de ZnO génère une onde WLAW confinée et majoritairement localisée dans le LN-Y128. De plus, la valeur de $K^2 = 3,9\%$ qui lui est associée reste élevée pour une éventuelle utilisation en configuration ID-tag.



FIGURE 3.2 – Influence de l'épaisseur de ZnO dans la structure NCD/ZnO/LN-Y128 (a) Evolution du K^2 en fonction de l'épaisseur de ZnO (b) Déplacement particulaire selon Z en 2D

3.1.3 Les résultats expérimentaux

La technique de dépôt

Les dépôts ont été réalisés par F. Bénédic *et al.* au sein du LSPM (Laboratoire des Sciences des Procédés et des Matériaux, UPR 3407 CNRS) dans le cadre d'une collaboration. Pour la synthèse des films de diamant nanocristallin, un réacteur à plasma micro-onde fonctionnant à des pressions inférieures au millibar et utilisant un mélange gazeux de $H_2/CH_4/CO_2$ a été utilisé. Par rapport aux réacteurs à sources micro-ondes matricielles conventionnels (MPACVD), la présence de CO₂ facilite la gravure des phases non-diamant qui peuvent se déposer. Le CO₂ permet également de réduire l'énergie d'activation ¹ nécessaire pour la croissance du diamant et donc de diminuer la température du substrat. Pour assurer l'homogénéité du plasma, la puissance injectée par le générateur micro-onde est répartie sur 16 sources disposées en matrice, comme illustré sur la figure 3.3. Un autre avantage de la machine est la croissance de films de grandes surfaces en des temps satisfaisants (moyenne de 35 nm/h sur silicium).

Le processus de croissance commence par une étape « d'ensemencement » (seeding) à partir d'une solution de nanocristaux de diamant. Chacun des nanocristaux, déposé par la méthode de centrifugation (spin-coating), sert de site de germination. L'échantillon est ensuite placé dans l'enceinte sous vide et mis en contact avec le plasma de $H_2/CH_4/CO_2$ dans les proportions classiques de 96,4%/2,6%/1% respectivement. Les paramètres de pression et de puissance sont

^{1.} Energie de nature thermique apportée à un système pour qu'une réaction chimique ait lieu.


FIGURE 3.3 – Réacteur du LSPM utilisé pour les dépôts de diamant

ajustés afin d'optimiser la qualité du dépôt. La température est fixée à $250^{\circ}C$ à l'aide d'un correcteur PID².

Les films réalisés ont été caractérisés par spectroscopie Raman³. L'apparition du pic à $1332 \, cm^{-1}$ est caractéristique de la phase diamant [172]. Plus la croissance est ordonnée, plus la largeur à mi-hauteur est petite et donc plus le pic est fin. Le MEB a également été utilisé pour estimer la taille des grains en surface. Enfin, les épaisseurs déposées ont été déterminées par différentes méthodes : interférométrie, réflectométrie et prise de masse.

Les dépôts sur ZnO/Si

Si les dépôts sur silicium sont bien maitrisés par le LSPM, la difficulté ici réside dans l'utilisation d'un substrat bicouche à base du ZnO. En effet, la nature de la couche supérieure joue un rôle essentiel sur les paramètres et la qualité du dépôt. Les premiers tests ont été réalisés sur des films de ZnO $(2 \mu m)$ déposés par pulvérisation cathodique magnétron sur des *wafers* de silicium (selon les paramètres du tableau 2.1). La figure 3.4 correspond aux micrographies MEB du dépôt de diamant obtenu. Les clichés montrent la continuité du film, l'absence de délamination et l'uniformité de la taille des grains. En revanche, l'estimation de l'épaisseur du film par la méthode de la prise de masse a conduit à une valeur négative. Autrement dit, une perte de masse est survenue. Etant donné que le dépôt de diamant a bien eu lieu, ce phénomène peut s'expliquer par une gravure de la couche de ZnO. Les spectres Raman de l'échantillon

^{2.} Proportionel, Intégral, Dérivé.

^{3.} Méthode de caractérisation non destructive basée sur l'analyse des photons suite à l'interaction entre l'échantillon et le faisceau monochromatique. Plus exactement, c'est la différence de fréquence entre le faisceau émis et les photons diffusés qui renseigne sur la nature de l'élément chimique.

confirment la présence de NCD, notamment avec le pic caractéristique à $1332 \ cm^{-1}$. En revanche, les pics caractéristiques du ZnO (notamment à $1150 \ cm^{-1}$ [173]) ne sont pas identifiables sur les graphes. De plus, aucune famille de plan caractéristique du ZnO n'est visible sur les diagrammes DRX (figure 3.5). L'hypothèse de l'absence de ZnO après le dépôt de diamant a donc été vérifiée et s'explique par une compétition entre le phénomène de gravure du ZnO et celui du dépôt de diamant.



FIGURE 3.4 – Micrographies MEB d'un dépôt de NCD basse température $(250^{\circ}C)$ sur ZnO/Si



FIGURE 3.5 – Analyse DRX d'un dépôt de NCD basse température $(250^{\circ}C)$ sur ZnO/Si

Il devient alors indispensable de protéger la couche de ZnO réalisée en amont du NCD. Pour ce faire, différents protocoles ont été testés :

- un dépôt de ZnO sans chauffage intentionnel pour limiter les contraintes de la couche et ainsi éviter une délamination lors du dépôt de NCD
- -- une puissance micro-onde plus faible afin de rendre le plasma de NCD moins « agressif »
- une modification des pourcentages des espèces gazeuses (augmentation du CH_4 et diminution du CO_2) afin de diminuer les espèces de gravure lors du dépôt de NCD

Ces différents essais n'ont cependant pas été concluants puisqu'une perte de masse a systématiquement été observée. Ces résultats sont cohérents avec la faible stabilité du ZnO face aux attaques chimiques observées par ailleurs.

Le dépôt d'une couche protectrice d'AlN a alors été envisagé. En plus d'assurer la protection du ZnO, l'AlN permet de débuter le confinement de l'onde et par conséquent, de réduire l'épaisseur de diamant nécessaire. La couche d'AlN doit cependant rester suffisamment fine pour ne pas remettre en question l'intérêt du diamant. Avec 150 nm d'AlN, les résultats sont prometteurs. La vue du dessus de la figure 3.6a, témoigne de la présence du dépôt de NCD et plus précisément de la continuité du film. Sur la vue en coupe (figure 3.6b), il est possible d'observer l'intégralité de la couche de ZnO protégée par l'AlN. La présence de ZnO est encore confirmée par les analyses DRX données en figure 3.7.



FIGURE 3.6 – Micrographies MEB d'un dépot de NCD basse température (250°C) sur AlN/ZnO/Si: (a) Vue du dessus (b) Vue en coupe



FIGURE 3.7 – Analyse DRX d'un dépôt de NCD basse température $(250^{\circ}C)$ sur AlN/ZnO/Si

Les dépôts sur ZnO/LN-Y128

L'étape suivante consiste à remplacer le substrat de silicium par le niobate de lithium. Pour viser des épaisseurs de NCD plus importantes, et donc des temps de dépôt plus long, une épaisseur d'AlN supérieure (300 nm) a été déposée. Là encore, les résultats sont prometteurs puisqu'un film homogène de NCD est visible sur la figure 3.8a. La présence de contraintes dans la structure est cependant mise en évidence par le décalage des pics de diffractions (figure 3.8b).



FIGURE 3.8 – Dépôt de NCD basse température (250°C) sur AlN/ZnO/LN-Y128: (a) Micrographie MEB (b) Analyse DRX

Les dépôts sur IDTs

Pour viser une utilisation du diamant dans les structures WLAW, des dépôts localisés ont été réalisés sur des doigts interdigités (figure 3.9). Les craquelures observées dans la figure 3.10a témoignent cependant d'une délamination du film au niveau des IDTs. Ce phénomène provient en partie de la distribution inhomogène et en relief des sites de germination lors de l'enduction. La topographie de surface montre en effet que la forme des IDTs se distingue toujours, et ce, même après les dépôts successifs de ZnO, d'AlN et de NCD (figure 3.10b). Ce relief est donc probablement responsable d'une répartition inégale des particules de NCD. Cette question est à approfondir pour les futurs dépôts. Les principaux dépôts de NCD et leurs caractéristiques sont résumés dans le tableau 3.1.



FIGURE 3.9 – Micrographies MEB d'un dépôt de NCD basse température (250°C) sur AlN/ZnO/IDT/LN-Y128



FIGURE 3.10 – Analyse d'un dépôt de NCD basse température $(250^{\circ}C)$ sur AlN/ZnO/IDT/LN-Y128: (a) Micrographies MEB des craquelures (b) Topographie de surface

Substrat	Temps	Epaisseur de	Rugosité	Taille des	Gravure
	(h)	NCD (nm)	(nm)	grains (nm)	du ZnO
ZnO/Si	4	/	33	10	oui
AlN(150nm)/ZnO/Si	6	250	10	13	non
AlN(300nm)/ZnO/LN-Y128	7	300	19	16	non
AlN(300nm)/ZnO/IDT/LN-Y128	3	/	/	/	non

TABLEAU 3.1 – Récapitulatif des principaux dépôts de NCD

Discussion : La faisabilité d'un dépôt de NCD à basse température sur des dispositifs SAW a été démontrée. Néanmoins, plusieurs études d'optimisation sont encore nécessaires avant d'obtenir un dispositif WLAW fonctionnel basé sur la structure NCD/ZnO/LN-Y128. De plus,

la délamination du film compromet les dépôts d'épaisseurs supérieures. Jusqu'à présent, des dépôts de quelques centaines de nanomètres ont été réalisés. Or, la simulation prévoit un dépôt de $2,5 \,\mu m$ de diamant pour assurer le confinement de l'onde WLAW aux alentours de la bande à 868 MHz. Pour des fréquences plus hautes, cette épaisseur pourrait être réduite à l'ordre du micromètre ce qui semble envisageable expérimentalement. Enfin, l'utilisation du diamant implique de rester attentif aux vitesses des ondes de la structure globale. En effet, au vu de la vitesse élevée du diamant, elles peuvent se rapprocher des vitesses des ondes de volume, auquel cas il ne sera plus possible de parler de confinement dans une structure WLAW.

3.2 Les IDTs connectés pour les applications d'identification

Jusqu'à présent, les dispositifs ont été étudiés en configuration résonateur synchrone pour des raisons de simplicité. En revanche, comme cela a déjà été évoqué, une finalité à plus long terme du projet est l'utilisation des dispositifs WLAW en configuration ID-tag pour les détections multiples. En effet, la température doit pouvoir se mesurer simultanément à différents endroits du corps humain. D'où la nécessité de différencier les dispositifs à l'aide d'un code obtenu par le nombre et la position des réflecteurs. Les structures WLAW ne semblent cependant pas adaptées à la configuration ID-tag. L'ajout des couches protectrices génère de fortes pertes de propagation et l'onde risque donc d'être significativement atténuée avant d'arriver aux réflecteurs. Ainsi, dans la perspective d'optimiser les configurations ID-tags, une structure originale permettant d'améliorer le niveau du signal réfléchi a été proposée : le concept à IDTs connectés. Il est à noter que les forts coefficients de couplage des structures basées sur LN-Y128 sont particulièrement adaptés ici.

3.2.1 La preuve de concept

L'idée est de remplacer la configuration classique des ID-tags (c'est-à-dire un IDT et plusieurs réflecteurs) par une série d'IDTs connectés comme représenté sur la figure 3.11. Au mieux des connaissances de l'auteur, des configurations à IDTs connectés plus ou moins similaires ont déjà été mentionnées mais n'ont pas encore été utilisées expérimentalement pour des applications d'identification [57, 174]. L'objectif est d'augmenter l'amplitude du signal en utilisant la transmission directe entre IDTs plutôt que la réflexion sur les réflecteurs. C'est le nombre et l'espacement entre les IDTs connectés qui génèrent le code.



FIGURE 3.11 – Illustration du concept d'IDTs connectés

La preuve de concept a été réalisée à partir d'un substrat de LN-Y128 et d'électrodes en aluminium d'épaisseur 150 nm et de longueur d'onde $24 \mu m$. Les simulations numériques ont

été réalisées par P. Nicolay et H. Chambon dans le cadre d'une collaboration avec le CTR (*Carinthian Tech Research*, Autriche). Les paramètres COM⁴ sont extraits des modélisations de l'admittance par la méthode des éléments finis. Ils sont ensuite introduits dans un algorithme de type P-matrice.

Expérimentalement, un ID-tag standard avec un IDT central et un groupe de réflecteurs de part et d'autre a été comparé avec une configuration à 3 IDTs connectés. Pour assurer une superposition temporelle des signaux, les distances entre deux IDTs connectés sont deux fois plus grandes que celles entre l'IDT central et les réflecteurs. Les géométries et les dimensions des deux structures comparées sont données dans la figure 3.12. La structure à IDTs connectés génère des contributions bidirectionnelles mais par souci de clarté, seules les trajets unidirectionnels sont représentés. Les électrodes ont été réalisées par lithographie optique et gravure humide (figure 3.13).



FIGURE 3.12 – Géométries étudiées: (a) Structure ID-tag classique (configuration $n^{\circ}1$) (b) Structure à IDTs connectés (configuration $n^{\circ}2$).



FIGURE 3.13 – Dispositif expérimental: IDTs en aluminium sur un substrat de ni
obate de lithium

^{4.} Coupling Of Modes

La figure 3.14a, est la représentation temporelle du signal S_{11} simulé numériquement. Les deux premiers pics correspondent aux deux premières réflexions d'une structure ID-tag classique et aux deux transmissions directes de la structure à IDTs connectés. Le niveau du signal est significativement plus élevé lorsque les IDTs sont reliés. Cette différence (16 dB) peut s'expliquer par le nombre de conversions électromécaniques successives. En effet, au regard de la valeur de K^2 , l'énergie collectée est d'autant plus importante que ce nombre est petit. Or, il y a quatre ⁵ conversions lors d'une réflexion (simple) contre deux ⁶ lors d'une transmission directe. Un comportement parfaitement similaire est observé expérimentalement sur le graphe 3.14b avec une différence de 12 dB. L'intérêt de la structure à trois IDTs connectés a donc été vérifié. Dans le cas du niobate de lithium (largement utilisé pour son fort K^2), cette configuration permet d'améliorer les performances du dispositif, notamment en matière de distance d'interrogation. De plus, le bon accord entre simulations et expériences valide le modèle numérique pour de futures études.



FIGURE 3.14 – Coefficient de réflexion S_{11} dans le domaine temporel des dispositifs réalisés sur niobate de lithium : (a) Résultats numériques (b) Résultats expérimentaux

3.2.2 Les applications pour la structure AlN/ZnO/LN-Y128

Dans le cadre d'une expérience préliminaire, des couches de ZnO $(2 \mu m)$ et d'AlN $(8 \mu m)$ ont été déposées sur les configurations étudiées précédemment. Pour une configuration à IDTs

^{5.} Une première au niveau de l'IDT pour l'émission, deux au niveau du réflecteur (mécano-électrique et électromécanique) et une dernière au niveau de l'IDT pour la réception.

^{6.} Une à chaque IDT.

connectés, le signal est atténué par la présence des couches mais reste détectable (figure 3.15a). L'atténuation est encore plus marquée dans le cas de la configuration classique (figure 3.15b). Les pics n°3 et n°4 qui correspondent à des réflexions multiples se rapprochent même fortement du niveau du bruit (figure 3.15b). Ainsi, la structure à IDTs connectés permet de compenser les pertes dans les couches et de garder un niveau de signal acceptable dans une configuration pourtant défavorable. En effet, au vu des épaisseurs des couches $(10 \,\mu m)$ et de la longueur d'onde $(24 \,\mu m)$, la propagation des ondes se fait essentiellement dans le film d'AlN faiblement cristallisé (figure 3.16). Le design semble donc prometteur pour les structures multicouches. Ces premiers résultats restent à étendre pour des structures à ondes confinées.



FIGURE 3.15 – Coefficient de réflexion S_{11} dans une structure à IDTs connectés AlN/ZnO/LN-Y128: (a) Influence des couches supérieures (b) Comparaison avec une configuration classique



FIGURE 3.16 – Déplacement particulaire total (représentation 3D) en présence des couches supérieures de ZnO et d'AlN ($\lambda = 24 \, \mu m$)

3.2.3 L'extension du concept pour les substrats à faible facteur de couplage

L'amplification du signal a également un intérêt pour les substrats à faible facteur de couplage. La langasite (0;138,5°;26,3°), associée aux designs précédents a fait l'objet d'une étude numérique et expérimentale.

D'après les simulations, les pics provenant d'une réflexion (courbe bleue de la figure 3.17a) ont une amplitude plus faible (-110 dB) que le niveau de bruit expérimental, situé aux alentours de -80 dB. Ainsi, l'absence de signal dans la configuration standard (courbe bleue dans la figure 3.17b) est parfaitement justifiée. Elle s'explique entre autres par la faible valeur du coefficient de couplage ($K^2 = 0, 34\%$ [175]) mais également par le coefficient de réflexion de la langasite. A l'inverse, dans la configuration avec trois IDTs connectés, un signal est détectable et chaque pic visible correspond à une transmission directe. Il est également intéressant de préciser que le troisième pic, qui traduit une réflexion entre deux IDTs connectés, n'est pas visible. Cela confirme une fois de plus que l'amplitude d'une réflexion est bien plus faible que celle d'une transmission directe. L'amplitude mesurée sur LGS est évidemment bien inférieure à celle obtenue sur LN-Y128. Cette différence de 40 dB provient notamment de l'écart entre les valeurs du coefficient de couplage. Cependant, il est essentiel de retenir que la configuration à IDTs connectés permet l'identification, et ce, même avec des substrats à faible K^2 (comme la langasite, ou potentiellement la langatate ou l'AlN/Saphir). Il y a donc un véritable intérêt pour une utilisation en environnements hostiles.



FIGURE 3.17 – Coefficient de réflexion S_{11} dans le domaine temporel des dispositifs réalisés sur langasite : (a) Résultats numériques (b) Résultats expérimentaux

3.2.4 Les mesures sous hautes températures

D'après la littérature disponible avant ces travaux, le niobate de lithium ne semble pas adapté pour des applications à hautes températures [176]. La langasite, quant à elle, est la référence grâce à sa stabilité thermique jusqu'à $1000^{\circ}C$ [177].

Les caractérisations électriques en température de ces deux substrats ont été réalisées à partir d'une station sous pointe (S-1160, Signatone) équipée d'un support chauffant jusqu'à $600^{\circ}C$ (S-1060, Signatone). Un circuit d'eau a été ajouté au niveau des pointes GS afin d'assurer leur refroidissement pendant les mesures. Les électrodes en aluminium ont été remplacées par des électrodes en or (Au/Cr) obtenues par lithographie optique et gravure ionique. Après 45 minutes à $600^{\circ}C$ aucun signal n'est détecté sur le niobate de lithium, contrairement à la langasite (figure 3.18). L'atténuation et la déformation du signal sur LGS s'expliquent entre autres par la destruction de certains IDTs. En effet, lors des mesures, le phénomène d'expansion thermique est responsable du déplacement des pointes. Elles ont dont rayé quelques peignes interdigités.



FIGURE 3.18 – Coefficient de réflexion S_{11} dans le domaine temporel pour des IDTs Au/Cr: (a) Sur LN-Y128 (b) Sur LGS

Les observations au microscope optique montrent également un phénomène d'agglomération de l'or (figure 3.19). Celui-ci est particulièrement marqué dans le cas du LN-Y128. Il apparait généralement à partir de la température de Tammann, exprimée selon :

$$T_{Tammann}(^{\circ}K) = \frac{T_{fusion}(^{\circ}K)}{2}$$
(3.1)

Dans le cas de l'or, cette température est de $395^{\circ}C$ et a largement été dépassée lors des mesures. La perte de signal sur LN-Y128 et l'atténuation sur LGS peuvent donc potentiellement être liées à la destruction des électrodes.



FIGURE 3.19 – Electrodes Au/Cr après montée en température : (a) Sur LN-Y128 (b) Sur LGS

Pour supprimer cette ambiguïté, les mesures ont été réitérées avec des électrodes en platine (Pt) où la température de Tammann ne risque pas d'être atteinte (748°C). Les résultats sont reportés dans les figures 3.20b et 3.20b. Après 45 minutes à $600^{\circ}C$, les signaux sont toujours détectables sur LGS avec une chute de niveau de 4 dB. De manière totalement inattendue, un signal est également détectable sur le niobate de lithium avec une chute de niveau par rapport à l'ambiante de 7 dB. Ce résultat est *a priori* inattendu. Les clichés de microscopie optique confirment que les électrodes en platine sont peu endommagées et témoignent donc de leur bon fonctionnement (figure 3.21).



FIGURE 3.20 – Coefficient de réflexion S_{11} dans le domaine temporel pour des IDTs Pt : (a) Sur LN-Y128 (b) Sur LGS



FIGURE 3.21 – Electrodes Pt après montée en température : (a) Sur LN-Y128 (b) Sur LGS

Plus encore, un comportement réversible du phénomène a été observé. Les graphes 3.22a et 3.22b montrent en effet une parfaite superposition des courbes à $25^{\circ}C$, avant et après les mesures à $600^{\circ}C$ sur une durée de l'ordre de l'heure.



FIGURE 3.22 – Coefficient de réflexion S_{11} dans le domaine temporel avant et après montée en température : (a) Sur LN-Y128 (b) Sur LGS

Les différences de niveau en fonction de la température dans le cas d'un dispositif à IDTs connectés réalisé sur LN-Y128 sont résumées dans la figure 3.23a. En présence d'électrodes en or, la perte de signal est bien visible (triangle rouge). A l'inverse, les électrodes en platine montrent une chute de niveau très limitée et un retour au niveau initial après la descente en température (carré bleu). De plus, la figure 3.23b met en évidence les retards mesurés lors d'une augmentation de température. Ces derniers ont été estimés à partir des pics n°2 et n°4. Pour supprimer les effets liés à l'environnement (liaison hertzienne), une mesure différentielle est préférée (courbe verte). Au vu du comportement linéaire des tracés, la structure à IDTs



connectés est particulièrement prometteuse en tant que capteur de température identifiable dans un réseau de dispositifs.

FIGURE 3.23 – Caractéristiques d'un dispositif à IDTs connectés (Pt) sur LN-Y128 (a) Evolution du niveau de signal (b) Evolution du temps de retard

Enfin, les analyses DRX du substrat de LN-Y128 montrent un pic à $2\theta = 24, 6^{\circ}$, caractéristique de l'orientation (004) du triniobate de lithium (LiNb₃O₈) (figure 3.24). Son apparition ne semble cependant pas compromettre l'utilisation du niobate de lithium jusqu'à $600^{\circ}C$ sur une durée d'environ une heure.

Le résultat surprenant obtenu avec le niobate de lithium vient totalement remettre en question les croyances établies sur l'utilisation de ce matériau à haute température. Son comportement sort du cadre de ce projet de thèse mais serait à approfondir.



FIGURE 3.24 – Analyse DRX d'un dispositif en platine sur niobate de lithium

3.2.5 Les limites de la structure à IDTs connectés

Avec des niveaux de signaux élevés, la structure à IDTs connectés a du potentiel. De façon générale, elle permet d'étendre l'utilisation des ID-tags à des structures à fortes pertes (dispositifs WLAW, LN-Y128 en environnement hostile, substrats à faibles K^2) ou d'augmenter les portées dans les applications standard. Néanmoins, il est important de connaitre ses limites.

Par construction, la configuration présente un encombrement plus important comparé à son équivalent avec réflecteurs (figure 3.25). De plus, l'énergie fournie à la structure est partagée entre les différents IDTs. Par conséquent, au-delà d'un certain nombre d'IDTs connectés, l'amplitude du signal transmis devient inférieure à celle du signal réfléchi, limitant ainsi l'intérêt de la structure. Pour approfondir ce point, les simulations numériques avec deux nouvelles géométries, l'une à 4 IDTs connectés et l'autre à 6 réflecteurs, ont été comparées (figure 3.25). Ces configurations sont considérées comme « équivalentes » puisqu'elles génèrent toutes deux un code à 6 pics principaux (6 transmissions directes dans un cas et 6 réflexions simples dans l'autre). En référence à la figure 3.26, plus le nombre d'IDTs connectés est important, plus il devient difficile d'identifier les pics principaux. En effet, chaque IDT réémet une partie du signal qui lui parvient, d'où la distorsion des pics.

De plus, les dispositifs présentent de fortes variations d'impédance dans la bande d'intérêt. L'adaptation aux antennes et les mesures à distance ne sont donc pas triviales. Un compromis entre, d'un côté, l'augmentation de l'amplitude et de l'autre, la qualité du signal et la simplicité de connexion aux antennes, doit être trouvé. Lorsque le nombre d'IDTs connectés est petit, les avantages dépassent les inconvénients, rendant ainsi cette structure particulièrement intéressante. Là encore, une étude plus approfondie, notamment en optimisant le design des IDTs, pourrait être envisagée.

En résumé, lorsque le nombre de code reste limité, la configuration à IDTs connectés est particulièrement intéressante :

- dans les applications classiques pour augmenter la portée
- avec des structures à faible facteur de couplage électromécanique ou celles présentant des pertes de propagation non négligeables



FIGURE 3.25 – Géométries simulées : 4 IDTs connectés (configuration $n^{\circ}3$) et son équivalent à 6 réflecteurs (configuration $n^{\circ}4$)



FIGURE 3.26 – Coefficient de réflexion S_{11} dans le domaine temporel pour les configurations à 4 IDTs connectés et 6 réflecteurs (résultats numériques)

3.3 Les structures bicouches

Jusqu'à présent, le concept WLAW, basé sur un gradient de vitesse dans un tricouche a été utilisé pour mettre en évidence le confinement des ondes. Cependant, P. Nicolay et N. Naumenko ont montré théoriquement qu'il était possible de confiner une onde de type Rayleigh dans une structure bicouche, et ce, grâce à des électrodes denses et aux propriétés spécifiques de la coupe LN-Y128 [178]. Ces résultats n'avaient cependant pas été démontrés expérimentalement. Dans le cadre de ce projet de thèse, cette structure est particulièrement intéressante puisqu'elle ne fait intervenir qu'un seul dépôt de couche mince, *a priori* plus facile à optimiser.

3.3.1 Les résultats théoriques avec AlN/IDT(Pt)/LN-Y128

Dans la structure AlN/IDT(Pt)/LN-Y128, le confinement est assuré par des électrodes de platine épaisses et denses ($\rho = 20, 2$), placées sur un substrat de LN-Y128 et enfouies dans une couche à vitesse de propagation élevée comme l'AlN [178].

Sur la base de ces travaux, cette structure a été simulée avec un modèle *Comsol Multiphysics* et un très bon accord avec les résultats déjà publiés a été obtenu [178]. Les vitesses des ondes ainsi estimées sont représentées dans la figure 3.27. La longueur d'onde est fixée à $1,7 \mu m$ pour viser un fonctionnement à 2,45 GHz et le taux de métallisation vaut 50%.



FIGURE 3.27 – Evolution de la vitesse des ondes de la structure bicouche AlN/IDT(Pt)/LN-Y128: (a) En fonction de $\frac{h_{Pt}}{\lambda}$ (b) En fonction de l'épaisseur d'AlN entre les électrodes (avec $\frac{h_{Pt}}{\lambda} = 0, 1$) (c) En fonction de l'épaisseur d'AlN au dessus des électrodes (avec $\frac{h_{Pt}}{\lambda} = 0, 1$)

La partie (a) de la figure montre qu'à longueur d'onde donnée, plus l'épaisseur de platine augmente, plus les vitesses diminuent. Ce phénomène est justement recherché puisque la prochaine étape consiste à ajouter une couche « rapide » d'AlN qui a pour conséquence d'augmenter les vitesses. Or, pour espérer mettre en évidence un phénomène de confinement des ondes *Shear Horizontal* et Rayleigh, leurs vitesses doivent rester inférieures aux vitesses des ondes de volume (v_{B1-LN} dans le cas d'une onde de type *Shear Horizontal* et v_{B2-LN} pour une onde de type Rayleigh). Le choix du platine est donc particulièrement pertinent. L'épaisseur optimale des électrodes se fait par anticipation des performances de la structure finale (onde confinée, K^2 maximisé). Dans le cas présent, l'épaisseur a été fixée à une valeur de $\frac{h}{\lambda} = 0, 1$, ce qui équivaut à 170 nm.

En remplaçant le platine par de l'or, les simulations ont montré un comportement parfaitement similaire. L'or peut notamment offrir une simplification des réalisations expérimentales. Indépendamment de la métallisation choisie, le confinement de l'onde de type Rayleigh a été vérifié à partir de 2,3 μm d'AlN comme illustré dans la figure 3.28 (critère des 1%). Cette épaisseur correspond à un rapport $\frac{h}{\lambda}$ de 1,3 et se situe donc dans la zone de stabilisation des vitesses (partie (c) de la figure 3.27).



FIGURE 3.28 – Déplacement particulaire total (représentation 3D) dans la structure $\rm AlN/\rm IDT(Pt)/\rm LN-Y128$

3.3.2 Les résultats expérimentaux avec AlN/IDT(Pt)/LN-Y128

Pour démontrer expérimentalement ces prédictions, des résonateurs synchrones ont été réalisés (figure 3.29a). Les IDTs en platine de longueur d'onde $1,7 \mu m$ et d'épaisseur 170 nm ont été fabriqués par lithographie électronique (résine négative) et gravure IBE. Avec une valeur de rapport d'aspect⁷ de 0,4, loin des dispositifs standard, ces réalisations ne sont pas aisées.

La micrographie MEB montre une importante rugosité des flancs qui est probablement due à la qualité du dépôt de platine (dépôt non optimisé) ou à un redépôt lors de la gravure (figure 3.29b). Les caractérisations électriques ont toutefois permis d'identifier les ondes *Shear Horizontal* et Rayleigh, respectivement à 1251 MHz et 1567 MHz. Les vitesses correspondantes sont en parfait accord avec les valeurs numériques et ont été reportées sur la partie (a) de la figure 3.27 (symboles carrés).



FIGURE 3.29 – IDTs en platine réalisés sur LN-Y128 : (a) Design du résonateur synchrone (b) Micrographie MEB

Dans l'optique de prouver le confinement de l'onde de type Rayleigh, une croissance de $2,5 \,\mu m$ d'AlN a tout d'abord été réalisée sans chauffage intentionnel (paramètres du tableau 2.1). Si les deux ondes sont toujours identifiables, les vitesses mesurées diffèrent de celles attendues théoriquement (symboles ronds sur la partie (c) de la figure 3.27). Cet écart s'explique certainement par la faible qualité cristalline de l'AlN déposé avec ces paramètres.

Les micrographies MET et le cliché de diffraction montrent une croissance colonnaire de l'AlN selon la direction (002) (figure 3.30). Une géométrie trapézoïdale avec une inclinaison des flancs de l'électrode de 45° et une légère gravure du substrat (27 nm) sont également visibles sur la figure 3.31.

Au vu de la forme des électrodes, les colonnes d'AlN prennent naissance sur les flancs et finissent par se rejoindre. Il en résulte une densité de matière plus faible au niveau des jonctions (figure 3.32).

^{7.} Rapport entre l'épaisseur et la largeur des doigts.



FIGURE 3.30 – Analyses MET de la structure AlN/IDT(Pt)/LN-Y128 : (a) Micrographies MET (b) Cliché de diffraction



FIGURE 3.31 – Dimensions des électrodes en platine $(\lambda = 1, 7 \mu m)$



FIGURE 3.32 – Micrographies MET du dépôt d'AlN dans la structure AlN/IDT(Pt)/LN-Y128

La cartographie X élémentaire confirme d'ailleurs l'absence d'aluminium et d'azote dans ces zones (figure 3.33). Les constantes élastiques utilisées en simulations ne sont donc pas représentatives du dépôt d'AlN expérimental, ce qui peut expliquer la différence de vitesse observée.



FIGURE 3.33 – Cartographie X élémentaire du bicouche AlN/IDT(Pt)/LN-Y128 ($\lambda = 1, 7 \mu m$)

Dans l'objectif d'améliorer la croissance d'AlN, un dépôt $(3,2 \mu m)$ a été réalisé par F. Bartoli dans le bâti conçu au laboratoire et évoqué au chapitre 2. La résistance chauffante proche de l'échantillon a permis de réaliser le dépôt à une température de $380^{\circ}C$ et une croissance de bien meilleure qualité a été obtenue. En effet, le tracé rocking curve de l'orientation (002) montre une FWHM de 2,4°, et ce, alors que la croissance a lieu sur des IDTs. Lors des caractérisations électriques, une augmentation significative des vitesses a été mesurée, les rapprochant ainsi des prévisions théoriques. Les valeurs ont été reportées dans la partie (c) de la figure 3.27 (symboles triangles).

L'absence de coïncidence parfaite des vitesses théoriques et expérimentales, n'exclut cependant pas l'obtention du confinement des ondes. D'après le graphe de la figure 3.34a, aucun changement n'est observable sur le signal S_{11} en présence de l'élastomère Solaris en surface. De plus, une grande sensibilité en température a été observée (figure 3.34b). De manière similaire aux résultats du chapitre 2, la valeur élevée du TCF est difficile à interpréter. Néanmoins, le résonateur basé sur la structure AlN/IDT(Pt)/LN-Y128 peut être utilisé comme capteur de température.



FIGURE 3.34 – Caractérisation de la structure $AlN(3,2 \mu m)/IDT(Pt)/LN-Y128$: (a) Preuve du confinement (b) Sensibilité en température

3.3.3 L'étude numérique de la configuration ligne à retard

Le cas du bicouche AlN/IDT(Pt)/LN-Y128

Au-delà de la configuration résonateur sur LN-Y128, limitée par le facteur de qualité, il est possible de s'interroger sur la faisabilité de la structure en configuration ID-tag. La zone sans métallisation entre l'IDT et les réflecteurs, aussi appelée *gap*, risque de ne pas guider l'onde puisque les conditions théoriques ne sont plus satisfaites. Pour vérifier cette hypothèse, une configuration 2D de type ID-tag a été simulée à l'aide de *Comsol Multiphysics* (figure 3.35). Pour éviter les réflexions en fond de substrat, des conditions PML (*Perfectly Matched Layer*) ont été utilisées. Comme observé sur la figure 3.35a, à la sortie de l'IDT, l'onde fuit dans le volume et n'est pas guidée jusqu'aux récepteurs.

Pour pallier ce problème, une couche de métal épais pourrait être déposée dans le *gap* afin d'assurer le guidage de l'onde. Celui-ci se ferait cependant au détriment de la qualité du signal (pertes de propagation importantes). Pour le moment, il n'a pas été possible d'implémenter un paramètre de pertes basé sur des données expérimentales afin de poursuivre cette étude. L'utilisation de la structure à IDTs connectés évoquée à la section 3.2 permettrait peut être de compenser les pertes introduites par la couche guidante. Une étude numérique et expérimentale pourrait être envisagée.

Le cas du tricouche AlN/ZnO/LN-Y128

Il parait alors important d'étudier la structure tricouche AlN/ZnO/LN-Y128 sur ce même point. En effet, il a été annoncé à plusieurs reprises que l'un des objectifs à plus long terme est d'utiliser la structure ID-tag pour assurer une identification des capteurs lors de détections multiples. D'après la figure 3.35b, le guidage de l'onde entre l'IDT et les réflecteurs est bien visible. Il s'explique notamment par la présence de ZnO qui assure une continuité entre les doigts. La structure tricouche est donc intéressante pour les configurations ID-tags et le principe d'identification. Une étude plus approfondie pourrait être menée afin de vérifier expérimentalement ces prévisions numériques.



FIGURE 3.35 – Déplacements particulaires en configuration ID-tag: (a) Pour une structure bicouche AlN/IDT(Pt)/LN-Y128 (b) Pour une structure tricouche AlN/ZnO/LN-Y128

3.3.4 Les perspectives

Plusieurs pistes peuvent être envisagées pour une étude plus approfondie des structures bicouches:

- une optimisation pratique (paramètres de dépôt) et théorique (extraction des constantes réelles, modélisation d'une couche de densité inhomogène) de la couche d'AlN.
- l'utilisation d'électrodes en cuivre afin de limiter les pertes. La densité plus faible du cuivre par rapport au platine, impose cependant une épaisseur plus importante des IDTs. Des premiers dispositifs ont déjà pu être réalisés (figure 3.36).
- le choix d'une couche supérieure moins « rapide », comme le ScAlN pour ne pas atteindre les vitesses des ondes de volume dans la structure finale [179].



FIGURE 3.36 – Micrographies MET de la structure AlN/IDT(Cu)/LN-Y128

3.4 L'amincissement du substrat

L'un des objectifs majeurs de ce travail de thèse est la réalisation d'un capteur de température ultrafin. Or, jusqu'à présent des substrats de $500 \,\mu m$ d'épaisseur ont été utilisés. La suite logique consiste donc à travailler avec des substrats amincis de l'ordre de quelques dizaines de micromètres pour assurer le caractère « imperceptible ».

3.4.1 Les membranes

En première approche, un procédé de membranes $(30 \,\mu m)$ de niobate de lithium « relâchables » a été envisagé. Plus exactement, les substrats ont été réalisés par amincissement et collage partiel par FEMTO-Engineering selon le schéma de la figure 3.37.





Les différentes étapes de fabrication des dispositifs SAW (enduction, lithographie, dépôt, etc.) ont été réalisées avec succès sur les membranes. En revanche leur libération par procédé de découpe a posé problème. En effet, en raison du dépôt Au/Cr en face arrière des membranes et du collage par thermocompression, certaines zones des membranes se sont fixées au support de silicium (croix rouge sur la figure 3.37) rendant ainsi le détachement impossible. Une libération par gravure chimique du silicium est toutefois envisageable, à condition de la réaliser avant la fabrication des dispositifs pour éviter la dissolution des couches supérieures (ZnO). Les quelques membranes ainsi récupérées n'ont malheureusement pas pu être exploitées. En effet, au vu de leurs petites dimensions $(4 \times 5 mm^2)$ et de leur très faible épaisseur $(30 \mu m)$, ces membranes sont difficiles à manipuler en l'absence de technologie dédiée. A priori prometteur, ce procédé a finalement été abandonné en raison du coût et du temps de développement qu'il engendre.

3.4.2 Les wafers autosupportés

Pour pallier les difficultés rencontrées avec la configuration membranaire, des *wafers* autosupportés de niobate de lithium $(125 \,\mu m \text{ et } 60 \,\mu m)$ ont été utilisés. Ainsi, aucun procédé de libération n'est nécessaire après la fabrication.

Les wafers de NanoLN: rugosité en face arrière trop faible

Les premiers wafers (3 pouces) ont été commandés chez NanoLN (Chine). Moyennant certaines précautions (au moment du collage, lors des dépôts, lors de l'enrésinement, etc.), ils ont été découpés en morceaux de $10 \times 15 mm^2$ à l'aide d'une scie à fil et des dispositifs SAW ont pu être réalisés (figure 3.38).



FIGURE 3.38 – Dispositif SAW (IDTs en aluminium, $\lambda=10,15\,\mu m)$ sur un substrat LN-Y128 autosupporté d'épaisseur $125\,\mu m$

Les caractérisations électriques de ces dispositifs mettent en évidence l'importance de l'état de surface (rugosité en face arrière) des substrats. En effet, les nombreux pics parasites du graphe de la figure 3.39 sont dus à des réflexions des ondes de volume sur la face inférieure du LN-Y128. Les mesures par AFM montrent d'ailleurs une rugosité de surface de la face arrière presque 8 fois inférieure aux spécifications utilisées pour les substrats de 500 μm d'épaisseur (43 nm au lieu de 326 nm). De plus, un profil structuré (lignes) apparait clairement contrairement au substrat de 500 μm où le relief est aléatoire (figure 3.40). Cette différence s'explique certainement par le processus d'amincissement (polissage mécanique).



FIGURE 3.39 – Admittance $|Y_{11}|$ d'un dispositif SAW aminci ($\lambda = 10, 15 \, \mu m$)



FIGURE 3.40 – Topographie (2D à gauche et 3D à droite) de la face arrière d'un substrat de LN-Y128: (a) Avec une épaisseur de $125 \,\mu m$ (rugosité moyenne de $43 \,nm$) (b) Avec une épaisseur de $500 \,\mu m$ (rugosité moyenne de $326 \,nm$)

L'ajout des couches minces de ZnO et d'AlN ne permet pas de limiter la propagation des ondes de volume puisque les réflexions sont toujours visibles (figure 3.41a). De même, l'utilisation d'un absorbeur en face arrière n'influence que très peu les réflexions. Le dépolissage manuel (jusqu'à 500 nm de rugosité), quant à lui, atténue les réflexions mais ne les supprime pas (figure 3.41b). Ces pics parasites sont particulièrement gênants pour l'identification des ondes. Par conséquent, un fournisseur proposant des *wafers* avec un dépolissage plus adapté a été sélectionné.



FIGURE 3.41 – Admittance $|Y_{11}|$ d'un dispositif SAW aminci ($\lambda = 10, 15 \,\mu m$): (a) En présence des couches supérieures (b) Avec différentes techniques d'atténuation des réflexions. Pour davantage de lisibilité, les courbes ont été volontairement décalées.

Les wafers de Yamaju: résultats concluants

Moyennant un coût d'achat légèrement plus élevé, des substrats amincis $(125 \ \mu m \text{ et } 60 \ \mu m)$ dont le polissage en face arrière est maitrisé (rugosité entre 200 et 500 nm) ont été commandés chez Yamaju (Japon). Les dispositifs SAW ont été réalisés par lithographie optique $(\lambda = 4, 4 \ \mu m)$ avec des électrodes en aluminium d'épaisseur 150 nm (figure 3.42).

Les dépôts des couches minces ont été effectués par pulvérisation cathodique magnétron selon les recettes du tableau 2.1 (figure 3.43).



FIGURE 3.42 – Dispositif SAW (IDTs en aluminium, $\lambda=4,4\,\mu m)$ sur un substrat LN-Y128 autosupporté d'épaisseur 60 μm



FIGURE 3.43 – Dispositif WLAW (IDTs en aluminium, $\lambda=4,4\,\mu m)$ sur un substrat LN-Y128 autosupporté d'épaisseur 60 μm

Des résultats importants ont ainsi été obtenus :

- un bon accord fréquentiel entre théorie et expérience (figures 3.44a et 3.44b).
- une résistance des substrats amincis aux conditions de dépôts. A priori, ils auraient pu se déformer voire se casser en raison des contraintes imposées par les couches minces (dues aux phénomènes de dilatation thermique par exemple).
- un confinement de l'onde WLAW grâce au test de l'élastomère Solaris. En effet, une superposition des courbes est observée (figure 3.45).



FIGURE 3.44 – Admittance $|Y_{11}|$ d'un dispositif SAW aminci: (a) Résultats numériques (b) Résultats expérimentaux



FIGURE 3.45 – Coefficient de réflexion $|S_{11}|$ en présence d'un absorbeur : preuve du confinement de l'onde WLAW

A ce stade, une étape clé du projet est validée puisqu'un dispositif WLAW aminci ($<70 \,\mu m$ au total) a été fabriqué. Plus exactement, il est basé sur la structure AlN $(8 \,\mu m)/\text{ZnO}(1 \,\mu m)/\text{LN-Y128}(60 \,\mu m)$ et fonctionne aux alentours de 868 *MHz*. En revanche, les valeurs du facteur de qualité compromettent l'interrogation à distance en configuration résonateur. Pour cette raison, la coupe Z du niobate de lithium a été choisie pour la suite et les résultats sont présentés à la section suivante.

3.5 Les résonateurs sur substrat LN-Z

3.5.1 L'intérêt de la coupe Z pour les structures WLAW

La coupe Z du niobate de lithium est largement utilisée dans le domaine optique mais est peu répandue pour les applications SAW. Elle présente cependant un fort intérêt pour les travaux sur les structures WLAW, notamment grâce à :

- son coefficient de couplage 10 fois plus faible que celui de la coupe Y+128° ($K^2 = 0,53\%$). Ainsi, à facteur de mérite $Q \times K^2$ constant, le facteur de qualité est augmenté et l'interrogation à distance favorisée.
- ses paramètres de mailles particulièrement adaptés à la croissance de ZnO [180, 152].
- sa vitesse de propagation (selon la direction X) comparable à celle de la coupe Y+128° $(v_{LN-Z} = 3798 \, m/s)$ [36]. Ainsi, elle peut être utilisée comme couche « rapide » inférieure pour l'empilement WLAW.

3.5.2 Les modélisations numériques

Les simulations mettent en évidence la présence d'une onde de volume à une fréquence proche de l'onde de Rayleigh qui peut expliquer le manque d'intérêt porté à cette coupe pour les applications SAW (figure 3.46). Néanmoins, après l'ajout des couches de ZnO et d'AlN, une onde de type Rayleigh est visible (onde WLAW). La coupe Z a donc certainement du potentiel en configuration WLAW.



FIGURE 3.46 – Admittance $|Y_{11}|$ simulée pour une structure AlN/ZnO/LN-Z ($\lambda = 4, 4\mu m$)

Pour valider les épaisseurs des couches supérieures (ZnO et AlN), une étude similaire à celle réalisée précédemment avec la coupe Y+128° a été menée. L'épaisseur de la couche d'AlN a d'abord été fixée à $8 \mu m$ (afin d'assurer un confinement), et celle de ZnO a été variée entre 100 nm et $3 \mu m$. Pour des faibles valeurs de ZnO (<1,3 μm), l'onde WLAW n'est pas clairement identifiable. Cependant, en fixant la valeur de ZnO à $2 \mu m$ et en utilisant le critère de confinement des 1%, les résultats montrent qu'une épaisseur de $6 \mu m$ d'AlN est suffisante pour confiner l'onde de type WLAW (figure 3.47). Une structure parfaitement similaire à celle de la coupe Y+128° peut donc être étudiée.



FIGURE 3.47 – Déplacement particulaire total (représentation 1D à gauche et 2D à droite) dans la structure AlN/ZnO/LN-Z en fonction de l'épaisseur d'AlN

3.5.3 Les résultats expérimentaux sur LN-Z massif

Les designs de résonateurs à fort facteur de qualité

Au vu des résultats numériques, l'utilisation de la coupe Z semble particulièrement prometteuse pour atteindre des facteurs de qualité élevés. Ces valeurs peuvent encore être améliorées grâce à un design optimisé. En effet, une expérience préliminaire réalisée à partir d'un résonateur synchrone en aluminium ($\lambda = 6, 5 \, \mu m$, 200 doigts et 200 réflecteurs de chaque côté) a permis d'augmenter significativement la valeur de Q (de 600 à 1400), et ce, en supprimant par gravure les *busbars* qui court-circuitent les réflecteurs (figure 3.48).

Des designs optimisés pour un fonctionnement aux alentours de 868 MHz ($\lambda = 4, 4 \mu m$) ont donc été proposés par le Pr. S. Zhgoon à la suite d'une étude paramétrique. En se basant sur ces

résultats, un masque de lithographie optique avec différentes variations a été réalisé. Il comporte des résonateurs synchrones avec 40 ou 200 doigts, 400 réflecteurs déconnectés de part et d'autre et différents taux de métallisations (60%, 70% et 80%). Malgré la dispersion technologique, des valeurs expérimentales de Q jusqu'à plus de 3000 ont été obtenues. Ces dernières restent largement supérieures à celles mesurées avec la coupe Y+128°. Pour aller encore plus loin en matière de design, des géométries incluant des cavités pourraient être imaginées [181].



FIGURE 3.48 – Importance du design sur la valeur de Q: (a) Evolution de $\Re(Y_{11})$ dans le cas d'un dispositif SAW ($\lambda = 6, 5 \, \mu m$) (b) Réflecteurs connectés (c) Réflecteurs déconnectés

L'impact des couches du WLAW

L'ajout des couches de ZnO et d'AlN (avec les recettes standard du tableau 2.1) a cependant un impact conséquent sur les valeurs de Q (figure 3.49). En effet, pour un design avec 40 doigts, 400 réflecteurs de part et d'autre et un taux de métallisation réel de 46%, le facteur de qualité est divisé d'un facteur 5 après l'ajout du ZnO (de 2384 à 428). Il reste ensuite du même ordre de grandeur après addition d'AlN (de 428 à 333). Ces résultats ne sont pas surprenants puisque les designs avaient été optimisés pour une configuration sur niobate de lithium seul. Il faudrait envisager une étude de design incluant le tricouche, et ce, pour chaque épaisseur de couche utilisée. Cette optimisation nécessite cependant plusieurs itérations de fabrication expérimentale, d'extraction de paramètres et d'ajustement afin de limiter l'influence du procédé de dépôt des films. Elle n'a donc pas été traitée au cours de cette thèse.



FIGURE 3.49 – Etude d'un dispositif WLAW ($\lambda = 4, 4 \mu m$) réalisé à partir d'un design optimisé (40 doigts, 400 réflecteurs déconnectés de part et d'autre et un taux de métallisation réel de 46%): (a) Evolution de $\Re(Y_{11})$ (b) Dispositif expérimental

Le confinement et la sensibilité en température

Le confinement, prédit numériquement dans la structure WLAW, a été vérifié expérimentalement avec le test du Solaris. D'après la figure 3.50a, la présence de l'élastomère en surface ne perturbe pas la réponse $|S_{11}|$ de l'onde de type Rayleigh qui peut donc être qualifiée d'onde WLAW. De plus, la structure présente une sensibilité en température (figure 3.50b). Ainsi, la coupe Z a permis d'obtenir des résultats expérimentaux similaires à ceux de la coupe Y+128°. Le développement d'un capteur de température avec cette coupe est donc tout à fait justifié.



FIGURE 3.50 – Caractérisation de la structure AlN(8 $\mu m)/ZnO(2\,\mu m)/LN-Z$: (a) Preuve du confinement (b) Sensibilité en température

L'optimisation du dépôt de ZnO sur LN-Z

La coupe Z présente également l'avantage de faciliter la croissance du ZnO. En effet, H. Yamamoto *et al.* ont réalisé des dépôts sur différentes coupes du niobate de lithium et les meilleurs résultats sont obtenus pour l'orientation Z [152]. Une croissance épitaxiée (correspondant à une FWHM de $0,08^{\circ}$) est même possible [153].

Le dépôt réalisé dans le bâti de pulvérisation DP650 avec les paramètres optimisés pour la coupe Y+128°, à savoir avec le couple ($300^{\circ}C$, $3 \times 10^{-3} mbar$), (se référer à la section 2.4.4) donne de très bons résultats. L'étude par diffraction X conduit à une FWHM de 0,61° ce qui traduit une très faible dispersion des grains et donc une bonne cristallisation (figure 3.51a). Les micrographies MET confirment d'ailleurs ce résultat puisque le cliché de diffraction comporte uniquement des taches ponctuelles à l'image d'un monocristal (figure 3.52). La croissance étant colonnaire (figure 3.51b) avec des grains de taille homogène (100 nm), il est possible de parler de structure hétéro-épitaxiée. Le cliché réalisé au niveau de l'interface met en évidence la superposition des taches de diffraction des deux matériaux et valide cette relation d'hétéro-épitaxie. Enfin, l'homogénéité chimique du film est vérifiée par la cartographie X (figure 3.53).

Conformément aux attentes, la coupe Z du niobate de lithium permet donc d'obtenir des dépôts de couches minces de très bonne qualité.



FIGURE 3.51 – Caractérisation d'un dépôt de ZnO sur un substrat LN-Z: (a) Analyse DRX de l'orientation (002) en configuration *rocking curve* (b) Micrographie MET


FIGURE 3.52 – Image haute résolution et clichés de diffraction correspondant pour un dépôt de ZnO sur un substrat LN-Z



FIGURE 3.53 – Cartographie X élémentaire de la structure ZnO/LN-Z

3.5.4 Les dispositifs SAW et WLAW sur LN-Z aminci

Pour répondre au critère ultrafin, un travail similaire à celui de la coupe Y+128° a été effectué sur la coupe Z en utilisant les substrats amincis fournis par Yamaju (Japon). Un SAW fonctionnant aux alentours de 868 MHz a été réalisé par lithographie optique (IDTs en aluminium) sur un substrat autosupporté de 60 μm d'épaisseur (figure 3.54). Les couches minces de ZnO et d'AlN ont été déposées par pulvérisation cathodique (recettes du tableau 2.1)⁸. Les caractérisations électriques sont données dans la figure 3.55.

Impact des couches sur le facteur de mérite: Avant les dépôts, les valeurs expérimentales de Q et K^2 sont respectivement de 2860 et 0,07% et conduisent donc à un facteur de mérite (produit $Q \times K^2$) de 2,0. Ce dernier est réduit à 1,19 après la croissance de ZnO et

^{8.} Le dépôt de ZnO qui a conduit aux performances remarquables de la section précédente n'a pas été utilisé ici puisqu'il impose une température de substrat $(300^{\circ}C)$ et rend donc le principe de masquage des zones de connexion délicat. L'adhésif Kapton ne résisterait certainement pas.



FIGURE 3.54 – Dispositif SAW (IDTs en aluminium, $\lambda=4,4\,\mu m)$ sur un substrat LN-Z autosupporté d'épaisseur $60\,\mu m$



FIGURE 3.55 – Etude d'un dispositif WLAW AlN/ZnO/LN-Z aminci ($\lambda = 4, 4 \mu m$): (a) Evolution de l'admittance $|Y_{11}|$ (b) Dispositif expérimental

d'AlN. La diminution drastique de la valeur de Q en présence des couches n'influence donc que partiellement le facteur de mérite. Ainsi, l'ajout des couches change fortement le mode de propagation des ondes mais n'introduit pas de pertes excessives. Comme il a déjà été évoqué, un travail de design peut donc être effectué pour améliorer le facteur de qualité.

Puissance re-rayonnée : D'après A. Shvetsov *et al.*, les performances des dispositifs lors d'une interrogation à distance par une antenne parfaitement adaptée sont directement liées à la puissance qu'ils re-rayonnent [182]. Cette dernière s'exprime comme le rapport entre l'énergie fournie à l'antenne et l'énergie maximale accumulée par le dispositif (équation 3.2) :

$$P_r = \frac{\frac{8}{QK_c}}{\left(1 + \frac{2}{QK_c}\right)^3} \tag{3.2}$$

où K_c est estimé selon $K_c = \frac{2}{3}K^2$.

Ce critère est particulièrement important pour les travaux de ce projet puisque l'objectif est de placer le dispositif dans un environnement à fortes pertes électromagnétiques : le corps humain.

Ainsi, à partir du graphe 3.56, le dispositif WLAW aminci de facteur de mérite 1,19 a une énergie re-rayonnée d'environ 23% lorsqu'il est connecté à une antenne parfaitement adaptée. Son interrogation à distance peut donc être envisagée.



FIGURE 3.56 – Evolution de la puissance re-rayonnée en fonction du produit $Q \times K_c$

En résumé, la coupe Z du niobate de lithium permet d'obtenir des valeurs de facteur de qualité élevées et une très bonne croissance du ZnO. L'ajout des couches supérieures s'accompagne d'une baisse des valeurs de Q mais celles-ci restent très satisfaisantes. Une structure WLAW amincie a ainsi été obtenue et son facteur de mérite ($Q \times K^2$) est compatible avec une interrogation sans fil.

3.6 Conclusion du chapitre

Dans ce chapitre, différentes améliorations de la structure autoprotégée ont été présentées. Elles ont pour objectif commun l'optimisation des performances du capteur. A travers ce cheminement, plusieurs résultats originaux ont été obtenus.

Dans un premier temps, l'intérêt du diamant comme couche supérieure d'un multicouche WLAW a été investigué. Les modélisations ont fait apparaître deux résultats importants :

- premièrement, l'utilisation d'une couche très dure comme le diamant permet d'obtenir un confinement de l'onde avec une épaisseur de la couche supérieure plus faible que dans le cas de l'AlN étudié au chapitre 2 (2,5 μm au lieu de 6 μm).
- de plus, il est possible de « repousser » l'onde confinée dans le monocristal inférieur et donc d'envisager une réduction des pertes.

Dans le cadre d'une collaboration avec le LSPM, des dépôts de NCD à basse température -et relativement fins pour l'instant- ont été réalisés sur des dispositifs SAW à base de LN-Y128 et recouverts d'une couche de ZnO. L'étude est à poursuivre pour vérifier expérimentalement l'impact des dépôts de NCD lors des caractérisations électriques et espérer vérifier le confinement des ondes dans une structure WLAW à base de diamant. Les premiers résultats ont néanmoins déjà pu être valorisés [183, 184].

Une structure originale de ligne à retard basée sur des IDTs connectés a été étudiée en détail et comparée à une configuration ID-tag standard équivalente. La connexion de plusieurs IDTs permet non seulement de créer un code utile pour l'identification du capteur lors des détections multiples, mais aussi d'atteindre des niveaux de signaux élevés grâce à l'utilisation avantageuse de transmissions directes.

Cette configuration est intéressante pour augmenter la distance d'interrogation lors des mesures sans fil. De plus, elle a un réel intérêt pour les structures faiblement couplées à base de substrats adaptés à la haute température (LGS), où l'identification par code est normalement très difficile. La configuration est également intéressante pour les structures WLAW où les pertes de propagation sont importantes.

Enfin, au travers de cette étude, un résultat surprenant sur le niobate de lithium a été obtenu : l'utilisation de dispositifs jusqu'à $600^{\circ}C$ pendant une durée de 45 minutes. Ces travaux ont déjà pu être valorisés [185].

La section suivante a traité de l'opportunité d'obtenir des ondes confinées dans une structure bicouche à métallisations épaisses et lourdes, avec pour objectif de simplifier l'optimisation des dépôts des couches minces. Cette possibilité a été proposée théoriquement par P. Nicolay et N. Naumenko sur un empilement AlN/IDT(Pt)/LN-Y128 et a été démontrée expérimentalement pour la première fois dans ce travail à partir d'un résonateur à 2,18 GHz, qui présente en outre un TCF élevé de $-142 ppm/^{\circ}C$. Cette structure est donc particulièrement pertinente en tant que capteur de température.

L'extension des structures bicouches aux configurations ID-tags est à poursuivre. En effet, les premières simulations numériques ont montré la nécessité d'introduire un plan métallisé dans le *gap* pour assurer le guidage de l'onde. La démonstration expérimentale n'a cependant pas été réalisée et les pertes n'ont pas été estimées.

Enfin, pour tirer pleinement profit de la structure bicouche, d'autres matériaux (électrodes en or ou en cuivre, couches de ScAlN) ont fait l'objet d'études préliminaires et constituent une perspective de travail.

L'utilisation de substrats amincis autosupportés a permis de réduire l'épaisseur des dispositifs et ainsi de respecter le caractère imperceptible visé dans ce projet. Des précautions particulières lors de l'achat (rugosité en face arrière) et de la fabrication (collage, masquage, etc.) sont toutefois nécessaires. Une structure WLAW inférieure à 70 μm d'épaisseur totale et basée sur l'empilement AlN/ZnO/LN-Y128 a ainsi été obtenue. Les valeurs de Q associées risquent cependant de limiter son interrogation à distance.

Pour améliorer ce dernier point, la coupe Z du niobate de lithium a été étudiée. Généralement peu utilisée pour les applications SAW, elle semble pourtant prometteuse pour l'étude des résonateurs. Elle offre en effet une augmentation du facteur de qualité en raison de son faible couplage. De plus, elle facilite la croissance de la couche de ZnO grâce à une relation d'hétéroépitaxie favorable. Un dépôt optimisé exhibant une *rocking curve* de 0,61° a d'ailleurs été démontré.

Une optimisation du design du résonateur (déconnexion et augmentation du nombre de réflecteurs, variation du taux de métallisation et du nombre de doigts dans l'IDT central) a permis d'obtenir des facteurs de qualité de 1500 à plus de 3000, sur LN-Z massif ou aminci.

Enfin, une structure AlN $(8 \mu m)$ /ZnO $(2 \mu m)$ /LN-Z $(60 \mu m)$ autosupportée et amincie a été

obtenue expérimentalement. Après le dépôt des couches de ZnO et d'AlN, il s'en suit une baisse significative du facteur de qualité, tandis que, de manière intéressante, la figure de mérite $Q \times K^2$ chute uniquement de 2 à 1,19. Cette évolution traduit donc davantage un changement du mode de propagation dans la structure multicouche que l'ajout de fortes pertes par les dépôts.

Un capteur autoprotégé, imperceptible et de facteur de qualité satisfaisant a donc été obtenu et a permis de valider une étape importante du projet. Ainsi, au vu de ses performances, son interrogation à distance peut être envisagée dans le chapitre suivant.

4. Antennes étirables pour l'interrogation à distance du capteur ultrafin

Le chapitre précédent a permis de démontrer la faisabilité d'un capteur de température ultrafin à base d'un résonateur à ondes confinées sur la coupe LN-Z. L'autre étape essentielle dans l'élaboration du capteur sans fil « prêt à tatouer » est la fabrication des antennes étirables pour l'interrogation à distance.

Un état de l'art des antennes dédiées à l'environnement du corps humain est tout d'abord proposé. Les généralités des télétransmissions avec un capteur passif sont également énoncées. Ce chapitre aborde ensuite la modélisation et la réalisation d'une antenne dipôle ultrafine et étirable dans la bande de fréquence à 868 MHz, respectivement grâce à un modèle FEM et à la technique du *transfer printing*. Enfin, l'objectif final, à savoir, l'interrogation à distance d'un capteur sans fil, ultrafin et étirable est présenté.

4.1 Les antennes pour l'environnement du corps humain

4.1.1 Le contexte

Les modes de communication

Avec l'essor des objets connectés, les technologies sans fil suscitent un grand intérêt. Plus précisément, la réalisation d'antennes pour l'environnement du corps humain devient particulièrement pertinente et différents scénarios d'interrogation à distance sont possibles :

- une communication entre un dispositif à la surface du corps et une station externe (scénario recherché dans ce projet)
- une communication entre plusieurs dispositifs placés en surface du corps
- une communication entre un dispositif implanté et un autre en surface
- une communication entre un dispositif implanté et une station externe

Les fonctionnalités recherchées

Comme cela a déjà été évoqué au chapitre 1, la souplesse et l'étirabilité des dispositifs sont indispensables pour compenser les mouvements du corps humain et assurer une bonne intégration à la surface de la peau. Une stabilité électrique et mécanique est également recherchée. Le choix du substrat semble donc crucial dans la fabrication des antennes. Un matériau à faibles pertes est à privilégier de sorte à augmenter l'efficacité de l'antenne lorsqu'elle est placée sur le corps humain. Enfin, la discrétion du dispositif est demandée pour minimiser son influence sur la vie quotidienne des utilisateurs et ainsi faciliter son acceptation.

4.1.2 Les techniques de fabrication des antennes souples et étirables

De façon conventionnelle, les antennes sont réalisées à partir d'un substrat diélectrique et d'une métallisation rigide. Elles sont donc inadaptées pour une application sur la peau. Pour répondre au critère de flexibilité, le substrat peut être aminci ou remplacé par un textile. Le critère d'étirabilité quant à lui, peut être assuré par des matériaux ou des structures extensibles de telle sorte à compenser les déformations du corps humain. Ces approches, caractéristiques du domaine de l'électronique souple, ont déjà été abordées au chapitre 1 et s'appliquent parfaitement au cas des antennes. Ainsi, les méthodes de fabrication des antennes souples et étirables les plus répandues sont présentées ici.

Les antennes brodées sur textile

De façon générale, les antennes qui utilisent un textile en guise de substrat présentent non seulement une résistance à la déformation mais possèdent également une bande passante relativement large du fait de la faible constante diélectrique du tissu [186]. P. Salonen *et al.* ont démontré que l'inhomogénéité de l'épaisseur du textile n'influençait que très peu la fréquence de résonance des antennes [187]. En plus du substrat en tissu, il est possible de remplacer les métallisations classiques par des fibres conductrices afin de broder le motif. Ces fibres peuvent par exemple être obtenues :

- par « greffage chimique », comme dans le cas du polymère conducteur PAni¹ accroché à des fibres de coton [188]
- par enrobage de fibres textiles avec une solution aqueuse contenant des nanotubes de carbone [189]
- en torsadant plusieurs fibres polymères recouvertes de métal (figure 4.1a) [190, 191]

Le tissage des fibres (vitesse, compacité, tension du fil, taille du fil, etc.) influence les performances de l'antenne, notamment en matière de résistance mécanique. Lors d'une déformation (pliage par exemple), l'extension des fibres conductrices est négligeable et la fréquence de résonance des antennes sur textile est considérée comme stable.

Les antennes chargées en éléments conducteurs

En plus d'être étirables, les élastomères sont stables dans de nombreux environnements (eau, chaleur, etc.) et peuvent donc être utilisés en guise de substrat. Cependant, pour éviter la mauvaise adhésion du métal en surface, différents éléments conducteurs peuvent être intégrés directement au polymère. L'introduction de particules carbonées dans les polymères conduit toutefois à une conductivité inférieure à celle des métaux, et ce, d'autant plus que le dispositif est déformé [192]. Ce phénomène peut s'expliquer par la réorganisation des éléments conducteurs à l'intérieur de la matrice lors d'une déformation. D'autres types de particules ont donc été envisagés afin d'améliorer la valeur de conductivité. Des antennes basées sur des nanofils

^{1.} Polyaniline

d'argent intégrés au PDMS ou sur des flocons d'argent mélangés à une matrice en silicone ont ainsi été réalisées (figure 4.1b) [193, 194].

Les antennes à métal liquide

L'idée consiste à remplir les canaux microfluidiques (généralement en PDMS) par un alliage de gallium afin d'obtenir une grande résistance mécanique et une conductivité élevée. Il faut cependant veiller à ne pas introduire d'air dans les canaux, sous peine de créer des discontinuités dans le flux de courant et donc d'affecter les performances de l'antenne. Ce principe a été largement étudié par l'équipe du Pr. M.D. Dickey, notamment pour la réalisation d'antennes dipôles [195].

Le caractère étirable des antennes à métal liquide reste cependant inférieur à celui du PDMS seul, notamment à cause des fragilités en entrée et en sortie des canaux mais aussi à cause des faiblesses aux interfaces de connexion entre les parties souples et rigides (connecteur électrique).

Des configurations hybrides avec différents élastomères siliconés ont alors été imaginées (figure 4.1c) [196]. Pour atteindre une souplesse encore plus importante, Y. Huang *et al.* ont utilisé uniquement l'Ecoflex et ont démontré qu'une fréquence de résonance stable jusqu'à une déformation de 50% pouvait être obtenue avec un design en serpentin de rapport d'aspect spécifique (entre 1 et 1,5) [197].

Les antennes à encre conductrice

L'impression à jet d'encre est également une technique intéressante pour la réalisation d'antennes souples et légères. Elle utilise différentes encres conductrices basées sur des nanoparticules d'argent, de cuivre ou d'or. En plus d'être rapide et économique, cette méthode s'applique sur de nombreux substrats : PET (figure 4.1d) [198], Kapton [199] ou encore sur des fibres de coton [200]. La qualité de l'impression dépend des propriétés de l'encre (viscosité, taille des particules, etc.) mais aussi de la rugosité de surface du substrat.

Les antennes à métallisation en méandres

Les concepts de design des métallisations déjà énoncés au chapitre 1 s'appliquent également aux antennes. Ainsi, les lignes droites des antennes monopôles ou dipôles peuvent être remplacées par des serpentins, des méandres, des géométries fractales ou des structures en 3D (figure 4.1e). En plus d'être étirables, ces structures offrent une certaine compacité [103, 201]. De plus, elles sont relativement économiques puisqu'elles peuvent être réalisées par la technique classique de photolithographie.



FIGURE 4.1 – Exemples de réalisations d'antennes souples: (a) Brodées sur textile [190] (b) Chargées en éléments conducteurs [193] (c) A métal liquide [196] (d) A encre conductrice [198] (e) A métallisation étirable [201]

Comparatif

Les caractéristiques des techniques de réalisations qui ont été abordées sont reprises dans le tableau 4.1. Une fois de plus, un compromis est à trouver entre les propriétés expérimentales et les performances de l'antenne.

Seule l'approche avec des conducteurs usuels en méandres permet de garder un bon niveau de conductivité et donc un faible niveau de pertes (une obligation pour les capteurs sans fil passifs), et ce, tout en gardant une bonne étirabilité. C'est pourquoi cette stratégie a été retenue dans ce travail.

TABLEAU 4.1 – Caractéristiques des techniques de fabrication des antennes souples [202, 203]

Méthode de fabrication	Etirabilité	Conductivité	Stabilité	Coût de	Complexité
			thermique	fabrication	de fabrication
Textile [204]	moyenne	moyenne	faible	moyen	élevée
Métal liquide [195]	élevée	moyenne	faible	moyen	élevée
Polymère conducteur	élevée	faible	faible	moyen	moyenne
Encre conductrice [205]	faible	moyenne	élevée	faible	faible
Métallisation étirable	moyenne	élevée	moyenne	faible	moyenne

En plus du caractère flexible et étirable, la miniaturisation des antennes est également un point essentiel. Une solution est d'augmenter la fréquence de fonctionnement, ce qui conduit néanmoins à des difficultés de réalisation (taille des motifs). Une autre approche vise à utiliser des substrats flexibles à constante diélectrique élevée obtenus par charge d'un polymère en poudre de forte permittivité diélectrique (BaTiO₃ par exemple) [206].

4.1.3 Les mesures de température à distance

Au chapitre 1, les capteurs de température du domaine de l'électronique sur peau ont été évoqués. Si ces derniers sont flexibles et/ou étirables, ils sont généralement peu adaptés à une interrogation à distance. Certains groupes se sont alors concentrés sur l'étude des antennes associées aux capteurs de température. R. Colella et L. Catarinucci proposent une antenne réalisée en impression 3D et combinée à la technologie RFID (figure 4.2a). L'antenne est donc connectée à une puce électronique capable de mesurer la température. Le dispositif final est relativement grand $(80 \times 34 \times 5, 6 \, mm^3)$ et ne respecte pas les critères d'étirabilité de l'électronique souple [207]. A. Vaz et al. ont également exploité le principe RFID en proposant un dispositif totalement passif avec une grande précision $(0,035^{\circ}C)$ pour la gamme de température du corps humain $(35-45^{\circ}C)$. Les mesures expérimentales sur peau n'ont cependant pas été vérifiées. De plus, le dispositif final n'est pas flexible (figure 4.2b) [208]. Enfin, J. Jeon *et al.* ont proposé un capteur de température sans fil et totalement flexible (figure 4.2c). Il est constitué d'une association de polymères (PEO/PE) chargés de microparticules de nickel et d'une antenne RFID totalement passive réalisée avec une métallisation en cuivre sur un substrat flexible (PET) [209]. Le caractère étirable et les mesures dans l'environnement du corps humain n'ont toutefois pas été abordés.



FIGURE 4.2 – Exemples de capteurs de température basés sur la technologie RFID pour une mesure dans l'environnement du corps humain : (a) Dispositif non passif et rigide [207] (b) Dispositif passif et rigide [208] (c) Dispositif passif et flexible mais non étirable [209]

Comme cela a déjà été annoncé au chapitre 1, la technologie SAW a l'avantage de combiner le caractère passif des dispositifs et une interrogation en champ lointain. Plusieurs équipes se sont donc tournées vers ce principe pour la réalisation de capteurs de température sans fil. Une configuration basée sur un arrangement de plusieurs résonateurs SAW a par exemple été proposée par W. Buff et al. [210]. Toujours dans la même optique, B. Liu et al. ont cherché à réduire l'influence des perturbations apportées par l'environnement extérieur grâce à un algorithme correcteur [211]. Ainsi, la distance d'interrogation et la qualité du signal sont améliorées. L'étude numérique a été complétée par des mesures expérimentales en température à l'aide d'un résonateur quartz perturbé par un signal de même fréquence et par un objet métallique obstruant le chemin de propagation entre l'antenne d'interrogation et le dispositif interrogé. Plus encore, des mesures à distance impliquant des organismes vivants ont été considérées. L'équipe de S. Ballandras proposent par exemple une capsule ingérable $(3,5\,cm$ de long et $0,8\,cm$ de rayon) à l'intérieur de laquelle se trouve un dispositif SAW relié à une antenne dans le but de récupérer la température du tube digestif [212]. Le dispositif est basé sur un résonateur quartz à fort facteur de qualité (Q>8000) de sorte à compenser les pertes générées par les tissus organiques (figure 4.3). Différents designs d'antennes ont d'ailleurs été étudiés par I. Antcev *et al.* pour optimiser les mesures de température d'un résonateur SAW (à base de quartz) implanté dans un tissu biologique. Des mesures jusqu'à une profondeur de $10 \, mm$ ont été réalisées [213]. Les capteurs de température présentés ci-dessous nécessitent cependant l'encapsulation du dispositif. De plus, les études menées avec les organismes vivants s'inscrivent dans une logique de dispositifs implantables et ne respectent donc pas le critère d'étirabilité imposé par un placement de surface.



FIGURE 4.3 – Exemple d'un capteur de température ingérable basé sur le principe SAW [212]

Au mieux de la connaissance de l'auteur, l'interrogation à distance d'un capteur de température SAW autoprotégé à l'aide d'antennes étirables n'a donc pas encore été étudiée. Ainsi, les paragraphes suivants se concentrent sur l'étude (numérique et expérimentale) d'antennes souples pour l'interrogation du capteur WLAW proposé dans les chapitres précédents.

4.1.4 Les généralités sur les antennes et les télétransmissions

Dans cette sous-section, un certain nombre de définitions, grandeurs et formules sont introduites, de manière à clarifier les points importants pour l'interrogation de capteurs sans fil.

Définition : Les antennes sont indispensables dans les systèmes de radiocommunication puisqu'elles assurent la conversion entre une onde électromagnétique de l'espace et une grandeur électrique [214]. Leurs performances sont liées aux paramètres d'impédance et de rayonnement.

Coefficient de réflexion : Comme pour les dispositifs SAW, la réponse fréquentielle de l'antenne se caractérise par le coefficient de réflexion S_{11} qui s'écrit :

$$S_{11} = \frac{Z_{ant} - Z_0}{Z_{ant} + Z_0} \tag{4.1}$$

où $Z_{ant} = R_s + jX_s$ correspond à l'impédance complexe de l'antenne et Z_0 à l'impédance de référence (souvent 50 Ω). La résonance de l'antenne est définie comme la fréquence à laquelle l'impédance Z_{ant} est purement réelle ($X_s = 0$). D'un point de vue pratique, l'antenne est également qualifiée par la fréquence où l'adaptation est optimale (minimum du coefficient de réflexion). Le rôle du concepteur d'antenne est souvent de faire coïncider les deux fréquences, pour avoir une antenne bien adaptée à la fréquence de résonance. La caractéristique $|S_{11}|$ (dB) permet de déterminer la largeur de bande qui représente la bande fréquentielle pour laquelle le coefficient $|S_{11}|$ (dB) est inférieur à -10 dB.

Rayonnement : Le rayonnement de l'antenne est caractérisé par les notions de directivité, de gain et de diagramme de rayonnement. Plus exactement, la directivité détermine la façon dont une antenne concentre l'énergie dans une direction de l'espace et se définit comme le rapport entre la puissance du rayonnement dans cette direction et celle d'une antenne de référence isotrope. Si l'antenne est sans perte, le gain (G) est égal à la directivité (D). De façon plus

générale, le gain est le produit entre la directivité et le rendement (η) , lui-même défini comme le rapport entre la puissance émise par l'antenne et la puissance qui lui est fournie. Ainsi,

$$G = \eta D \tag{4.2}$$

Une représentation communément utilisée est le diagramme de gain (ou diagramme de rayonnement dans sa variante normalisée), qui permet d'appréhender le rayonnement de l'antenne dans toutes les directions de l'espace. Par abus de langage, le « gain de l'antenne » est souvent le gain dans la direction de rayonnement maximal.

Les propriétés évoquées ci-dessus, dépendent en réalité du type d'antenne, de la géométrie et des matériaux utilisés. Parmi les nombreuses configurations, les plus étudiées sont les antennes monopôles, dipôles et patchs du fait de leur simplicité de réalisation.

Equation des télécommunications : L'équation des télécommunications (ou Equation de de Friis) reportée ci-dessous, permet d'estimer la puissance transmise entre deux antennes en vue directe, en champ lointain et sans perte de polarisation.

$$\frac{P_r}{P_t} = G_t Gr \left(1 - |S_{11}|^2\right) \left(1 - |S_{22}|^2\right) \left(\frac{\lambda}{4\pi R}\right)^2$$
(4.3)

avec P_t la puissance délivrée à l'antenne d'émission, P_r la puissance collectée sur l'antenne de réception, G_t le gain linéaire de l'antenne d'émission, G_r le gain linéaire de l'antenne de réception, R la distance séparant les deux antennes, λ la longueur d'onde correspondant à la fréquence de travail, S_{11} le coefficient de réflexion sur l'antenne d'émission et enfin S_{22} le coefficient de réflexion sur l'antenne de réception.

Cas d'une interrogation sans fil par rétrodiffusion (*backscattering***) :** Le système d'interrogation d'un capteur SAW sans fil fait apparaître une antenne d'interrogation (antenne 1), une antenne liée au capteur (antenne 2) et le dispositif SAW lui même (figure 4.4).

Le bilan de liaison total fait donc intervenir trois éléments :

- la transmission de l'antenne 1 vers l'antenne 2
- le « rendement » du résonateur, c'est-à-dire le pourcentage d'énergie re-rayonnée par le résonateur, défini à la section 3.5.4
- la transmission de l'antenne 2 vers l'antenne 1



FIGURE 4.4 – Système d'interrogation d'un capteur SAW

Ainsi, il est essentiel d'optimiser certains paramètres et notamment :

- les gains des deux antennes qui serviront aux trajets incidents et réfléchis
- le pourcentage d'énergie re-rayonnée dans le dispositif SAW qui dépend largement de sa figure de mérite $Q \times K^2$ et qui peut être optimisé par design.
- le coefficient de réflexion S_{22} qui est ici le coefficient de réflexion entre l'antenne 2 et le dispositif SAW. Le capteur SAW ayant une impédance complexe, il se définit par :

$$S_{22} = \frac{Z_{antenne2} - Z_{SAW}^*}{Z_{antenne2} + Z_{SAW}}$$

$$\tag{4.4}$$

L'adaptation entre le capteur SAW et son antenne est maximale quand l'un est le complexe conjugué de l'autre. L'adaptation à 50Ω ne joue aucun rôle ici.

4.2 La conception et la modélisation d'antennes étirables

4.2.1 Le design

Au vu des paramètres présentés à la section 4.1.2, la stratégie retenue pour obtenir des antennes étirables est celle des métallisations en méandres couplées à un élastomère.

Les antennes étudiées dans ce travail de thèse rentrent dans la catégorie des dipôles demilongueur d'onde (certainement le type d'antenne le plus classique) adaptés à l'électronique étirable.

Le schéma de principe d'une telle antenne est donné dans la figure 4.5. L'antenne est dotée de deux brins, eux-mêmes constitués d'un pavage 2D de méandres. Le motif unitaire de ce pavage est construit à partir de 4 « sabots de cheval » (figure 4.6). Il garantit une étirabilité d'au moins 20% quand il est placé sur un élastomère. Plus important, ce pavage est intrinsèquement résilient : une rupture partielle des motifs n'influence que peu les caractéristiques de l'antenne.



 ${\rm FIGURE}$ 4.5 – Schéma de principe d'une antenne en méandre pour un fonctionnement à 868 MHz dans l'air



FIGURE 4.6 – Cellule unitaire du pavage

Les paramètres de la cellule unitaire de ce pavage sont les suivants : la taille de la cellule, la largeur de la métallisation et l'angle de l'arc de cercle formant le sabot. Pour former une antenne de taille donnée, plusieurs cellules unitaires sont assemblées en longueur et en largeur. La longueur finale détermine la fréquence de résonance, tandis que la largeur accroit la résilience du dispositif.

Ces paramètres sont les grandeurs d'entrée d'un générateur automatisé de motifs. Le tableau 4.2 reprend les données des deux cas étudiés ici, à savoir : une antenne fonctionnant à 868 MHz dans l'air, et son équivalent de taille réduite pour une utilisation sur le corps humain.

Il est à noter que ce design d'antenne est par essence plus compact qu'un dipôle classique en raison de son méandrage.

TABLEAU 4.2 – Paramètres à renseigner pour la construction automatique d'un motif en méandre. Les valeurs sont celles utilisées pour le modèle fonctionnant à 868 MHz dans l'air et sur un morceau de muscle modélisant un avant-bras.

Paramètre (unité)	Air	Muscle
Taille d'une cellule unitaire (mm)	3,344	3,344
Largeur de la métallisation (μm)	200	200
Portion de cercle (°/ 360°)	213	213
Nombre de cellules horizontales (/)	19	15
Nombre de cellules verticales (/)	3	3

4.2.2 Les modélisations numériques

L'étude des antennes se fait par la résolution du système d'équations de Maxwell afin de connaitre l'évolution du champ électrique \vec{E} et magnétique \vec{H} . Pour ce faire, le logiciel Ansys HFSS (High Frequency Structure Simulator) a été utilisé. Il se sert de l'approche par éléments finis pour approximer les équations aux dérivées partielles. Les modélisations ont été effectuées dans le cadre du stage de L. Verzellesi.

Les métallisations en méandres sont assimilées à un conducteur parfait. L'élastomère, quant à lui, est représenté par un parallélépipède de dimensions $130 \times 18 \times 0, 2 mm^3$, de permittivité diélectrique relative $\epsilon_r = 2, 7$ et de coefficient de pertes diélectriques $\tan(\delta) = 0, 05$.

L'antenne est ensuite placée dans un volume de simulation et les 6 surfaces sont dotées d'une condition absorbante afin d'éviter les phénomènes de réflexion des parois. Enfin, l'antenne est excitée par une entrée de type *lumped port* qui est située entre les deux zones de contact des brins, et qui simule un champ électrique uniforme.



FIGURE 4.7 – Configurations de simulations HFSS: (a) Métallisations en méandres sur l'élastomère Solaris (b) Volume de simulation

Le maillage à base de tétraèdres est créé automatiquement par le logiciel. Il s'obtient par passes successives jusqu'à satisfaction d'un critère de convergence ΔS (généralement 0,02). Les géométries complexes (arcs de cercles) conduisent cependant à de grandes inhomogénéités de maillage (figure 4.8a). La solution intuitive qui consiste alors à renforcer le critère ΔS risque de ne pas garantir la convergence voire de dépasser la mémoire vive des ordinateurs du laboratoire (256 Go). De plus, le nombre d'éléments est augmenté et par conséquent, le temps de calcul allongé. Une solution plus appropriée (et utilisée ici), vise à imposer une dimension maximale de la maille (figure 4.8b). Ainsi, la convergence est assurée avec un nombre raisonnable d'éléments.



FIGURE 4.8 – Maillages du motif en méandres : (a) Répartition très inhomogène (293000 éléments) (b) Répartition satisfaisante avec une taille de maille imposée à 5 mm (1600000 éléments)

Les coefficients de réflexion simulés dans deux environnements distincts (dans l'air et sur une

section d'avant-bras) sont donnés dans les figures 4.9a et 4.9b. L'antenne résonne à 868 MHzdans l'air et à 556 MHz sur le muscle. Ce dernier a été simulé par un parallélépipède de dimensions $170 \times 60 \times 30 \, mm^3$, de permittivité relative $\epsilon_r = 54, 8$ et de conductivité $\sigma = 0,978 \, S/m$. La valeur élevée de ϵ_r traduit les fortes pertes électromagnétiques de l'environnement du corps humain et est en partie responsable du décalage fréquentiel ($\Delta f = 312 \, MHz$). Au vu du facteur de proportionnalité d'environ 0,64 entre les deux fréquences, cela signifie qu'une antenne dimensionnée pour une fréquence de 1,3 GHz dans l'air devrait fonctionner à 868 MHz sur la peau. Les dimensions ont facilement pu être adaptées grâce au paramétrage du motif (tableau 4.2). Le nouveau modèle et le coefficient de réflexion associé sont donnés dans les figures 4.10a et 4.10b. L'antenne résonne à 808 MHz et est relativement bien adaptée à 868 MHz (-13,3 dB).



FIGURE 4.9 – Coefficients de réflexion $|S_{11}|$ et réactances X_s simulés: (a) Dans l'air (b) Sur une section d'avant-bras



FIGURE 4.10 – Etude d'une antenne fonctionnant dans la bande ISM à 868 MHz sur une section d'avant-bras: (a) Modèle simulé (b) Coefficient de réflexion $|S_{11}|$ et réactance X_s

En revanche, selon la direction et les différentes parties du corps humain sur lesquelles les antennes étirables sont tatouées, le gain varie entre -8 dB et -15 dB. Par rapport au gain de la même antenne dans l'air qui est autour de 2, la différence est donc de 10 dB à 17 dB.

En résumé, les antennes dipôles en méandres présentent certains avantages :

- --elles sont simples de design
- elles sont compactes par essence, et ceci est d'autant plus vrai lorsqu'elles sont placées sur le corps humain
- elles sont facilement ajustables (« scalables ») pour changer de fréquence ou d'environnement

A l'inverse, ces antennes possèdent un gain très limité lorsqu'elles sont placées sur le corps humain et peuvent présenter des variations de propriétés en fonction de leur environnement. Des évolutions de design seront donc à prévoir à l'avenir pour améliorer ces derniers points.

4.3 La réalisation d'antennes et les mesures sans fil

L'objectif final est d'obtenir une antenne ultrafine et ultrasouple afin de la connecter au capteur WLAW aminci présenté au chapitre précédent. Cette section détaille les différents prototypes d'antennes et les mesures sans fil réalisés.

4.3.1 Le premier prototype sur feuilles de Kapton : antennes flexibles

Pour un premier prototype, un design d'antennes compactes en méandres a été retenu.

La photolithographie sans masque

Des feuilles de polyimide Kapton d'épaisseur $25 \,\mu m$, métallisées par électrodéposition avec une couche de cuivre d'épaisseur $9 \,\mu m$ ont été utilisées (Pyralux AC 092500EV). En plus d'être flexible, le Kapton est robuste et stable en température [215]. Ici, il a également été sélectionné pour sa facilité d'utilisation.

Procédé de fabrication : Les feuilles maintenues sur un support de silicium ont été enduites de résine photosensible positive (AZ4562) puis exposées sous une lumière bleue filtrée (de 430 à 470 nm) grâce à un équipement de photolithographie sans masque (SmartPrint, Smart Force Technologie). L'appareil est basé sur la projection de la lumière bleue à travers une matrice LCD et permet l'exposition directe d'une image pixel par pixel (figure 4.11a). Cependant, au vu de la taille du motif, plusieurs expositions successives sont nécessaires (ici 3 images par brin). Il est important de limiter le nombre d'expositions pour éviter les défauts au niveau des raccords de champ, tout en veillant à conserver une précision suffisante. Comme pour un procédé de photolithographie classique, le motif en résine a été révélé (solution MF319), le cuivre gravé chimiquement (solution de chlorure de fer) puis la résine retirée (bain d'acétone). Le résultat est illustré dans la figure 4.11b.

Limites : La photolithographie sans masque offre une très grande flexibilité de travail puisque le « masque » est un fichier modifiable à volonté. Elle est cependant limitée par le contraste entre les zones exposées et non exposées. En effet, l'absence de délimitation franche peut conduire à des motifs peu nets.



FIGURE 4.11 – Lithographie sans masque : (a) Equipement SmartPrint (b) Antenne en méandres réalisée et fixée à un connecteur SMA à l'aide d'une colle conductrice

Une première mesure sans fil d'un dispositif WLAW

Pour une première interrogation à distance, un dispositif WLAW basé sur la structure AlN/ZnO/LN-Y128 (substrat standard d'épaisseur 500 μ m) a été utilisé. Au vu de la mesure du coefficient de réflexion de l'antenne en Kapton réalisée précédemment (figure 4.12), l'adaptation d'impédance à 50 Ω à la fréquence de résonance du dispositif WLAW, à savoir à 841 MHz, est tout à fait satisfaisante (-8,8 dB). L'antenne a donc été connectée au dispositif WLAW à l'aide d'une colle conductrice (figure 4.13). Le dispositif est ensuite interrogé à distance grâce à une deuxième antenne de même design.



FIGURE 4.12 – Coefficient de réflexion $|S_{11}|$ et réactance X_s d'une antenne en serpentin réalisée sur un substrat de Kapton



FIGURE 4.13 – Montage expérimental d'une mesure à distance d'un dispositif WLAW basé sur la structure AlN/ZnO/LN-Y128(500 μm)

La mesure sans fil est validée puisque le signal de l'onde WLAW est détecté sur la réponse caractéristique de l'antenne d'interrogation (figure 4.14). De plus, un décalage fréquentiel est observé lors d'une mesure en environnement chauffant (réalisé avec une lampe).



FIGURE 4.14 – Coefficient de réflexion $|S_{11}|$ de l'antenne d'interrogation lors d'une mesure à distance d'un dispositif WLAW basé sur la structure AlN/ZnO/LN-Y128(500 μm)

Au sein du projet, ce résultat est particulièrement important puisqu'il s'agit de la première mesure de température sans fil à partir d'un dispositif WLAW qualifié d'autoprotégé. La distance d'interrogation reste cependant très limitée (2 cm) car ni le facteur de qualité, ni les adaptations d'impédance n'avaient été optimisées à ce stade de l'étude. De plus, les feuilles de Kapton assurent uniquement une certaine flexibilité. Dans la suite de l'étude, elles ont été remplacées par un élastomère afin de répondre au caractère extensible.

4.3.2 L'utilisation des élastomères : antennes étirables

L'élastomère Solaris

Le Solaris, déjà évoqué à plusieurs reprises, est un polymère siliconé très souple dont le module d'Young ($E = 172 \, kPa$) se rapproche de celui de la peau. Il s'agit donc d'un élastomère bien adapté à l'électronique sur épiderme. De plus, tout comme le PDMS, le Solaris est compatible avec de nombreuses techniques de microfabrication. Il est donc une très bonne base pour la réalisation des antennes étirables de ce projet.

Le Solaris est commercialisé par Smooth-On en deux parties sous forme visqueuse (*part A and B*). La mise en contact des deux liquides dans des proportions égales permet d'amorcer le processus de réticulation. Plus précisément, le mélange est placé dans une enceinte sous vide afin d'éliminer les bulles d'air piégées par l'opération de mixage. Il est ensuite étalé par force centrifuge (*spin coating*) sur un support rigide en polymère de taille 6 pouces. L'épaisseur obtenue dépend essentiellement des paramètres d'enduction (vitesse, accélération et temps). Elle est déterminée optiquement à partir d'une visualisation de la tranche puisque le caractère ductile du matériau empêche les mesures au profilomètre. L'épaisseur est généralement inhomogène ce qui s'explique notamment par les effets de bords induits par la force centrifuge face à la viscosité du matériau. Ici, l'enduction sur une surface relativement grande par rapport à la taille du motif permet de négliger ce phénomène. Les épaisseurs moyennes obtenues pour différents paramètres sont données dans le tableau 4.3. Après enduction, le mélange repose 24 heures à température ambiante pour finaliser la polymérisation.

Afin d'accentuer l'élongation à la rupture et la résistance au déchirement, le Solaris a été mélangé à un autre élastomère : l'Ecoflex². Dans le cas des épaisseurs très fines (100 ou 200 μm), plus la proportion d'Ecoflex est importante, plus le film perd sa transparence et plus il devient difficile à manipuler (il se recroqueville sur lui-même). Il est donc essentiel de bien maîtriser la quantité d'Ecoflex. Ici, les meilleurs résultats ont été obtenus avec 30% de Solaris et 70% d'Ecoflex.

^{2.} Egalement commercialisé par Smooth-On et dont la préparation est strictement identique à celle du Solaris.

Droportion	Vitesse	Accélération	Temps	Epaisseur
Гтөрөглөн	(rpm/s)	(rpm/s^2)	(s)	(μm)
Solaris 100%	100	100	60	432
Solaris 100%	300	300	60	209
Solaris 30%-Ecoflex 70%	400	400	60	184
Solaris 30%-Ecoflex 70%	600	600	60	114

TABLEAU 4.3 – Paramètres d'enduction utilisés pour la fabrication des élastomères

La technique du transfer printing

De nombreuses études menées sur le PDMS montrent une mauvaise adhésion des métallisations lorsqu'elles sont réalisées à partir des méthodes classiques de dépôts (pulvérisation, évaporation) [216]. Le Solaris et l'Ecoflex étant de la même famille, des conclusions similaires sont à craindre. Il est donc préférable de s'orienter vers un procédé de métallisation indirect : le *transfer printing*. Le principe consiste à effectuer une métallisation sur un substrat temporaire bien adapté aux techniques de dépôts conventionnelles (silicium) et à la reporter sur un élastomère. Le transfert de métallisation a déjà fait l'objet d'un grand nombre d'études [217, 218].

Dans le cadre de ce projet, le procédé suivant a été utilisé (figure 4.15):



FIGURE 4.15 – Principales étapes de la méthode du transfer printing

- Un wafer de silicium (3 pouces) est recouvert d'une couche sacrificielle de PMMA (90 nm).
- Un dépôt de cuivre d'environ $2,5\,\mu m$ est ensuite réalisé par pulvérisation cathodique magnétron dans le bâti DP650.
- Le wafer est enduit de résine photosensible (AZ4562) et une étape de photolithographie sans masque (identique à celle du paragraphe 4.3.1) est effectuée. Comme pour les antennes sur substrat de Kapton, la structure en résine est révélée puis imposée à la métallisation par gravure chimique (étape (a) de la figure 4.15).
- Le wafer est ensuite plongé dans un bain d'acétone. Ce dernier permet non seulement de retirer le motif de résine ayant servi à la gravure du cuivre mais également de dissoudre la couche sacrificielle de PMMA et donc de libérer la métallisation du substrat de silicium. En sortie du bain, les motifs « reposent » simplement sur le substrat. Cette étape est la plus délicate du procédé.
- La métallisation est ensuite décollée du *wafer* de silicium à l'aide d'un adhésif soluble (Mask plus II 5414, 3M) à base de PVA³ qui joue le rôle de support temporaire (étape (b) de la figure 4.15).
- Le report de la métallisation sur l'élastomère nécessite au préalable une étape de traitement des surfaces pour réaliser un collage de type élastomère/SiO₂. Dans le cas du PDMS, l'exposition au plasma O₂ conduit à la formation de groupes hydroxyles (-OH) au détriment des groupes méthyles (-CH₃) initialement présents. Cela se traduit par le caractère hydrophile de la surface (réduction des angles de contact). Moyennant la libération d'une molécule d'eau, les groupes silanols (-SiOH) préalablement formés, peuvent encore se lier à une autre surface siliconée ou siliciée pour créer des liaisons Si-O-Si. Ces liaisons covalentes sont la base d'un collage irréversible entre les deux surfaces [219]. Plus précisément, la force de collage dépend du type de bâti, de la puissance, de la pression et de la durée du plasma O₂. La technologie corona ⁴, dont le principe est similaire à celui des plasmas, conduit également à l'augmentation du caractère hydrophile du PDMS [220]. L'utilisation d'une torche à effet corona est donc également à l'origine d'un collage et une fois de plus, la qualité de celui-ci dépend du temps, de la puissance et de la distance d'exposition. C'est justement cette méthode qui a été utilisée pour l'activation

^{3.} Polyalcool vinylique

^{4.} L'ionisation d'un gaz entre deux électrodes fortement asymétriques génère un champ électrique non homogène, d'où l'apparition d'arcs bleuâtres qui crépitent autour de l'électrode en pointe.

des élastomères siliconés Solaris et Ecoflex, dont le comportement est identique à celui du PDMS. Les métallisations de cuivre, quant à elles, sont recouvertes d'un dépôt de SiO_2 (50 nm réalisé dans le bâti de pulvérisation DP650). Pour accélérer le collage des deux surfaces en contact, l'ensemble a été chauffé à 80°C pendant 15 minutes.

 Une fois les deux surfaces soudées, l'ensemble est placé dans un bain d'eau déionisé afin de dissoudre l'adhésif et de récupérer le dispositif final. Ce dernier peut alors être étiré (étapes (c) et (d) de la figure 4.15).

4.3.3 Les mesures sans fil

Des interrogations sans fil avec des antennes étirables ont été réalisées en trois temps, à savoir : une validation initiale avec un résonateur quartz à fort Q, des mesures avec un résonateur WLAW à base de LN-Y128 et enfin des mesures à partir de résonateurs fabriqués sur LN-Z aminci (SAW et WLAW).

Le résonateur quartz commercial

Une antenne de $400 \,\mu m$ d'épaisseur, réalisée par *transfer printing* sur un substrat de Solaris (100%) a été connectée à un dispositif SAW du commerce (SAW Components SR869C) (figure 4.16).



FIGURE 4.16 – Résonateur SAW commercial connecté à une antenne étirable

En guise d'antenne d'interrogation, un motif parfaitement identique a été réalisé sur un substrat de Kapton. La réponse caractéristique du dispositif SAW à 868 MHz est parfaitement visible sur le graphe de la figure 4.17a. De plus, un décalage fréquentiel ($\Delta f = 211 \, kHz$) est observé lorsque le dispositif est placé en environnement chauffant (sous une lampe). Une mesure de température à distance au moyen d'une antenne étirable est donc possible. Il est intéressant de préciser que le chauffage des brins induit une dilatation thermique de l'élastomère. Celle-ci est responsable d'un changement de fréquence de résonance de l'antenne mais reste cependant négligeable. De plus, au vu de la largeur de la bande passante des antennes, l'adaptation d'impédance est toujours suffisante. La variation fréquentielle observée est donc bien due au TCF du dispositif SAW.



FIGURE 4.17 – Mesures à distance (quelques centimètres) d'un dispositif SAW du commerce : (a) Coefficient de réflexion $|S_{11}|$ de l'antenne d'interrogation (b) Décalage fréquentiel en environnement chauffant

Le résonateur WLAW basé sur LN-Y128

Le résonateur commercial a ensuite laissé la place à un dispositif WLAW basé sur la structure AlN/ZnO/LN-Y128(500 μ m) présentée au chapitre 2 (figure 4.18). L'onde caractéristique identifiée aux alentours de 820 *MHz* lors des mesures sous pointes est également détectable sur le tracé $|S_{11}|$ (figure 4.19a). Plus précisément, celui-ci a été obtenu avec une antenne interrogatrice placée à 0,5 cm et là encore, un décalage fréquentiel ($\Delta f = 4,74 MHz$) est visible en présence d'un élément chauffant (figure 4.19b). La variation de température estimée à l'aide d'un thermocouple ($60^{\circ}C$) et le décalage fréquentiel observé, conduisent à un TCF de -96 ppm/°C pour cette structure. La variation de température donnée par le thermocouple réagissent différemment au chauffage par rayonnement. Il s'agit cependant du premier démonstrateur de température basé sur la technologie SAW, autoprotégé, sans fil et ultrasouple. A ce stade, des objectifs clés du projet ont donc été démontrés. Toutefois, des progrès peuvent être faits en matière d'épaisseur du dispositif final et de distance d'interrogation, et ce, à relativement court terme.



FIGURE 4.18 – Dispositif AlN/ZnO/LN-Y128(500 μm) connecté à une antenne étirable



FIGURE 4.19 – Mesures à distance (0,5 cm) d'un dispositif WLAW basé sur la structure AlN/ZnO/LN-Y128(500 μm): (a) Coefficient de réflexion $|S_{11}|$ de l'antenne d'interrogation (b) Décalage fréquentiel en environnement chauffant

L'amélioration des performances : résonateur LN-Z aminci couplé à une antenne ultrafine

Un capteur de température sans fil aminci, illustré dans la figure 4.20, a été réalisé à partir :

- d'une antenne étirable d'épaisseur $100 \,\mu m$ (Solaris 30%-Ecoflex 70%). Pour des épaisseurs inférieures, les élastomères ne sont plus manipulables de façon autosupportée et nécessitent donc un support temporaire.
- d'un résonateur SAW à fort facteur de qualité réalisé à partir de la coupe Z du niobate de lithium aminci (dispositif développé en fin de chapitre 3).



FIGURE 4.20 – Dispositif SAW aminci (substrat LN-Z) connecté à une antenne ultrafine

Les performances du dispositif SAW sont données dans les graphes 4.21a et 4.21b obtenus à partir des caractérisations sous pointes. La résonance se situe à 858 MHz, le facteur de qualité est élevé (Q = 4087) et le facteur de mérite est très satisfaisant ($Q \times K^2 = 1, 6$).



FIGURE 4.21 – Caractérisations électriques du dispositif SAW aminci (substrat LN-Z): (a) Evolution de $\Re(Y_{11})$ (b) Evolution du module de l'admittance $|Y_{11}|$

L'installation expérimentale de la figure 4.22 a permis d'obtenir une détection du dispositif SAW jusqu'à 25 cm dans l'air. Celui-ci a été interrogé avec une antenne dipôle à base de fils de cuivre qui fonctionne dans la bande ISM à 868 MHz. Le dispositif montre également une sensibilité à la température comme illustré sur la figure 4.23b. Les mesures en température ont été réalisées à une distance de 5 cm dans une configuration favorable. Ce résultat valide une nouvelle étape dans le projet : l'interrogation à distance d'un dispositif aminci.



FIGURE 4.22 – Montage expérimental d'une mesure sans fil d'un dispositif SAW aminci (substrat LN-Z)



FIGURE 4.23 – Mesures à distance d'un dispositif SAW aminci (substrat LN-Z): (a) Coefficient de réflexion $|S_{11}|$ de l'antenne d'interrogation (b) Décalage fréquentiel en environnement chauffant (distance d'interrogation de 5 cm)

Le capteur sans fil autoprotégé final

Les mesures suivantes ont été réalisées avec un dispositif WLAW aminci basé sur la structure $AlN(8 \mu m)/ZnO(2 \mu m)/LN-Z(60 \mu m)$ (figure 4.24), et dont les propriétés sont reprises dans les graphes 4.25a et 4.25b. Conformément à l'étude menée au chapitre 3, la valeur du facteur de qualité (ici Q = 178) est bien inférieure à celle obtenue sans les couches supérieure (division par 16 ici). Par contre, le facteur de mérite $Q \times K^2$ vaut 1,19 ce qui signifie que le dispositif re-rayonne 23% de son énergie lorsqu'il est interrogé dans une configuration adaptée (d'après la courbe de la figure 3.56 du chapitre 3).



FIGURE 4.24 – Dispositif WLAW aminci basé sur la structure AlN/ZnO/LN-Z(60 $\mu m)$ et connecté à une antenne ultrafine



FIGURE 4.25 – Caractérisations électriques du dispositif WLAW aminci basé sur la structure AlN/ZnO/LN-Z(60 μm): (a) Evolution de $\Re(Y_{11})$ (b) Evolution du module de l'admittance $|Y_{11}|$

Une mesure à distance, similaire à la précédente a donc été réalisée. D'après la figure 4.26a, le dispositif WLAW peut être interrogé jusqu'à 11 cm. Conformément aux attentes, la présence des couches supérieures réduit légèrement la distance d'interrogation. Celle-ci reste néanmoins satisfaisante pour un très grand nombre d'applications. Les mesures sous la lampe (à une distance de 5 cm) témoignent d'une sensibilité en température du capteur (figure 4.26b). Un résultat essentiel a donc été obtenu : une mesure de température à distance à l'aide d'un dispositif autoprotégé, ultrafin et ultrasouple.

Les mesures sans fil sur la peau nécessiteront un design optimisé afin d'obtenir des antennes à plus fort gain.



FIGURE 4.26 – Mesures à distance d'un dispositif WLAW aminci basé sur la structure AlN/ZnO/LN-Z($60 \mu m$): (a) Coefficient de réflexion $|S_{11}|$ de l'antenne d'interrogation (b) Décalage fréquentiel en environnement chauffant (distance d'interrogation de 5 cm)

4.4 Conclusion du chapitre

Ce dernier chapitre a abordé les mesures sans fil des capteurs à ondes élastiques à l'aide d'un composant essentiel : les antennes étirables.

Une étude bibliographique des différentes approches des antennes souples a permis de justifier le choix des antennes étirables réalisées, à savoir : la stratégie des conducteurs en forme de méandres.

Le design résilient d'antennes dipôles en méandres a tout d'abord été étudié numériquement. Il permet une grande facilité de conception, d'implémentation et une forte compacité. Par contre, son gain est limité dans le contexte d'une application sur peau.

La fabrication des antennes étirables sur élastomères a été réalisée grâce à la technique du *transfer printing*, mise en place pour la première fois à l'IJL. Un mélange d'élastomères à permis d'obtenir les propriétés souhaitées de résistance et d'adaptation mécanique à la peau. Une grande versatilité de prototypage des motifs a été possible grâce à la lithographie sans masque.

Enfin, les antennes étirables ont été connectées à différents capteurs SAW et WLAW pour réaliser une série de mesures sans fil, avec un accroissement progressif des performances et des fonctionnalités. L'expérience finale a été opérée avec un résonateur WLAW sur AlN/ZnO/LN-Z(60 μm) couplé à une antenne étirable ultrafine (100 μm). Le capteur sans fil a été interrogé jusqu'à 11 cm et permet la mesure de température.

Un capteur de température à ondes élastiques, sans fil, ultrafin, étirable et autoprotégé a donc été démontré pour la première fois. Certains résultats ont déjà pu être valorisés [221].

Des expériences similaires sur le corps humain sont maintenant à envisager avec un design d'antenne optimisé pour un fonctionnement sur la peau.

4. Antennes étirables pour l'interrogation à distance du capteur ultrafin
5. Conclusion générale

La réalisation d'un capteur de température sans fil à ondes élastiques confinées et « tatoué » sur la peau était au cœur de ce manuscrit. Ce sujet de thèse a apporté une approche totalement pluridisciplinaire en abordant entre autres les thématiques de l'acoustique, de l'électronique sur peau et de la science des matériaux. Les dispositifs ont été imaginés, simulés, fabriqués, caractérisés puis valorisés dans plusieurs communications scientifiques.

Au travers de l'étude bibliographique, le chapitre 1 a permis de justifier l'approche retenue. Le marché des objets connectés est aujourd'hui en pleine croissance, et ce, notamment dans le domaine de la santé. En effet, le suivi en continu des paramètres corporels (fréquence cardiaque, activité cérébrale, température de la peau, etc.) est de plus en plus recherché. Les dispositifs actuels font cependant face à certains débats sur la protection des données et sont généralement associés à un inconfort d'utilisation (taille, fils, batterie, etc.). La technologie des ondes élastiques de surface apparait alors comme une approche originale et pertinente. La sensibilité de la vitesse des ondes à certains paramètres extérieurs fait naître la fonction de capteur. De plus, sous réserve de choisir des matériaux et configurations appropriés, les dispositifs SAW peuvent être passifs (sans batterie), autoprotégés (sans boîtier) et interrogés à distance (sans fil). Ils trouvent également leur place dans le domaine de l'électronique souple où des stratégies de microfabrication (sur les matériaux ou les structures) sont utilisées afin de développer des dispositifs flexibles et/ou étirables. Les dispositifs SAW réalisés sur des substrats souples et recensés dans la littérature sont de potentiels capteurs de température (TCF élevé) mais souffrent de pertes de propagation accrues qui compromettent les mesures à distance. Un capteur de température basé sur une structure WLAW, elle-même fondée sur un substrat monocristallin, a donc été proposée dans le but d'obtenir une onde élastique confinée et découplée de la peau. Le dispositif est ensuite connecté à une antenne étirable pour assurer une interrogation à distance. Cet ensemble prend en effet tout son sens puisqu'il respecte les critères essentiels à une utilisation « imperceptible » sur le corps humain, à savoir un caractère : sans fil, sans batterie, sans boîtier, ultrafin et étirable.

Le développement du capteur WLAW autoprotégé a été abordé dans le **chapitre 2**. Le choix des matériaux a d'abord été justifié. L'empilement AlN/ZnO/LN-Y128 est un candidat sérieux qui offre non seulement une sensibilité en température mais surtout un gradient de vitesse capable d'isoler l'onde des perturbations extérieures. En effet, les simulations numériques basées sur le logiciel aux éléments finis *Comsol Multiphysics* ont permis d'obtenir le confinement de l'onde avec une épaisseur de $2 \mu m$ de ZnO et $6 \mu m$ d'AlN. Les étapes successives de microfabrication de cette structure ont ensuite été présentées. Les peignes interdigités, réalisés par lithographie et gravure, ont été recouverts des couches minces déposées par pulvérisation cathodique magnétron. Les caractérisations des matériaux (DRX, MEB, MET) ont permis de mettre en évidence la structure colonnaire des dépôts. Les caractérisations électriques quant à elles, ont été réalisées à l'analyseur de réseau et ont montrées un décalage fréquentiel lors d'une montée en température et plus encore, une invariance du signal en présence d'une perturbation de surface par un élastomère aux propriétés proches de la peau. Le tricouche AlN($6 \mu m$)/ZnO($2 \mu m$)/LN-Y128 a donc été validé expérimentalement pour une utilisation en tant que capteur de température, qui plus est passif et autoprotégé.

Dans le **chapitre 3**, différentes possibilités d'amélioration du tricouche ont été étudiées et ont fait l'objet de plusieurs collaborations.

- Un confinement de l'onde avec seulement $2,5 \,\mu m$ de diamant à la place de l'AlN a été prédit numériquement. De plus, la possibilité de contrôler la position de l'onde dans la structure WLAW a été mise en évidence. Expérimentalement, des dépôts de diamant sur ZnO/LN-Y128 ont été réalisés à basse température (<250°C) dans le cadre d'une collaboration avec le LSPM (UPR 3407 CNRS). Les résultats préliminaires ont montré l'importance de protéger le ZnO lors d'un dépôt pour limiter sa gravure.
- L'ajout de la fonctionnalité d'identification des dispositifs a été étudiée et une configuration originale à IDTs connectés a été proposée. Les transmissions directes permettent d'obtenir un fort niveau de signal et donc potentiellement d'augmenter les distances d'interrogation. La configuration à IDTs connectés a également un intérêt pour les structures présentant des pertes comme le WLAW ou pour les substrats à faible facteur de couplage comme la langasite. Enfin, un résultat surprenant et important avec le niobate de lithium a été obtenu : son fonctionnement jusqu'à $600^{\circ}C$ sur une durée de 45 minutes.
- Pour simplifier les réalisations expérimentales, des structures bicouches (proposées théo-

riquement par P. Nicolay et N. Naumenko) à base d'électrodes épaisses ont été envisagées. Elles ont d'abord fait l'objet d'une étude numérique puis d'une réalisation expérimentale. Avec un résonateur fonctionnant à 2,18 GHz basé sur la structure AlN/IDT(Pt)/LN-Y128, le confinement d'une onde de type Rayleigh a été démontré expérimentalement pour la première fois et une grande sensibilité en température a été mesurée. Son équivalent en configuration ID-tag reste à étudier numériquement et expérimentalement pour obtenir la fonction d'identification.

- Pour répondre au caractère ultrafin, la fabrication de dispositifs WLAW sur des *wafers* autosupportés amincis de $60 \, \mu m$ a été démontrée.
- Enfin, l'utilisation de la coupe Z du niobate de lithium couplée à une optimisation de design a permis d'augmenter significativement le facteur de qualité. Ainsi, un résultat clé du travail de thèse a été obtenu : un résonateur WLAW ultrafin et compatible avec une interrogation sans fil.

Les mesures à distance grâce aux antennes étirables ont d'ailleurs été traitée dans le **chapitre 4**. Un état de l'art a permis de discuter des avantages et inconvénients des différentes techniques de fabrication des antennes souples mais aussi d'identifier les capteurs de température interrogeables à distance. C'est finalement, la stratégie des métallisations étirables en méandres qui a été retenue. Celle-ci a d'abord fait l'objet d'une étude numérique avec le logiciel HFSS. Les antennes dipôles ont ensuite été fabriquées par *transfer printing* où le principe consiste à réaliser une métallisation sur un substrat rigide puis à la transposer sur un élastomère étirable. Enfin, en connectant un dispositif WLAW aminci basé sur la structure AlN/ZnO/LN-Z aux antennes, la mesure finale a été obtenue, à savoir : une interrogation du capteur jusqu'à 11 cm. De plus, une sensibilité en température a été observée. Un prototype de capteur de température sans fil ultrafin et ultrasouple fonctionnant aux alentours de 868 MHz a donc été réalisé.

Le capteur de température développé ici se distingue de l'état de l'art puisqu'il présente certains avantages. Il est :

- passif grâce à la technologie des ondes élastiques de surface.
- autoprotégé grâce au confinement de l'onde avec le principe WLAW. Il est ainsi insensible aux perturbations liées à une utilisation sur le corps humain.
- ultrafin par l'amincissement du substrat monocristallin et l'utilisation d'un élastomère

de très faible épaisseur.

- sans fil par la connexion aux antennes.
- compatible avec une utilisation sur le corps humain grâce à l'élastomère qui assure une grande étirabilité.

Le dispositif présente cependant certaines limitations et des perspectives d'amélioration peuvent encore être envisagées, notamment :

- en matière de précision et de distance de mesures. Plus le facteur de qualité Q des résonateurs sera grand plus la détection du décalage fréquentiel imposé par la variation de température sera précise. Des valeurs élevées permettront également d'accroître la distance d'interrogation. L'augmentation du facteur de qualité pourra se faire non seulement par une optimisation des designs des structures WLAW mais également par une optimisation des dépôts des couches minces.
- sur sa taille. Bien que l'épaisseur totale soit ultrafine ($<200 \ \mu m$), la longueur des antennes (plusieurs centimètres) reste relativement imposante. Un travail à plus haute fréquence ($2,45 \ GHz$) permettrait de réduire encore davantage les dimensions du capteur, avec néanmoins un compromis à trouver par rapport aux contraintes de fabrication et de pertes.
- pour les détections multiples. Les mesures réalisées en configuration résonateur se sont limitées ici à une interrogation unique. L'identification à distance grâce à une configuration ID-tag ou à IDTs connectés serait donc à privilégier.
- en présence de contraintes. Bien que le dispositif WLAW soit relativement robuste (car ultrafin sur de petites dimensions), l'impact des actions mécaniques n'a pas été étudié.
- concernant l'inertie thermique. La thermalisation du capteur en fonction de la qualité de contact avec la peau et de la température extérieure devra être étudiée.
- lors d'une application sur la peau. Des designs optimisés devront être étudiés pour obtenir des antennes à fort gain et ainsi espérer réaliser des mesures sur peau.

Le capteur de température abordé ici n'est que la première étape d'un projet plus vaste qui vise la fabrication de dispositifs multifonctionnels incluant des mesures de champ magnétique, de radiation ou de contraintes par exemple.

De plus, les développements effectués lors de ces travaux pourront être mobilisés individuel-

lement dans des études futures. Le concept du WLAW aminci et la réalisation des antennes ultrafines pourront servir pour des applications dans d'autres domaines tels que la microfluidique, la santé des structures ou les environnements hostiles des milieux industriels (élément rotatif, accessibilité réduite, haute température). Enfin, ces travaux sur les structures multicouches font écho à une révolution du domaine, à savoir les dispositifs sur POI.

5. Conclusion générale

6. Annexes

6.1 La pulvérisation cathodique magnétron

Le principe de la pulvérisation cathodique repose sur le bombardement d'une source (cible du matériau à déposer) à l'aide d'ions issus d'un plasma [222, 154]. Plus exactement, un gaz est introduit dans une enceinte préalablement mise sous vide. Une différence de potentiel est appliquée entre la cathode (cible) et l'anode (substrat) entrainant une accélération des électrons libres initialement présents dans le gaz. Ces derniers entrent alors en collision avec les atomes du gaz, d'où leur ionisation et la création d'un plasma de décharge luminescente. Les ions créés sont fortement accélérés vers la cible (à potentiel opposé) et libèrent leur énergie cinétique au moment de l'impact avec celle-ci. Ce transfert d'énergie purement mécanique entraine l'éjection d'un atome de la cible. Ce dernier peut alors se déposer sur le substrat afin de former le film mince (figure 6.1). La génération du plasma peut être faite en mode DC (*Direct Current*) ou en mode RF (*Radio Frequency*).



FIGURE 6.1 – Schématisation du principe de pulvérisation cathodique

Le gaz introduit dans l'enceinte peut être inerte (généralement l'argon) afin d'éviter les réactions parasites avec les espèces à déposer. La composition du film mince est alors identique à celle de la cible. A l'inverse, lorsque le gaz n'est plus inerte (N_2 par exemple), les ions du plasma peuvent se lier avec certaines espèces éjectées afin de faire croître un matériau différent de celui de la cible. La pulvérisation cathodique est alors dite **réactive**.

L'utilisation du procédé magnétron améliore considérablement la vitesse de dépôt [154, 72].

En effet, la présence d'aimants permet de superposer un champ magnétique au champ électrique déjà présent (figure 6.2a). Les électrons libres sont donc confinés au voisinage de la cible et entrainent une augmentation de la densité de plasma dans cette zone. Il en résulte une quantité d'atomes éjectés plus importante et donc une croissance plus rapide. L'anneau d'usure observable sur les cibles est caractéristique de la présence d'un magnétron (figure 6.2b). Il s'agit alors d'une pulvérisation cathodique (réactive) **magnétron**.



FIGURE 6.2 – (a) Schématisation d'une cible magnétron (b) Cible d'aluminium érodée

La qualité de la croissance dépend de la nature du substrat et de son orientation mais aussi de la nature des matériaux à déposer. Elle est également fortement liée aux paramètres utilisés lors du dépôt (température du substrat, puissance d'activation du plasma ou encore nature et pression des gaz de la chambre). La principale difficulté réside dans le caractère dépendant des paramètres.

6.2 La diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X (DRX) est une technique d'analyse de la matière largement utilisée notamment en raison de son caractère non destructif. Les rayons X sont produits dans des tubes à rayons X grâce à un courant d'électrons entre une cathode et une anode (aussi appelée cible) suivant deux mécanismes :

- le freinage des électrons par les atomes de la cible génère un rayonnement continu (aussi appelé *Bremsstrahlung*) dont une partie se situe dans le domaine des rayons X.
- les atomes de la cible excités par les électrons incidents émettent des photons X afin de retourner dans leur état fondamental.

Lorsqu'un rayon X de longueur d'onde λ arrive sur un des plans du réseau cristallin avec un angle θ , la diffraction se produit uniquement si la distance parcourue par les rayons réfléchis sur les plans séparés d'une distance interréticulaire d diffère d'un nombre entier n de λ . Autrement dit, la relation

$$2\,d\,\sin(\theta) = n\,\lambda\tag{6.1}$$

et plus connue sous le nom de relation de Bragg, doit être vérifiée (figure 6.3). En variant l'angle θ , les conditions de Bragg sont satisfaites pour un espacement *d* différent, représentant une autre famille de plans atomiques (dans le cas des matériaux polycristallins). Le tracé des positions θ et de l'intensité des pics de diffraction produit un diagramme caractéristique des éléments présents dans l'échantillon.



FIGURE 6.3 – Schéma de principe illustrant la relation de Bragg [223]

La configuration dite $\theta - 2\theta$ consiste à placer symétriquement la source et le détecteur par rapport à la surface du substrat (figure 6.4). Ainsi, seules les familles de plans parallèles à la surface du substrat peuvent diffracter. Expérimentalement, c'est la valeur de l'angle de déviation (2θ) qui est mesurée. Un diagramme avec un grand nombre de pics traduit différentes orientations des grains et l'échantillon est alors qualifié de **polycristallin** (figure 6.5a). A l'inverse, si les grains présentent une orientation privilégiée, le film est dit **texturé** et le nombre de pics est fortement réduit (une seule famille de plans) (figure 6.5b).



FIGURE 6.4 – Schéma de la configuration $\theta - 2\theta$



FIGURE 6.5 – Schématisation d'un film: (a) polycristallin (b) texturé

L'étude du diagramme donne également accès à différentes informations sur l'échantillon :

- la position du pic permet d'identifier les orientations de croissance. Il suffit de comparer la valeur de θ à celle des bases de données JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*). De plus, la connaissance de l'angle θ permet de calculer la distance d à l'aide de la relation de Bragg, d'en déduire le paramètre de maille et ainsi de conclure sur l'état de contrainte du film. En effet, un film compressé ou étendu se traduit par une modification des dimensions de la maille, d'où un léger décalage de la position du pic. Il peut s'agir de contraintes épitaxiales liées à l'important désaccord des paramètres de mailles entre le film et le substrat. Les contraintes peuvent également être d'origine thermique et générées par le processus de dépôt lui-même. En effet, la présence du plasma augmente de façon non intentionnelle la température de l'enceinte. Les contraintes apparaissent alors au moment du refroidissement en raison de la différence de coefficients de dilatation thermique entre le substrat et le film.
- la largeur du pic est essentiellement liée à la microstructure et donne des informations sur la taille des grains. Dans le cas d'un polycristal, plus le pic est large, plus les grains sont petits.

Dans un film texturé l'orientation préférentielle des grains n'est jamais parfaite (figure 6.6). La configuration *rocking curve*, permet alors d'évaluer la légère désorientation des grains par rapport à la direction perpendiculaire au substrat. L'échantillon est placé de telle sorte que la famille de plans identifiée en configuration $\theta - 2\theta$ et définissant la surface, diffracte. Il est ensuite pivoté jusqu'à placer différents grains initialement désorientés en position de diffraction. Cela entraine une modification de la valeur de l'angle (noté ω) entre le faisceau incident et la surface de l'échantillon et permet de quantifier la désorientation. Plus précisément, c'est la largeur à mi-hauteur (FWHM pour *Full Width at Half Maximum*) de la courbe ainsi obtenue qui donne le degré de désorientation moyen des grains de la couche. Plus cette valeur est faible, plus le pic est fin et meilleure est la qualité du film.



FIGURE 6.6 – Schéma de la configuration *rocking curve* : (a) Avant la mesure (b) Pendant la mesure (Les grains représentés en rouge sont en position de diffraction.)

6.3 La microscopie électronique

L'interaction électron-matière

L'interaction électron-matière est à la base de la microscopie électronique. En effet, elle permet de former :

- les électrons secondaires. Ils résultent de l'interaction entre les électrons du faisceau incident, dits électrons primaires, et les atomes de l'échantillon. En effet, l'énergie transférée à l'atome peut conduire à l'éjection d'un électron faiblement lié, alors qualifié d'électron secondaire. Il possède une basse énergie (inférieure à 50 eV) et est émis par les couches superficielles de l'échantillon (épaisseurs inférieures à 10 nm). Une faible variation de surface modifie la quantité d'électrons collectés et génère un contraste de topographie.
- les électrons rétrodiffusés. Ils résultent de la déviation des électrons primaires par les noyaux des atomes de l'échantillon. L'angle de diffusion est proportionnel à Z^2 (avec Z le numéro atomique). Les électrons rétrodiffusés sont particulièrement intéressants pour observer un contraste chimique entre les espèces et obtenir une image dite en contraste de Z. Par opposition aux électrons secondaires, ils possèdent une énergie du même ordre de grandeur que celle des électrons primaires (jusqu'à 30 keV).
- les électrons Auger et les rayons X. L'interaction entre un électron primaire et un atome peut conduire à l'éjection d'un électron d'une couche profonde et ainsi placer l'atome dans un état excité. Le retour à l'état fondamental a lieu lorsqu'un électron d'une couche supérieure vient remplacer l'électron éjecté. L'atome se retrouve alors avec un excédent d'énergie qu'il évacue, soit sous forme d'un électron Auger, soit sous forme d'un photon X. L'énergie du photon X est caractéristique de l'atome percuté.



FIGURE 6.7 – Schématisation des différentes interactions électrons-matière

Le microscope électronique à balayage (MEB)

Il est constitué d'une colonne électronique maintenue sous ultravide à l'intérieur de laquelle se propage le faisceau électronique. En sortie du canon à électrons, le faisceau est mis en forme par des lentilles électromagnétiques (aussi appelées condenseurs) et un diaphragme. Le faisceau fin ainsi créé, balaye la surface de l'échantillon selon deux directions à l'aide d'un système de déflexion. Les différents détecteurs, associés à un module d'amplification du signal, permettent de reconstruire une image. Le schéma complet du MEB est donné dans la figure 6.8.



FIGURE 6.8 – Structure d'un microscope électronique à balayage [224]

Le microscope électronique en transmission (MET)

Un microscope électronique en transmission fonctionne sur le même principe général qu'un microscope optique, à savoir : une source, un système de focalisation sur l'échantillon, un porteéchantillon et un procédé de grandissement de l'image. La différence vient alors de la nature du faisceau : des électrons soumis à une forte accélération, plutôt que des photons. La résolution des MET de dernière génération (corrigés en sonde et/ou en image) peut atteindre 0,1 nm et l'observation de la structure cristalline à l'échelle atomique devient donc possible. L'intégralité de la colonne électronique est représentée dans la figure 6.9.

La formation des images est basée sur le contraste. Ce dernier a deux origines : il provient



FIGURE 6.9 – Structure d'une colonne d'un microscope électronique en transmission [225]

de la diffusion des électrons du faisceau incident par les atomes constituants l'échantillon et de l'angle d'ouverture du diaphragme objectif (car seuls les électrons diffusés sous un angle inférieur à l'ouverture participent à la formation de l'image).

Selon la sélection du faisceau par le diaphragme, il existe différents types de contraste :

- le contraste de diffusion qui s'obtient pour les objets amorphes (échantillons biologiques par exemple). Le diaphragme objectif, placé dans le plan focal image, sélectionne le faisceau transmis (non diffusé). Par conséquent, les éléments issus de ce dernier (éléments qui diffusent peu) apparaissent clairs sur l'image.
- le contraste de diffraction qui s'obtient pour les matériaux cristallisés. Or, au vu de la longueur d'onde des électrons incidents par rapport à la distance séparant les plans atomiques, certaines parties de l'échantillon peuvent satisfaire les conditions de Bragg. Ainsi, deux options sont possibles:
 - si le diaphragme objectif sélectionne uniquement le faisceau transmis, les zones qui ne sont pas en position de diffraction apparaissent claires sur l'image. L'image est dite « en champ clair » (*Bright Field*, *BF*).
 - si le diaphragme sélectionne uniquement un faisceau diffracté, la zone qui est en position de diffraction et qui a généré ce faisceau apparait claire sur l'image. L'image est dite « en champ sombre » (*Dark Field*, *DF*).

— le contraste de phase qui est utilisé pour l'imagerie haute résolution. Le diaphragme sélectionne le faisceau transmis et plusieurs faisceaux diffractés. Les phénomènes d'interférences permettent alors de former une image de structure à l'échelle atomique.

Certains microscopes peuvent également fonctionner en mode STEM pour Scanning TEM. Dans ce cas, le faisceau n'est plus fixe mais balaye la surface de l'échantillon. Des images en champ clair ou HAADF (*High Angle Annular Dark Field*) peuvent être obtenues. Le détecteur HAADF permet de construire une image avec un contraste de numéro atomique. Le mode STEM est également un outil puissant d'un point de vue analytique. Il permet de réaliser des cartographies X afin de connaitre la répartition des éléments chimiques présents dans l'échantillon. Les photons X, émis par le volume irradié sont enregistrés et permettent de détecter les atomes en présence à partir des intensités de leurs raies caractéristiques. Pour rappel, l'émission d'un photon se fait lorsqu'un électron d'une couche supérieure vient combler une lacune pour remettre l'atome dans son état fondamental. Les raies ainsi émises ont une appellation avec une lettre latine (K, L, M) qui correspond à la couche d'arrivée de l'électron et une lettre grecque qui traduit une numérotation relative à la couche de provenance de l'électron (α pour une couche immédiatement supérieure, β pour deux couches supérieures, etc.). De façon plus générale, il s'agit de la technique de spectroscopie par dispersion d'énergie (EDS).

L'observation MET est possible sous réserve de la préparation d'une lame mince par amincissement ionique à l'aide d'une sonde ionique focalisée, plus connue sous le nom de FIB (*Focused Ion Beam*). L'instrument est composé d'une colonne électronique permettant d'imager le matériau et d'une colonne ionique avec une source Ga^+ pour arracher la matière à un endroit précis de l'échantillon. Cette technique offre ainsi la possibilité d'usiner des lames jusqu'à une épaisseur de 50 nm.

Table des figures

1.1	Illustration du réseau de l'Internet of Things [4]	20
1.2	Illustration du principe de la piézoé lectricité directe : apparition d'une polarisation é lectrique \vec{P}	
	dans une maille sans centre de symétrie sous l'action d'une déformation	24
1.3	Vue 3D de la propagation des ondes de volume : (a) Ondes longitudinales (b) Ondes transversales	
	verticales (représentation à gauche) et horizontales (représentation à droite) [23]	26
1.4	Propagation d'une onde de Rayleigh dans un solide semi-infini : (a) Vue 3D (b) Vue 2D avec	
	\vec{n} le sens de propagation de l'onde (c) Décroissance de la composante longitudinale \mathbf{u}_1 et de la	
	composante transversale u_2 en fonction de la profondeur [26, 27] $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots$	26
1.5	(a) Propagation des ondes de Bleustein-Gulyaev $[26]$ (b) Propagation des ondes de Love $[26]$	27
1.6	Vue 2D de la propagation des ondes de Lamb (avec \vec{n} la direction de propagation) [26]	27
1.7	Illustration des angles d'Euler	29
1.8	Illustration de la coupe LN-Y128 largement utilisée dans ce travail	29
1.9	(a) Schématisation des IDTs (b) Grandeurs caractéristiques	32
1.10	Schéma de la configuration ligne à retard	33
1.11	Schéma de la configuration résonateur associée à un système d'interrogation	34
1.12	Schéma de la configuration ID-tag associée à un système d'interrogation	34
1.13	(a) Principe du wedge bonding (b) Principe du ball bonding [49]	35
1.14	Schémas des structures ILAW (à gauche) et WLAW (à droite) [1]	44
1.15	Illustration de la peau comme plateforme de diagnostic [81]	46
1.16	Capteur d'hydratation ultrafin imperceptible pour l'utilisateur : (a) Représentation schématique	
	(b) Réalisation expérimentale [88]	48
1.17	Exemples de « structures qui s'étirent » : (a) Rubans de silicium sur PDMS [99] (b) Réseau lisse	
	en graphène [100] (c) Configuration 3D pont-îlot [105]	50
1.18	Différentes géométries fractales [103]	51
1.19	Exemples de « matériaux qui s'étirent » : (a) Nanotubes de carbone [110] (b) Fibres de PPy [115]	
	(c) Dépot de PEDOT:PSS sur une structure pyramidale [116]	52
1.20	Stratégies d'intégration des dispositifs sur la peau : (a) Dispositif « tatouage » [81] (b) Dispositif	
	à composants encapsulés [90] (c) Dispositif à substrat fonctionnel [117]	53
1.21	Réseau de capteurs thermorésistifs placé sur la peau [129]	55
1.22	Schématisation de la plateforme multifonctionnelle [130]	55
1.23	Capteur de température développé à partir de composants miniatures encapsulés [131]	56

1.24	SAW flexible sur polymère : (a) Représentation schématique (b) Réalisation experimentale (c)	
	Mesures en température [132]	57
1.25	SAW flexible sur feuille d'aluminium : (a) Représentation schématique (b) Réalisation expérimen-	
	tale [137]	59
1.26	SAW flexible sur polymère transparent : (a) Représentation schématique (b) Réalisation expéri-	
	mentale [139]	59
1.27	SAW flexible sur LiNbO $_3$ aminci : (a) Représentation schématique (b) Réalisation expérimentale	
	[140]	60
1.28	Dispositif « prêt à tatouer » envisagé dans ce projet de thèse	62
2.1	Schématisation de la structure WLAW étudiée (vue en coupe)	66
2.2	Design du résonateur envisagé pour la structure AlN/ZnO/LN-Y128	66
2.3	Bandes ISM libres en France [149]	67
2.4	Schéma 3D de la géométrie utilisée dans le logiciel Comsol Multiphysics	68
2.5	Evolution expérimentale de l'admittance $ Y_{11} $ pour différentes configurations $\ldots \ldots \ldots \ldots$	69
2.6	Visualisation numérique du déplacement particulaire des modes pertinents de la structure AlN/ZnO/I	LN-
	Y128	70
2.7	Evolution du facteur de couplage électromécanique en fonction de l'épaisseur de ZnO (pour une	
	épaisseur d'AlN fixée à $8\mu m$)	71
2.8	Déplacement particulaire total (représentation 1D à gauche et 2D à droite) dans la structure	
	AlN/ZnO/LN-Y128 en fonction de l'épaisseur d'AlN	72
2.9	Etapes de fabrication des IDTs par lithographie et gravure	73
2.10	Aligneur de masque MJB4 (SUSS MicroTec) utilisé pour le procédé de photolithographie	74
2.11	Appareil de lithographie électronique RAITH150 Two utilisé pour la structure AlN/ZnO/LN-Y128 $$	75
2.12	Bâti de gravure IBE (4Wave) utilisé dans le cadre de cette thèse	76
2.13	Peignes interdigités Au/Ti de longueur d'onde $4,4\mu m$ réalisés par lithographie électronique sur	
	un substrat de LN-Y128 (vue du dessus)	77
2.14	Bâti de pulvérisation cathodique magnétron DP650 (Alliance Concept): (a) Vue d'ensemble (b)	
	Intérieur de l'enceinte contenant les 6 cibles (c) Intérieur du sas de transfert	78
2.15	Autres bâtis de pulvérisation cathodique magnétron utilisés : (a) Modèle AC450 (b) Bâti ${\rm conçu}$	
	au laboratoire	79
2.16	(a) Diagramme $\theta-2\theta$ de la structure AlN/ZnO/LN-Y128 (b) Tracé rocking curve d'un dépôt de	
	ZnO d'orientation préférentielle (002) et réalisé à $T_s = 170^{\circ}C$	81
2.17	Micrographies MEB de la structure AlN(6 $\mu m)/{\rm ZnO(2\mu m)}/{\rm LN-Y128\colon}$ (a) Structure colonnaire	
	des couches supérieures (vue en coupe) (b) Rugosité de surface de l'AlN (vue inclinée)	82
2.18	Topographie AFM de surface du dépôt d'AlN : (a) Vue 2D (b) Vue 3D $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots$	83
2.19	Etapes de fabrication d'une la FIB de la structure AlN/ZnO/IDT(Au/Ti)/LN-Y128 \ldots	83
2.20	Microscope électronique en transmission JEOL ARM 200F de l'Institut Jean Lamour	84
2.21	Micrographies HAADF de la structure tricouche AlN/ZnO/IDT(Au/Ti)/LN-Y128	84

2.22	Cartographie X élémentaire de la structure AlN/ZnO/IDT(Au/Ti)/LN-Y128 $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots$	85
2.23	Analyses DRX de la systématique en température pour un dépôt de ZnO à une pression fixe de	
	$3 \times 10^{-3} mbar$: (a) Configuration θ -2 θ (ne pas comparer les angles 2 θ) (b) Tracé rocking curve	
	de l'orientation (002) pour $T_s = 300^{\circ}C$	88
2.24	Analyses DRX de la systématique en pression pour un dépôt de ZnO à une température fixe de	
	$300^{\circ}C$: Configuration θ - 2θ (ne pas comparer les angles 2θ)	89
2.25	Analyse du dépôt à $T_s=300^\circ C$ sur LN-Y128 (a) Micrographie MET (b) Image haute résolution	89
2.26	Cartographie X élémentaire du dépôt de ZnO à $T_s=300^\circ C$ sur LN-Y128 $\hfill \ldots$	89
2.27	Banc de mesure sous pointes utilisé dans le cadre de cette thèse	91
2.28	Différentes géométries du résonateur synchrone testées au cours de cette thèse	92
2.29	Influence des lignes d'accès lors d'une caractérisation électrique d'un dispositif en configuration	
	(d) (électrodes en aluminium réalisées sur LN-Y128)	92
2.30	Schéma de principe de la technique de masquage des <i>balls</i> (vue en coupe)	93
2.31	Réalisation expérimentale de la technique <i>des balls</i> : (a) Vue d'ensemble du dispositif (b) Micro- graphie MEB d'une bille	93
2.32	Techniques de masquage physique : (a) Avec des feuilles de Kapton (b) Avec des lamelles de tantale	94
2.33	(a) Evolution expérimentale de l'admittance $ Y_{11} $ à différentes étapes de fabrication (b) Coefficient	
	de réflexion $ S_{11} $ du dispositif AlN/ZnO/LN-Y128	95
2.34	Mesure des paramètres S d'un dispositif AlN/ZnO/IDT(Au/Ti)/LN-128 avec l'élastomère Solaris	
	en guise de perturbateur	96
2.35	Tracé des paramètres S pour différentes épaisseurs d'AlN : vérification expérimentale du confine-	
	ment de l'onde WLAW	97
2.36	Sensibilité en température : (a) Coefficient de réflexion $ S_{11} $ entre 20 et 60°C (b) Variations de	
	fréquences en fonction de la température	98
3.1	Déplacement particulaire total (représentation 1D à gauche et 2D à droite) dans une structure	
	tricouche en fonction de l'épaisseur de NCD ou d'AlN 1	05
3.2	Influence de l'épaisseur de ZnO dans la structure NCD/ZnO/LN-Y128 (a) Evolution du K^2 en	
	fonction de l'épaisseur de ZnO (b) Déplacement particulaire selon Z en 2D	06
3.3	Réacteur du LSPM utilisé pour les dépôts de diamant	07
3.4	Micrographies MEB d'un dépôt de NCD basse température (250° C) sur ZnO/Si $\ldots \ldots \ldots 1$	08
3.5	Analyse DRX d'un dépôt de NCD basse température (250° C) sur ZnO/Si 1	08
3.6	Micrographies MEB d'un dépot de NCD basse température (250°C) sur AlN/ZnO/Si : (a) Vue	
	du dessus (b) Vue en coupe	09
3.7	Analyse DRX d'un dépôt de NCD basse température (250°C) sur Al N/ZnO/Si $\ldots\ldots\ldots$ 1	09
3.8	Dépôt de NCD basse température (250°C) sur Al N/ZnO/LN-Y128 : (a) Micrographie MEB (b)	
	Analyse DRX	10
3.9	Micrographies MEB d'un dépôt de NCD basse température (250° $C)$ sur AlN/ZnO/IDT/LN-Y1281	11

3.10	Analyse d'un dépôt de NCD basse température (250° $C)$ sur Al N/ZnO/IDT/LN-Y128 : (a) Mi
	crographies MEB des craquel ures (b) Topographie de surface $\ \ldots \ $
3.11	Illustration du concept d'IDTs connectés
3.12	Géométries étudiées: (a) Structure ID-tag classique (configuration n°1) (b) Structure à IDTs
	connectés (configuration n°2)
3.13	Dispositif expérimental: IDTs en aluminium sur un substrat de niobate de lithium 114
3.14	Coefficient de réflexion S_{11} dans le domaine temporel des dispositifs réalisés sur niobate de li-
	thium: (a) Résultats numériques (b) Résultats expérimentaux
3.15	Coefficient de réflexion S_{11} dans une structure à IDTs connectés $AlN/ZnO/LN-Y128$: (a) In-
	fluence des couches supérieures (b) Comparaison avec une configuration classique
3.16	Déplacement particulaire total (représentation 3D) en présence des couches supérieures de ZnO
	et d'AlN ($\lambda = 24 \mu m$)
3.17	Coefficient de réflexion S_{11} dans le domaine temporel des dispositifs réalisés sur langasite : (a)
	Résultats numériques (b) Résultats expérimentaux
3.18	Coefficient de réflexion S_{11} dans le domaine temporel pour des IDTs Au/Cr: (a) Sur LN-Y128
	(b) Sur LGS
3.19	Electrodes Au/Cr après montée en température : (a) Sur LN-Y128 (b) Sur LGS
3.20	Coefficient de réflexion S_{11} dans le domaine temporel pour des IDTs Pt: (a) Sur LN-Y128 (b)
	Sur LGS
3.21	Electrodes Pt après montée en température : (a) Sur LN-Y128 (b) Sur LGS 120
3.22	Coefficient de réflexion S_{11} dans le domaine temporel avant et après montée en température : (a)
	Sur LN-Y128 (b) Sur LGS
3.23	Caractéristiques d'un dispositif à IDTs connectés (Pt) sur LN-Y128 (a) Evolution du niveau de
	signal (b) Evolution du temps de retard $\hdots \ldots 121$
3.24	Analyse DRX d'un dispositif en platine sur niobate de lithium
3.25	Géométries simulées : 4 IDTs connectés (configuration $n^{\circ}3$) et son équivalent à 6 réflecteurs (confi-
	guration n°4) $\ldots \ldots 123$
3.26	Coefficient de réflexion S_{11} dans le domaine temporel pour les configurations à 4 IDTs connectés
	et 6 réflecteurs (résultats numériques) $\ldots \ldots 123$
3.27	$Evolution \ de \ la \ vites se \ des \ ondes \ de \ la \ structure \ bicouche \ AlN/IDT(Pt)/LN-Y128: (a) \ En \ fonction$
	de $\frac{h_{Pt}}{\lambda}$ (b) En fonction de l'épaisseur d'AlN entre les électrodes (avec $\frac{h_{Pt}}{\lambda} = 0, 1$) (c) En fonction
	de l'épaisseur d'AlN au dessus des électro des (avec $\frac{h_{Pt}}{\lambda}=0,1)$
3.28	Déplacement particulaire total (représentation 3D) dans la structure AlN/IDT(Pt)/LN-Y128 $$ 125 $$
3.29	IDTs en platine réalisés sur LN-Y128 : (a) Design du résonateur synchrone (b) Micrographie MEB126
3.30	Analyses MET de la structure AlN/IDT(Pt)/LN-Y128 : (a) Micrographies MET (b) Cliché de
	diffraction
3.31	Dimensions des électro des en platine $(\lambda=1,7\mu m)$ \ldots
3.32	Micrographies MET du dépôt d'Al N dans la structure AlN/IDT(Pt)/LN-Y128 $\ \ldots\ \ldots\ \ldots\ 127$

3.33	Cartographie X élémentaire du bicouche AlN/IDT(Pt)/LN-Y128 ($\lambda = 1, 7 \mu m$)
3.34	Caractérisation de la structure AlN(3,2 $\mu m)/\mathrm{IDT}(\mathrm{Pt})/\mathrm{LN}\text{-}\mathrm{Y128}$: (a) Preuve du confinement (b)
	Sensibilité en température
3.35	$D\acute{e} placements \ particulaires \ en \ configuration \ ID-tag: (a) \ Pour \ une \ structure \ bicouche \ AlN/IDT(Pt)/LN-logence \ Aln/IDT(Pt)/LN-logence \ and \ bicouche \ Aln/IDT(Pt)/LN-logence \ bicouche \ bicouche$
	Y128 (b) Pour une structure tricouche AlN/ZnO/LN-Y128 $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots 130$
3.36	Micrographies MET de la structure AlN/IDT(Cu)/LN-Y128
3.37	Etapes de fabrication des membranes amincies de LN-Y128
3.38	Dispositif SAW (IDTs en aluminium, $\lambda = 10, 15\mu m)$ sur un substrat LN-Y128 autosupporté
	d'épaisseur $125\mu m$
3.39	Admittance $ Y_{11} $ d'un dispositif SAW aminci $(\lambda = 10, 15 \mu m)$
3.40	Topographie (2D à gauche et 3D à droite) de la face arrière d'un substrat de LN-Y128 : (a) Avec
	une épaisseur de $125\mu m$ (rugosité moyenne de $43nm$) (b) Avec une épaisseur de $500\mu m$ (rugosité
	moyenne de $326 nm$)
3.41	Admittance $ Y_{11} $ d'un dispositif SAW aminci $(\lambda = 10, 15 \mu m)$: (a) En présence des couches supé-
	rieures (b) Avec différentes techniques d'atténuation des réflexions. Pour davantage de lisibilité,
	les courbes ont été volontairement décalées
3.42	Dispositif SAW (IDTs en aluminium, $\lambda=4,4\mu m)$ sur un substrat LN-Y128 autosupporté d'épais-
	seur $60 \mu m$
3.43	Dispositif WLAW (IDTs en aluminium, $\lambda=4,4\mu m)$ sur un substrat LN-Y128 autosupporté
	d'épaisseur $60 \mu m$
3.44	Admittance $ Y_{11} $ d'un dispositif SAW aminci : (a) Résultats numériques (b) Résultats expérimen-
	taux
3.45	Coefficient de réflexion $ S_{11} $ en présence d'un absorbeur : preuve du confinement de l'onde WLAW137
3.46	Admittance $ Y_{11} $ simulée pour une structure AlN/ZnO/LN-Z ($\lambda = 4, 4\mu m$)
3.47	Déplacement particulaire total (représentation 1D à gauche et 2D à droite) dans la structure
	AlN/ZnO/LN-Z en fonction de l'épaisseur d'AlN 139
3.48	Importance du design sur la valeur de Q: (a) Evolution de $\Re(Y_{11})$ dans le cas d'un dispositif SAW
	$(\lambda = 6, 5 \mu m)$ (b) Réflecteurs connectés (c) Réflecteurs déconnectés
3.49	Etude d'un dispositif WLAW ($\lambda = 4, 4 \mu m$) réalisé à partir d'un design optimisé (40 doigts, 400
	réflecteurs déconnectés de part et d'autre et un taux de métallisation réel de 46%) : (a) Evolution
	de $\Re(Y_{11})$ (b) Dispositif expérimental
3.50	Caractérisation de la structure $AlN(8 \mu m)/ZnO(2 \mu m)/LN-Z$: (a) Preuve du confinement (b)
	Sensibilité en température
3.51	Caractérisation d'un dépôt de ZnO sur un substrat LN-Z : (a) Analyse DRX de l'orientation (002)
	en configuration rocking curve (b) Micrographie MET
3.52	Image haute résolution et clichés de diffraction correspondant pour un dépôt de ZnO sur un
	substrat LN-Z
3.53	Cartographie X élémentaire de la structure ZnO/LN-Z

3.54	Dispositif SAW (IDTs en aluminium, $\lambda = 4, 4 \mu m$) sur un substrat LN-Z autosupporté d'épaisseur
3.55	Etude d'un dispositif WLAW AlN/ZnO/LN-Z aminci ($\lambda = 4, 4 \mu m$): (a) Evolution de l'admit- tance $ Y_{11} $ (b) Dispositif expérimental
3.56	Evolution de la puissance re-rayonnée en fonction du produit $Q \times K_c$
4.1	Exemples de réalisations d'antennes souples: (a) Brodées sur textile [190] (b) Chargées en élé- ments conducteurs [193] (c) A métal liquide [196] (d) A encre conductrice [198] (e) A métallisation étirable [201]
4.2	Exemples de capteurs de température basés sur la technologie RFID pour une mesure dans l'environnement du corps humain : (a) Dispositif non passif et rigide [207] (b) Dispositif passif et rigide [208] (c) Dispositif passif et flexible mais non étirable [209]
43	Exemple d'un capteur de température ingérable basé sur le principe SAW [212]
1.0	Système d'interrogation d'un capteur SAW
4.4	Seléme de principe d'une entenne en méendre pour un fonctionnement à 868 MHz dans l'air
4.0	Collule unitaire du pouege
4.0	Configurations de simulations HESS: (a) Mátallisations en mándres sur l'álestomère Solaris (b)
4.1	Volume de simulation
4.8	Maillages du motif en méandres : (a) Répartition très inhomogène (293 000 éléments) (b) Répar- tition satisfaisante avec une taille de maille imposée à 5 mm (1600 000 éléments)
4.9	Coefficients de réflexion $ S_{11} $ et réactances X_s simulés : (a) Dans l'air (b) Sur une section d'avant-
4.10	bras $\dots \dots \dots$
4.11	(a) Modèle simulé (b) Coefficient de réflexion $ S_{11} $ et réactance X_s
	à un connecteur SMA à l'aide d'une colle conductrice
4.12	Coefficient de réflexion $ S_{11} $ et réactance X_s d'une antenne en serpentin réalisée sur un substrat de Kapton
4.13	Montage expérimental d'une mesure à distance d'un dispositif WLAW basé sur la structure $AlN/ZnO/LN-Y128(500 \mu m)$ 166
4.14	Coefficient de réflexion $ S_{11} $ de l'antenne d'interrogation lors d'une mesure à distance d'un dis- nocitif WLAW basé que la structure AlN/7pO/LN V128(500 µm)
4.15	positif wLAW base sur la structure AIN/ZnO/LN-Y128($500 \mu m$)
4.15	Principales etapes de la methode du <i>transfer printing</i>
4.16	Resonateur SAW commercial connecté à une antenne étirable
4.17	Mesures à distance (quelques centimètres) d'un dispositif SAW du commerce : (a) Coefficient de réflexion $ S_{11} $ de l'antenne d'interrogation (b) Décalage fréquentiel en environnement chauffant . 171
4.18	Dispositif AlN/ZnO/LN-Y128(500 μm) connecté à une antenne étirable $\dots \dots \dots$

4.19	$ Mesures à distance \ (0,5 \ cm) \ d'un \ dispositif \ WLAW \ basé \ sur \ la \ structure \ AlN/ZnO/LN-Y128(500 \ \mu m): $
	(a) Coefficient de réflexion $ S_{11} $ de l'antenne d'interrogation (b) Décalage fréquentiel en environ-
	nement chauffant
4.20	Dispositif SAW aminci (substrat LN-Z) connecté à une antenne ultrafine
4.21	Caractérisations électriques du dispositif SAW aminci (substrat LN-Z) : (a) Evolution de $\Re(Y_{11})$
	(b) Evolution du module de l'admittance $ Y_{11} $
4.22	Montage expérimental d'une mesure sans fil d'un dispositif SAW aminci (substrat LN-Z) 174
4.23	Mesures à distance d'un dispositif SAW aminci (substrat LN-Z): (a) Coefficient de réflexion
	$ S_{11} $ de l'antenne d'interrogation (b) Décalage fréquentiel en environnement chauffant (distance
	d'interrogation de $5 cm$)
4.24	Dispositif WLAW aminci basé sur la structure Al N/ZnO/LN-Z(60 $\mu m)$ et connecté à une antenne
	ultrafine
4.25	Caractérisations électriques du dispositif WLAW aminci basé sur la structure AlN/ZnO/LN- $$
	$Z(60 \ \mu m)$: (a) Evolution de $\Re(Y_{11})$ (b) Evolution du module de l'admittance $ Y_{11} $
4.26	Mesures à distance d'un dispositif WLAW aminci basé sur la structure AlN/ZnO/LN-Z(60 $\mu m)$:
	(a) Coefficient de réflexion $ S_{11} $ de l'antenne d'interrogation (b) Décalage fréquentiel en environ-
	nement chauffant (distance d'interrogation de $5 cm$)
6.1	Schématisation du principe de pulvérisation cathodique
6.2	(a) Schématisation d'une cible magnétron (b) Cible d'aluminium érodée $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots 186$
6.3	Schéma de principe illustrant la relation de Bragg [223]
6.4	Schéma de la configuration $\theta - 2\theta$
6.5	Schématisation d'un film : (a) polycristallin (b) texturé
6.6	Schéma de la configuration <i>rocking curve</i> : (a) Avant la mesure (b) Pendant la mesure (Les grains
	représentés en rouge sont en position de diffraction.)
6.7	Schématisation des différentes interactions électrons-matière
6.8	Structure d'un microscope électronique à balayage [224]
6.9	Structure d'une colonne d'un microscope électronique en transmission [225] $\ldots \ldots \ldots \ldots 192$

Liste des tableaux

1.1	Exemples d'objets connectés capables de détecter entre autres la température du corps humain .	22
1.2	Propriétés des substrats les plus couramment utilisés	31
1.3	Propriétés des métaux couramment utilisés pour la réalisation des IDTs [34, 45, 46, 47]	33
1.4	Caractéristiques de l'encapsulation en fonction de l'application visée [48]	36
1.5	Propriétés générales des élastomères couramment utilisés dans le domaine de l'électronique souple	47
1.6	Exemples de capteurs de température flexibles et/ou étirables pour une éventuelle utilisation sur	
	la peau	54
1.7	Caractéristiques des dispositifs SAW sur substrats flexibles	60
2.1	Paramètres de dépôt utilisés pour la structure AlN/ZnO/IDT(Au/Ti)/LN-Y128	80
2.2	Récapitulatif des principaux dépôts de ZnO réalisés sur LN-Y128	88
3.1	Récapitulatif des principaux dépôts de NCD	111
4.1	Caractéristiques des techniques de fabrication des antennes souples [202, 203]	153
4.2	Paramètres à renseigner pour la construction automatique d'un motif en méandre. Les valeurs	
	sont celles utilisées pour le modèle fonctionnant à $868MHz$ dans l'air et sur un morceau de	
	muscle modélisant un avant-bras.	160
4.3	Paramètres d'enduction utilisés pour la fabrication des élastomères	168

Références bibliographiques

- K. Bhattacharjee, A. Shvetsov, and S. Zhgoon, "Packageless SAW Devices with Isolated Layer Acoustic Waves (ILAW) and Waveguiding Layer Acoustic Waves (WLAW)," in 2007 IEEE International Frequency Control Symposium Joint with the 21st European Frequency and Time Forum, (Geneva, Switzerland), pp. 135–140, May 2007. 15, 43, 44, 195
- [2] A. Lymberis, "Smart wearable systems for personalised health management: current R&D and future challenges," in *Proceedings of the 25th Annual International Conference of the IEEE Engineering in Medicine* and Biology Society, (Cancun, Mexico), pp. 3716–3719, 2003. 19
- [3] S. Louis and B. Farahmand, "L'essor des objets connectés : Introduction," *Techniques de l'ingénieur*, 2015.
 20, 23
- [4] H. Lehning and D. Beudin, "Les objets connectés, nos inséparables partenaires vers l'avenir, pourraient-ils devenir nos pires ennemis?." http://variances.eu/?p=1984. 20, 23, 195
- [5] "Polar : l'inventeur du cardio." https://www.lepape-info.com/equipement/polar-linventeur-du-cardio. 21
- [6] M. Taj-Eldin, C. Ryan, B. O'Flynn, and P. Galvin, "A Review of Wearable Solutions for Physiological and Emotional Monitoring for Use by People with Autism Spectrum Disorder and Their Caregivers," *Sensors*, vol. 18, p. 4271, Dec. 2018. 21
- [7] "PPG SIGMA SPORT." https://www.sigmasport.com/fr/technology/ppg. 21
- [8] M. V. Villarejo, B. G. Zapirain, and A. M. Zorrilla, "A Stress Sensor Based on Galvanic Skin Response (GSR) Controlled by ZigBee," *Sensors*, vol. 12, pp. 6075–6101, May 2012. 21
- [9] O. Parlak, S. T. Keene, A. Marais, V. F. Curto, and A. Salleo, "Molecularly selective nanoporous membrane-based wearable organic electrochemical device for noninvasive cortisol sensing," *Science Ad*vances, vol. 4, July 2018. 21
- [10] "Electromyogramme." https://www.pratique.fr/electromyogramme.html. 22
- [11] "Electroencephalogramme." https://www.pratique.fr/electro-encephalogramme.html. 22
- [12] "E4 wristband." http://support.empatica.com/hc/en-us/articles/202581999-E4-wristband-technicalspecifications. 22
- [13] "Zephyr Performance Systems." https://www.zephyranywhere.com/online-store. 22
- [14] "Equivital." https://www.equivital.com/products/tnr/sense-and-transmit. 22
- [15] "VitalPatch." https://vitalconnect.com/solutions/vitalpatch. 22
- [16] S. Yoon, J. K. Sim, and Y. H. Cho, "A Flexible and Wearable Human Stress Monitoring Patch," *Scientific reports*, vol. 6, p. 23468, Sept. 2016. 22

- [17] T. K. L. Hui and R. S. Sherratt, "Coverage of Emotion Recognition for Common Wearable Biosensors," *Biosensors*, vol. 8, p. 30, June 2018. 22
- [18] B. Farahmand and S. Louis, "Les objets connectés en santé : enjeux et limites," *Techniques de l'ingénieur*, 2015. 23
- [19] A. Ballato, "Piezoelectricity: old effect, new thrusts," IEEE Trans. Ultrason., Ferroelect., Freq. Contr., vol. 42, pp. 916–926, Sept. 1995. 24
- [20] J. Curie and P. Curie, "Développement par compression de l'électricité polaire dans les cristaux hémièdres à faces inclinées," *Bulletin de minéralogie*, vol. 3, no. 4, pp. 90–93, 1880. 24
- [21] G. Lippmann, "Principe de la conservation de l'électricité, ou second principe de la théorie des phénomènes électriques," Journal de Physique Théorique et Appliquée, vol. 10, no. 1, pp. 381–394, 1881. 24
- [22] W. P. Mason, "Piezoelectricity, its history and applications," The Journal of the Acoustical Society of America, vol. 70, no. 6, pp. 1561–1566, 1981. 24
- [23] K. Kustanovich, Integration of Surface Acoustic Wave and Microfluidic Technologies for Liquid-Phase sensing applications. PhD thesis, Chalmers University of Technology, 2019. 26, 195
- [24] L. Rayleigh, "On Waves Propagated along the Plane Surface of an Elastic Solid," Proceedings of the London Mathematical Society, vol. s1-17, no. 1, pp. 4–11, 1885. 26
- [25] P. Nicolay, Les capteurs à ondes élastiques de surface: applications pour la mesure des basses pressions et des hautes températures. PhD thesis, Université Henri Poincaré-Nancy 1, 2007. 26, 41
- [26] D. Royer and E. Dieulesaint, Elastic waves in solids I: Free and guided propagation. Springer Science & Business Media, 1999. 26, 27, 195
- [27] "Ondes sismiques." http://musee-sismologie.unistra.fr/comprendre-les-seismes/notions-pour-petits-etgrands/notions-de-base/ondes-sismiques. 26, 195
- [28] J. L. Bleustein, "A new surface wave in piezoelectric materials," Appl. Phys. Lett., vol. 13, pp. 412–413, Dec. 1968. 26
- [29] Y. Gulyaev, "Review of shear surface acoustic waves in solids," IEEE Trans. Ultrason., Ferroelect., Freq. Contr., vol. 45, pp. 935–938, July 1998. 26
- [30] E. Dieulesaint and D. Royer, "Propagation et génération des ondes élastiques," *Techniques de l'ingénieur*, 2001. 26, 27, 28
- [31] K. Yamanouchi and M. Takeuchi, "Applications for piezoelectric leaky surface waves," in *IEEE Symposium on Ultrasonics*, (Honolulu, HI, USA), pp. 11–18, 1990. 27
- [32] C. Campbell, Surface Acoustic Wave Devices for Mobile and Wireless Communications, Four-Volume Set. Academic Press, July 1998. 28, 30, 31, 32
- [33] L. L. Brizoual, F. Sarry, O. Elmazria, P. Alnot, S. Ballandras, and T. Pastureaud, "GHz frequency ZnO/Si SAW device," *IEEE Trans. Ultrason., Ferroelect., Freq. Contr.*, vol. 55, pp. 442–450, Feb. 2008. 30, 31

- [34] J. Hornsteiner, E. Born, G. Fischerauer, and E. Riha, "Surface acoustic wave sensors for high-temperature applications," in *Proceedings of the 1998 IEEE International Frequency Control Symposium*, (Pasadena, CA, USA), pp. 615–620, 1998. 30, 33, 203
- [35] D. Morgan, Surface acoustic wave filters: With applications to electronic communications and signal processing. Academic Press, 2010. 31
- [36] D. Ciplys and R. Rimeika, "Measurements of electromechanical coupling coefficient for surface acoustic waves in proton-exchanged lithium niobate," Ultragarsas Ultrasound, vol. 33, no. 3, pp. 14–20, 1999. 31, 138
- [37] M. Shaskolskaya, "Handbook of acoustic crystals," Moscow, p. 672, 1982. 31
- [38] N. Naumenko, "A method of search for leaky waves based on exceptional wave theory," in 1995 IEEE Ultrasonics Symposium. Proceedings. An International Symposium, vol. 1, (Seattle, WA, USA), pp. 273– 276, 1995. 31
- [39] M. Kadota and M. Minakata, "Piezoelectric properties of ZnO films on a sapphire substrate deposited by an RF-magnetron-mode ECR sputtering system," *Japanese journal of applied physics*, vol. 37, no. part 1, pp. 2923–2926, 1998. 31
- [40] T. Aubert, O. Elmazria, B. Assouar, E. Blampain, A. Hamdan, D. Geneve, and S. Weber, "Investigations on AlN/Sapphire piezoelectric bilayer structure for high-temperature SAW applications," *IEEE Trans. Ultrason., Ferroelect., Freq. Contr.*, vol. 59, pp. 999–1005, May 2012. 31
- [41] M. Benetti, D. Cannata, F. D. Pictrantonio, and E. Verona, "Growth of AlN piezoelectric film on diamond for high-frequency surface acoustic wave devices," *IEEE Trans. Ultrason., Ferroelect., Freq. Contr.*, vol. 52, pp. 1806–1811, Oct. 2005. 31, 42
- [42] T. Takai, H. Iwamoto, Y. Takamine, H. Yamazaki, T. Fuyutsume, H. Kyoya, T. Nakao, H. Kando, M. Hiramoto, T. Toi, et al., "Incredible high performance SAW resonator on novel multi-layered substrate," in 2016 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS), pp. 1–4, 2016. 31, 43
- [43] A. Kumar, G. Thachil, and S. Dutta, "Ultra high frequency acoustic wave propagation in fully polymer based surface acoustic wave device," Sensors and Actuators A: Physical, vol. 292, pp. 52–59, 2019. 31, 57
- [44] R. White and F. Voltmer, "Direct piezoelectric coupling to surface elastic waves," Appl. Phys. Lett., vol. 7, no. 12, pp. 314–316, 1965. 31
- [45] L. D. Lucas, "Densité des principaux métaux et métalloïdes," Techniques de l'ingénieur, 1984. 33, 203
- [46] W. Haynes, CRC Handbook of Chemistry and Physics, Revise Ed. CRC Press, Boca Raton, Florida, 2016.
 33, 203
- [47] J. P. Morniroli, "Données cristallographiques des principaux métaux et métalloïdes," Techniques de l'ingénieur, 2009. 33, 203
- [48] P. Defranould and P. Wright, "Filtres à ondes de surface," Techniques de l'ingénieur, 2000. 34, 36, 203
- [49] D. J. Beck and A. C. Perez, "Wire bond technology-the great debate: ball vs. wedge," Advanced Packaging, vol. 16, no. 2, p. 28, 2007. 35, 195

- [50] H. Wohltjen and R. Dessy, "Surface acoustic wave probe for chemical analysis. Introduction and instrument description," Analytical Chemistry, vol. 51, no. 9, pp. 1458–1464, 1979. 38
- [51] W. D. Bowers, R. L. Chuan, and T. M. Duong, "A 200 MHz surface acoustic wave resonator mass microbalance," *Review of Scientific Instruments*, vol. 62, pp. 1624–1629, June 1991. 38
- [52] D. Cullen and T. Reeder, "Measurement of SAW Velocity Versus Strain for YX and ST Quartz," in 1975 Ultrasonics Symposium, pp. 519–522, 1975. 38
- [53] J. Rogez and J. L. Coze, "Mesure des températures," Techniques de l'ingénieur, 1992. 40
- [54] J. Rogez and J. L. Coze, "Étalonnage et vérification des thermomètres," *Techniques de l'ingénieur*, 1988.
 40
- [55] Y. Parmantier and F. Kratz, "Capteurs Principes de constitution," *Techniques de l'ingénieur*, 2009. 40, 41
- [56] C. Hartmann and L. Claiborne, "Fundamental Limitations on Reading Range of Passive IC-Based RFID and SAW-Based RFID," in 2007 IEEE International Conference on RFID, (Grapevine, Texas, USA), pp. 41–48, 2007. 41
- [57] V. P. Plessky and L. M. Reindl, "Review on SAW RFID tags," IEEE Trans. Ultrason., Ferroelect., Freq. Contr., vol. 57, no. 3, pp. 654–668, 2010. 41, 113
- [58] W. Connacher, N. Zhang, A. Huang, J. Mei, S. Zhang, T. Gopesh, and J. Friend, "Micro/nano acoustofluidics: materials, phenomena, design, devices, and applications," *Lab Chip*, vol. 18, no. 14, pp. 1952–1996, 2018. 41
- [59] M. Miansari and J. R. Friend, "Acoustic Nanofluidics via Room-Temperature Lithium Niobate Bonding: A Platform for Actuation and Manipulation of Nanoconfined Fluids and Particles," Advanced Functional Materials, vol. 26, no. 43, pp. 7861–7872, 2016. 41
- [60] N. Naumenko, "Multilayered structure as a novel material for surface acoustic wave devices: Physical insight," in Acoustic Waves-From Microdevices to Helioseismology, IntechOpen, 2011. 42
- [61] Y. Nakai, T. Nakao, K. Nishiyama, and M. Kadota, "Surface acoustic wave duplexer composed of SiO2 film with convex and concave on Cu-electrodes/LiNbO3 structure," in 2008 IEEE Ultrasonics Symposium, (Beijing, China), pp. 1580–1583, Nov. 2008. 42
- [62] H. Nakanishi, H. Nakamura, Y. Hamaoka, H. Kamiguchi, and Y. Iwasaki, "Small-sized SAW duplexers with wide duplex gap on a SiO2/Al/LiNbO3 structure by using novel Rayleigh-mode spurious suppression technique," in 2008 IEEE Ultrasonics Symposium, (Beijing, China), pp. 1588–1591, Nov. 2008. 42
- [63] G. Kovacs, W. Ruile, M. Jakob, U. Rosler, E. Maier, U. Knauer, and H. Zottl, "A SAW duplexer with superior temperature characteristics for US-PCS," in *IEEE Ultrasonics Symposium*, 2004, vol. 2, (Montreal, Canada), pp. 974–977, 2004. 42
- [64] M. Kadota, T. Nakao, K. Nishiyama, S. Kido, M. Kato, R. Omote, H. Yonekura, N. Takada, R. Kita, Y. Nakai, et al., "Miniature surface acoustic wave devices with excellent temperature stability using high density metal electrodes and SiO2 film," in 2008 IEEE MTT-S International Microwave Symposium Digest, pp. 847–850, 2008. 42

- [65] S. Fujii, S. Kawano, T. Umeda, M. Fujioka, and M. Yoda, "Development of a 6 GHz resonator by using an AlN diamond structure," in 2008 IEEE Ultrasonics Symposium, (Beijing, China), pp. 1916–1919, Nov. 2008. 42
- [66] T. Omori, Atsushi Kobayashi, Yuya Takagi, K. Y. Hashimoto, and M. Yamaguchi, "Fabrication of SHF range SAW devices on AlN/Diamond-substrate," in 2008 IEEE Ultrasonics Symposium, (Beijing, China), pp. 196–200, Nov. 2008. 42
- [67] H. Nakahata, K. Higaki, S. Fujii, A. Hachigo, H. Kitabayashi, K. Tanabe, Y. Seki, and S. Shikata, "SAW devices on diamond," in 1995 IEEE Ultrasonics Symposium. Proceedings. An International Symposium, vol. 1, (Seattle, WA, USA), pp. 361–370, 1995. 42
- [68] H. Nakahata, A. Hachigo, K. Itakura, S. Fujii, and S. Shikata, "SAW resonators of SiO2/ZnO/diamond structure in GHz range," in *Proceedings of the 2000 IEEE/EIA International Frequency Control Sympo*sium and Exhibition, (Kansas City, MO, USA), pp. 315–320, 2000. 42
- [69] Y. Shimizu and T. Irino, "Stoneley Waves Propagating Along an Interface Between Piezoelectric Material and Isotropic Material," in 1983 Ultrasonics Symposium, (Atlanta, GA, USA), pp. 373–376, 1983. 43
- [70] O. Legrani, O. Elmazria, S. Zhgoon, P. Pigeat, and A. Bartasyte, "Packageless AlN/ZnO/Si Structure for SAW Devices Applications," *IEEE Sensors Journal*, vol. 13, pp. 487–491, Feb. 2013. 44
- [71] J. Shen, S. Fu, Q. Li, C. Song, F. Zeng, and F. Pan, "Simulation of temperature compensated waveguiding layer acoustic wave devices," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 52, no. 7, p. 075105, 2018. 44
- [72] O. Legrani, Étude, élaboration et caractérisation d'hétérostructures auto-protégées à base d'ondes élastiques. PhD thesis, Université de Lorraine, 2012. 44, 185
- [73] S. Zhgoon, O. Legrani, O. Elmazria, T. Aubert, M. Elhosni, H. Mersni, L. Lefevre, and S. Hage-Ali, "Potential of Al2O3/GaN/Sapphire layered structure for high temperature SAW sensors," in 2015 Symposium on Piezoelectricity, Acoustic Waves, and Device Applications (SPAWDA), (Jinan, China), pp. 106–110, Oct. 2015. 44
- [74] F. Bartoli, T. Aubert, M. Moutaouekkil, J. Streque, P. Pigeat, S. Zhgoon, A. Talbi, S. Hage-Ali, H. M'Jahed, and O. Elmazria, "AlN/GaN/Sapphire heterostructure for high-temperature packageless acoustic wave devices," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 283, pp. 9–16, Nov. 2018. 44
- [75] N. Naumenko, "Selection of materials for multilayered structures to be used in packageless sensors," in 2017 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS), (Washington, DC, USA), pp. 1–4, Sept. 2017. 44, 45
- [76] S. Hage-Ali, O. Elmazria, G. Pierson, R. Kouitat, M. Deroh, F. Bartoli, T. Aubert, T. Aubert, and A. Talbi, "Packageless acoustic wave sensors for wireless body-centric applications," in 2016 IEEE SEN-SORS, (Orlando, FL, USA), pp. 1–3, Oct. 2016. 44
- [77] O. Elmazria, S. Zhgoon, L. Le Brizoual, F. Sarry, D. Tsimbal, and M. A. Djouadi, "AlN/ZnO/Diamond structure combining isolated and surface acoustic waves," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 95, p. 233503, Dec. 2009. 45

- [78] E. Adler, "Matrix methods applied to acoustic waves in multilayers," IEEE Trans. Ultrason., Ferroelect., Freq. Contr., vol. 37, pp. 485–490, Nov. 1990. 45
- [79] K. Y. Hashimoto, T. Omori, and M. Yamaguchi, "Extended FEM/SDA Software for Characterising Surface Acoustic Wave Propagation in Multi-Layered Structures," in 2007 IEEE Ultrasonics Symposium Proceedings, (New York, NY, USA), pp. 711–714, Oct. 2007. 45
- [80] N. Naumenko, "A universal technique for analysis of acoustic waves in periodic grating sandwiched between multi-layered structures and its application to different types of waves," in 2010 IEEE International Ultrasonics Symposium, (San Diego, CA, USA), pp. 1673–1676, Oct. 2010. 45
- [81] Y. Liu, M. Pharr, and G. A. Salvatore, "Lab-on-Skin: A Review of Flexible and Stretchable Electronics for Wearable Health Monitoring," ACS Nano, vol. 11, pp. 9614–9635, Oct. 2017. 46, 47, 52, 53, 195
- [82] X. Liang and S. A. Boppart, "Biomechanical Properties of In Vivo Human Skin From Dynamic Optical Coherence Elastography," *IEEE Transactions on Biomedical Engineering*, vol. 57, pp. 953–959, Apr. 2010.
 47
- [83] S. H. Jeong, S. Zhang, K. Hjort, J. Hilborn, and Z. Wu, "PDMS-Based Elastomer Tuned Soft, Stretchable, and Sticky for Epidermal Electronics," *Advanced Materials*, vol. 28, no. 28, pp. 5830–5836, 2016. 47
- [84] D. Corning, "Sylgard 184 Silicone Elastomer," no. 11, p. 4, 2014. 47
- [85] "Solaris datasheet." https://www.smooth-on.com/products/solaris. 47
- [86] "Ecoflex 00-30 datasheet." https://www.smooth-on.com/products/ecoflex-00-30. 47
- [87] D.-H. Kim, N. Lu, R. Ma, Y.-S. Kim, R.-H. Kim, S. Wang, J. Wu, S. M. Won, H. Tao, A. Islam, et al., "Epidermal electronics," Science, vol. 333, no. 6044, pp. 838–843, 2011. 48
- [88] X. Huang, Y. Liu, H. Cheng, W.-J. Shin, J. A. Fan, Z. Liu, C.-J. Lu, G.-W. Kong, K. Chen, D. Patnaik, et al., "Materials and designs for wireless epidermal sensors of hydration and strain," Advanced Functional Materials, vol. 24, no. 25, pp. 3846–3854, 2014. 48, 195
- [89] W. Song, B. Gan, T. Jiang, Y. Zhang, A. Yu, H. Yuan, N. Chen, C. Sun, and Z. L. Wang, "Nanopillar Arrayed Triboelectric Nanogenerator as a Self-Powered Sensitive Sensor for a Sleep Monitoring System," ACS Nano, vol. 10, pp. 8097–8103, Aug. 2016. 48
- [90] S. Xu, Y. Zhang, L. Jia, K. E. Mathewson, K. I. Jang, J. Kim, H. Fu, X. Huang, P. Chava, R. Wang, S. Bhole, L. Wang, Y. J. Na, Y. Guan, M. Flavin, Z. Han, Y. Huang, and J. A. Rogers, "Soft Microfluidic Assemblies of Sensors, Circuits, and Radios for the Skin," *Science*, vol. 344, pp. 70–74, Apr. 2014. 48, 53, 195
- [91] J. Chen, X. He, W. Wang, W. Xuan, J. Zhou, X. Wang, S. Dong, S. Garner, P. Cimo, and J. Luo, "Bendable transparent ZnO thin film surface acoustic wave strain sensors on ultra-thin flexible glass substrates," *Journal of Materials Chemistry C*, vol. 2, no. 43, pp. 9109–9114, 2014. 48
- [92] L. Yuan, J. Dai, X. Fan, T. Song, Y. T. Tao, K. Wang, Z. Xu, J. Zhang, X. Bai, P. Lu, J. Chen, J. Zhou, and Z. L. Wang, "Self-Cleaning Flexible Infrared Nanosensor Based on Carbon Nanoparticles," ACS Nano, vol. 5, pp. 4007–4013, May 2011. 49

- [93] Y. Yang, H. Zhang, Z.-H. Lin, Y. S. Zhou, Q. Jing, Y. Su, J. Yang, J. Chen, C. Hu, and Z. L. Wang, "Human Skin Based Triboelectric Nanogenerators for Harvesting Biomechanical Energy and as Self-Powered Active Tactile Sensor System," ACS Nano, vol. 7, pp. 9213–9222, Oct. 2013. 49
- [94] Y. He, S. Liao, H. Jia, Y. Cao, Z. Wang, and Y. Wang, "A Self-Healing Electronic Sensor Based on Thermal-Sensitive Fluids," *Advanced Materials*, vol. 27, no. 31, pp. 4622–4627, 2015. 49
- [95] G. A. Salvatore, J. Sülzle, F. D. Valle, G. Cantarella, F. Robotti, P. Jokic, S. Knobelspies, A. Daus, L. Büthe, L. Petti, N. Kirchgessner, R. Hopf, M. Magno, and G. Tröster, "Biodegradable and Highly Deformable Temperature Sensors for the Internet of Things," *Advanced Functional Materials*, vol. 27, no. 35, p. 1702390, 2017. 49
- [96] S. Gupta, W. T. Navaraj, L. Lorenzelli, and R. Dahiya, "Ultra-thin chips for high-performance flexible electronics," *npj Flex Electron*, vol. 2, p. 8, Dec. 2018. 49
- [97] J. A. Rogers and Y. Huang, "A curvy, stretchy future for electronics," Proceedings of the National Academy of Sciences, vol. 106, pp. 10875–10876, July 2009. 49
- [98] J. A. Rogers, T. Someya, and Y. Huang, "Materials and Mechanics for Stretchable Electronics," *Science*, vol. 327, pp. 1603–1607, Mar. 2010. 49
- [99] Y. Sun, W. M. Choi, H. Jiang, Y. Y. Huang, and J. A. Rogers, "Controlled buckling of semiconductor nanoribbons for stretchable electronics," *Nature Nanotech*, vol. 1, pp. 201–207, Dec. 2006. 50, 195
- [100] Y. Wang, L. Wang, T. Yang, X. Li, X. Zang, M. Zhu, K. Wang, D. Wu, and H. Zhu, "Wearable and Highly Sensitive Graphene Strain Sensors for Human Motion Monitoring," *Advanced Functional Materials*, vol. 24, no. 29, pp. 4666–4670, 2014. 50, 195
- [101] N. Lu, C. Lu, S. Yang, and J. Rogers, "Highly Sensitive Skin-Mountable Strain Gauges Based Entirely on Elastomers," Advanced Functional Materials, vol. 22, pp. 4044–4050, Oct. 2012. 50
- [102] M. Gonzalez, F. Axisa, M. V. Bulcke, D. Brosteaux, B. Vandevelde, and J. Vanfleteren, "Design of metal interconnects for stretchable electronic circuits," *Microelectronics Reliability*, vol. 48, pp. 825–832, June 2008. 50
- [103] J. A. Fan, W.-H. Yeo, Y. Su, Y. Hattori, W. Lee, S.-Y. Jung, Y. Zhang, Z. Liu, H. Cheng, L. Falgout, et al., "Fractal design concepts for stretchable electronics," *Nature communications*, vol. 5, p. 3266, 2014. 50, 51, 153, 195
- [104] Y. Cheng, R. Wang, J. Sun, and L. Gao, "A stretchable and highly sensitive graphene-based fiber for sensing tensile strain, bending, and torsion," *Advanced Materials*, vol. 27, no. 45, pp. 7365–7371, 2015. 50
- [105] D.-H. Kim, J. Song, W. M. Choi, H.-S. Kim, R. H. Kim, Z. Liu, Y. Y. Huang, K.-C. Hwang, Y. W. Zhang, and J. A. Rogers, "Materials and noncoplanar mesh designs for integrated circuits with linear elastic responses to extreme mechanical deformations," *Proceedings of the National Academy of Sciences*, vol. 105, no. 48, pp. 18675–18680, 2008. 50, 195
- M. D. Dickey, "Stretchable and Soft Electronics using Liquid Metals," Advanced Materials, vol. 29, no. 27, p. 1606425, 2017. 51

- [107] R. K. Kramer, C. Majidi, and R. J. Wood, "Masked Deposition of Gallium-Indium Alloys for Liquid-Embedded Elastomer Conductors," *Advanced Functional Materials*, vol. 23, no. 42, pp. 5292–5296, 2013.
 51
- [108] M. D. Dickey, R. C. Chiechi, R. J. Larsen, E. A. Weiss, D. A. Weitz, and G. M. Whitesides, "Eutectic Gallium-Indium (EGaIn): A Liquid Metal Alloy for the Formation of Stable Structures in Microchannels at Room Temperature," *Advanced Functional Materials*, vol. 18, no. 7, pp. 1097–1104, 2008. 51
- [109] H. Ota, K. Chen, Y. Lin, D. Kiriya, H. Shiraki, Z. Yu, T.-J. Ha, and A. Javey, "Highly deformable liquid-state heterojunction sensors," *Nature communications*, vol. 5, p. 5032, 2014. 51
- [110] Y. Zeng, G. Lu, H. Wang, J. Du, Z. Ying, and C. Liu, "Positive temperature coefficient thermistors based on carbon nanotube/polymer composites," *Scientific reports*, vol. 4, p. 6684, 2014. 51, 52, 195
- [111] S. M. Lee, H. J. Byeon, J. H. Lee, D. H. Baek, K. H. Lee, J. S. Hong, and S.-H. Lee, "Self-adhesive epidermal carbon nanotube electronics for tether-free long-term continuous recording of biosignals," *Scientific reports*, vol. 4, p. 6074, 2014. 51
- [112] S. Han, M. K. Kim, B. Wang, D. S. Wie, S. Wang, and C. H. Lee, "Mechanically reinforced skin-electronics with networked nanocomposite elastomer," *Advanced Materials*, vol. 28, no. 46, pp. 10257–10265, 2016. 51
- [113] K. S. Kim, Y. Zhao, H. Jang, S. Y. Lee, J. M. Kim, K. S. Kim, J.-H. Ahn, P. Kim, J.-Y. Choi, and B. H. Hong, "Large-scale pattern growth of graphene films for stretchable transparent electrodes," *Nature*, vol. 457, pp. 706–710, Feb. 2009. 51
- [114] J. Zang, S. Ryu, N. Pugno, Q. Wang, Q. Tu, M. J. Buehler, and X. Zhao, "Multifunctionality and control of the crumpling and unfolding of large-area graphene," *Nature materials*, vol. 12, no. 4, p. 321, 2013. 51
- [115] Y. Li, X. Cheng, M. Leung, J. Tsang, X. Tao, and M. Yuen, "A flexible strain sensor from polypyrrolecoated fabrics," *Synthetic Metals*, vol. 155, pp. 89–94, Oct. 2005. 51, 52, 195
- [116] C.-L. Choong, M.-B. Shim, B.-S. Lee, S. Jeon, D.-S. Ko, T.-H. Kang, J. Bae, S. H. Lee, K.-E. Byun, J. Im, et al., "Highly stretchable resistive pressure sensors using a conductive elastomeric composite on a micropyramid array," Advanced Materials, vol. 26, no. 21, pp. 3451–3458, 2014. 52, 195
- [117] X. Huang, Y. Liu, K. Chen, W.-J. Shin, C.-J. Lu, G.-W. Kong, D. Patnaik, S.-H. Lee, J. F. Cortes, and J. A. Rogers, "Stretchable, wireless sensors and functional substrates for epidermal characterization of sweat," *Small*, vol. 10, no. 15, pp. 3083–3090, 2014. 53, 195
- [118] Y. Yang and Z. D. Deng, "Stretchable sensors for environmental monitoring," Applied Physics Reviews, vol. 6, p. 011309, Mar. 2019. 54
- [119] W.-H. Yeo, Y.-S. Kim, J. Lee, A. Ameen, L. Shi, M. Li, S. Wang, R. Ma, S. H. Jin, Z. Kang, et al., "Multifunctional epidermal electronics printed directly onto the skin," Advanced Materials, vol. 25, no. 20, pp. 2773–2778, 2013. 54
- [120] Y. Chen, B. Lu, Y. Chen, and X. Feng, "Breathable and stretchable temperature sensors inspired by skin," *Scientific reports*, vol. 5, p. 11505, 2015. 54

- [121] Y. He, Q. Gui, S. Liao, H. Jia, and Y. Wang, "Coiled Fiber-Shaped Stretchable Thermal Sensors for Wearable Electronics," Advanced Materials Technologies, vol. 1, no. 8, p. 1600170, 2016. 54
- [122] T. Nakamura, T. Yokota, Y. Terakawa, J. Reeder, W. Voit, T. Someya, and M. Sekino, "Development of flexible and wide-range polymer-based temperature sensor for human bodies," in 2016 IEEE-EMBS International Conference on Biomedical and Health Informatics (BHI), pp. 485–488, Feb. 2016. 54
- [123] Y. Huang, X. Zeng, W. Wang, X. Guo, C. Hao, W. Pan, P. Liu, C. Liu, Y. Ma, Y. Zhang, and X. Yang, "High-resolution flexible temperature sensor based graphite-filled polyethylene oxide and polyvinylidene fluoride composites for body temperature monitoring," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 278, pp. 1– 10, Aug. 2018. 54
- [124] J. Yang, D. Wei, L. Tang, X. Song, W. Luo, J. Chu, T. Gao, H. Shi, and C. Du, "Wearable temperature sensor based on graphene nanowalls," *RSC Advances*, vol. 5, no. 32, pp. 25609–25615, 2015. 54
- [125] X. Liao, Q. Liao, Z. Zhang, X. Yan, Q. Liang, Q. Wang, M. Li, and Y. Zhang, "A Highly Stretchable ZnO Fiber-Based Multifunctional Nanosensor for Strain/Temperature/UV Detection," Advanced Functional Materials, vol. 26, pp. 3074–3081, May 2016. 54
- [126] Y. Chen, Y. Xi, Y. Ke, W. Li, Y. Long, J. Li, L.-N. Wang, and X. Zhang, "A skin-like stretchable colorimetric temperature sensor," *Science China Materials*, vol. 61, no. 7, pp. 969–976, 2018. 54
- [127] L. Hao, J. Ding, N. Yuan, J. Xu, X. Zhou, S. Dai, and B. Chen, "Visual and flexible temperature sensor based on a pectin-xanthan gum blend film," *Organic Electronics*, vol. 59, pp. 243–246, Aug. 2018. 54
- [128] Z. Wu, C. Li, J. Hartings, S. Ghosh, R. Narayan, and C. Ahn, "Polysilicon-based flexible temperature sensor for brain monitoring with high spatial resolution," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 27, no. 2, p. 025001, 2016. 54
- [129] R. C. Webb, A. P. Bonifas, A. Behnaz, Y. Zhang, K. J. Yu, H. Cheng, M. Shi, Z. Bian, Z. Liu, Y.-S. Kim, et al., "Ultrathin conformal devices for precise and continuous thermal characterization of human skin," *Nature materials*, vol. 12, no. 10, p. 938, 2013. 54, 55, 195
- [130] T. Q. Trung, S. Ramasundaram, B. U. Hwang, and N. E. Lee, "An All-Elastomeric Transparent and Stretchable Temperature Sensor for Body-Attachable Wearable Electronics," *Advanced Materials*, vol. 28, no. 3, pp. 502–509, 2016. 55, 195
- [131] J. W. Lee, R. Xu, S. Lee, K.-I. Jang, Y. Yang, A. Banks, K. J. Yu, J. Kim, S. Xu, S. Ma, et al., "Soft, thin skin-mounted power management systems and their use in wireless thermography," Proceedings of the National Academy of Sciences, vol. 113, no. 22, pp. 6131–6136, 2016. 56, 195
- [132] H. Jin, J. Zhou, X. He, W. Wang, H. Guo, S. Dong, D. Wang, Y. Xu, J. Geng, J. Luo, et al., "Flexible surface acoustic wave resonators built on disposable plastic film for electronics and lab-on-a-chip applications," *Scientific reports*, vol. 3, p. 2140, 2013. 56, 57, 60, 196
- [133] X. He, H. Guo, J. Chen, W. Wang, W. Xuan, Y. Xu, and J. Luo, "Bendable ZnO thin film surface acoustic wave devices on polyethylene terephthalate substrate," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 104, p. 213504, May 2014. 56

- [134] X. He, D. Li, J. Zhou, W. Wang, W. Xuan, S. Dong, H. Jin, and J. Luo, "High sensitivity humidity sensors using flexible surface acoustic wave devices made on nanocrystalline ZnO/polyimide substrates," *Journal* of Materials Chemistry C, vol. 1, no. 39, pp. 6210–6215, 2013. 56
- [135] X. He, J. Zhou, W. Wang, W. Xuan, X. Yang, H. Jin, and J. Luo, "High performance dual-wave mode flexible surface acoustic wave resonators for UV light sensing," *Journal of Micromechanics and Microen*gineering, vol. 24, no. 5, p. 055014, 2014. 56
- [136] V. S. Nguyen, L. Badie, E. Sénéchault, E. Blampain, B. Vincent, C. Venet, O. Elmazria, and D. Rouxel, "Flexible over-moded resonators based on P(VDF-TrFE) thin films with very high temperature coefficient," *IEEE Trans. Ultrason., Ferroelect., Freq. Contr.*, vol. 60, pp. 2039–2043, Oct. 2013. 57
- [137] Y. Liu, J. T. Luo, C. Zhao, J. Zhou, S. A. Hasan, Y. Li, M. Cooke, Q. Wu, W. P. Ng, J. F. Du, et al., "Annealing effect on structural, functional, and device properties of flexible ZnO acoustic wave sensors based on commercially available Al foil," *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 63, no. 11, pp. 4535– 4541, 2016. 58, 59, 60, 196
- [138] R. Tao, S. Hasan, H. Z. Wang, J. Zhou, J. T. Luo, G. McHale, D. Gibson, P. Canyelles-Pericas, M. D. Cooke, D. Wood, et al., "Bimorph material/structure designs for high sensitivity flexible surface acoustic wave temperature sensors," *Scientific reports*, vol. 8, no. 1, p. 9052, 2018. 58
- [139] L. Lamanna, F. Rizzi, F. Guido, L. Algieri, S. Marras, V. M. Mastronardi, A. Qualtieri, and M. D. Vittorio, "Flexible and Transparent Aluminum-Nitride-Based Surface-Acoustic-Wave Device on Polymeric Polyethylene Naphthalate," Advanced Electronic Materials, May 2019. 59, 60, 196
- [140] H. Xu, S. Dong, W. Xuan, U. Farooq, S. Huang, M. Li, T. Wu, H. Jin, X. Wang, and J. Luo, "Flexible surface acoustic wave strain sensor based on single crystalline LiNbO3 thin film," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 112, no. 9, p. 093502, 2018. 59, 60, 196
- [141] J. Streque, T. Aubert, N. Kokanyan, F. Bartoli, A. Taguett, V. Polewczyk, E. Kokanyan, S. Hage-Ali,
 P. Boulet, and O. Elmazria, "Stoichiometric lithium niobate crystals: Towards identifiable wireless surface acoustic wave sensors operable up to 600°C," *IEEE Sensors Letters*, vol. 3, no. 4, pp. 1–4, 2019. 64
- [142] Y.-Q. Li, Y.-Q. Zheng, X.-N. Tu, K.-N. Xiong, Q.-M. Lin, and E.-W. Shi, "The high temperature resistivity of lithium niobate and related crystals," in *Proceedings of the 2014 Symposium on Piezoelectricity, Acoustic Waves, and Device Applications*, pp. 283–286, 2014. 64
- [143] S. Abrahams, J. M. Reddy, and J. Bernstein, "Ferroelectric lithium niobate. Single crystal X-ray diffraction study at 24°C," *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, vol. 27, no. 6-7, pp. 997–1012, 1966. 64
- [144] K. Saravanakumar, V. Senthilkumar, C. Sanjeeviraja, M. Jayachandran, V. Ganesan, R. B. Koizhaiganova, T. Vasudevan, and M. S. Lee, "The influence of substrate temperature on the electrical properties of ZnO films prepared by the RF magnetron sputtering technique," *Nano*, vol. 3, no. 06, pp. 469–476, 2008. 65
- [145] O. Ambacher, M. Brandt, R. Dimitrov, T. Metzger, M. Stutzmann, R. Fischer, A. Miehr, A. Bergmaier, and G. Dollinger, "Thermal stability and desorption of group III nitrides prepared by metal organic chemical vapor deposition," Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena, vol. 14, no. 6, pp. 3532–3542, 1996. 65
- [146] T. Aubert, O. Elmazria, B. Assouar, A. Hamdan, and D. Genève, "Reliability of AlN/Sapphire bilayer structure for high-temperature SAW applications," in 2010 IEEE International Ultrasonics Symposium, pp. 1490–1493, 2010. 65
- [147] C.-Y. Lin and F.-H. Lu, "Oxidation behavior of AlN films at high temperature under controlled atmosphere," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 28, no. 3, pp. 691–698, 2008. 65
- [148] G. Bu, D. Ciplys, M. Shur, L. Schowalter, S. Schujman, and R. Gaska, "Temperature coefficient of SAW frequency in single crystal bulk AlN," *Electronics letters*, vol. 39, no. 9, pp. 755–757, 2003. 65
- [149] "Les fréquences libres en France." https://www.ebds.eu/applications-docs/documentation/. 67, 196
- [150] K. Tsubouchi, K. Sugai, and N. Mikoshiba, "AlN material constants evaluation and saw properties on AlN/Al2O3 and AlN/Si," in 1981 Ultrasonics Symposium, pp. 375–380, 1981. 68
- [151] G. Kovacs, M. Anhorn, H. Engan, G. Visintini, and C. Ruppel, "Improved material constants for LiNbO3 and LiTaO3," in *IEEE Symposium on Ultrasonics*, pp. 435–438, 1990. 68
- [152] H. Yamamoto, N. Saiga, and K. Nishimori, "ZnO thin films deposited on various LiNbO3 substrates by RF-sputtering," *Applied surface science*, vol. 169, pp. 517–520, 2001. 85, 138, 142
- [153] K. Matsubara, P. Fons, A. Yamada, M. Watanabe, and S. Niki, "Epitaxial growth of ZnO thin films on LiNbO3 substrates," *Thin Solid Films*, vol. 347, no. 1-2, pp. 238–240, 1999. 85, 142
- [154] A. Billard and F. Perry, "Pulvérisation cathodique magnétron," Techniques de l'ingénieur, 2005. 86, 185
- [155] F. S. Hickernell, "Zinc oxide films for acoustoelectric device applications," *IEEE Transactions on Sonics and Ultrasonics*, vol. 32, no. 5, pp. 621–629, 1985. 86
- [156] Y.-M. Lu, W.-S. Hwang, W. Liu, and J. Yang, "Effect of RF power on optical and electrical properties of ZnO thin film by magnetron sputtering," *Materials chemistry and physics*, vol. 72, no. 2, pp. 269–272, 2001. 86
- [157] Y. E. Lee, J. B. Lee, Y. J. Kim, H. K. Yang, J. C. Park, and H. J. Kim, "Microstructural evolution and preferred orientation change of radio-frequency-magnetron sputtered ZnO thin films," *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, vol. 14, no. 3, pp. 1943–1948, 1996. 87
- [158] C. Floer, S. Hage-Ali, S. Zhgoon, M. Moutaouekkil, F. Bartoli, H. Mishra, S. Mc Murtry, P. Pigeat, T. Aubert, O. B. Matar, et al., "AlN/ZnO/LiNbO3 packageless structure as a low-profile sensor for potential on-body applications," *IEEE Trans. Ultrason., Ferroelect., Freq. Contr.*, vol. 65, no. 10, pp. 1925– 1932, 2018. 99
- [159] C. Floer, M. Moutaouekkil, F. Bartoli, H. Mishra, S. Hage-Ali, S. Mc Murtry, P. Pigeat, O. Elmazria, T. Aubert, S. Zhgoon, et al., "AlN/ZnO/LiNbO3 packageless structure as a low-profile sensor for on-body applications," in 2017 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS), pp. 1–4, 2017. 99
- [160] K. Yamanouchi, N. Sakurai, and T. Satoh, "SAW propagation characteristics and fabrication technology of piezoelectric thin film/diamond structure," in *Proceedings.*, *IEEE Ultrasonics Symposium*, pp. 351–354, 1989. 103

- [161] K. Jagannadham, M. Lance, and T. Watkins, "Growth of diamond film on single crystal lithium niobate for surface acoustic wave devices," *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, vol. 22, no. 4, pp. 1105–1109, 2004. 103
- [162] L. Le Brizoual and O. Elmazria, "FEM modeling of AlN/Diamond surface acoustic waves device," Diamond and related materials, vol. 16, no. 4-7, pp. 987–990, 2007. 103
- [163] S. Wu, R. Ro, and Z.-X. Lin, "Rayleigh surface acoustic wave modes of (100) ZnO films on (111) Diamond," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 94, no. 3, p. 032908, 2009. 103
- [164] L. Le Brizoual, O. Elmazria, S. Zhgoon, A. Soussou, F. Sarry, and M. A. Djouadi, "AlN/ZnO/Diamond waveguiding layer acoustic wave structure: theoretical and experimental results," *IEEE Trans. Ultrason.*, *Ferroelect.*, *Freq. Contr.*, vol. 57, no. 8, pp. 1818–1824, 2010. 103
- [165] O. Elmazria, S. Zhgoon, L. Le Brizoual, F. Sarry, D. Tsimbal, and M. A. Djouadi, "AlN/ZnO/Diamond structure combining isolated and surface acoustic waves," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 95, no. 23, p. 233503, 2009. 103
- [166] D. Mukherjee, F. J. Oliveira, R. F. Silva, J. F. Carreira, L. Rino, M. R. Correia, S. Z. Rotter, L. N. Alves, and J. C. Mendes, "Diamond-SAW devices: a reverse fabrication method," *Physica Status Solidi* (C), vol. 13, no. 1, pp. 53–58, 2016. 103, 104
- [167] S. Fujii, Y. Seki, K. Yoshida, H. Nakahata, K. Higaki, H. Kitabayashi, and S. Shikata, "Diamond wafer for SAW application," in 1997 IEEE Ultrasonics Symposium Proceedings. An International Symposium, vol. 1, pp. 183–186, 1997. 103
- [168] O. Elmazria, V. Mortet, M. El Hakiki, M. Nesladek, and P. Alnot, "High velocity SAW using aluminum nitride film on unpolished nucleation side of free-standing CVD Diamond," *IEEE Trans. Ultrason.*, *Ferroelect., Freq. Contr.*, vol. 50, no. 6, pp. 710–715, 2003. 103
- [169] T. Lamara, M. Belmahi, O. Elmazria, L. Le Brizoual, J. Bougdira, M. Remy, and P. Alnot, "Freestanding CVD Diamond elaborated by pulsed-microwave-plasma for ZnO/Diamond SAW devices," *Diamond and related materials*, vol. 13, no. 4-8, pp. 581–584, 2004. 103
- [170] M. El Hakiki, O. Elmazria, F. Bénédic, P. Nicolay, D. Monéger, and R. Azouani, "Diamond film on langasite substrate for surface acoustic wave devices operating in high frequency and high temperature," *Diamond and related materials*, vol. 16, no. 4-7, pp. 966–969, 2007. 104
- [171] B. Baudrillart, F. Bénédic, A. S. Melouani, F. J. Oliveira, R. F. Silva, and J. Achard, "Low-temperature deposition of nanocrystalline diamond films on silicon nitride substrates using distributed antenna array PECVD system," *Physica Status Solidi (A)*, vol. 213, no. 10, pp. 2575–2581, 2016. 104
- [172] A. Ferrari and J. Robertson, "Resonant Raman spectroscopy of disordered, amorphous, and diamondlike carbon," *Physical review B*, vol. 64, no. 7, p. 075414, 2001. 107
- [173] I. Calizo, K. A. Alim, V. A. Fonoberov, S. Krishnakumar, M. Shamsa, A. A. Balandin, and R. Kurtz, "Micro-Raman spectroscopic characterization ZnO quantum dots, nanocrystals, and nanowires," in *Quantum Dots, Particles, and Nanoclusters IV*, vol. 6481, p. 64810N, International Society for Optics and Photonics, 2007. 108

- [174] B. V. Sveshnikov and A. P. Shitvov, "Multitransducer SAW device architecture for passive wireless sensor tags," *IEEE Trans. Ultrason., Ferroelect., Freq. Contr.*, vol. 65, no. 11, pp. 2176–2183, 2018. 113
- [175] N. Naumenko and L. Solie, "Optimal cuts of langasite, La3Ga5SiO14 for SAW devices," IEEE Trans. Ultrason., Ferroelect., Freq. Contr., vol. 48, no. 2, pp. 530–537, 2001. 117
- [176] R. Hauser, L. Reindl, and J. Biniasch, "High-temperature stability of LiNbO3 based SAW devices," in *IEEE Symposium on Ultrasonics*, 2003, vol. 1, pp. 192–195, 2003. 118
- [177] T. Aubert and O. Elmazria, "Stability of langasite regarding SAW applications above 800°C in air atmosphere," in 2012 IEEE International Ultrasonics Symposium, pp. 2098–2101, 2012. 118
- [178] N. Naumenko and P. Nicolay, "AlN/Pt/LN structure for SAW sensors capable of operating at high temperature," Appl. Phys. Lett., vol. 111, p. 073507, Aug. 2017. 124
- [179] P. Nicolay, N. Naumenko, T. Aubert, and H. Chambon, "Towards an AlScN-based packageless acoustic wave sensor with RFID capabilities, for applications above 350°C," in 2018 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS), 2018. 130
- [180] J. Yin, Z. Liu, H. Liu, X. Wang, T. Zhu, and J. Liu, "The epitaxial growth of wurtzite ZnO films on LiNbO3 (0001) substrates," *Journal of Crystal Growth*, vol. 220, no. 3, pp. 281 – 285, 2000. 138
- [181] S. Zhgoon, A. Shvetsov, I. Antcev, S. Bogoslovsky, G. Sapozhnikov, and M. Derkach, "Achieving ultimate Q-factors in SAW resonators on commercial LiNbO3 and LiTaO3 substrates," in 2016 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS), pp. 1–4, Sep. 2016. 140
- [182] A. Shvetsov, S. Zhgoon, I. Antcev, S. Bogoslovsky, and G. Sapozhnikov, "Quartz orientations for optimal power efficiency in wireless SAW temperature sensors," in 2016 European Frequency and Time Forum (EFTF), pp. 1–4, 2016. 144
- [183] D. Dekkar, F. Bénédic, C. Floer, S. Hage-Ali, O. Brinza, J. Achard, and O. Elmazria, "Study of low temperature deposition of nanocrystalline diamond films on ZnO/LiNbO3 layered structures suitable for waveguiding layer acoustic wave devices," *Physica Status Solidi* (A), vol. 215, no. 22, p. 1800251, 2018. 146
- [184] C. Floer, M. Moutaouekkil, F. Bartoli, H. Mishra, S. Mc Murtry, S. Hage-Ali, O. Elmazria, D. Dekkar, B. Baudrillart, F. Bénédic, et al., "Diamond/ZnO/LiNbO3 structure for packageless acoustic wave sensors," in 2017 IEEE SENSORS, pp. 1–3, 2017. 146
- [185] C. Floer, S. Hage-Ali, P. Nicolay, H. Chambon, S. Zhgoon, A. Shvetsov, J. Streque, H. M'Jahed, and O. Elmazria, "SAW RFID devices using connected idts as an alternative to conventional reflectors for harsh environments," *IEEE Trans. Ultrason., Ferroelect., Freq. Contr.*, vol. In press, 2019. 146
- [186] A. Tsolis, W. Whittow, A. Alexandridis, and J. Vardaxoglou, "Embroidery and related manufacturing techniques for wearable antennas: challenges and opportunities," *Electronics*, vol. 3, no. 2, pp. 314–338, 2014. 151
- [187] P. Salonen, Y. Rahmat-Samii, M. Schaffrath, and M. Kivikoski, "Effect of textile materials on wearable antenna performance: A case study of GPS antennas," in *IEEE Antennas and Propagation Society Symposium*, 2004., vol. 1, pp. 459–462, 2004. 151

- [188] B. Wu, B. Zhang, J. Wu, Z. Wang, H. Ma, M. Yu, L. Li, and J. Li, "Electrical switchability and dry-wash durability of conductive textiles," *Scientific reports*, vol. 5, p. 11255, 2015. 151
- [189] F. Govaert and M. Vanneste, "Preparation and application of conductive textile coatings filled with honeycomb structured carbon nanotubes," *Journal of Nanomaterials*, vol. 2014, p. 13, 2014. 151
- [190] A. Chauraya, S. Zhang, W. Whittow, T. Acti, R. Seager, T. Dias, and Y. C. Vardaxoglou, "Addressing the challenges of fabricating microwave antennas using conductive threads," in 2012 6th European Conference on Antennas and Propagation (EUCAP), pp. 1365–1367, 2012. 151, 153, 200
- [191] A. Kiourti and J. L. Volakis, "High-geometrical-accuracy embroidery process for textile antennas with fine details," *IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters*, vol. 14, pp. 1474–1477, 2015. 151
- [192] X. Shui and D. Chung, "A piezoresistive carbon filament polymer-matrix composite strain sensor," Smart materials and structures, vol. 5, no. 2, p. 243, 1996. 151
- [193] L. Song, A. C. Myers, J. J. Adams, and Y. Zhu, "Stretchable and reversibly deformable radio frequency antennas based on silver nanowires," ACS applied materials & interfaces, vol. 6, no. 6, pp. 4248–4253, 2014. 152, 153, 200
- [194] Z. Li, T. Le, Z. Wu, Y. Yao, L. Li, M. Tentzeris, K.-S. Moon, and C. Wong, "Rational design of a printable, highly conductive silicone-based electrically conductive adhesive for stretchable radio-frequency antennas," *Advanced Functional Materials*, vol. 25, no. 3, pp. 464–470, 2015. 152
- [195] J.-H. So, J. Thelen, A. Qusba, G. J. Hayes, G. Lazzi, and M. D. Dickey, "Reversibly deformable and mechanically tunable fluidic antennas," *Advanced Functional Materials*, vol. 19, no. 22, pp. 3632–3637, 2009. 152, 153
- [196] M. Kubo, X. Li, C. Kim, M. Hashimoto, B. J. Wiley, D. Ham, and G. M. Whitesides, "Stretchable microfluidic radiofrequency antennas," *Advanced Materials*, vol. 22, no. 25, pp. 2749–2752, 2010. 152, 153, 200
- [197] Y. Huang, Y. Wang, L. Xiao, H. Liu, W. Dong, and Z. Yin, "Microfluidic serpentine antennas with designed mechanical tunability," *Lab on a Chip*, vol. 14, no. 21, pp. 4205–4212, 2014. 152
- [198] S. F. Jilani, Q. H. Abbasi, and A. Alomainy, "Inkjet-printed millimetre-wave pet-based flexible antenna for 5G wireless applications," in 2018 IEEE MTT-S International Microwave Workshop Series on 5G Hardware and System Technologies (IMWS-5G), pp. 1–3, 2018. 152, 153, 200
- [199] S. Ahmed, F. A. Tahir, A. Shamim, and H. M. Cheema, "A compact kapton-based inkjet-printed multiband antenna for flexible wireless devices," *IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters*, vol. 14, pp. 1802– 1805, 2015. 152
- [200] W. G. Whittow, A. Chauraya, J. Vardaxoglou, Y. Li, R. Torah, K. Yang, S. Beeby, and J. Tudor, "Inkjetprinted microstrip patch antennas realized on textile for wearable applications," *IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters*, vol. 13, pp. 71–74, 2014. 152
- [201] A. M. Hussain, F. A. Ghaffar, S. I. Park, J. A. Rogers, A. Shamim, and M. M. Hussain, "Metal/polymer based stretchable antenna for constant frequency far-field communication in wearable electronics," Advanced Functional Materials, vol. 25, no. 42, pp. 6565–6575, 2015. 153, 200

- [202] B. Mohamadzade, R. M. Hashmi, R. B. Simorangkir, R. Gharaei, S. Ur Rehman, and Q. H. Abbasi, "Recent advances in fabrication methods for flexible antennas in wearable devices: state of the art," *Sensors*, vol. 19, no. 10, p. 2312, 2019. 153, 203
- [203] M. Haerinia and S. Noghanian, "A printed wearable dual-band antenna for wireless power transfer," Sensors, vol. 19, no. 7, p. 1732, 2019. 153, 203
- [204] P. Salonen, J. Kim, and Y. Rahmat-Samii, "Dual-band e-shaped patch wearable textile antenna," in 2005 IEEE antennas and propagation society international symposium, vol. 1, pp. 466–469, 2005. 153
- [205] H. R. Khaleel, H. M. Al-Rizzo, and D. G. Rucker, "Compact polyimide-based antennas for flexible displays," *Journal of Display Technology*, vol. 8, no. 2, pp. 91–97, 2012. 153
- [206] A. Babar, V. Bhagavati, L. Ukkonen, A. Elsherbeni, P. Kallio, and L. Sydänheimo, "Performance of high-permittivity ceramic-polymer composite as a substrate for UHF RFID tag antennas," *International Journal of Antennas and Propagation*, vol. 2012, 2012. 154
- [207] R. Colella and L. Catarinucci, "Wearable UHF RFID sensor-tag based on customized 3D-printed antenna substrates," *IEEE Sensors Journal*, vol. 18, no. 21, pp. 8789–8795, 2018. 154, 200
- [208] A. Vaz, A. Ubarretxena, I. Zalbide, D. Pardo, H. Solar, A. Garcia-Alonso, and R. Berenguer, "Full passive UHF tag with a temperature sensor suitable for human body temperature monitoring," *IEEE Transactions* on Circuits and Systems II: Express Briefs, vol. 57, no. 2, pp. 95–99, 2010. 154, 200
- [209] J. Jeon, H.-B.-R. Lee, and Z. Bao, "Flexible wireless temperature sensors based on Ni microparticle-filled binary polymer composites," Advanced Materials, vol. 25, no. 6, pp. 850–855, 2013. 154, 200
- [210] W. Buff, M. Rusko, E. Goroll, J. Ehrenpfordt, and T. Vandahl, "Universal pressure and temperature SAW sensor for wireless applications," in 1997 IEEE Ultrasonics Symposium Proceedings. An International Symposium, vol. 1, pp. 359–362 vol.1, Oct 1997. 155
- [211] B. Liu, T. Han, and C. Zhang, "Error correction method for passive and wireless resonant SAW temperature sensor," *IEEE Sensors Journal*, vol. 15, pp. 3608–3614, June 2015. 155
- [212] G. Martin, P. Berthelot, J. Masson, W. Daniau, V. Blondeau-Patissier, B. Guichardaz, S. Ballandras, and A. Lamber, "Measuring the inner body temperature using a wireless temperature SAW-sensor-based system," in *IEEE Ultrasonics Symposium*, 2005., vol. 4, pp. 2089–2092, Sep. 2005. 155, 200
- [213] I. Antcev, S. Bogoslovsky, G. Sapozhnikov, S. Zhgoon, and A. Shvetsov, "Comparative analysis of the experience obtained from the use of SAW and BAW wireless resonator temperature sensors for surgery," in 2015 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS), pp. 1–4, Oct 2015. 155
- [214] C. A. Balanis, Antenna theory: analysis and design. John wiley & sons, 2016. 156
- [215] "Pyralux AC datasheet." https://www.dupont.com/products/pyralux-ac.html. 164
- [216] S. Hage-Ali, Antennes et dispositifs hyperfréquences millimétriques ultrasouples reconfigurables à base de Microsystèmes Magnéto-Electro-Mécaniques (MMEMS): conception, réalisation, mesures. PhD thesis, 2011. 168

- [217] K. S. Lim, W.-J. Chang, Y.-M. Koo, and R. Bashir, "Reliable fabrication method of transferable micron scale metal pattern for poly (dimethylsiloxane) metallization," *Lab on a Chip*, vol. 6, no. 4, pp. 578–580, 2006. 168
- [218] S. Hage-Ali, N. Tiercelin, P. Coquet, R. Sauleau, H. Fujita, V. Preobrazhensky, and P. Pernod, "A millimeter-wave microstrip antenna array on ultra-flexible micromachined polydimethylsiloxane (PDMS) polymer," *IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters*, vol. 8, pp. 1306–1309, 2009. 168
- [219] S. Bhattacharya, A. Datta, J. M. Berg, and S. Gangopadhyay, "Studies on surface wettability of poly (dimethyl) siloxane (PDMS) and glass under oxygen-plasma treatment and correlation with bond strength," *Journal of microelectromechanical systems*, vol. 14, no. 3, pp. 590–597, 2005. 169
- [220] V. Di Virgilio, S. Bermejo, and L. Castaner, "Wettability increase by "corona" ionization," *Langmuir*, vol. 27, no. 15, pp. 9614–9620, 2011. 169
- [221] C. Floer, S. Hage-Ali, L. Verzellesi, L. Badie, O. Elmazria, and S. Zhgoon, "Wireless stretchable SAW sensors based on Z-cut lithium niobate," in 2019 IEEE SENSORS, pp. 1–3, 2019. 177
- [222] G. Brasse and P. Camy, "Couches minces cristallines -procédés de fabrication et applications," *Techniques de l'ingénieur*, 2018. 185
- [223] N. Broll, "Caractérisation de solides cristallisés par diffraction des rayons X," Techniques de l'ingénieur, 1996. 187, 201
- [224] J. Ruste, "Microscopie électronique à balayage-principe et équipement," *Techniques de l'ingénieur*, 2013.
 191, 201
- [225] M. Karlik and B. Jouffrey, "Étude des métaux par microscopie électronique en transmission (MET)microscope, échantillons et diffraction," *Techniques de l'ingénieur*, 2008. 192, 201

Publications et communications

Revues internationales à comité de lecture

C. Floer, S. Hage-Ali, P. Nicolay, H. Chambon, S. Zhgoon, A. Shvetsov, J. Streque, H. M'Jahed and O. Elmazria, "SAW RFID devices using connected IDTs as an alternative to conventional reflectors for harsh environments," *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control.* (in press)

H. Chambon, P. Nicolay, C. Floer and A. Benjeddou, "A package-less SAW RFID sensor concept for structural health monitoring," *Mechanics of Advanced Materials and Structures*, 2019.

D. Dekkar, F. Bénédic, C. Floer, S. Hage-Ali, O. Brinza, J. Achard and O. Elmazria, "Study of low temperature deposition of nanocrystalline diamond films on $ZnO/LiNbO_3$ layered structures suitable for waveguiding layer acoustic wave devices," *Physica Status Solidi A*, vol. 215, n°22, 2018.

C. Floer, S. Hage-Ali, S. Zhgoon, M. Moutaouekkil, F. Bartoli, H. Mishra, S. Mc Murtry, P. Pigeat, T. Aubert, O. Bou Matar, A. Talbi and O. Elmazria, "AlN/ZnO/LiNbO₃ packageless structure as a low-profile sensor for potential on-body applications," *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, vol. 65, n°10, 2018.

Conférences internationales avec actes

C. Floer, S. Hage-Ali, S. Zhgoon, L. Verzellesi, L. Badie and O. Elmazria, "Wireless stretchable SAW sensors based on Z-cut lithium niobate," *2019 IEEE SENSORS*, Montréal, 2019, oral.

C. Floer, D. Dekkar, B. Baudrillart, M. Moutaouekkil, F. Bartoli, H. Mishra, F. Bénédic, S. Zhgoon, S. Hage-Ali, O. Elmazria, S. Mc Murtry, T. Aubert, A. Talbi and O. Bou Matar, "Diamond/ZnO/LiNbO₃ structure for packageless acoustic wave sensors," 2017 IEEE SEN-SORS, Glasgow, 2017, poster.

H. Mishra, V. Polewczyk, M. Hehn, M. Moutaouekkil, C. Floer, K. Dumesnil, D. Lacour, S. Petit Watelot, H. M'Jahed, S. Hage-Ali, O. Elmazria, N. Tiercelin, Y. Dusch, A. Talbi and O. Bou Matar, "Control of the magnetic response in magnetic field SAW sensors," 2017 IEEE SENSORS, Glasgow, 2017, poster.

C. Floer, M. Moutaouekkil, F. Bartoli, H. Mishra, S. Hage-Ali, S. Mc Murtry, P. Pigeat, O. Elmazria, T. Aubert, S. Zhgoon, O. Bou Matar and A. Talbi, "AlN/ZnO/LiNbO₃ packageless structure as a low-profile sensor for on-body applications," 2017 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS), Washington DC, 2017, oral. Finalist of the Student Paper Competition

Conférences internationales sans actes

C. Floer, N. Naumenko, S. Hage-Ali and O. Elmazria, "AlN/Cu(IDTs)/LNY128 bilayer structure for SAW packageless devices," 2019 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS), Glasgow, 2019, poster.

F. Bartoli, N. Naumenko, P. Pigeat, T. Aubert, J. Streque, J. Ghanbaja, P. Boulet, S. Robert, C. Floer, S. Hage-Ali and O. Elmazria, "Numerical and experimental investigations of higherorder modes on $Sc_xAl_{1-x}N/Sapphire$ structure for high-temperature SAW applications," 2019 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS), Glasgow, 2019, poster.

C. Floer, S. Hage-Ali, P. Nicolay, H. Chambon, S. Zhgoon, A. Shvetsov, J. Streque, H. M'Jahed and O. Elmazria, "SAW RFID devices using connected IDTs as an alternative to conventional reflectors for harsh environments," 2019 Joint Conference of the IEEE International Frequency Control Symposium and European Frequency and Time Forum (IFCS-EFTF), Orlando, 2019, oral. Finalist of the Student Paper Competition

C. Floer, S. Hage-Ali, P. Nicolay, H. Chambon, S. Zhgoon, A. Shvetsov and O.Elmazria, "SAW based wireless flexible temperature sensors for on-body applications," 2018 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS), Kobe, 2018, oral.

C. Floer, S. Hage-Ali, O. Elmazria, S. Zhgoon, P. Nicolay and N. Naumenko, "AlN/ZnO/ LiNbO₃ as a promising multilayered structure for RFID WLAW sensors," 2018 IEEE International Frequency Control Symposium (IFCS), Olympic Valley, 2018, poster.

H. Chambon, P. Nicolay, C. Floer and A. Benjeddou, "A package-less SAW RFID sensor concept for structural health monitoring," *International Symposium on Aircraft Materials* (ACMA2018), Compiègne, 2018.

D. Dekkar, F. Bénédic, C. Floer, S. Hage-Ali, O. Brinza and O. Elmazria, "Low temperature deposition of nanocrystalline diamond films on ZnO/LiNbO₃ substrates for waveguiding layer acoustic wave devices," 2018 Hasselt Diamond Workshop-SBDD XXIII, Hasselt, 2018, poster.

H. Mishra, V. Polewczyk, M. Moutaouekkil, N. Tiercelin, C. Floer, M. Hehn, K. Dumesnil, S. Hage-Ali, A. Talbi and O. Elmazria, "SAW resonators for magnetic field sensing with (TbCO₂/FeCo) multilayered IDTs as sensitive layer," 2017 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS), Washington DC, 2017, poster.

Workshops et séminaires

C. Floer, S. Hage-Ali and O. Elmazria, "Surface Acoustic Wave (SAW) technology as 3less sensors: wireless, batteryless and packageless," *IEEE SENSORS Chapter France Annual Workshop*, ESIREM, Dijon, June 2019, oral.

C. Floer, S. Hage-Ali and O. Elmazria, "Vers une nouvelle génération de capteurs directement *tatoués* sur la peau," *Journée de valorisation de la recherche*, Polytech Nancy, Vandœuvrelès-Nancy, March 2019, oral.

C. Floer, S. Hage-Ali and O. Elmazria, "Diamond/ZnO/LiNbO₃ structure for packageless acoustic wave sensors," *IEEE SENSORS France Chapter*, Université de Lorraine, Nancy, June 2018, poster.

C. Floer, S. Hage-Ali and O. Elmazria, "AlN/ZnO/LiNbO₃ structure for packageless acoustic wave sensors," *Séminaire de l'Ecole Doctorale EMMA*, LMOPS, Metz, June 2018, poster. Best Poster Award

Capteurs à ondes élastiques confinées, sans fil et étirables : application à l'électronique imperceptible sur peau RÉSUMÉ

Avec le développement des objets connectés et de l'IoT (*Internet of Things*), le suivi en continu des paramètres corporels et la miniaturisation extrême des équipements de mesures deviennent de réels enjeux de société. Parallèlement, les dispositifs à ondes élastiques de surface (dispositifs SAW), largement utilisés dans les télécommunications pour leur propriété de filtrage, connaissent aujourd'hui un essor pour leur fonction de capteur. C'est précisément dans ce contexte, à l'interface entre l'électronique sur peau et la micro-acoustique que se situe ce sujet de thèse.

L'objectif est de développer un capteur de température sans fil qui associe un dispositif basé sur la technologie des ondes élastiques à des antennes étirables. L'utilisation d'une structure à ondes confinées (WLAW) et un choix de matériaux appropriés permettent ensuite de supprimer le besoin d'encapsulation du dispositif. Au format ultrafin et ultrasouple, l'ensemble peut être « tatoué » harmonieusement sur la peau.

Une grande partie du travail est consacrée à l'élaboration de dispositifs autoprotégés et à leur optimisation par le biais de différentes stratégies (développement de matériaux en couches minces, designs). L'interrogation à distance est démontrée en utilisant des antennes étirables réalisées par *transfer printing*.

- dispositif SAW	
- principe WLAW	- sans boîtier
- antenne	- étirable

Wireless, stretchable and packageless acoustic wave sensors : application to imperceptible on-skin electronics

ABSTRACT

With the development of Internet of Things (IoT), the continuous monitoring of the human body parameters and the extreme miniaturization of devices are becoming major societal challenges. At the same time, surface acoustic wave devices (SAW devices) who are widely used in telecommunications for filtering are booming for their sensor function. It is precisely in this context, between the field of epidermal electronics and micro-acoustics that lies this thesis project.

The goal is to develop a wireless temperature sensor that combines a device based on the acoustic wave technology with stretchable antennas. The use of a confined wave structure (WLAW) and a choice of suitable materials remove the need for encapsulation in the device. In the ultrathin and ultra-soft flexible format, the device can be harmoniously « tattooed » on the skin.

A significant part of the work is focused on the development of the packageless devices and their optimization through different strategies (development of thin-film materials, designs). The remote interrogation is demonstrated using stretchable antennas made by transfer printing.

Keywords:	- sensor	- temperature
	- SAW device	- batteryless
	- WLAW principle	- packageless
	- antenna	- stretchable