



HAL
open science

Structures phononiques à ondes de Love pour la biodétection

Jérémy Bonhomme

► **To cite this version:**

Jérémy Bonhomme. Structures phononiques à ondes de Love pour la biodétection. Instrumentations et Détecteurs [physics.ins-det]. Université de Lorraine; Université de Sherbrooke (Québec, Canada), 2020. Français. NNT : 2020LORR0163 . tel-03133012

HAL Id: tel-03133012

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-03133012v1>

Submitted on 5 Feb 2021

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



AVERTISSEMENT

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

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

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

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

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>



THÈSE

Présentée et soutenue publiquement pour l'obtention du grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LORRAINE
en Physique - Nanoscience

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE SHERBROOKE
en Génie Électrique et Informatique

par

Jérémy Bonhomme

Structures phononiques à ondes de Love pour la biodétection

Thèse présentée le 3 Décembre 2020, devant le jury d'examen :

<i>Rapporteurs :</i>	M. Olivier BOU MATAR	Professeur, École Centrale Lille
	Mme Thérèse LEBLOIS	Professeure, Université de Bourgogne Franche Comté
<i>Examineurs :</i>	M. Bernard BONELLO	Directeur de recherche CNRS, Sorbonne Université
	M. Philippe GOGOL	Maître de conférence, Faculté de génie, Université de Sherbrooke
<i>Invité :</i>	Mme Delphine FAYE	Référente CNES
<i>Directeurs de thèse:</i>	M. Frédéric SARRY	Professeur, Université de Lorraine
	M. Paul G. CHARETTE	Professeur, Faculté de génie, Université de Sherbrooke
<i>Co-directeur de thèse :</i>	M. Mourad OUDICH	Maître de conférence, 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)

Institut Interdisciplinaire d'Innovation Technologique
Université de Sherbrooke, Faculté de Génie
Département de Génie Électrique et Informatique
2500 boulevard de l'Université, Sherbrooke (Québec), J1K 2R1

Remerciements

Je tiens en premier lieux à remercier les membres du jury : Mme Thérèse Leblois, M. Olivier Bou Matar, M. Philippe Gogol et M. Bernard Bonello d'avoir accepté d'évaluer mes travaux de thèse. Je les remercie également pour les discussions que nous avons eu lors de ma soutenance et qui ont permis d'améliorer ce manuscrit.

Mes remerciements se portent également vers Mme Delphine Faye, référente CNES, pour sa confiance en accordant un financement à cette thématique de recherche et pour l'encadrement apporté au projet.

Je remercie également M. Thierry Belmonte, directeur de l'Institut Jean Lamour, M. Richard Arès, directeur de l'Institut Interdisciplinaire d'Innovation Technologique et M. Michael Canva, directeur du laboratoire Nanotechnologies et Nanosystèmes pour leur accueil au sein de ces institutions. Merci également à M. Dominique Daloz, directeur de l'école doctorale C2MP et Mme Christine Sartori, gestionnaire pédagogique de l'école doctorale C2MP pour leur intérêts envers le projet et leur aide pour avec les tâches administratives de l'université.

J'exprime ma plus grande gratitude à mes directeurs de thèse, Paul Charette pour Sherbrooke et Frédéric Sarry et Mourad Oudich pour Nancy pour la confiance qu'ils m'ont accordé en me confiant le sujet, leur encadrement durant ces trois années, ainsi qu'à leur soutien et leurs conseils qui ont permis au travail de prendre forme. Merci également pour les bons moments passés aux labos, et pour la découverte du Québec!

J'adresse mes remerciements les plus sincères aux personnels des centres de compétences (*CC*) de l'IJL et des équipes du 3IT.Nano. De façon plus détaillée, je remercie :

- le CC MiNaLor, plus particulièrement Glawdis Lengaine et Laurent Badie pour les formations aux équipements et procédés de salle blanche et les longues discussions et réflexions sur la mise en place de procédés réalisables.
- le CC 3M, notamment Sandrine Mathieu pour les belles images au microscope électronique.
- le CC Erminone, et en particulier Francis Kosior pour les dépannages informatiques, les

différents logiciels et les très intéressantes discussions sur les calculs par éléments finis.

Et pour le 3IT.Nano, je remercie :

- Les équipes du LNN, je pense en premier lieux à Pierre Langlois, Marie-José Gour, Etienne Grondin et Félix Lalumiere pour leur accueil au sein de la salle blanche, les formations, les conseils d'utilisation des équipement et la mise en place des procédés. Je pense également à René Labrecque pour ses réponses à mes nombreuses questions et son aide technique dans le quotidien de la salle blanche.
- Les équipes du LCSM, notamment Laurence Convert et Khalid Moumanis, là aussi pour leur accueil et les formations. Mais aussi pour leurs conseils pour la mise en place des expériences de caractérisation au LCSM.

Je pense également aux membres de l'ICPM de Metz, et je remercie tout particulièrement Nicolas Stein pour les après-midi passées à développer les procédés d'électrodéposition.

Merci également à tous les membres des équipes 405 de l'IJL et Photonique et BioMEMS du LN2 avec qui j'ai pu travailler ces trois dernières années : Didier Rouxel et Omar Elmazria les chefs successifs de l'équipe 405 ; Denis Beyssen avec qui j'ai longuement échangés sur les protocoles de tests et les méthodes de caractérisation à l'IJL ; Sami Hage-Ali pour la formation et les conseils d'utilisation sur la DP650 (ainsi que pour les bons moments passés à IEEE Montréal) ; Pauline Girault, Jean-François Bryche et Guillaume Beaudin pour leurs compétences en microfabrication et les longues journées passés dans la salle blanche de Sherbrooke ; Laurence Convert comme déjà précisé pour son aide au LCSM et pour la mise en place des expériences de caractérisation (j'ajouterais un grand merci pour le prêt des raquettes lors de la randonnée au mont Orford!).

J'ai également une pensée pour les doctorants que j'ai rencontré et avec qui j'ai pu échanger : mes prédécesseurs Cécile et Florian qui m'ont fortement épauler ; Pédro, mon collègue depuis ma première venue à Sherbrooke (*merci encore pour tes échantillons!*) ; sans oublier et sans ordre particulier Prince, Lucile, Jordan, Marlo, Michele, Marion, Zhor, Régis, Baptiste, Paul, Sunija, Krupali, Dani, Hugo, Spencerh, Frédéric, Antoine, Quentin, Jérémy et tous ceux que j'aurai oublié de mentionner !

Je souhaite également remercier mes amis proches pour les soirées passées à distance pendant mes séjours à Sherbrooke et pendant les confinements (*quoi de neuf docteur!*).

Enfin, j'exprime ma plus grande reconnaissance à ma famille, notamment mes parents, ma sœur et mon frère pour leur soutien et leurs encouragements durant ces trois années de thèse et depuis le début de mes études.

Sommaire

Table des figures	xi
Liste des tableaux	xix
Liste des abréviations	xxi
Introduction générale	xxiii

Chapitre 1

État de l'art et contexte d'étude

Introduction	2
1.1 Dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW)	4
1.1.1 Propriétés des ondes acoustiques de surface	4
1.1.1.1 Génération des ondes acoustiques de surface	4
1.1.1.2 Particularités des ondes acoustiques de surface	7
1.1.2 Bio-capteurs à ondes acoustiques de surface	9
1.2 Cristaux phononiques et métamatériaux acoustiques	12
1.2.1 Propagation des ondes en milieu périodique	12
1.2.1.1 Cristaux phononiques	12
1.2.1.2 Bandes interdites phononiques	14
1.2.1.3 Influence de la géométrie des structures	15
1.2.2 Mises en évidence expérimentales	19
1.2.2.1 Cristaux couplés aux ondes acoustiques	19
1.2.2.2 Cristaux phononiques et ondes acoustiques de surface	21
1.3 Applications capteurs de structures phononiques	24
1.3.1 Capteurs sensibles aux propriétés des fluides	24
1.3.2 Capteurs sensibles à la masse	26
Conclusion	29

Bibliographie	30
-------------------------	----

Chapitre 2

Étude théorique d'une structure phononique 43

Introduction	45
2.1 Équations de propagation des ondes acoustiques dans les matériaux élastiques . .	47
2.2 Modélisation numérique par éléments finis	49
2.2.1 Généralités sur la méthode par éléments finis	49
2.2.1.1 Formulation faible des équations	50
2.2.1.2 Discrétisation, importance du choix du maillage et des fonctions de forme	52
2.2.1.3 Résolution et convergence	54
2.2.2 Modélisation d'un cristal phononique unidimensionnel	55
2.2.3 Étude de modes de résonances locales dans les piliers phononiques	58
2.2.3.1 Modes de résonance confinés à l'extrémité libre du pilier phononique	58
2.2.3.2 Positionnement des modes de résonance local dans la bande in- terdite	59
2.2.4 Étude de l'interaction des ondes de Love avec les piliers	61
2.3 Étude de la sensibilité théorique de la structure via la théorie de perturbation . .	64
2.3.1 Estimation du décalage de la résonance locale par la théorie de perturbation	64
2.3.1.1 Mise en place d'un modèle semi-analytique	64
2.3.1.1.1 Équations de la théorie de perturbation	65
2.3.1.1.2 Modèle numérique à base d'éléments finis	67
2.3.1.2 Décalage de la résonance locale	68
2.3.2 Étude de la sensibilité	70
2.3.2.1 Estimation de la sensibilité du système	70
2.3.2.2 Influence des dimensions du système sur la sensibilité	72
2.3.2.3 Évolution de la réponse du système en fonction du nombre de particules	76
Conclusion	78
Bibliographie	80

Chapitre 3

Étude théorique de la propagation des ondes de Love sous un liquide vis- queux 85

Introduction	87
------------------------	----

3.1	Écriture du problème	89
3.1.1	Équations de propagation dans un matériau piézoélectrique anisotrope . .	89
3.1.2	Équations de propagation dans un milieu isotrope, avec prise en compte de la viscosité et de la viscoélasticité	92
3.2	Formulation du problème	94
3.2.1	Méthode analytique	94
3.2.1.1	Description de la méthode analytique proposée par Kiełczyński .	94
3.2.1.2	Résolution des équations sous python	98
3.2.2	Méthode par éléments finis	99
3.2.2.1	Principe de fonctionnement du modèle PDE	100
3.2.2.2	Implémentation des équations dans le modèle éléments finis . . .	101
3.3	Résultats de simulation	104
3.3.1	Comparaison des méthodes	104
3.3.2	Résultats du modèle éléments finis pour des structures plus complexes . .	107
3.3.2.1	Application au niobate de lithium	108
3.3.2.2	Simulation pour une couche guidante viscoélastique	110
3.3.2.3	Prise en compte d'une électrode dans les simulations	111
	Conclusion	115
	Bibliographie	117

Chapitre 4

Fabrication des dispositifs phononiques

121

	Introduction	122
4.1	Structures phononiques et méthodes de fabrication	123
4.1.1	Choix des structures à fabriquer	123
4.1.2	Approche par photolithographie et <i>lift-off</i>	124
4.1.2.1	Description de la méthode et des équipements utilisés	124
4.1.2.2	Conception des masques de photolithographie	128
4.1.2.3	Application à la fabrication des électrodes interdigitées	131
4.2	Fabrication des structures phononiques	133
4.2.1	Piliers en polymère SU-8	133
4.2.2	Structures en oxyde	135
4.2.2.1	Piliers en oxyde de zinc (ZnO)	135
4.2.2.2	Piliers en silice (SiO ₂)	136
4.2.3	Piliers en cuivre (Cu)	138
	Conclusion	143
	Bibliographie	144

Chapitre 5	
Caractérisations et tests expérimentaux	147
Introduction	148
5.1 Caractérisations électriques sous pointes	149
5.2 Caractérisation des structures en polymère SU-8	150
5.2.1 Effet des piliers sur le signal et influence du recuit (<i>hardbake</i>) sur la réponse du polymère	151
5.2.2 Influence de la température	152
5.2.3 Mise en évidence de la sensibilité massique	155
5.2.3.1 Dépôt de micro-gouttelettes d'eau de tailles croissantes	155
5.2.3.2 Mise en solution d'une espèce dans une goutte de volume fixe . .	157
Conclusion	160
Bibliographie	161
Conclusion générale et perspectives	163
Annexe A	
Code <i>Python</i> permettant de modéliser le transport des ondes de Love dans un système multicouches	
Annexe B	
Identification des paramètres des équations et construction des matrices de cal- cul pour le modèle PDE	
Publications et communications	179
Résumés	180

Table des figures

1.1	Classification des ondes acoustiques [22].	4
1.2	Schéma représentant le principe de la piézoélectricité sur une maille cristalline élémentaire : au repos (a), sous l'effet d'une force d'étirement (b) et sous l'effet d'une force de compression (c) [34].	5
1.3	Schéma représentant les IDTs sur un substrat piézoélectrique (a) et une électrode avec les valeurs caractéristiques importantes à la conception (b) [35].	6
1.4	Schéma représentant un dispositif de résonateur [42] (a) et de ligne à retard [43] (b).	7
1.5	Illustration de la propagation d'une onde de Rayleigh [48].	8
1.6	Illustration de la propagation d'une onde de Love dans une couche guide [46].	9
1.7	Représentation de l'effet de reconnaissance spécifique de l'antigène par l'anticorps [71].	10
1.8	Bio-capteur SAW classique. (1) Les flèches indiquent le sens du flux de liquide, (2) le substrat piézoélectrique produisant les SAW, (3) IDTs, (4) onde acoustique de surface, (5) anticorps fixés sur le trajet de l'onde, (6) molécule que l'on souhaite détecter, (7) représente l'électronique permettant d'actionner le substrat piézoélectrique pour générer les ondes acoustiques, (8) signal de sortie permettant de visualiser et caractériser la détection [72].	11
1.9	Cellules unitaires pour des systèmes obliques (a), rectangulaires (b), rhombiques (c), carrés (d), et hexagonaux (e) et leurs zones de Brillouin respectives [94] . . .	13

1.10	Exemple de résultats calcul de structure de bande pour un cristal phononique constitué d'inclusions de cylindres d'or dans une plaque d'époxy. Schéma de la structure CP (a), première zone de Brillouin du système dans l'espace réciproque (b), structure de bande calculée par la méthode PWE (c) [84].	14
1.11	Représentation d'une cellule possédant un trou (a), variation de la largeur de la bande interdite en fonction de la hauteur de la couche guide (b) et du rayon des trous (c) [105], ouverture de bandes interdites pour un système carré d'inclusion de silicium dans une matrice d'époxy [106].	16
1.12	Structure phononique composée d'un réseau de piliers complets et la structure de bande associée (a), réseau de piliers avec une ouverture W_g et la structure de bande associée (b), réseau de piliers avec une ligne de hauteur h_g et la structure de bande associée (c). Les modes représentés en vert sont les modes confinés au niveau du défaut de la structure [112].	18
1.13	Sculpture de Eusebio Sempere à Madrid [122] utilisée pour l'expérience de Martínez-Sala <i>et al.</i> [121].	20
1.14	Schéma de la structure composée de barreaux d'époxy organisés en triangles (a) et étude expérimentale pour le guidage des ondes pour une frontière linéaire et courbe (b) [136].	21
1.15	Étude expérimentale piliers phononiques : image microscope électronique de structures (a) et réponse du système à une fréquence de 170 MHz en fonction de la position le long de l'axe x (b) [140].	22
1.16	Étude expérimentale de structures phononiques couplées à des ondes de Love : schéma du système (a), image au microscope électronique des IDTs (b) et des structures phononiques (trous) (c) et réponse du système avec et sans structure (c) [142].	23
1.17	Cristal phononique doté d'une cavité linéaire (a), spectre en transmission à travers le cristal rempli par différentes essences E10 d'indices RON différents [149].	25
1.18	Représentation d'une cellule de cristal phononique en plaque avec pilier creux (le trou sera rempli par un fluide) (a), évolution de la transmission pour différents fluides possédant des vitesses de propagation du son différentes (b) [152].	26

1.19	Image MEB d'un réseau de micro-piliers en PMMA sur une couche mince de PMMA (a), sensibilité massique théorique du dispositif en fonction de la hauteur des piliers (b) [96].	27
1.20	Courbe de transmission (a), dispositif et forme du mode de résonance à 5.828 GHz (b) et changement de la résonance des trois modes pour un ajout de masse (c) [154].	28
2.1	Exemple de maillage triangulaire sur un domaine Ω	52
2.2	Approximation du domaine Ω par un maillage "grossier" (a) et un maillage "fin" (b) au niveau de la trompe de l'éléphant de Fermi.	53
2.3	Représentation schématique du CP [30].	56
2.4	Structure de bande pour le CP unidimensionnel cylindrique composé d'une alternance de couches Tungstène et Silice [30] (a). Dispersion des ondes élastiques dans un cylindre infini et homogène en Silice (b).	57
2.5	Pilier constitué d'une alternance de 5 couches de Tungstène (en rouge) et de silice (en bleu) (a). Modes de résonance confinés au niveau de la couche supérieure libre du pilier : mode de flexion (b), mode de torsion (c), mode de compression (d) et mode de type " <i>whispering gallery</i> " (e).	59
2.6	Représentation de la cellule unité constituée d'un pilier phononique sur un substrat en Quartz et une couche guidante en SiO ₂ (a), Structure de bande complète du pilier sur le substrat avec les positions des modes de torsion et de flexion et la zone de Brillouin 2D associée au calcul (b). La bande interdite est représentée en jaune, le cône du son en bleu.	60
2.7	Représentation schématique du modèle de ligne à retard (a), champs de déplacements obtenus pour le mode de flexion (b) et le mode de torsion (c) [30]	62
2.8	Spectre de transmission normalisé obtenu pour les ondes de Love[30].	64
2.9	Schéma représentant le dépôt de masse ponctuel (a) et répartie uniformément sur une surface (surface jaune) (b) sur le pilier.	66

2.10	Schéma représentant le positionnement de la particule sur la surface du cylindre (a). Décalage de la fréquence de résonance pour une masse ponctuelle sur les chemins [AB] (b) et [BC] (c) pour la théorie de perturbation (ligne verte) et le calcul FEM (points rouges). (d) Comparaison entre la théorie de perturbation et calcul FEM pour une répartition homogène de N particules sur la couche supérieure [30].	69
2.11	Transmission avec le modèle FEM avec (ligne rouge) et sans (points bleu) ajout d'une masse ponctuelle au point de déplacement maximum du mode de torsion (point B dans 2.10 (a)) [30].	70
2.12	Fréquences et largeur de la bande interdite en fonction du rayon du pilier par rapport à l'épaisseur des couches : cas où le rayon est égal à l'épaisseur des couches (a), cas où l'épaisseur est fixée à $0.5 \mu m$ (b). Structure de bande obtenu pour une épaisseur de $0.5 \mu m$ et un ratio Rayon/Épaisseur de 0.8, la bande interdite est représentée en orange (c) [43].	73
2.13	Spectre de transmission pour les piliers ayant un ratio de 1 (en bleu) et 0.8 (en rouge), les modes de torsion sont dénotés T et les modes de flexions F [43].	74
2.14	Modèle de transmission avec 5 piliers (les PML sont représentées en violet) (a), Spectre de transmission pour une rangée de 5 piliers avec des perturbations différentes pour chacun d'entre eux (b) (P0 : $0 \times \delta_m$, P1 : $25 \times \delta_m$, P2 : $50 \times \delta_m$, P3 : $100 \times \delta_m$, P4 : $200 \times \delta_m$).	76
3.1	Schéma 2D de la structure multicouche composée d'un substrat piézoélectrique, d'une couche guidante d'épaisseur w et d'une couche fluide semi-infinie.	89
3.2	Représentation schématique du modèle de viscoélasticité de Kelvin-Voigt.	93
3.3	Résultats obtenu par la simulation numérique pour le champ de déplacement u_y et le champ de potentiel ϕ	104
3.4	Évolution de la vitesse de phase et de l'atténuation de l'onde de Love en fonction de l'épaisseur w de la couche guidante à 250 MHz (a) et de la fréquence pour une couche guidante $w = 4.2 \mu m$ (b).	106
3.5	Évolution de la vitesse de phase (a) et de l'atténuation (b) de l'onde de Love en fonction de la viscosité de la couche liquide.	107

3.6	Évolution de la vitesse de phase et de l'atténuation de l'onde de Love en fonction de l'épaisseur w de la couche guidante à 250 MHz (a) et de la fréquence pour une couche guidante $w = 4.2 \mu m$ (b) avec un substrat de $LiNbO_3$	109
3.7	Évolution de la vitesse de phase et de l'atténuation pour une couche guidante en polymère SU-8 en considérant la viscoélasticité du polymère (lignes) et sans la considérer (ronds creux).	111
3.8	Schéma de la structure multicouches comportant une électrode.	112
3.9	Évolution de la vitesse de phase à 250 MHz (a) et de l'atténuation (b) en fonction de l'épaisseur de la couche guidante et de la fréquence ((c) et (d) respectivement) en incluant une électrode en aluminium dans la structure quartz/ SiO_2 /liquide pour des électrodes de 200 nm (ronds rouges) et 500 nm (triangles bleu).	114
4.1	Schéma récapitulant les étapes de fabrication par photolithographie et soulèvement pour une résine photosensible positive (panneau supérieur) et négative (panneau inférieur).	125
4.2	Étaleuse Brewer et plaque chauffante du 3IT (a), étaleuse SPIN150 et plaque chauffante de l'IJL (b), aligneuse OAI 806 du 3IT (c) et aligneuse MJB4 de l'IJL (d).	127
4.3	Dessin LayoutEditor d'un dispositif constitué de deux réseaux d'électrodes et agrandissement sur les doigts de l'électrode	129
4.4	Dessin LayoutEditor d'une matrice de structures phononique et agrandissement sur les premiers rangs de structures.	130
4.5	Marques d'alignement sur les 3 masques, en vert le masque pour les électrodes, en jaune le masque pour la protection des contacts électriques et en bleu les structures phononiques	131
4.6	Design superposé des masques de photolithographie réalisé avec LayoutEditor, en vert le masque pour les électrodes, en jaune le masque pour la protection des contacts électriques et en bleu les structures phononiques.	132
4.7	Électrodes en or obtenues après soulèvement (images par microscopie optique).	133
4.8	Piliers SU-8 avant (a) et après (b) hardbaking.	134

4.9	Images MEB des piliers SU-8 avant hardbaking.	135
4.10	Dispositif complet avec des piliers en résine SU-8.	135
4.11	Images au microscope optique de piliers ZnO gravés.	136
4.12	Images MEB de piliers en SiO ₂ fabriqués par soulèvement, trous (a-c) et piliers (d-f).	138
4.13	Schéma du principe de l'électroplacage.	139
4.14	Montage d'électroplacage utilisé à Metz.	141
4.15	Images MEB des piliers en cuivre pour un courant de 5 mA (a et b) et de 15 mA (c et d).	142
5.1	Banc de mesure sous pointe de l'IJL : station sous pointes avec un agrandissement sur la connexion des pointes sur l'échantillon (a) et analyseur de réseau (b). . . .	149
5.2	Spectres de transmission (S12) obtenus pour un dispositif sans piliers et avec piliers non recuit : signaux bruts (a) et après lissage (b), l'absorption des piliers est indiquée par un cercle rouge.	152
5.3	Spectres de transmission (S12) obtenus pour un dispositif sans pilier (courbe noire en tirets), avec piliers non recuit (courbe bleue continue) et avec des piliers recuits (<i>hardbaked</i>) (courbe rouge continue).	153
5.4	Spectres de transmission (S12) obtenus pour une montée en températures (a) et une descente en température (b) pour les piliers SU-8 non recuits et les piliers <i>hardbaked</i> (c) et (d). Les flèches rouges représentent l'évolution de la température. Fréquence du pic de résonance en fonction de la température (points carrés en noir) ainsi que le tracé de l'ajustement linéaire associé (droite rouge) pour le cas des piliers sans recuit (e) et avec recuit (f).	154
5.5	Spectres de transmission (S12) obtenus pour différentes gouttes de volumes différents, déposées sur les piliers.	156
5.6	Spectres de transmission (S12) obtenu pour différentes concentrations de sucre dans une goutte de 2.5 μ l déposée sur les piliers non recuits (a) et piliers recuits (<i>hardbaked</i>) (b).	158

5.7 Ajustement linéaire des fréquences de résonance en fonction de la concentration en sucre (droite rouge) pour le cas des piliers <i>hardbaked</i>	159
---	-----

Liste des tableaux

2.1	Conversion des indices par la notation de Voigt	49
2.2	Sensibilités minimales calculées avec la formule 2.34 pour les différents modes de vibration présentés figure. 2.5	72
2.3	Comparaison des facteurs de qualité et des sensibilités pour différentes dimensions de piliers [43].	75
3.1	Paramètres des matériaux utilisés pour les calculs FEM [17, 24]	105
3.2	Paramètres du niobate de lithium LiNbO_3 utilisés pour les calculs FEM [17] . . .	108
4.1	Structures cibles pour la fabrication.	124
4.2	Données de courant et de temps testées pour développer le procédé de fabrication par électroplacage, l'épaisseur déposée est calculée avec la formule 4.2.	141

Liste des abréviations

2D	<i>Deux dimensions</i>
3D	<i>Trois dimensions</i>
3IT	<i>Institut Interdisciplinaire d'Innovation Technologique</i>
CP	<i>Cristal phononique</i>
CPRL	<i>Cristal phononique à résonance locale</i>
EDP	<i>Équations aux dérivées partielles</i>
FDTD	<i>Méthode de calcul de différences finies dans le domaine temporel</i>
FEM	<i>Méthode de calcul par éléments finis</i>
ICPM	<i>Institut de Chimie, Physique et Matériaux</i>
IDTs	<i>Électrodes interdigitées</i>
IJL	<i>Institut Jean Lamour</i>
LN2	<i>Laboratoire Nanotechnologies et Nanosystèmes</i>
LNN	<i>Local de Nanofabrication et de Nanocaractérisation</i>
LoCs	<i>Laboratoires sur puce</i>
MEB	<i>Microscope électronique à balayage</i>
PDE	<i>General partial differential equations</i>
PECVD	<i>Dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma</i>
PML	<i>Perfectly matched layer</i>
PWE	<i>Méthode de décomposition en ondes planes</i>
QCM	<i>Microbalance à quartz</i>
RON	<i>Indice d'octane</i>
SAW	<i>Ondes accoustiques de surface</i>
TMAH	<i>Hydroxyde de tétraméthylammonium</i>

Introduction générale

Les domaines d'utilisation des capteurs se sont étendue dans la dernière décennie. Un grand nombre d'objets du quotidien en comporte, de l'accéléromètre dans nos téléphones portables au capteur de température du thermostat du four en passant par les capteurs infra-rouges des robinets automatiques. Dans de nombreuses applications, notamment dans les domaines de la recherche, les scientifiques ont désormais besoin d'augmenter la précision de leurs instruments de mesure afin de détecter des phénomènes toujours plus fins. Nous pouvons citer par exemple les voxels des imageurs IRMs qui ont aujourd'hui une résolution inférieure au millimètre, ou encore les sismomètres *SEIS* qui ont été déposés sur Mars en 2019 et qui peuvent détecter des variations de mouvement de $5 \mu m$ menant à la retranscription du vent martien.

Le domaine de la biodétection est particulièrement soumis à cette quête de haute précision de détection. En effet, le diagnostic médical ou la détection de contaminant dans l'eau ou la nourriture nécessitent l'accès à la détection d'un très faible nombre de particules biologiques, avec dans de nombreux cas une volonté de pouvoir détecter une particule ou une molécule unique. Les dispositifs de détection actuels permettant une telle précision sont pour l'heure basés sur la technologie des capteurs photoniques qui demandent néanmoins une source de lumière et une source d'énergie afin de récupérer le signal. Ils sont ainsi difficilement miniaturisables et peinent à suivre les progrès dans le développement des laboratoires-sur-puces (*Lab on a Chip*). A ce niveau, les dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW, de *Surface Acoustic Waves* en anglais) ont l'avantage d'être passifs, c'est à dire qu'il peuvent être interrogés à distance sans source d'énergie intégrée grâce à l'intégration d'antennes. Les SAW sont couramment utilisées pour la biodétection, et ce depuis plus de trois décennies, et les dispositifs SAW sont facilement miniaturisables et intégrables dans les laboratoires sur puces. Cependant, leur sensibilité reste

limitée et peine à rivaliser avec la précision des capteurs optiques et plasmoniques récemment développés. Au début des années 1990, de nouveaux types de matériaux composites appelés cristaux phononiques ont été conçus pour contrôler la dispersion des ondes acoustiques. Leur développement exponentiel durant les deux dernières décennies a permis d'envisager de nouvelles manières de manipuler les ondes élastiques. Ces nouveaux matériaux constituent une solution prometteuse pour l'amélioration de la sensibilité des bio-capteurs SAW.

L'objectif de ce projet de thèse est de développer à la fois théoriquement et expérimentalement un dispositif SAW utilisant la physique des cristaux phononiques et pouvant être utilisé pour la biodétection. On part de l'hypothèse que l'intégration du cristal phononique, avec un design bien précis, dans un capteur SAW permettrait d'améliorer ses performances et d'accroître sa sensibilité à la détection de la masse et des espèces biologiques. En effet, les bio-capteurs à ondes acoustiques conçus actuellement atteignent leur limite de détection et sont loin de pouvoir accéder à la détection d'une seule molécule. L'utilisation de micro-structures interagissant avec les SAW permet une amélioration considérable de la sensibilité aux changements de l'environnement grâce à des phénomènes de résonances spécifiques.

Ce manuscrit présente les investigations menées dans ce sens durant les trois années de doctorat au sein de l'équipe Micro et Nanosystèmes de l'Institut Jean Lamour à Nancy sous la direction du Pr. Frédéric Sarry et la codirection du Dr. Mourad Oudich, ainsi que du groupe Systèmes photoniques et BioMEMS du Laboratoire Nanotechnologies et Nanosystèmes à Sherbrooke sous la direction du Pr. Paul Charette. Ce projet a été initié par une bourse du Centre National d'Etudes Spatiales (CNES) dans le cadre d'un projet d'exobiologie visant à la conception des capteurs biologiques ultra-sensibles dans une perspective de reconnaissance de matériaux biologiques hors de la Terre.

Le présent manuscrit s'organise en cinq chapitres. Le premier présente un état de l'art des techniques de biodétection et des développements actuels des cristaux phononiques, notamment dans leur utilisation dans des systèmes de détection. Cet état des connaissances a permis de prendre des décisions quant aux structures à étudier. Le second chapitre expose les méthodes de

modélisation des structures phononiques et une étude théorique complète sur une structure de type piliers multicouches ainsi que l'évaluation de la sensibilité de ces structures. Le troisième chapitre présente une étude de modélisation des ondes de Love sous une couche fluide visco-élastique. Nous présentons un modèle analytique de référence ainsi que le modèle par éléments finis que nous avons développé. Le quatrième chapitre expose les techniques de fabrication en salle blanche que nous avons utilisées ainsi que les processus de fabrication développés au sein de l'Institut Jean Lamour à Nancy et de l'Institut Interdisciplinaire d'Innovation Technologique à Sherbrooke. Le cinquième et dernier chapitre présente les caractérisations électriques et les études expérimentales de détection menées sur les dispositifs que nous avons fabriqués. Enfin nous rappellerons dans une conclusion les principaux résultats obtenus ainsi que les limitations de l'étude et nous apporterons des perspectives pour la poursuite de ces travaux.

Chapitre 1

État de l'art et contexte d'étude

Sommaire

Introduction	2
1.1 Dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW)	4
1.1.1 Propriétés des ondes acoustiques de surface	4
1.1.1.1 Génération des ondes acoustiques de surface	4
1.1.1.2 Particularités des ondes acoustiques de surface	7
1.1.2 Bio-capteurs à ondes acoustiques de surface	9
1.2 Cristaux phononiques et métamatériaux acoustiques	12
1.2.1 Propagation des ondes en milieu périodique	12
1.2.1.1 Cristaux phononiques	12
1.2.1.2 Bandes interdites phononiques	14
1.2.1.3 Influence de la géométrie des structures	15
1.2.2 Mises en évidence expérimentales	19
1.2.2.1 Cristaux couplés aux ondes acoustiques	19
1.2.2.2 Cristaux phononiques et ondes acoustiques de surface	21
1.3 Applications capteurs de structures phononiques	24
1.3.1 Capteurs sensibles aux propriétés des fluides	24
1.3.2 Capteurs sensibles à la masse	26
Conclusion	29
Bibliographie	30

Introduction

Nous assistons aujourd'hui à un développement croissant des activités de recherche dans le domaine de la biodétection, facilité par les avancées technologiques réalisées dans les domaines de la micro et nano fabrication, de la microélectronique et de la photonique. Un bio-capteur est un dispositif conçu pour convertir une réponse biologique en un signal électrique exploitable. La biodétection trouve son application dans de nombreux domaines, notamment l'industrie agro-alimentaire, le domaine médical, la bio-défense et la surveillance de l'environnement. Dans l'industrie alimentaire, les bio-capteurs sont utilisés pour l'authentification, la surveillance et la sécurité des aliments tel que la détection d'agents pathogènes [1, 2]. Par ailleurs, l'utilisation de bio-capteurs est en pleine croissance dans le domaine médical où la reconnaissance moléculaire biochimique est utilisée pour être sensible à un bio-marqueur spécifique. Nous citons par exemple les bio-capteurs du glucose sanguin pour le diagnostic du diabète [3] qui représentent 85% du marché mondial. D'autres applications médicales peuvent inclure : les marqueurs cardiaques, les biopuces pour une détection rapide et précise de marqueurs du cancer et la détection neurochimique. Les innombrables applications des bio-capteurs et leur développement les rendent incontournables dans la surveillance de notre mode de vie actuel et futur.

Depuis des décennies, les ondes acoustiques de surface (*surface acoustic waves* : SAW) sont très utilisées en tant que moyen de détection très fiable dans les capteurs de température, de viscosité, mais aussi d'espèces chimiques et/ou biologiques. Ils constituent un moyen très simple et économique pour la biodétection [4, 5, 6]. Cependant, les dispositifs SAW actuels atteignent leur limite de sensibilité dans la détection de quantités faibles de molécules. En effet, certains diagnostics nécessitent la détection d'une particule unique et des domaines comme l'exobiologie requièrent également de recueillir de l'information à partir de très faibles quantités de matériaux biologiques. Dans ce cadre, la détection acoustique reste donc limitée en comparaison avec les technologies optiques où on assiste à l'émergence d'approches de biodétection ultra-sensible basées sur les métamatériaux optiques ou plasmoniques [7, 8].

Pour pallier à cela, de nouvelles façons de manipuler les ondes acoustiques ont été envisagées en s'inspirant de travaux réalisés dans les domaines de la photonique [9, 10, 11, 12]. Cela a permis l'émergence des cristaux phononiques et des métamatériaux acoustiques qui sont désor-

mais étudiés dans les domaines des télécommunications pour le guidage des ondes acoustiques [13, 14], dans les domaines de la sismologie et des recherches sur les constructions antisismiques [15, 16, 17, 18] et montrent un fort potentiel pour des applications de détection [19, 20, 21].

Dans ce chapitre, nous présenterons tout d'abord la physique des ondes acoustiques de surface ainsi que leur utilisation dans les bio-capteurs. Ensuite, nous aborderons le domaine des cristaux phononiques et des métamatériaux acoustiques en s'intéressant plus particulièrement aux phénomènes physiques émergents qu'ils apportent et nous présenterons quelques exemples expérimentaux. Enfin, nous nous intéresserons aux travaux effectués pour l'intégration de cette physique pour des applications de détection.

1.1 Dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW)

1.1.1 Propriétés des ondes acoustiques de surface

On distingue généralement deux catégories d'ondes acoustiques, les ondes qui se propagent dans le volume et celles se propageant à la surface d'un substrat. Chacune de ces deux catégories pouvant encore être subdivisées en sous-catégories (figure 1.1).

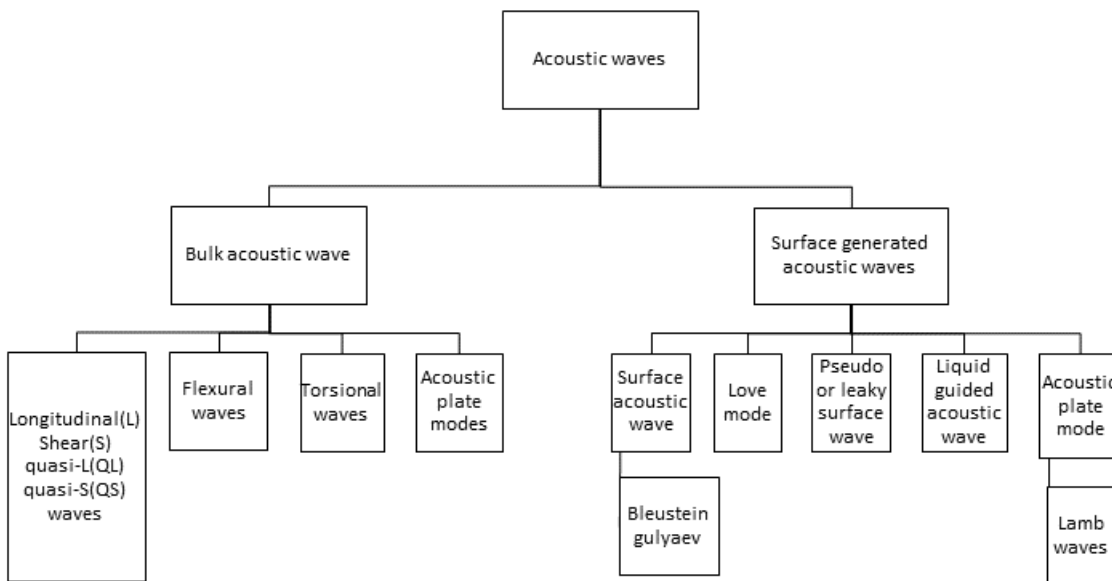


FIGURE 1.1 – Classification des ondes acoustiques [22].

Dans cette étude, nous nous intéressons particulièrement aux ondes acoustiques de surface (SAW) qui ont l'avantage de pouvoir être utilisées dans des dispositifs miniaturisables fabriqués avec les mêmes techniques que celles de l'industrie micro-électronique.

1.1.1.1 Génération des ondes acoustiques de surface

Les SAW sont générées principalement soit par l'utilisation d'une impulsion laser [23, 24, 25], soit par une tension appliquée sur un substrat piézoélectrique [26, 27, 28]. Cette seconde méthode est la plus appropriée pour une utilisation de SAW pour la détection dans un capteur. En effet, elle permet de miniaturiser les systèmes afin de les intégrer facilement dans un système complet et ils peuvent également être rendus passifs à l'aide d'une antenne [29].

La génération des ondes utilise l'effet piézoélectrique qui a été découvert en 1880 par les

frères Pierre et Jacques Curie dans différents matériaux cristallins comme le quartz [30]. Il s'agit de la capacité de certains matériaux cristallins de produire une tension électrique sous l'action d'une contrainte mécanique. Les frères Curie ont pu mettre en application cet effet pour créer un prototype de balance à quartz piézoélectrique [31]. L'effet inverse, consistant à la création d'une déformation dans le matériau suite à l'application d'une tension électrique, a été prédit dès 1881 par Gabriel Lippmann et expérimenté par les frères Curie la même année [32, 33].

Les matériaux piézoélectriques sont des matériaux cristallins ayant la particularité de posséder une maille élémentaire sans centre de symétrie. Sous l'action d'une force, la maille se déforme, les dipôles du système se déplacent et les pôles positifs et négatifs se retrouvent décalés, ce qui crée une polarisation (figure 1.2).

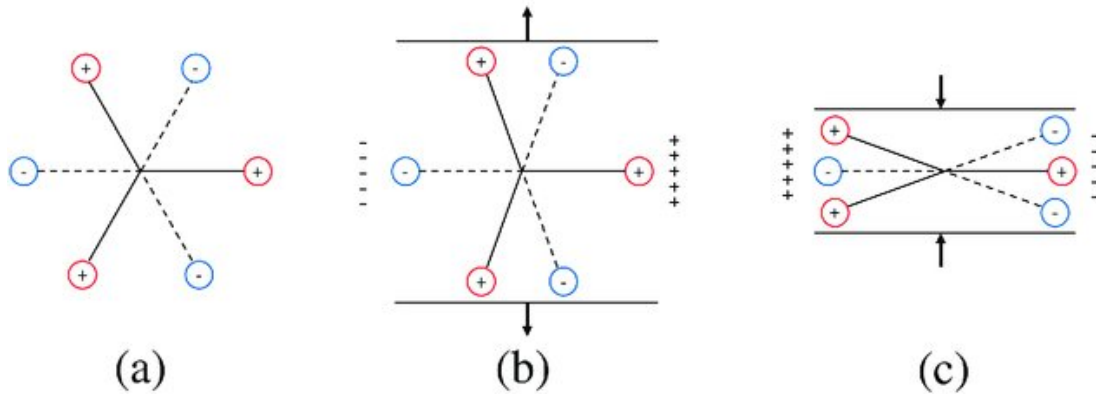


FIGURE 1.2 – Schéma représentant le principe de la piézoélectricité sur une maille cristalline élémentaire : au repos (a), sous l'effet d'une force d'étirement (b) et sous l'effet d'une force de compression (c) [34].

L'effet piézoélectrique est couramment utilisé dans un grand nombre de domaines, telle que l'horlogerie où un cristal de quartz est utilisé pour cadencer la mesure du temps, et en tant que capteur de pression dans les domaines de l'automobile et l'aéronautique. Il est également utilisé pour réaliser des dispositifs SAW dans les téléphones portables (pour le filtrage de signaux), dans les capteurs intégrés (température, humidité, ...) dans l'industrie, et dans les domaines de recherche notamment en microfluidique et en biologie.

Dans le cas des dispositifs SAW, on tire parti de l'effet piézoélectrique inverse pour générer les ondes et de l'effet piézoélectrique direct afin de récupérer le signal électrique créé par l'onde. Ces

deux mécanismes sont réalisés grâce à des peignes d'électrodes interdigitées (*interdigital transducer* abrégé en *IDTs*). Il s'agit d'électrodes métalliques déposées sur un matériau piézoélectrique (figure 1.3 a). Ils ont été mis au point en 1965 par Richard M. White et Fred W. Voltmer [35]. L'alternance de potentiels positifs et négatifs au niveau de ces électrodes à la surface du substrat permet de générer (ou recevoir) les ondes acoustiques. Les paramètres importants pour la conception des IDTs sont représentés dans la figure 1.3 b). Ces paramètres sont :

- la période $p = \lambda$, avec λ la longueur qui correspond à la longueur d'onde spatiale du motif des IDTs ;
- la largeur des doigts de l'électrode. En général, on considère un taux de métallisation (surface recouverte par les électrodes) de 50%, ce qui donne une largeur de doigts de $\lambda/4$;
- le recouvrement des doigts successifs, w , correspondant à la largeur du front d'onde ;
- et la longueur du peigne, L , considérée comme un nombre fini de longueurs d'onde qui fixera le nombre de doigts. Ce paramètre influencera l'amplitude du signal transmis ainsi que la largeur de la bande de fréquence envoyée.

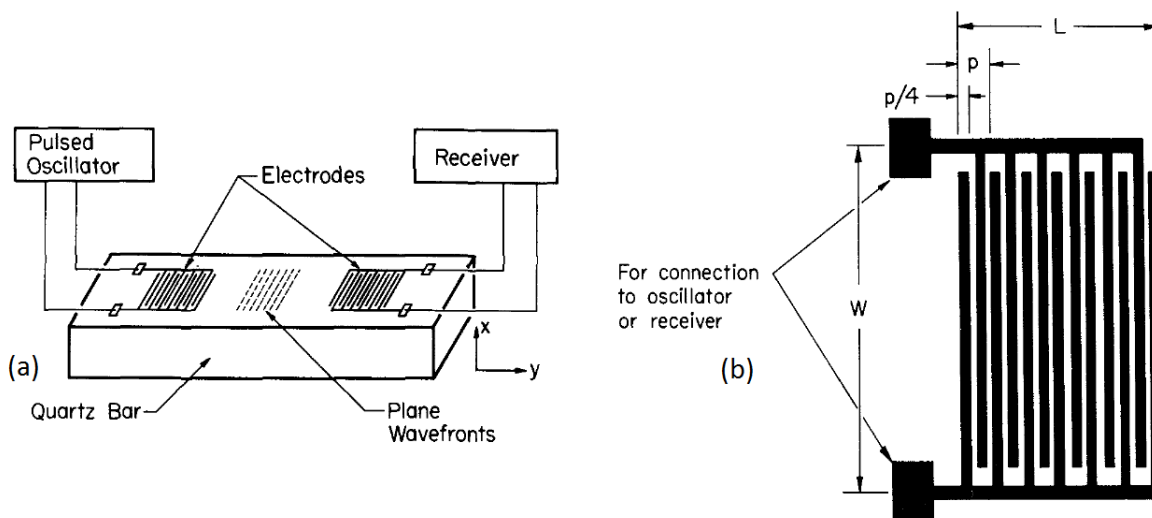


FIGURE 1.3 – Schéma représentant les IDTs sur un substrat piézoélectrique (a) et une électrode avec les valeurs caractéristiques importantes à la conception (b) [35].

Les IDTs représentées sur la figure 1.3 correspondent à la conception historique des électrodes. Aujourd'hui d'autres types d'IDTs sont utilisées avec par exemple des électrodes arrondies permettant de modifier la forme du front d'onde [36, 37, 38], des doigts multipliés [39, 40] ou encore

des électrodes non symétriques [27, 41].

Deux configurations sont utilisées pour la réalisation de capteurs SAW, les résonateurs et les lignes à retard. Les résonateurs utilisent des IDTs qui vont produire une onde qui sera réfléchiée de part et d'autre par des réflecteurs (figure 1.4 a). Le signal sera récupéré sur la même électrode que celle ayant servi à générer le signal. Ces systèmes sont utilisés notamment pour des applications capteurs de température ou de pression ainsi que pour la fabrication de filtre en électronique. Les lignes à retard utilisent deux paires d'IDTs en vis à vis. Le signal est envoyé dans la première paire, puis récupéré sur la seconde (figure 1.4 b). Les lignes à retard sont utilisées pour créer des retards dans les systèmes électroniques, et c'est également la configuration la plus utilisée pour les systèmes de biodétection.

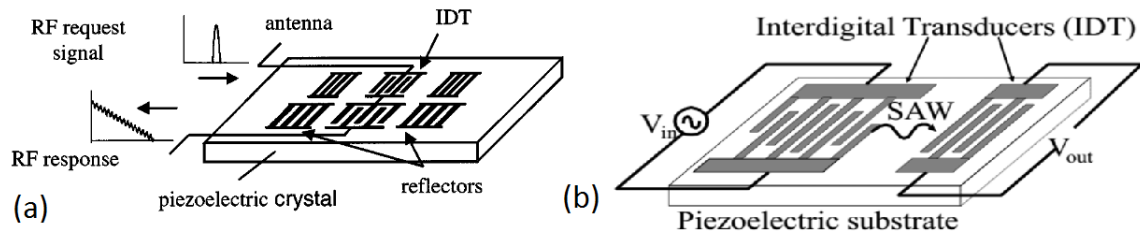


FIGURE 1.4 – Schéma représentant un dispositif de résonateur [42] (a) et de ligne à retard [43] (b).

1.1.1.2 Particularités des ondes acoustiques de surface

Les SAW sont régies par les équations d'ondes se propageant dans la matière, telles que les ondes sonores ou encore les ondes sismiques. On observe donc une variation spatio-temporelle des déformations dans le matériau où se propagent les ondes. La vitesse des ondes dépend du matériau dans lequel elles se propagent, principalement les propriétés élastiques et la densité. De plus, l'anisotropie du cristal influence les vitesses des ondes car ci-elles dépendent fortement de la direction de propagation par rapport à l'orientation cristallographique du matériau.

Comme leur nom l'indique, les SAW se propagent uniquement à la surface du matériau. Les premières preuves d'ondes acoustiques de surface ont été avancées en 1885 par Lord Rayleigh [44]. Il a remarqué que lors de séismes, une partie des ondes se propagent parallèlement à la surface de la terre avec une décroissance exponentielle du champ de déplacement de la surface

vers les profondeurs de la Terre. La profondeur de pénétration correspondante est de l'ordre d'une longueur d'onde. Les ondes de Rayleigh correspondent à un couplage entre une onde longitudinale (où le déplacement est parallèle à la direction de propagation créant une succession de zone de pression et de compression), et une transverse verticale (où le déplacement est perpendiculaire à la direction de propagation). Ce couplage provoque un mouvement elliptique dans le milieu de propagation [45, 46, 47] (figure 1.5).

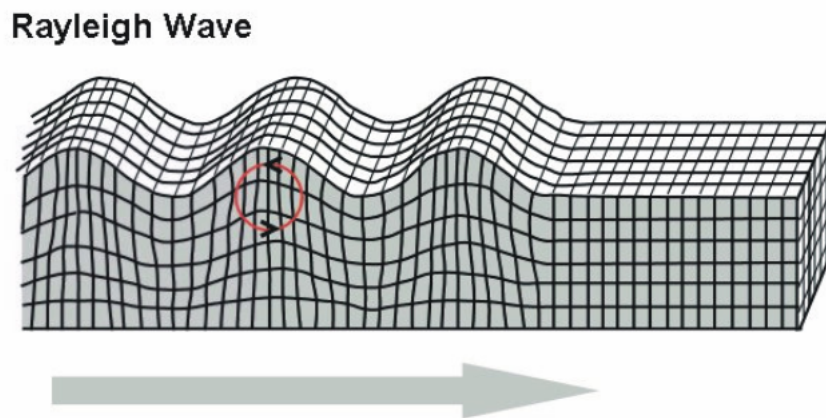


FIGURE 1.5 – Illustration de la propagation d'une onde de Rayleigh [48].

Les ondes de Rayleigh ont la particularité d'avoir une forte composante verticale dans le champ de déplacement. De manière complémentaire, il existe des ondes se propageant en surface mais ne présentant qu'un faible déplacement dans la direction verticale. Ces ondes sont appelées ondes transverses horizontales et sont dotées d'un champ de déplacement perpendiculaire à la direction de propagation, et dans le même plan que la surface [46, 49]. Un cas particulier a été découvert par Augustus Edward Hough Love en 1911 [50]. Ces ondes particulières correspondent à un mouvement purement transversal confiné dans une couche guidante déposée sur le substrat principal (figure 1.6) [45, 46, 47]. L'existence de ce type d'ondes est conditionné par la présence d'une couche déposée à la surface du substrat, et par la vitesse de propagation dans le matériau de cette couche qui doit être inférieure à la vitesse des ondes dans le substrat. Pour l'excitation de ces ondes, appelées ondes de Love, on a recours à l'utilisation d'électrodes déposées entre le substrat et la couche guidante. Les électrodes sont alors dites enterrées.

Dans le cas d'un capteur opérant en milieu liquide, les ondes de surface dites transverses

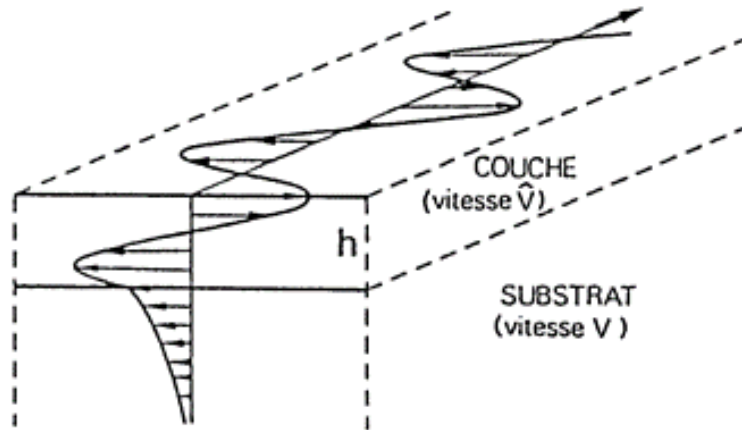


FIGURE 1.6 – Illustration de la propagation d’une onde de Love dans une couche guide [46].

et plus particulièrement les ondes de Love sont les plus adaptées. Contrairement aux ondes de Rayleigh dont le déplacement est perpendiculaire à la surface, le déplacement des ondes de Love est dans le même plan que ladite surface (figure 1.6) ce qui minimise la dissipation d’énergie acoustique dans le liquide.

1.1.2 Bio-capteurs à ondes acoustiques de surface

Du fait de leur mode de propagation, les ondes acoustiques de surface (SAW) sont les plus utilisées pour la réalisation de dispositifs microfluidiques ou pour la biodétection. Les ondes de Rayleigh sont généralement utilisées dans les dispositifs microfluidiques et les laboratoires sur puce (*Lab on a Chip* abrégé en *LoCs*) afin de mettre en mouvement le fluide dans les canaux [51, 52], générer des courants dans le liquide (par exemple pour induire des mélanges) [53, 54] ou pour des méthodes actives de tris comme l’acoustophorèse qui permet de déplacer des particules en flux en fonction de leurs tailles [55, 56, 57].

Les ondes transverses et plus particulièrement les ondes de Love sont quant à elles utilisées principalement pour des dispositifs de détection. En effet, ces ondes se propageant uniquement à la surface du substrat interagissent avec les particules biologiques qui s’adsorbent sur une surface active. Le champ de déplacement des ondes étant principalement confiné à l’intérieur de la couche guidante et la composante verticale de déplacement étant très faible, le signal est relativement peu atténué par la présence du milieu liquide.

Les SAW permettent une détection dite sans marquage, c'est-à-dire que la molécule que l'on souhaite détecter n'a pas été modifiée pour envoyer un signal que l'on détecte ensuite (par exemple la fixation d'une molécule fluorescente). Ici, le signal physique de l'onde acoustique est directement utilisé pour la détection ; il sera modifié par le dépôt d'une molécule sur la surface. Les ondes de surface sont utilisées pour la biodétection de protéines [58, 59, 60, 61, 62], d'ADN [61, 62, 63] ou de bactéries [64, 65, 66, 67].

Pour que ces capteurs soit utilisables dans un milieu complexe composé de plusieurs molécules (tel que l'air ambiant ou l'eau d'une rivière), ils sont en général fonctionnalisés. C'est à dire que des molécules sont déposées en surface du substrat. Sur ces molécules seront greffés des récepteurs qui réagiront spécifiquement à un type d'espèce chimique ou biologique [68, 69, 70]. Cette reconnaissance spécifique est appelée réaction *cible-sonde* ou *clé-serrure*. On peut par exemple citer la réaction anti-corps/anti-gène (figure 1.7).

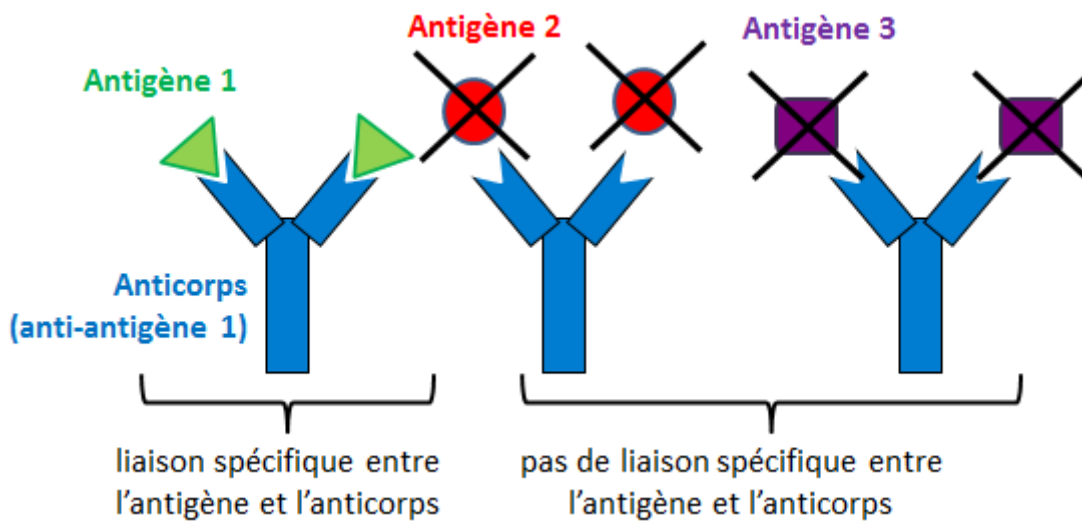


FIGURE 1.7 – Représentation de l'effet de reconnaissance spécifique de l'antigène par l'anticorps [71].

Le modèle type de bio-capteur SAW est représenté sur la figure 1.8. Il est composé de deux paires d'IDTs formant une ligne à retard déposée sur un substrat piézoélectrique. La première permet d'exciter le substrat en appliquant une tension à ses bornes afin de générer les ondes acoustiques au moyen de l'effet piézoélectrique inverse. La seconde électrode permet de récupérer l'onde transmise par effet piézoélectrique direct. Sur la ligne de transmission des ondes situées

entre les électrodes, la surface est fonctionnalisée afin de placer des récepteurs et capturer des particules bien précises se trouvant en suspension dans l'air ou dans un liquide. Les propriétés élastiques de la surface sont affectées par la fixation des molécules sur ces récepteurs, ce qui perturbe l'onde élastique et le signal reçu, permettant ainsi leur détection.

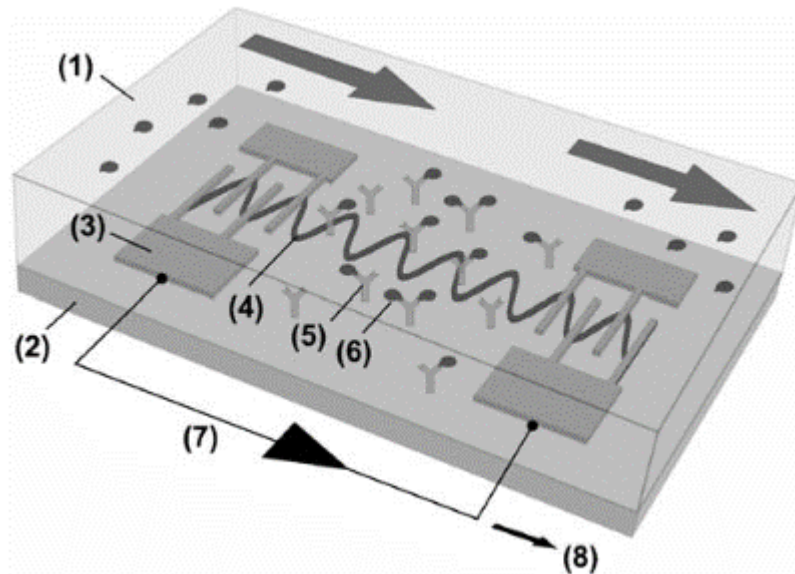


FIGURE 1.8 – Bio-capteur SAW classique. (1) Les flèches indiquent le sens du flux de liquide, (2) le substrat piézoélectrique produisant les SAW, (3) IDTs, (4) onde acoustique de surface, (5) anticorps fixés sur le trajet de l'onde, (6) molécule que l'on souhaite détecter, (7) représente l'électronique permettant d'actionner le substrat piézoélectrique pour générer les ondes acoustiques, (8) signal de sortie permettant de visualiser et caractériser la détection [72].

Cependant, bien que les techniques de biodétection basées sur les ondes élastiques soient facilement intégrables sur des puces microfluidiques, elles sont loin de rivaliser avec les récents développements des technologies optiques et plasmoniques, notamment en ce qui concerne leur limite de détection. En effet, les systèmes SAW ont une limite de détection d'environ 20 ng/cm^2 [73, 74, 75] tandis que les systèmes plasmoniques peuvent atteindre 1 ng/cm^2 [12, 76, 77].

Pour parvenir à augmenter limite de détection des capteurs SAW, il faut pouvoir manipuler différemment les ondes élastiques, ce que nous allons aborder dans les paragraphes suivants.

1.2 Cristaux phononiques et métamatériaux acoustiques

A la fin des années 1980, un nouveau champ de recherche est apparu, celui des cristaux phononiques. Ces structures sont composées de différents matériaux organisés dans l'espace de manière périodique. Elles constituent des milieux très dispersifs aux ondes acoustiques et sont le point de départ pour la conception de nouveaux matériaux appelés métamatériaux acoustiques en 2000. Ces derniers ouvrent de nouvelles perspectives dans la manipulation des ondes acoustiques, considérées irréalisables avec les techniques classiques d'utilisation des ondes acoustiques. Dans la partie qui suit, nous aborderons de manière théorique l'étude des cristaux phononiques ainsi que la possibilité d'adapter leur géométrie pour ajuster leur réponse aux ondes acoustiques à des besoins spécifiques.

1.2.1 Propagation des ondes en milieu périodique

1.2.1.1 Cristaux phononiques

L'étude des cristaux phononiques (CPs) s'inspire des recherches menées sur les cristaux photoniques qui ont montré à la fin des années 1980 l'existence d'intervalles de fréquence pour lesquels les ondes électromagnétiques sont totalement réfléchies par une structure périodique de matériaux ayant des propriétés diélectriques différentes [9, 74, 78, 79]. Par analogie avec les cristaux photoniques, un CP est une structure composite constituée d'un arrangement périodique (suivant une, deux ou trois dimensions) de matériaux dans lesquels les vitesses de propagation des ondes acoustiques sont différentes. Ces structures ont la particularité de présenter aussi des bandes interdites phononiques pour lesquelles les ondes acoustiques ne peuvent pas se propager dans le cristal. La première mise en évidence théorique de l'existence de ces bandes interdites phononiques a été réalisée en 1993 par Sigalas, Economou et Kushwaha [80, 81, 82].

En s'appuyant sur la théorie des ondes élastiques dans les solides [45, 46], l'équation régissant la propagation des ondes est définie par le système d'équation [82, 83, 84, 85, 86, 87] :

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = \sum_j \frac{\partial T_{ij}}{\partial x_j}, \quad (1.1)$$

$u_i(\mathbf{r}, t)_{i=1,2,3}$ étant le champ de déplacement défini en chaque point $\mathbf{r} = (x, y, z)$ du solide, ρ la masse volumique et les contraintes T_{ij} s'expriment par : $T_{ij} = C_{ijkl} \frac{\partial u_l}{\partial x_k}$ d'après la loi de Hooke, où C_{ijkl} représentent les constantes élastiques du milieu. $(i, j, k, l) \in \{1; 2; 3\}$ avec $\{1; 2; 3\}$ associées aux trois directions de l'espace $\{x; y; z\}$.

Les paramètres ρ et les constantes élastiques C_{ijkl} dépendent de la position dans le cristal phononique, ce qui nous donne $\rho = \rho(\mathbf{r})$ et $C_{ijkl} = C_{ijkl}(\mathbf{r})$.

Il est possible de calculer la structure de bande d'un CP à partir de l'équation 1.1. Pour cela, différentes méthodes peuvent être utilisées : la méthode de décomposition en ondes planes (*PWE : Plane Wave Expansion*) [88], la méthode de calcul de différences finies dans le domaine temporel (*FDTD : Finite-difference time-domain*) [89], la méthode par matrices de transfert (*Transfer-matrix Method*) [90] et la méthode des éléments finis (*FEM : Finite elements method*) [91]. Compte tenu de la périodicité du CP, ces différentes méthodes utilisent la première zone irréductible de Brillouin afin de simplifier les calculs et étendre les résultats à un système périodique infini. Cette zone correspond au plus petit volume de l'espace réciproque associé au réseau cristallin, contenant toute l'information de la dispersion des ondes par le CP [92, 93, 94]. Des exemples de réduction à la zone de Brillouin sont représentés dans la figure 1.9 suivant le type de périodicité dans l'espace.

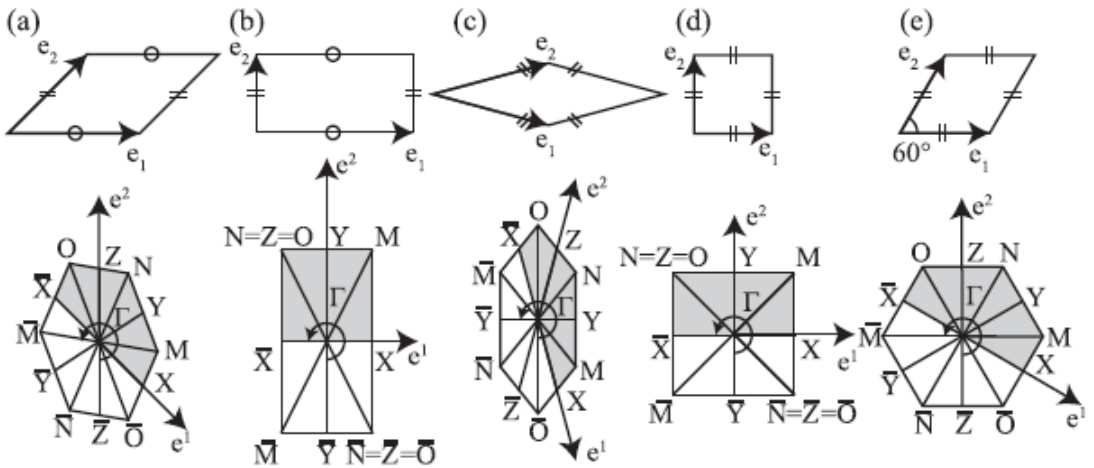


FIGURE 1.9 – Cellules unitaires pour des systèmes obliques (a), rectangulaires (b), rhombiques (c), carrés (d), et hexagonaux (e) et leurs zones de Brillouin respectives [94]

1.2.1.2 Bandes interdites phononiques

Afin de complètement caractériser la dispersion des CP, nous avons recours au calcul de la structure de bandes comme dans le cas des cristaux photoniques et électroniques. La structure de bandes phononiques représente tous les modes acoustiques pouvant se propager dans le CP. Elle se présente sous la forme d'une représentation reliant la fréquence et le vecteur d'onde défini dans l'espace réciproque dans la zone de Brillouin. Cette relation dépend de paramètres liés au milieu dans lequel les ondes se propagent, comme la densité ou les constantes élastiques. Un exemple de structure de bandes avec deux bandes interdites pour un système en plaque avec inclusions est présenté sur la figure 1.10.

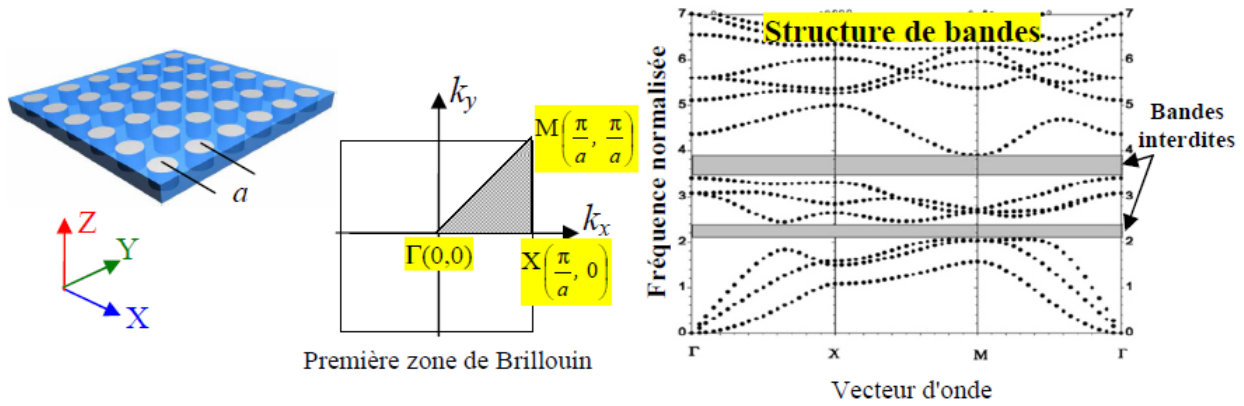


FIGURE 1.10 – Exemple de résultats calcul de structure de bande pour un cristal phononique constitué d'inclusions de cylindres d'or dans une plaque d'époxy. Schéma de la structure CP (a), première zone de Brillouin du système dans l'espace réciproque (b), structure de bande calculée par la méthode PWE (c) [84].

La structure de bandes est le point de départ de l'étude des CP car elle présente les courbes de dispersion des ondes acoustiques ou élastiques. Pour que le CP soit utilisable pour une application précise, il faut pouvoir ajuster ses dimensions aux fréquences de fonctionnement que l'on veut étudier.

Il s'agit d'un des éléments les plus intéressants de l'étude des bandes interdites dans les CP : la possibilité de modifier les propriétés des structures en adaptant leurs dimensions. En effet, il est possible de placer des modes de résonance à l'intérieur des bandes interdites en modifiant la structure. Grâce à la bande interdite, ces modes seront alors isolés des autres modes pouvant se propager dans le CP. Cela rend possible une optimisation fine des propriétés du CP (fréquence

de résonance, forme du mode, ...) en modifiant les paramètres géométriques de la structure.

Dans le cas d'une bande interdite créée par le mécanisme de Bragg, celle-ci dépend de la périodicité et de la symétrie du CP et se situe à des longueurs d'onde de l'ordre de la périodicité du cristal. Ainsi, la géométrie, les dimensions et la forme du système ont une grande influence sur la réponse du système aux ondes acoustiques. Historiquement, les premiers systèmes à avoir été étudiés étaient des matrices composites comportant des inclusions de matériaux rigides dans une matrice en polymère [92, 95]. Récemment, les structures les plus couramment utilisées sont des systèmes à bases de piliers (mono ou multicouches) [96, 97, 98, 99] ou à base de trous [100, 101, 102, 103, 104]. Le développement des techniques de microfabrication a favorisé la réalisation de ces structures phononiques en micro-piliers, ouvrant ainsi la voie vers des applications à plus hautes fréquences.

1.2.1.3 Influence de la géométrie des structures

La modification des propriétés géométriques du CP a une grande influence sur ses propriétés de dispersion, notamment sur l'ouverture de la bande interdite (figure 1.11). Il a été montré que pour une surface dotée de trous périodiques, augmenter l'épaisseur de la couche guidante abaisse la fréquence centrale de la bande interdite et élargit la bande interdite pour les SAW (figure 1.11 (b)). Aussi, augmenter le rayon des trous abaisse la fréquence centrale de la bande interdite mais réduit également sa largeur [105] (figure 1.11 (c)). Pour un système avec inclusions, les bandes interdites de fréquences s'élargissent avec l'augmentation du facteur de remplissage (pourcentage de l'espace rempli par les inclusions) [106]. De la même manière, pour une matrice de piliers, il est possible d'influer sur la propagation des ondes acoustiques : le rayon du pilier influe sur la largeur de la bande interdite et la hauteur des différentes couches a une influence directe sur les fréquences de la bande interdite [107].

De plus, il est possible d'inclure des irrégularités ou des défauts dans la matrice du cristal phononique pour créer des modes de résonance localisés au niveau de l'imperfection [100, 108, 109, 110, 111]. L'irrégularité peut être obtenue en supprimant de la structure une maille du cristal, en modifiant significativement une épaisseur d'un matériau ou un écartement entre deux mailles de cristal. L'équipe de Vasseur *et al.* [111] a utilisé une structure à base de trous avec un paramètre de maille a dans laquelle on crée un défaut en introduisant un espace entre deux

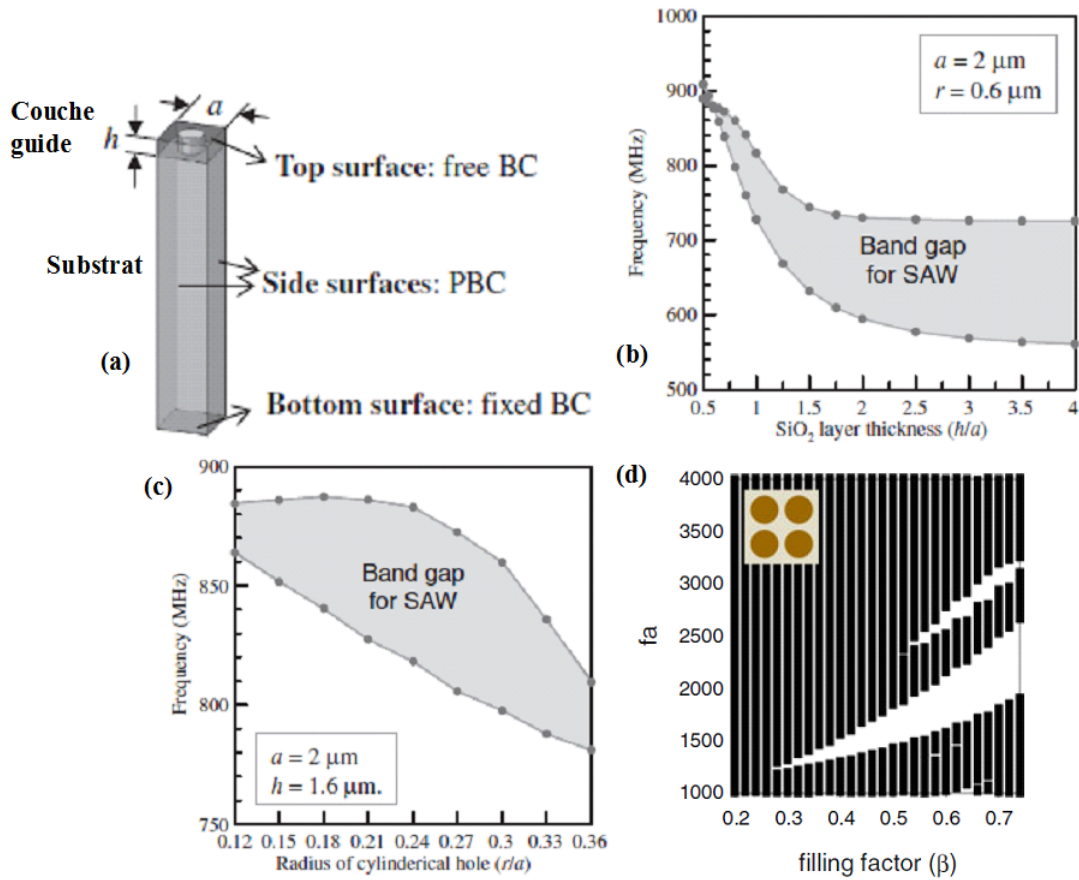


FIGURE 1.11 – Représentation d’une cellule possédant un trou (a), variation de la largeur de la bande interdite en fonction de la hauteur de la couche guide (b) et du rayon des trous (c) [105], ouverture de bandes interdites pour un système carré d’inclusion de silicium dans une matrice d’époxy [106].

mailles de dimension $\alpha.a$ avec $\alpha < 1$. Le système avec défaut montre une bande interdite mais avec des modes de résonance se plaçant au niveau des fréquences de la bande interdite. Parmi ces modes, il en existe un qui est localisé uniquement au niveau du défaut. Dans ce cas, l’énergie acoustique se trouve confinée dans l’espace créé entre deux mailles du système, ce qui permet le guidage de l’onde acoustique. L’étude montre également que la fréquence de ces modes dépend de la largeur de l’ouverture créée et qu’ils peuvent disparaître lorsque le paramètre α dépasse 0.85.

Des études similaires ont été menées avec d’autres types de structures. Pennec *et al.* [112] ont utilisé un réseau de piliers complets qu’ils ont comparé avec trois configurations : un réseau

dont une ligne de piliers avait été retirée, un réseau dont une ligne de piliers avait une hauteur différente et une ligne de piliers constitués d'un matériau différent (figure 1.12).

L'effet est le même que pour la structure à trous discutée ci-dessus. Oudich *et al.* [113] ont montré que dans le cas de piliers multicouches, il existe des modes de résonance localisés en surface et à la base du pilier et que si l'on introduit un défaut dans la régularité des couches (couche significativement plus petite), il est possible de créer des modes localisés au niveau du défaut.

Par ailleurs, en 2000, il a été démontré qu'il était possible de concevoir des cristaux phononiques pour manipuler les ondes acoustiques pour des longueurs d'ondes supérieures à la périodicité du cristal [114]. Le cristal était constitué de résonateurs formés de billes de plomb recouvertes d'élastomère incorporées dans une matrice rigide d'époxye et présentait une bande interdite dans les très basses fréquences. Ce type de cristal est appelé cristal phononique à résonance locale (CPRL). L'ouverture de la bande interdite n'est plus basée sur le mécanisme de Bragg comme dans le cas des cristaux phononiques classiques. Dans le cas du CPRL, les matériaux ont des propriétés élastiques très différentes (par exemple un matériau très dur et un très mou). La bille et l'élastomère peuvent être assimilés à un résonateur de type masse liée à un ressort possédant des modes de résonance propres. Lorsque l'onde élastique se propage dans le cristal, elle se couple avec les modes de résonance des résonateurs créant des bandes interdites au niveau des fréquences de résonance. Ces bandes interdites dépendent fortement des propriétés des résonateurs dont les fréquences de résonance sont très basses (grâce à l'élastomère). Les longueurs d'onde des résonances sont dans ce cas largement supérieures à la périodicité ou la structuration du cristal. Ce mécanisme est presque indépendant de la périodicité ou de la symétrie [115]. Le CPRL peut se comporter comme un milieu homogène, du point de vue de l'onde acoustique incidente comportant une densité effective et/ou une compressibilité effective négative [114]. Cette étude est le point de départ du champ de recherche sur les métamatériaux acoustiques pour une manipulation exotique des ondes : réfraction négative [116], super-focalisation [117], invisibilité acoustique [118], etc ...

Les CP et les métamatériaux acoustiques offrent une multitude de possibilités de manipulation de la propagation d'ondes acoustiques ou élastiques en agissant sur la géométrie et les matériaux utilisés, afin de les adapter à l'application souhaitée. Particulièrement, il est possible de concevoir un CP permettant l'existence des modes confinés sur une partie de la structure où une grande

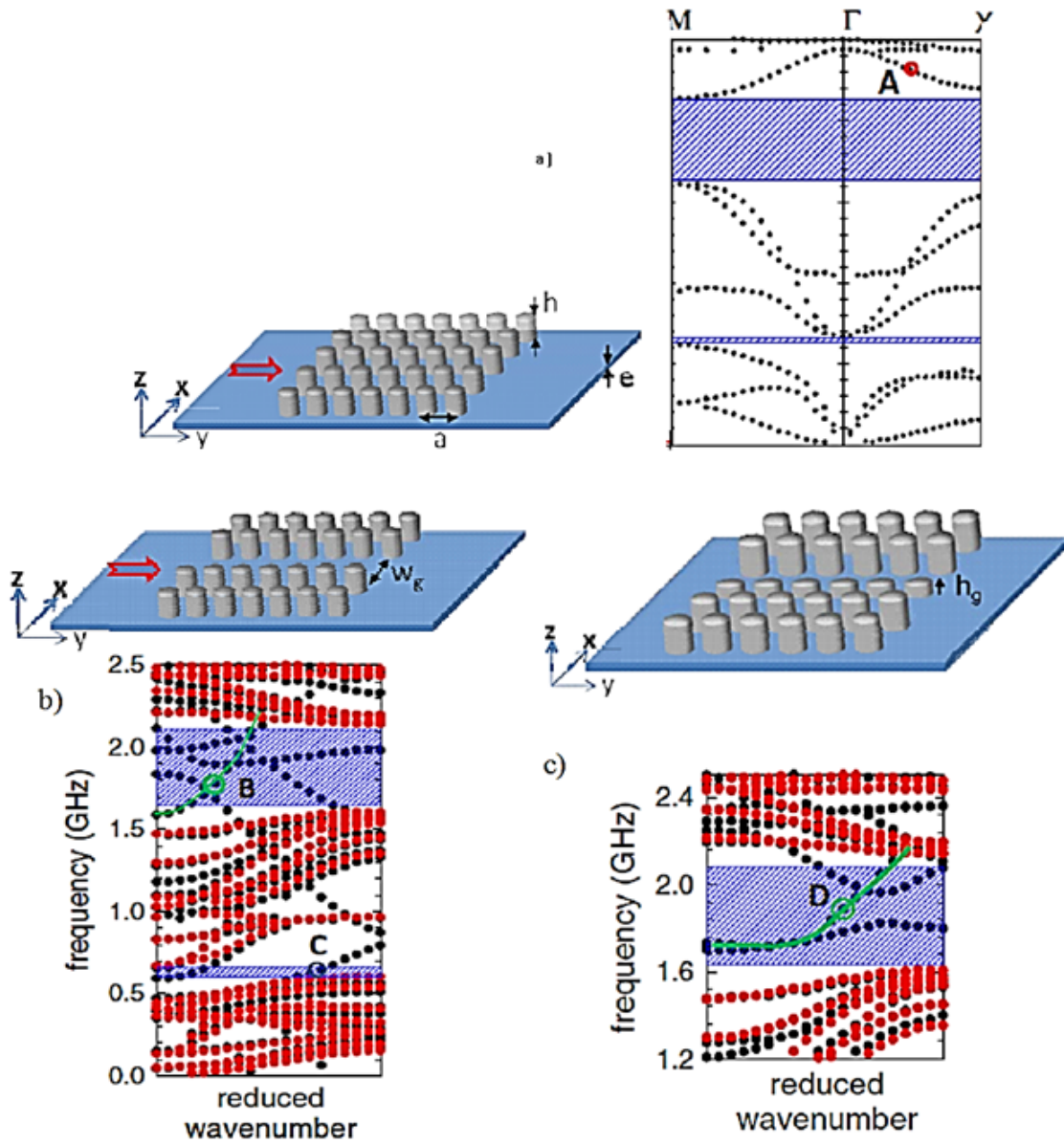


FIGURE 1.12 – Structure phononique composée d'un réseau de piliers complets et la structure de bande associée (a), réseau de piliers avec une ouverture W_g et la structure de bande associée (b), réseau de piliers avec une ligne de hauteur h_g et la structure de bande associée (c). Les modes représentés en vert sont les modes confinés au niveau du défaut de la structure [112].

partie de l'énergie acoustique est concentrée [119, 120], ce qui peut facilement être repéré sur le signal de sortie par un pic d'absorption (négatif) ou de transmission (positif). De plus, il est possible d'exploiter la bande interdite du CP en plaçant les modes confinés à l'intérieur, ce qui permet de les isoler des autres modes de propagation afin de limiter leurs interactions.

1.2.2 Mises en évidence expérimentales

Les premières études qui ont mis en évidence les propriétés dispersives des CP telles que les bandes interdites étaient purement théoriques. Il a donc fallu mener des études expérimentales afin de confirmer ces phénomènes particuliers. Du fait de la conception des CP et des moyens de caractérisation du début des années 90, les premières études expérimentales ont rencontré des difficultés.

1.2.2.1 Cristaux couplés aux ondes acoustiques

La première étude expérimentale du phénomène d'absorption acoustique par des structures phononiques a été réalisée en 1995 par Martínez-Sala *et al.* [121] sur une sculpture de l'artiste Eusebio Sempere (1923-1985) située près de la fondation Juan March à Madrid. Cette sculpture est constituée de tiges cylindriques d'acier de différentes hauteurs arrangées périodiquement sur un support rotatif. La sculpture a été conçue pour réfléchir la lumière du soleil en créant des effets visuels lors de sa mise en rotation (figure 1.13).

Martínez-Sala *et al.* [121] ont pu mesurer la transmission acoustique suivant différentes directions de propagation par rapport à l'agencement des tiges de la structure en plaçant des haut-parleurs et des micros autour de la sculpture. Cela a permis de mettre en évidence une atténuation de l'onde acoustique pour une fréquence de 1.67 kHz suivant une direction de propagation précise. Ce résultat a permis la première mise en évidence expérimentale de la diffraction de Bragg responsable de la création de bandes interdites. Cependant, la structure utilisée n'étant pas conçue initialement pour cette expérience, l'effet n'est visible que sur une seule direction de propagation.

Le premier CP fabriqué et comportant une bande interdite complète a été réalisé par Montero de Espinosa *et al.* [123]. Le CP consiste en un arrangement périodique de trous remplis de mercure dans une plaque d'aluminium. Pour caractériser cette structure, l'équipe a utilisé des



FIGURE 1.13 – Sculpture de Eusebio Sempere à Madrid [122] utilisée pour l'expérience de Márquez-Sala *et al.* [121].

transducteurs à ultrasons permettant d'obtenir une gamme de fréquence de 0.5 à 2MHz. L'équipe a capté le signal transmis pour différents taux de remplissage des cylindres, ce qui a permis de montrer une forte atténuation pour un remplissage à 40% à une fréquence de 1.06 MHz, ce qui correspondait à la position théorique de la bande interdite.

Depuis ces premiers travaux, de nouvelles études ont été menées pour montrer l'ouverture de bandes interdites en utilisant des CP dans différentes configurations : des CPs composés de structures solides/solides [124, 125, 126] ou solide/fluide [127, 128]. D'autres phénomènes ont pu être mis à jour, tels que la focalisation acoustique [129, 130], la réfraction négative [25, 131] ou encore la création de guides d'ondes courbés [132]. De plus, l'étude des structures phononiques ont permis de mettre au point des guides d'ondes topologiques (aussi appelés guidage par les frontières) qui s'inspirent d'effets découverts dans le graphène [133, 134].

L'équipe de Pal & Ruzzene a présenté en 2017 un modèle théorique où chaque sommet de l'hexagone est représenté par un système masse ressort, où la constante de raideur est la même pour chaque point et où deux masses distinctes sont utilisées [135]. En 2018, une étude expérimentale a été réalisée avec des ondes sonores en vue de créer un système d'isolation sonore [136].

Ce système est composé de barreaux d'époxy organisés par trois en triangle et répartis sur une surface (figure 1.14). En modifiant l'orientation des triangles sur une partie de la surface, cette étude montre que seules les ondes se propageant dans la direction de l'interface vont pouvoir se propager. L'orientation des mailles du cristal permet également d'orienter le faisceau en sortie de la structure.

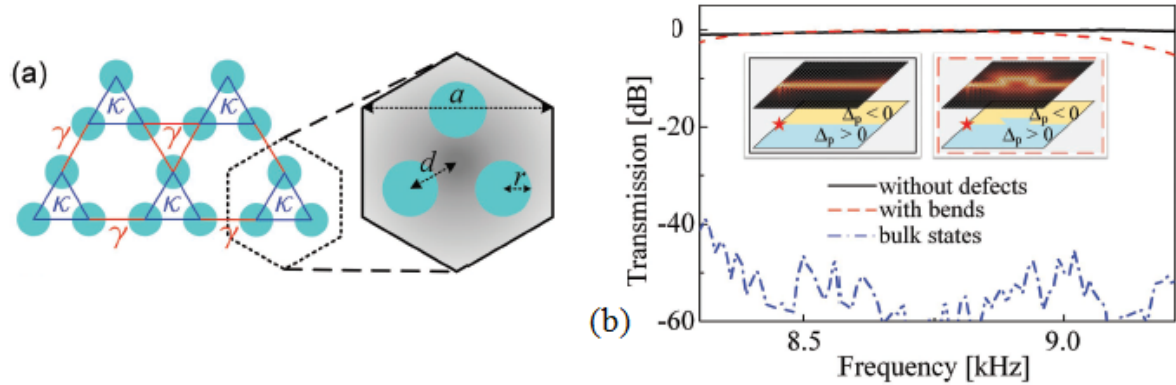


FIGURE 1.14 – Schéma de la structure composée de barreaux d'époxy organisés en triangles (a) et étude expérimentale pour le guidage des ondes pour une frontière linéaire et courbe (b) [136].

1.2.2.2 Cristaux phononiques et ondes acoustiques de surface

Des études utilisant les ondes acoustiques de surface générées sur un substrat piézoélectrique ont également été réalisées. La première a été menée par Wu *et al.* en 2005 [137, 138]. Un CP bidimensionnel composé de trous carrés percés dans un substrat d'oxyde de zinc (ZnO) avec une périodicité de $10 \mu\text{m}$ a été étudié. Des ondes de Rayleigh sont ensuite produites par des IDTs déposées sur ce même substrat. La réponse du CP a été mesurée pour deux longueurs d'ondes : une correspondant théoriquement à une fréquence hors de la bande interdite théorique, et une correspondant à une fréquence située à l'intérieur. Dans ce second cas, une forte atténuation du signal apparaît.

De même l'équipe de Sarah Benchabane a montré l'existence de bandes interdites complètes en utilisant des structures sous forme de trous [103, 139] et de piliers en nickel [140] (figure 1.15 (a)) sur un substrat de niobate de lithium (LiNbO_3). De plus, ces études ont pu mettre en évidence les formes des résonances dans les structures ainsi que l'absorption par les lignes des structures successives (figure 1.15 (b)).

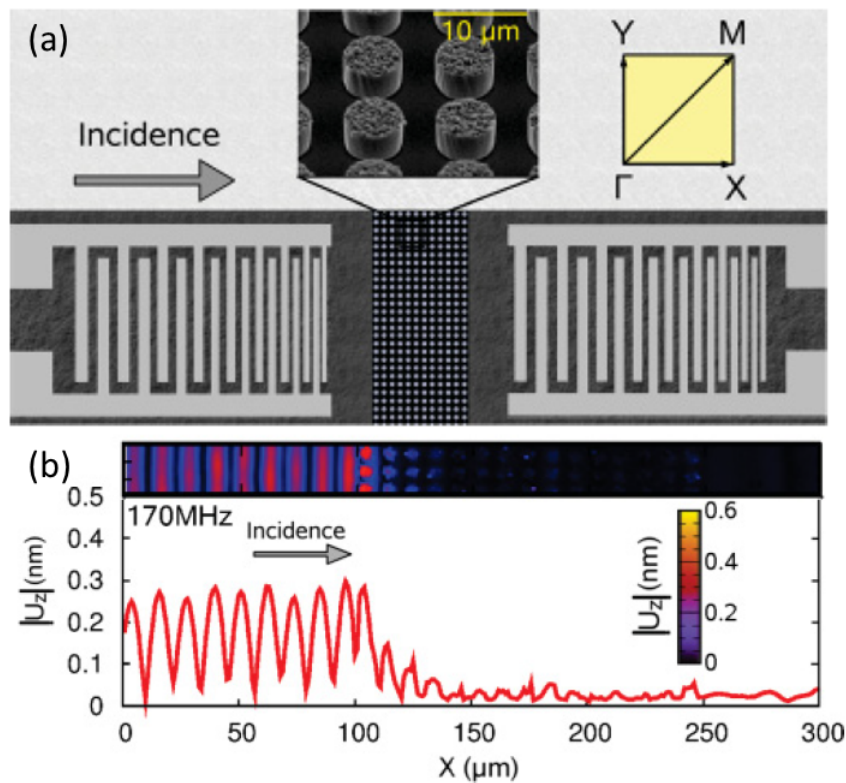


FIGURE 1.15 – Étude expérimentale piliers phononiques : image microscope électronique de structures (a) et réponse du système à une fréquence de 170 MHz en fonction de la position le long de l'axe x (b) [140].

En 2014, Liu *et al.* ont mis en évidence des phénomènes similaires en utilisant des ondes de Love, dans la bande de fréquence du gigahertz, créées sur un substrat de LiNbO_3 interagissant avec une matrice de trous formés dans la couche guidante en silice (SiO_2) [141, 142]. L'équipe a montré le processus de fabrication basé sur les technologies utilisées en salle blanche et dans l'industrie micro-électronique [141]. De plus, en plaçant la structure sur une ligne à retard (figure 1.16 (a),(b) et (c)), une très forte atténuation apparaît dans la gamme de fréquences de la bande interdite dans les structures (figure 1.16 (d)).

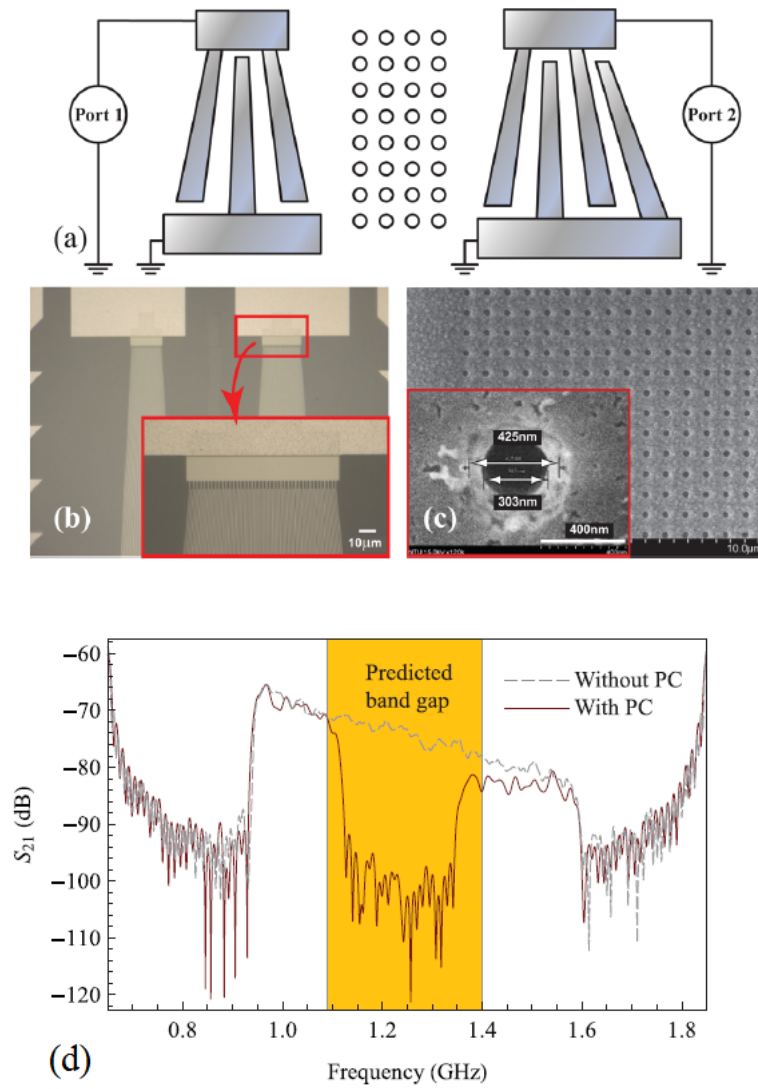


FIGURE 1.16 – Étude expérimentale de structures phononiques couplées à des ondes de Love : schéma du système (a), image au microscope électronique des IDTs (b) et des structures phononiques (trous) (c) et réponse du système avec et sans structure (c) [142].

1.3 Applications capteurs de structures phononiques

1.3.1 Capteurs sensibles aux propriétés des fluides

Les LoCs et les dispositifs de biodétection fonctionnent le plus souvent avec des mélanges de biomolécules en solution. Les propriétés physiques de ces liquides dépendent principalement des concentrations des solutions et de la nature de leurs différents constituants. Sachant que les paramètres du fluide ont une influence sur la propagation des ondes acoustiques, il est donc possible d'utiliser les dispositifs phononiques pour déterminer les propriétés des solutions biologiques. Les effets sont connus pour des ondes de surface se propageant dans un liquide. Les paramètres les plus influents sur la propagation des ondes sont la viscosité [143, 144, 145] et la densité [146, 147] qui agissent directement sur la vitesse de propagation. L'effet de la viscosité sur les CP se traduit d'abord par une atténuation du signal reçu, mais aussi par la diminution des fréquences de la bande interdite [148]. La suite de cette section abordera les dispositifs présents dans la littérature utilisant les différences de vitesse de propagation pour donner une indication sur les caractéristiques de liquides.

Pour une structure phononique bien optimisée présentant un pic d'absorption ou de transmission à une fréquence donnée dans des conditions de référence pour une solution particulière, il est possible de distinguer un changement de concentration des molécules en suspension si la densité ou la viscosité de la solution est modifiée. Oseev *et al.* [149] ont montré expérimentalement ce principe de détection. La structure proposée est une plaque trouée de manière régulière, au centre de laquelle une tranchée est creusée. La plaque est immergée dans de l'essence présentant un indice d'octane (RON : Research Octane Number) représentant la composition du mélange de l'essence. Leurs travaux ont montré que la fréquence des pics de transmission dépend des indices testés (figure 1.17 (b)). La suite de leur étude s'intéresse à l'indice RON 98 pour différentes concentrations d'éthanol. Ils observent un décalage du pic de fréquence de 0.7% pour un mélange à 2.5% d'éthanol par rapport à l'essence pure. Des résultats similaires ont été montrés par d'autres études utilisant des géométries différentes [150, 151].

Par ailleurs, Jin *et al.* [152] ont proposé, par simulation, une structure sous forme de piliers creux où un fluide peut être introduit. Ce système présente deux bandes interdites de fréquences pour les trous vides. Lorsqu'un fluide est placé à l'intérieur des piliers, deux modes de résonances

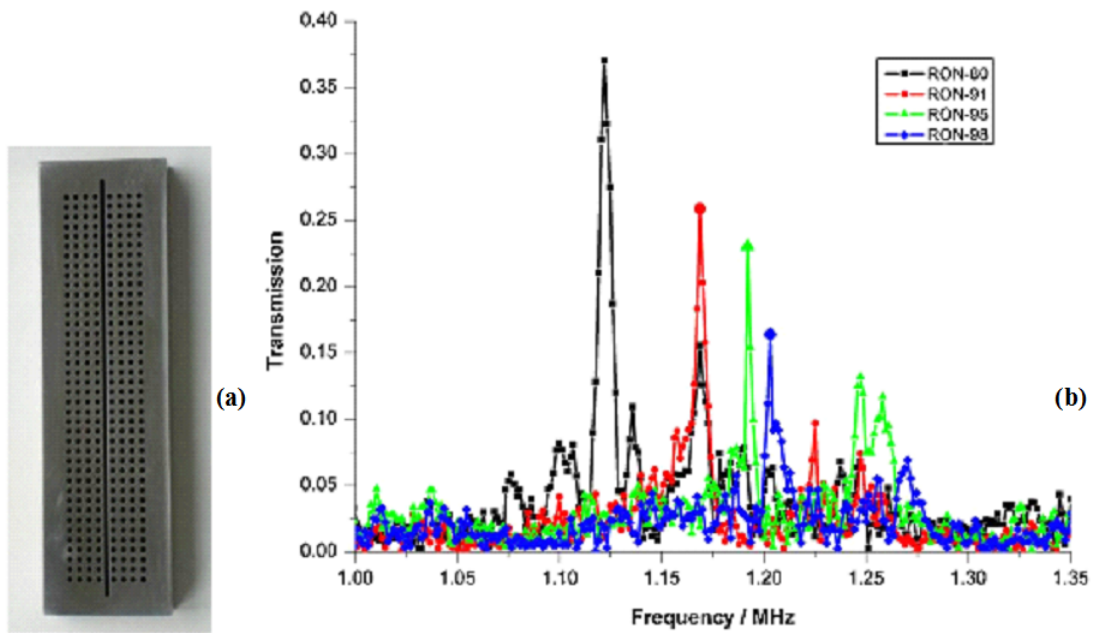


FIGURE 1.17 – Cristal phononique doté d’une cavité linéaire (a), spectre en transmission à travers le cristal rempli par différentes essences E10 d’indices RON différents [149].

localisés apparaissent. Ces modes donnent lieu à des pics très nets dans le signal obtenu. Différentes simulations ont été réalisées en utilisant des mélanges d’éthanol et d’eau à différentes concentrations, donc des vitesses de propagation acoustiques différentes dans le liquide. Les résultats indiquent que la fréquence du pic représentant le mode de vibration est décalée vers les hautes fréquences pour les mélanges ayant une vitesse de propagation la plus élevée (figure 1.18 b). Dans la même étude, en utilisant les variations de vitesses dans l’eau pour différentes températures, ils montrent que leur structure est sensible à des variations de vitesses inférieures à 50 m/s et que ce type de structure peut également être utilisé comme capteur de température.

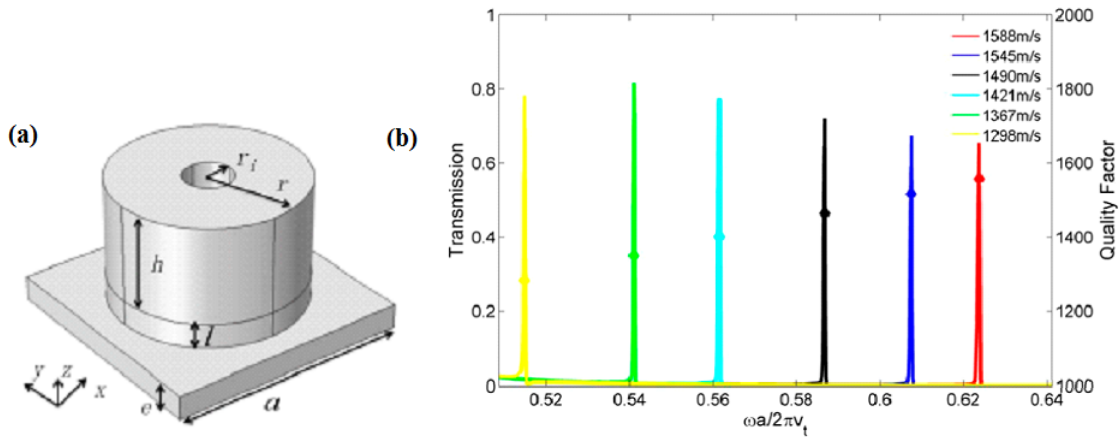


FIGURE 1.18 – Représentation d’une cellule de cristal phononique en plaque avec pilier creux (le trou sera rempli par un fluide) (a), évolution de la transmission pour différents fluides possédant des vitesses de propagation du son différentes (b) [152].

Wang *et al.* [153] ont montré le même type de résultats pour une structure composée de parois d’un canal fluide, sur laquelle des rectangles sont placés périodiquement, et en utilisant des mélanges de chloroforme et d’octan-1-ol. Ils montrent en plus que pour ce type de structure, le maximum de sensibilité est observé pour une largeur de canal fluide de $75 \mu m$.

Ces techniques de détection basées sur les paramètres physiques du fluide sont très intéressantes car la mise en place est relativement facile et semble donner des informations sur la composition des liquides utilisables pour la biodétection. Cependant, ces méthodes ne sont pas spécifiques et ne peuvent donc pas nous renseigner sur les espèces biologiques présentes. Les informations que l’on peut récupérer sont la densité ou la concentration des espèces présentes si le milieu dans lequel elles sont en solution est parfaitement connu.

1.3.2 Capteurs sensibles à la masse

Pour les capteurs sensibles à une perturbation de masse, l’onde incidente est perturbée par un changement local de sa vitesse de propagation, ce qui provoque un décalage dans les fréquences de résonance des modes. Ce type de détection correspond au système classiquement utilisé pour les bio-capteurs à ondes acoustiques de surface présenté en figure 1.8. Dans ce cas, il est possible de fonctionnaliser une surface afin de sélectionner les espèces biologiques que l’on souhaite détecter.

Cependant, aujourd'hui il n'existe pas dans la littérature d'étude expérimentale présentant une expérience de détection basée sur le principe de résonance de structures phononiques, les résultats de cette partie sont donc uniquement issus de simulations.

Une étude de 2015, Esmacilzadeh *et al.* [96], utilise un système de microbalance à quartz (QCM) qui est texturé par des plots en PMMA. Le modèle théorique mis en place pour déterminer la sensibilité est encore une fois dépendant de la taille des piliers de PMMA. Il donne un maximum théorique de sensibilité à la masse pour une hauteur de pilier de $13 \mu m$, avec un décalage de la résonance de $5.5 (Hz/MHz)/(ng/cm^2)$ (figure 1.19).

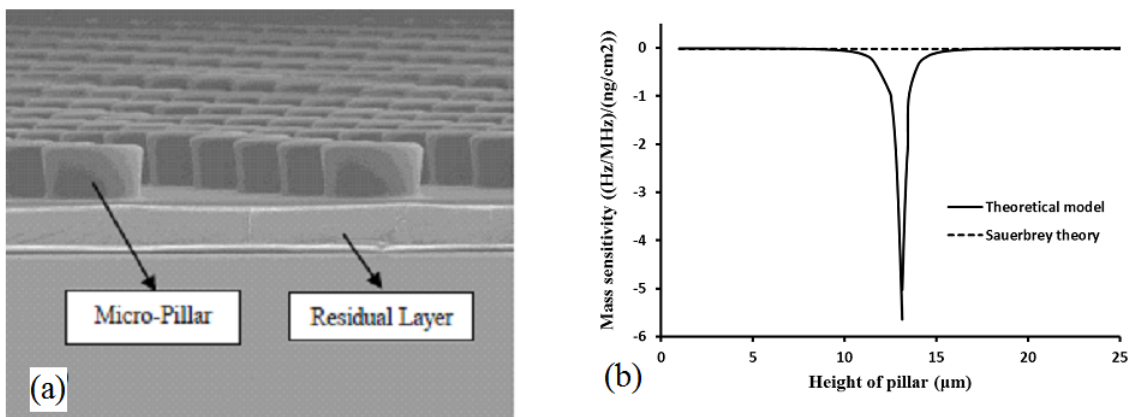


FIGURE 1.19 – Image MEB d'un réseau de micro-piliers en PMMA sur une couche mince de PMMA (a), sensibilité massique théorique du dispositif en fonction de la hauteur des piliers (b) [96].

Une autre étude, menée en 2013 par Lucklum *et al.* [154] sur un système à trous (figure 1.20), s'est également intéressé à la sensibilité massique. La structure est une plaque composée de trous avec au centre une zone libre sans trou. Cette zone correspondant au défaut de structure dans le cristal constitue la zone sensible du système phononique. Les résultats théoriques montrent qu'il existe trois modes de résonance localisés au niveau de la zone. Cette dernière est ensuite chargée par des particules massiques de masse unitaire variant entre 1 et 5 fg. Le système présente une sensibilité théorique de $22 Hz/fg/nm^2$. L'équipe a montré que la fréquence des trois modes de résonance se décale de manière linéaire avec l'ajout de la masse sur le système. Une vérification expérimentale a été réalisée en utilisant un cristal surdimensionné et un bloc de polymère p-Xylène de 55 mg ce qui a produit un décalage d'environ 1 GHz sur le pic de transmission.

Ces résultats sont cohérents avec la théorie de perturbation classiquement utilisée pour des calculs de sensibilité pour les capteurs SAW [45, 155, 156, 157]. Ils montrent qu'il est effectivement possible de détecter de faibles masses grâce aux propriétés des CP et d'améliorer la sensibilité des capteurs SAW classiques. Cependant, les études pour de très faibles masses restent théoriques et aucune vérification expérimentale n'a pour l'heure été réalisée.

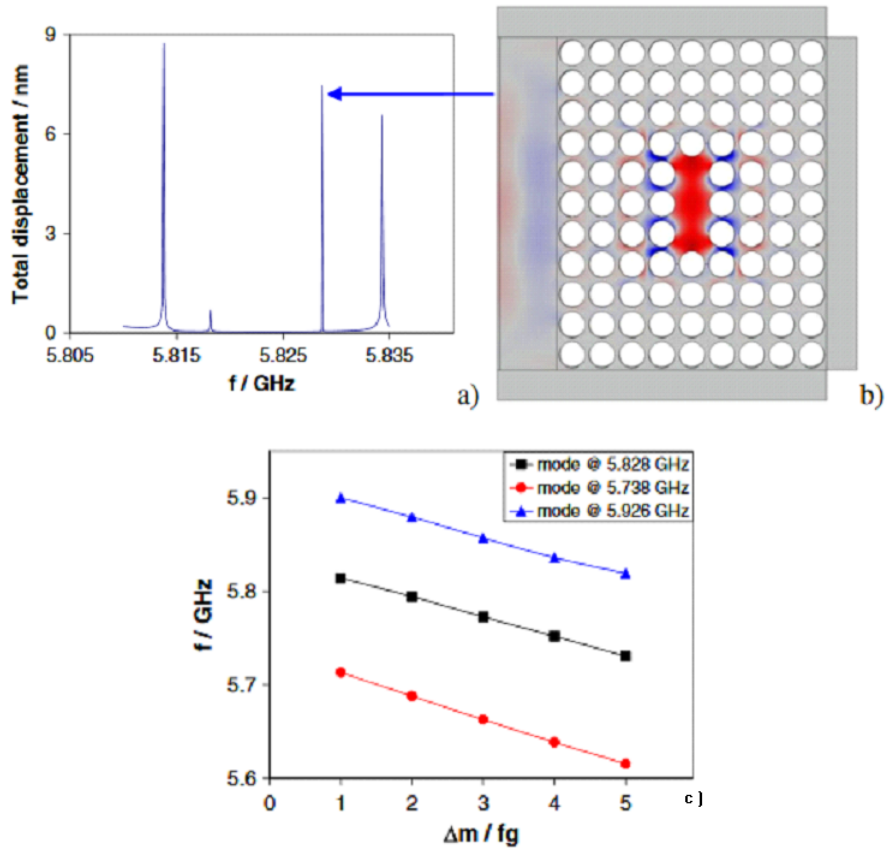


FIGURE 1.20 – Courbe de transmission (a), dispositif et forme du mode de résonance à 5.828 GHz (b) et changement de la résonance des trois modes pour un ajout de masse (c) [154].

Conclusion

Au cours des dernières années, la multiplication des systèmes de détection et plus spécifiquement de biodétection dans notre environnement ainsi que le nombre croissant d'applications ont mené à la conception de nouvelles méthodes pour suivre les caractéristiques demandées. En effet, aujourd'hui les capteurs doivent être facilement intégrable dans des systèmes électroniques et les nouvelles applications demandent des sensibilités toujours plus fines. Les SAW sont utilisées pour la biodétection depuis des décennies, mais les nouveaux systèmes présentent des sensibilités limitées ne pouvant pas être poussées vers la détection de quelques molécules ou d'une seule molécule.

Le domaine des cristaux phononiques présente de nouvelles manières de manipuler les ondes élastiques. L'avantage est de pouvoir finement ajuster les dimensions du système pour l'adapter aux applications voulues. Des systèmes phononiques ont vu le jour, ce qui a permis de confirmer les premières études théoriques et de mettre au point les premiers dispositifs de détection à partir de CP.

Quelques études évoquent des applications potentielles dans les domaines de la biodétection, cependant et pour l'heure, il n'existe pas de dispositifs expérimentaux ayant fait démonstration d'une détection biologique utilisant un CP.

Ce projet de doctorat a pour objectif de concevoir et réaliser un premier dispositif de détection biologique utilisant la physique des CP, dans une perspective d'accroître la sensibilité, et idéalement être adaptable sur une puce microfluidique. L'étude de la littérature a conduit aux décisions suivantes :

- L'utilisation des ondes de Love sera privilégiée pour l'étude du fait de leur mode de propagation qui les rend plus adaptées à une étude en milieu liquide (déplacement dans le plan de la surface de propagation).
- Les dispositifs fabriqués seront des lignes à retard ce qui correspond aux systèmes de biodétection actuels. Ceci facilitera l'intégration de l'électronique du traitement de signaux.
- Les structures étudiées seront principalement sous forme de piliers qui est le type de structures le plus utilisé et étudié pour les SAW.

Bibliographie

- [1] Pooja Arora, Annu Sindhu, Neeraj Dilbaghi, and Ashok Chaudhury. Biosensors as innovative tools for the detection of food borne pathogens. *Biosensors and Bioelectronics*, 28(1) :1–12, October 2011.
- [2] C. Ercole, M. Del Gallo, L. Mosiello, S. Baccella, and A. Lepidi. Escherichia coli detection in vegetable food by a potentiometric biosensor. *Sensors and Actuators B : Chemical*, 91(1-3) :163–168, June 2003.
- [3] Viviana Scognamiglio, Gianni Pezzotti, Ittalo Pezzotti, Juan Cano, Katia Buonasera, Daniela Giannini, and Maria Teresa Giardi. Biosensors for effective environmental and agrifood protection and commercialization : from research to market. *Microchimica Acta*, 170(3-4) :215–225, September 2010.
- [4] J. Du, G.L. Harding, J.A. Ogilvy, P.R. Dencher, and M. Lake. A study of Love-wave acoustic sensors. *Sensors and Actuators A : Physical*, 56(3) :211–219, September 1996.
- [5] Anne Kittmann, Phillip Durdaut, Sebastian Zabel, Jens Reermann, Julius Schmalz, Benjamin Spetzler, Dirk Meyners, Nian X. Sun, Jeffrey McCord, Martina Gerken, Gerhard Schmidt, Michael Höft, Reinhard Knöchel, Franz Faupel, and Eckhard Quandt. Wide Band Low Noise Love Wave Magnetic Field Sensor System. *Scientific Reports*, 8(1), December 2018.
- [6] Pingping Tang, Yaobin Wang, Jichuan Huo, and Xiaoyan Lin. Love Wave Sensor for Prostate-Specific Membrane Antigen Detection Based on Hydrophilic Molecularly-Imprinted Polymer. *Polymers*, 10 :563, May 2018.
- [7] Caihong Zhang, Lanju Liang, Liang Ding, Biaobing Jin, Yayi Hou, Chun Li, Ling Jiang, Weiwei Liu, Wei Hu, Yanqing Lu, Lin Kang, Weiwei Xu, Jian Chen, and Peiheng Wu. Label-free measurements on cell apoptosis using a terahertz metamaterial-based biosensor. *Applied Physics Letters*, 108(24) :241105, June 2016.
- [8] Kandammathe Valiyaveedu Sreekanth, Yunus Alapan, Mohamed ElKabbash, Efe Ilker, Michael Hinczewski, Umut A. Gurkan, Antonio De Luca, and Giuseppe Strangi. Extreme sensitivity biosensing platform based on hyperbolic metamaterials. *Nature Materials*, 15(6) :621–627, June 2016.
- [9] E. Yablonovitch and T. J. Gmitter. Photonic band structure : The face-centered-cubic case. *Physical Review Letters*, 63(18) :1950–1953, October 1989.
- [10] Zhi-Yuan Li and Lan-Lan Lin. Photonic band structures solved by a plane-wave-based transfer-matrix method. *Physical Review E*, 67(4), April 2003.
- [11] Ling Lu. Topological photonics. *NATURE PHOTONICS*, 8 :9, 2014.
- [12] Christoph Fenzl, Thomas Hirsch, and Otto S. Wolfbeis. Photonic Crystals for Chemical Sensing and Biosensing. *Angewandte Chemie International Edition*, 53(13) :3318–3335, March 2014.

-
- [13] B. Djafari-Rouhani, J.O. Vasseur, A.C. Hladky-Hennion, P. Deymier, F. Duval, B. Dubus, and Y. Pennec. Absolute band gaps and waveguiding in free standing and supported phononic crystal slabs. *Photonics and Nanostructures - Fundamentals and Applications*, 6(1) :32–37, April 2008.
- [14] J. O. Vasseur, A.-C. Hladky-Hennion, B. Djafari-Rouhani, F. Duval, B. Dubus, Y. Pennec, and P. A. Deymier. Waveguiding in two-dimensional piezoelectric phononic crystal plates. *Journal of Applied Physics*, 101(11) :114904, June 2007.
- [15] Stéphane Brûlé, Stefan Enoch, and Sébastien Guenneau. Experimental evidence of auxetic features in seismic metamaterials : Ellipticity of seismic Rayleigh waves for subsurface architected ground with holes. *arXiv preprint*, pages 7, doi :arXiv :1809.05841., 2018.
- [16] S. Brûlé, E.H. Javelaud, S. Enoch, and S. Guenneau. Experiments on Seismic Metamaterials : Molding Surface Waves. *Physical Review Letters*, 112(13) :133901, March 2014.
- [17] Andrea Colombi, Philippe Roux, Sebastien Guenneau, Philippe Gueguen, and Richard V. Craster. Forests as a natural seismic metamaterial : Rayleigh wave bandgaps induced by local resonances. *Scientific Reports*, 6(1) :19238, May 2016.
- [18] Qiujiào Du, Yi Zeng, Yang Xu, Hongwu Yang, and Zuoxun Zeng. H-fractal seismic metamaterial with broadband low-frequency bandgaps. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 51(10) :105104, March 2018.
- [19] R H Olsson III and I El-Kady. Microfabricated phononic crystal devices and applications. *Measurement Science and Technology*, 20(1) :012002, January 2009.
- [20] M. Zubtsov, R. Lucklum, M. Ke, A. Oseev, R. Grundmann, B. Henning, and U. Hempel. 2D phononic crystal sensor with normal incidence of sound. *Sensors and Actuators A : Physical*, 186 :118–124, October 2012.
- [21] Manzhu Ke, Mikhail Zubtsov, and Ralf Lucklum. Sub-wavelength phononic crystal liquid sensor. *Journal of Applied Physics*, 110(2) :026101, July 2011.
- [22] Jean-Claude Andle and Jean-François Vetelino. Acoustic wave biosensors. *Sensors and Actuators A*, 44 :167–176, May 1994.
- [23] A.M. Aindow, R.J. Dewhurst, and S.B. Palmer. Laser-generation of directional surface acoustic wave pulses in metals. *Optics Communications*, 42(2) :116–120, June 1982.
- [24] A. Neubrand and P. Hess. Laser generation and detection of surface acoustic waves : Elastic properties of surface layers. *Journal of Applied Physics*, 71(1) :227–238, January 1992.
- [25] J. Pierre, O. Boyko, L. Belliard, J. O. Vasseur, and B. Bonello. Negative refraction of zero order flexural Lamb waves through a two-dimensional phononic crystal. *Applied Physics Letters*, 97(12) :121919, September 2010.

- [26] Zhang Shu-yi, Shui Yong-an, and Fang Song-ru. Generation characteristics of SAW in the excited IDT. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 65(S1) :S47–S47, June 1979.
- [27] C.K. Campbell, Yanglin Ye, and J.J. Sferrazza Papa. Wide-Band Linear Phase SAW Filter Design Using Slanted Transducer Fingers. *IEEE Transactions on Sonics and Ultrasonics*, 29(4) :224–228, July 1982. Conference Name : IEEE Transactions on Sonics and Ultrasonics.
- [28] E. Danicki, J. Filipiak, and A. Kawalec. SAW dispersive delay line utilising apodised IDT with periodic electrodes. *Electronics Letters*, 22(19) :976, 1986.
- [29] A. Pohl. A review of wireless SAW sensors. *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, 47(2) :317–332, March 2000.
- [30] Jacques Curie and Pierre Curie. Développement par compression de l'électricité polaire dans les cristaux hémihédres à faces inclinées. *Bulletin de la Société minéralogique de France*, 3(4) :90–93, 1880.
- [31] P. Curie. Balance de précision aperiodique et à lecture directe des derniers poids. *Journal de Physique Théorique et Appliquée*, 9(1) :138–151, 1890.
- [32] G. Lippmann. Principe de la conservation de l'électricité, ou second principe de la théorie des phénomènes électriques. *Journal de Physique Théorique et Appliquée*, 10(1) :381–394, 1881.
- [33] Pierre Curie. CONTRACTIONS ET DILATATIONS PRODUITES PAR DES TENSIONS ÉLECTRIQUES DANS LES CRISTAUX HÉMIÈDRES À FACES INCLINÉES. In *Comptes rendus de l'Académie des Sciences, t. XCIII*, page 1137. Gauthier-Villars, Paris, December 1881.
- [34] Trottier Camille. *Détection de défauts en milieu fortement diffusant par utilisation de capteurs multiéléments et filtrage de la diffusion multiple*. PhD thesis, Université Paris Diderot, 2016.
- [35] R. M. White and F. W. Voltmer. DIRECT PIEZOELECTRIC COUPLING TO SURFACE ELASTIC WAVES. *Applied Physics Letters*, 7(12) :314–316, December 1965.
- [36] Richard Shilton, Ming K. Tan, Leslie Y. Yeo, and James R. Friend. Particle concentration and mixing in microdrops driven by focused surface acoustic waves. *Journal of Applied Physics*, 104(1) :014910, July 2008.
- [37] S. Sugimoto, M. Hara, H. Oguchi, A. Yabe, and H. Kuwano. Surface-acoustic-wave driven point source atomizer integrated with picoliter micro pumps for polymeric nanoparticles synthesis. pages 1043–1046, 2014.
- [38] A. Riaud, M. Baudoin, J. L. Thomas, and O. Bou Matar. SAW Synthesis With IDTs Array and the Inverse Filter : Toward a Versatile SAW Toolbox for Microfluidics and Biological Applications. *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, 63(10) :1601–1607, October 2016.

- [39] Mohd Rosydi Zakaria, Mohd A. Farhi Shamsuddin, Uda Hashim, Tijjani Adam, and Abdulmohaimen Wesam Al-Mufti. Design and Fabrication of IDT Surface Acoustic Wave Device for Biosensor Application. In *Modelling and Simulation 2014 5th International Conference on Intelligent Systems*, pages 760–764, January 2014. ISSN : 2166-0670.
- [40] Abhay Kochhar, Yasuo Yamamoto, Akihiko Teshigahara, Ken-ya Hashimoto, Shuji Tanaka, and Masayoshi Esashi. Wave Propagation Direction and c-Axis Tilt Angle Influence on the Performance of ScAlN/Sapphire-Based SAW Devices. *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, 63(7) :953–960, July 2016. Conference Name : IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control.
- [41] S.M. Balashov and K.H. Baek. Optimal design of wide band low loss SAW filters, using slanted interdigital transducers. In *2000 IEEE Ultrasonics Symposium. Proceedings. An International Symposium (Cat. No.00CH37121)*, volume 1, pages 83–86 vol.1, October 2000. ISSN : 1051-0117.
- [42] W.-E. Bulst, G. Fischerauer, and L. Reindl. State of the art in wireless sensing with surface acoustic waves. *IEEE Transactions on Industrial Electronics*, 48(2) :265–271, April 2001. Conference Name : IEEE Transactions on Industrial Electronics.
- [43] M.M. Elsherbini, M.F. Elkordy, and A.M. Gomaa. Using COMSOL to model high frequency surface acoustic wave (SAW) device. *Journal of Electrical and Electronics Engineering Research*, 8 :1–8, 2016.
- [44] Lord Rayleigh. On Waves Propagated along the Plane Surface of an Elastic Solid. *Proceedings of the London Mathematical Society*, s1-17(1) :4–11, November 1885.
- [45] B A Auld. *Auld-Acoustic Fields and Waves in Solids Vol 2*. Malabar edition, 1990.
- [46] Daniel Royer and eugène Dieulesaint. *Ondes élastiques dans les solides 1*. Éditions Masson, 1997.
- [47] Daniel ROYER and Eugène DIEULESAINT. Acoustique - Propagation dans un fluide. page 19, Techniques de l'Ingénieur, 2001.
- [48] E Mouton, G Durand, A Clement, and P Meriaux. Recherche d'anomalies dans les digues par ondes de surface (MASW et DCOS) : application sur le site expérimental de l'Agly. *colloque GEOF CAN*, page 5, 2007.
- [49] Daniel ROYER. Génération et détection optiques d'ondes élastiques. page 20, Techniques de l'ingénieur, 1996.
- [50] A.E. Love. *Some Problems of Geodynamics, Chapter XI : Theory of the propagation of seismic waves*. Cambridge, university press edition, 1911.
- [51] Leslie Y Yeo and James R Friend. Surface Acoustic Wave Microfluidics. *Annual Review of Fluid Mechanics*, 46 :379, 2013.

- [52] Ghulam Destgeer and Hyung Jin Sung. Recent advances in microfluidic actuation and micro-object manipulation via surface acoustic waves. *Lab on a Chip*, 15(13) :2722–2738, 2015.
- [53] Z J Jiao, X Y Huang, and N-T Nguyen. Scattering and attenuation of surface acoustic waves in droplet actuation. *Journal of Physics A : Mathematical and Theoretical*, 41(35) :355502, September 2008.
- [54] Leslie Y. Yeo and James R. Friend. Ultrafast microfluidics using surface acoustic waves. *Biomicrofluidics*, 3(1) :012002, March 2009.
- [55] Thomas Franke, Adam R. Abate, David A. Weitz, and Achim Wixforth. Surface acoustic wave (SAW) directed droplet flow in microfluidics for PDMS devices. *Lab on a Chip*, 9(18) :2625, 2009.
- [56] Henrik Bruus. Acoustofluidics 7 : The acoustic radiation force on small particles. *Lab on a Chip*, 12(6) :1014, 2012.
- [57] Martin Wiklund, Roy Green, and Mathias Ohlin. Acoustofluidics 14 : Applications of acoustic streaming in microfluidic devices. *Lab on a Chip*, 12(14) :2438, 2012.
- [58] R.L. Baer, C.A. Flory, M. Tom-Moy, and D. Solomon. STW chemical sensors. In *IEEE 1992 Ultrasonics Symposium Proceedings*, pages 293–298, Tucson, AZ, USA, 1992. IEEE.
- [59] T. Wessa, M. Rapp, and H.J. Ache. New immobilization method for SAW-biosensors : covalent attachment of antibodies via CNBr. *Biosensors and Bioelectronics*, 14(1) :93–98, January 1999.
- [60] Thomas Wessa, Michael Rapp, and Hans Sigrist. Immunosensing of photoimmobilized proteins on surface acoustic wave sensors. *Colloids and Surfaces B : Biointerfaces*, 15(2) :139–146, September 1999.
- [61] Thomas M. A. Gronewold, Antje Baumgartner, Eckhard Quandt, and Michael Famulok. Discrimination of Single Mutations in Cancer-Related Gene Fragments with a Surface Acoustic Wave Sensor. *Analytical Chemistry*, 78(14) :4865–4871, July 2006.
- [62] Youngjune Hur, Jinho Han, Jooheon Seon, Yukeun Eugene Pak, and Yongrae Roh. Development of an SH-SAW sensor for the detection of DNA hybridization. *Sensors and Actuators A : Physical*, 120(2) :462–467, May 2005.
- [63] Jungyul Sakong, Heesu Roh, and Yongrae Roh. Surface Acoustic Wave DNA Sensor with Micro-Fluidic Channels. *Japanese Journal of Applied Physics*, 46(7B) :4729–4733, July 2007.
- [64] E. Berkenpas, P. Millard, and M. Pereira da Cunha. Detection of Escherichia coli O157 :H7 with langasite pure shear horizontal surface acoustic wave sensors. *Biosensors and Bioelectronics*, 21(12) :2255–2262, June 2006.
- [65] Darren W Branch and Susan M Brozik. Low-level detection of a Bacillus anthracis simulant using Love-wave biosensors on 36YX LiTaO₃. *Biosensors and Bioelectronics*, 19(8) :849–859, March 2004.

- [66] Nicolas Moll, Emilie Pascal, Duy Haï Dinh, Jean-Paul Pillot, Bernard Bennetau, Dominique Rebière, Daniel Moynet, Yan Mas, Djavad Mossalayi, Jacques Pistré, and Corinne Déjous. A Love wave immunosensor for whole E. coli bacteria detection using an innovative two-step immobilisation approach. *Biosensors and Bioelectronics*, 22(9-10) :2145–2150, April 2007.
- [67] Effie Howe and Geoffrey Harding. A comparison of protocols for the optimisation of detection of bacteria using a surface acoustic wave (SAW) biosensor. *Biosensors and Bioelectronics*, 15(11-12) :641–649, December 2000.
- [68] Lamia El Fissi, Jean-Michel Friedt, Frédéric Chérioux, and Sylvain Ballandras. Amine functionalized SU-8 layer guiding Love mode surface acoustic wave. *Sensors and Actuators B : Chemical*, 144(1) :23–26, January 2010.
- [69] Sang-Hee Yoon and Mohammad R.K. Mofrad. Cell adhesion and detachment on gold surfaces modified with a thiol-functionalized RGD peptide. *Biomaterials*, 32(30) :7286–7296, October 2011.
- [70] Gonçalo Doria, João Conde, Bruno Veigas, Leticia Giestas, Carina Almeida, Maria Assunção, João Rosa, and Pedro V. Baptista. Noble Metal Nanoparticles for Biosensing Applications. *Sensors*, 12(2) :1657–1687, February 2012.
- [71] Anticorps, Fondation Arthritis, <https://fondation-arthritis.org/glossary/anticorps>.
- [72] Kerstin Länge, Bastian E. Rapp, and Michael Rapp. Surface acoustic wave biosensors : a review. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 391(5) :1509–1519, July 2008.
- [73] A. Abdollahi, Z. Jiang, and S. A. Arabshahi. Evaluation on mass sensitivity of SAW sensors for different piezoelectric materials using finite-element analysis. *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, 54(12) :2446–2455, December 2007.
- [74] B. Drafts. Acoustic wave technology sensors. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, 49(4) :795–802, April 2001.
- [75] David Rabus. *Résonateurs à ondes élastiques de volume à modes harmoniques élevés (HBARs) pour mesures gravimétriques : application à la détection de gaz*. PhD thesis, Université de Franche-Comté, 2013.
- [76] Danni Hao. *Hybridisation of Plasmonic and Acoustic Biosensing Devices*. PhD thesis, University of Glasgow, 2017.
- [77] Hakan Inan, Muhammet Poyraz, Fatih Inci, Mark A. Lifson, Murat Baday, Brian T. Cunningham, and Utkan Demirci. Photonic crystals : emerging biosensors and their promise for point-of-care applications. *Chemical Society Reviews*, 46(2) :366–388, 2017.

- [78] Sajeev John. Strong localization of photons in certain disordered dielectric superlattices. *Physical Review Letters*, 58(23) :2486–2489, June 1987.
- [79] Eli Yablonovitch. Inhibited Spontaneous Emission in Solid-State Physics and Electronics. *Physical Review Letters*, 58(20) :2059–2062, May 1987.
- [80] M. Sigalas and E.N. Economou. Band structure of elastic waves in two dimensional systems. *Solid State Communications*, 86(3) :141–143, April 1993.
- [81] M. S. Kushwaha, P. Halevi, L. Dobrzynski, and B. Djafari-Rouhani. Acoustic band structure of periodic elastic composites. *Physical Review Letters*, 71(13) :2022–2025, September 1993.
- [82] M. S. Kushwaha, P. Halevi, G. Martínez, L. Dobrzynski, and B. Djafari-Rouhani. Theory of acoustic band structure of periodic elastic composites. *Physical Review B*, 49(4) :2313–2322, January 1994.
- [83] Manvir S. Kushwaha. CLASSICAL BAND STRUCTURE OF PERIODIC ELASTIC COMPOSITES. *International Journal of Modern Physics B*, 10(09) :977–1094, April 1996.
- [84] Mourad Oudich. *Contribution à l'étude des cristaux phononiques à résonance locale dans les régimes sonique et hypersonique : approches théorique et expérimentale*. PhD thesis, Université Henri Poincaré, Nancy, November 2011.
- [85] Yan Pennec, Jérôme O. Vasseur, Bahram Djafari-Rouhani, Leonard Dobrzyński, and Pierre A. Deymier. Two-dimensional phononic crystals : Examples and applications. *Surface Science Reports*, 65(8) :229–291, August 2010.
- [86] D. García-Pablos, M. Sigalas, F. R. Montero de Espinosa, M. Torres, M. Kafesaki, and N. García. Theory and Experiments on Elastic Band Gaps. *Physical Review Letters*, 84(19) :4349–4352, May 2000.
- [87] Mihail Sigalas, Manvir S. Kushwaha, Eleftherios N. Economou, Maria Kafesaki, Ioannis E. Psarobas, and Walter Steurer. Classical vibrational modes in phononic lattices : theory and experiment. *Zeitschrift für Kristallographie - Crystalline Materials*, 220(9-10), January 2005.
- [88] Jin-Chen Hsu and Tsung-Tsong Wu. Efficient formulation for band-structure calculations of two-dimensional phononic-crystal plates. *Physical Review B*, 74(14), October 2006.
- [89] Jia-Hong Sun and Tsung-Tsong Wu. Analyses of surface acoustic wave propagation in phononic crystal waveguides using FDTD method. In *IEEE Ultrasonics Symposium, 2005.*, volume 1, pages 73–76, Rotterdam, The Netherlands, 2005. IEEE.
- [90] Lin Han, Yan Zhang, Zhi-Qiang Ni, Zi-Ming Zhang, and Lin-Hua Jiang. A modified transfer matrix method for the study of the bending vibration band structure in phononic crystal Euler beams. *Physica B : Condensed Matter*, 407(23) :4579–4583, December 2012.

-
- [91] Ying Liu and Ling-tian Gao. Explicit dynamic finite element method for band-structure calculations of 2D phononic crystals. *Solid State Communications*, 144(3-4) :89–93, October 2007.
- [92] J O Vasseur, B Djafari-Rouhani, L Dobrzynski, M S Kushwaha, and P Halevi. Complete acoustic band gaps in periodic fibre reinforced composite materials : the carbon/epoxy composite and some metallic systems. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 6(42) :8759–8770, October 1994.
- [93] Tsung-Tsong Wu, Zi-Gui Huang, and S. Lin. Surface and bulk acoustic waves in two-dimensional phononic crystal consisting of materials with general anisotropy. *Physical Review B*, 69(9), March 2004.
- [94] Florian Maurin, Claus Claeys, Elke Deckers, and Wim Desmet. Probability that a band-gap extremum is located on the irreducible Brillouin-zone contour for the 17 different plane crystallographic lattices. *International Journal of Solids and Structures*, 135 :26–36, March 2018.
- [95] J O Vasseur, P A Deymier, G Frantziskonis, G Hong, B Djafari-Rouhani, and L Dobrzynski. Experimental evidence for the existence of absolute acoustic band gaps in two-dimensional periodic composite media. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 10(27) :6051–6064, July 1998.
- [96] Hamed Esmaeilzadeh, George Cernigliaro, Junwei Su, Lin Gong, Iman Mirzaee, Majid Charmchi, and Hongwei Sun. The Effects of Material Properties on Pillar-Based QCM Sensors. page 6. ASME, International Mechanical Engineering Congress and Exposition, Houston, November 2015.
- [97] S. Yankin, A. Talbi, Y. Du, J.-C. Gerbedoen, V. Preobrazhensky, P. Pernod, and O. Bou Matar. Finite element analysis and experimental study of surface acoustic wave propagation through two-dimensional pillar-based surface phononic crystal. *Journal of Applied Physics*, 115(24) :244508, June 2014.
- [98] Abdelkrim Khelif, Younes Achaoui, Sarah Benchabane, Vincent Laude, and Boujamaa Aoubiza. Locally resonant surface acoustic wave band gaps in a two-dimensional phononic crystal of pillars on a surface. *Physical Review B*, 81(21) :214303, June 2010.
- [99] Yabin Jin, Bernard Bonello, Rayisa P. Moiseyenko, Yan Pennec, Olga Boyko, and Bahram Djafari-Rouhani. Pillar-type acoustic metasurface. *Physical Review B*, 96(10) :104311, September 2017.
- [100] Yu-Xin Liu, Abdelkrim Talbi, Philippe Pernod, and Olivier Bou Matar. Highly Confined Love Waves Modes by Defects States in a Phononic Crystal Based on Holey-SiO₂/ST-Cut Quartz Structure. *EUROSENSORS 2018, Graz, Austria*, 2(13) :729, December 2018.
- [101] B. J. Ash, S. R. Worsfold, P. Vukusic, and G. R. Nash. A highly attenuating and frequency tailorable annular hole phononic crystal for surface acoustic waves. *Nature Communications*, 8(1) :174, August 2017.
- [102] Sarah Benchabane, Olivier Gaiffe, Gwenn Ulliac, Roland Salut, Younes Achaoui, and Vincent Laude. Observation of surface-guided waves in holey hypersonic phononic crystal. *Applied Physics Letters*, 98(17) :171908, April 2011.

- [103] S. Benchabane, A. Khelif, J.-Y. Rauch, L. Robert, and V. Laude. Evidence for complete surface wave band gap in a piezoelectric phononic crystal. *Physical Review E*, 73(6) :065601, June 2006.
- [104] Saeed Mohammadi, Ali Asghar Eftekhari, Abdelkrim Khelif, William D. Hunt, and Ali Adibi. Evidence of large high frequency complete phononic band gaps in silicon phononic crystal plates. *Applied Physics Letters*, 92(22) :221905, June 2008.
- [105] Jia-Hong Sun and Jyun-Hua Jhou. Study of surface acoustic waves in $\text{SiO}_2/\text{LiNbO}_3$ layered-structure phononic crystals. *Japanese Journal of Applied Physics*, 53(7S) :07KB04, July 2014.
- [106] Abdelkrim Khelif and Ali Adibi, editors. *Phononic crystals : fundamentals and applications*. Springer, New York, NY, 2016. OCLC : ocn921884200.
- [107] Chunyang Ma, Jianwen Guo, and Yongfu Liu. Extending and lowering band gaps in one-dimensional phononic crystal strip with pillars and holes. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 87 :95–103, December 2015.
- [108] R. Marchal, O. Boyko, B. Bonello, J. Zhao, L. Belliard, M. Oudich, Y. Pennec, and B. Djafari-Rouhani. Dynamics of confined cavity modes in a phononic crystal slab investigated by *in situ* time-resolved experiments. *Physical Review B*, 86(22) :224302, December 2012.
- [109] Tianxi Jiang, Qingbo He, and Zhi-Ke Peng. Enhanced directional acoustic sensing with phononic crystal cavity resonance. *Applied Physics Letters*, 112(26) :261902, June 2018.
- [110] Laura Kipfstuhl, Felix Guldner, Janine Riedrich-Möller, and Christoph Becher. Modeling of optomechanical coupling in a phononic crystal cavity in diamond. *Optics Express*, 22(10) :12410, May 2014.
- [111] J. O. Vasseur, P. A. Deymier, B. Djafari-Rouhani, Y. Pennec, and A-C. Hladky-Hennion. Absolute forbidden bands and waveguiding in two-dimensional phononic crystal plates. *Physical Review B*, 77(8) :085415, February 2008.
- [112] Y. Pennec, B. Djafari Rouhani, H. Larabi, A. Akjouj, J. N. Gillet, J. O. Vasseur, and G. Thabet. Phonon transport and waveguiding in a phononic crystal made up of cylindrical dots on a thin homogeneous plate. *Physical Review B*, 80(14) :144302, October 2009.
- [113] M. Oudich, B. Djafari-Rouhani, B. Bonello, Y. Pennec, S. Hemaïdia, F. Sarry, and D. Beyssens. Rayleigh Waves in Phononic Crystal Made of Multilayered Pillars : Confined Modes, Fano Resonances, and Acoustically Induced Transparency. *Physical Review Applied*, 9(3) :034013, March 2018.
- [114] Zhengyou Liu, Xixiang Zhang, Yiwei Mao, Y. Y. Zhu, Zhiyu Yang, C. T. Chan, and Ping Sheng. Locally Resonant Sonic Materials. *Science*, 289(5485) :1734–1736, September 2000.
- [115] Ping Sheng, X.X. Zhang, Z. Liu, and C.T. Chan. Locally resonant sonic materials. *Physica B : Condensed Matter*, 338(1-4) :201–205, October 2003.

-
- [116] Xiangdong Zhang and Zhengyou Liu. Negative refraction of acoustic waves in two-dimensional phononic crystals. *Applied Physics Letters*, 85(2) :341–343, July 2004.
- [117] Xiaoming Zhou, M. Badreddine Assouar, and Mourad Oudich. Acoustic superfocusing by solid phononic crystals. *Applied Physics Letters*, 105(23) :233506, December 2014.
- [118] Lucian Zigoneanu, Bogdan-Ioan Popa, and Steven A. Cummer. Three-dimensional broadband omnidirectional acoustic ground cloak. *Nature Materials*, 13(4) :352–355, April 2014.
- [119] Hangyuan Lv, Xiaoyong Tian, Michael Yu Wang, and Dichen Li. Vibration energy harvesting using a phononic crystal with point defect states. *Applied Physics Letters*, 102(3) :034103, January 2013.
- [120] Ming Yuan, Ziping Cao, Jun Luo, and Roger Ohayon. Acoustic metastructure for effective low-frequency acoustic energy harvesting. *Journal of Low Frequency Noise, Vibration and Active Control*, 37(4) :1015–1029, December 2018.
- [121] R. Martínez-Sala, J. Sancho, J. V. Sánchez, V. Gómez, J. Llinares, and F. Meseguer. Sound attenuation by sculpture. *Nature*, 378(6554) :241–241, November 1995.
- [122] A new type of acoustic insulation enables sound to be concentrated in corners, <https://phys.org/news/2019-10-acoustic-insulation-enables-corners.html>.
- [123] F. R. Montero de Espinosa, E. Jiménez, and M. Torres. Ultrasonic Band Gap in a Periodic Two-Dimensional Composite. *Physical Review Letters*, 80(6) :1208–1211, February 1998.
- [124] J. O. Vasseur, P. A. Deymier, A. Khelif, Ph. Lambin, B. Djafari-Rouhani, A. Akjouj, L. Dobrzynski, N. Fettouhi, and J. Zemmouri. Phononic crystal with low filling fraction and absolute acoustic band gap in the audible frequency range : A theoretical and experimental study. *Physical Review E*, 65(5) :056608, May 2002.
- [125] Y. M. Soliman, M. F. Su, Z. C. Leseman, C. M. Reinke, I. El-Kady, and R. H. Olsson. Phononic crystals operating in the gigahertz range with extremely wide band gaps. *Applied Physics Letters*, 97(19) :193502, November 2010.
- [126] Dirk Schneider, Faroha Liaqat, El Houssaine El Boudouti, Youssef El Hassouani, Bahram Djafari-Rouhani, Wolfgang Tremel, Hans-Jürgen Butt, and George Fytas. Engineering the Hypersonic Phononic Band Gap of Hybrid Bragg Stacks. *Nano Letters*, 12(6) :3101–3108, June 2012.
- [127] B. Merheb, P. A. Deymier, M. Jain, M. Alohyna-Lesuffleur, S. Mohanty, A. Berker, and R. W. Greger. Elastic and viscoelastic effects in rubber/air acoustic band gap structures : A theoretical and experimental study. *Journal of Applied Physics*, 104(6) :064913, September 2008.

- [128] Olgun Adem Kaya, Nurettin Korozlu, Digdem Trak, Yasin Arslan, and Ahmet Cicek. One-dimensional surface phononic crystal ring resonator and its application in gas sensing. *Applied Physics Letters*, 115(4) :041902, July 2019.
- [129] Suxia Yang, J. H. Page, Zhengyou Liu, M. L. Cowan, C. T. Chan, and Ping Sheng. Focusing of Sound in a 3D Phononic Crystal. *Physical Review Letters*, 93(2) :024301, July 2004.
- [130] Yong Li, Bin Liang, Xu Tao, Xue-feng Zhu, Xin-ye Zou, and Jian-chun Cheng. Acoustic focusing by coiling up space. *Applied Physics Letters*, 101(23) :233508, December 2012.
- [131] Min Kyung Lee, Pyung Sik Ma, Il Kyu Lee, Hoe Woong Kim, and Yoon Young Kim. Negative refraction experiments with guided shear-horizontal waves in thin phononic crystal plates. *Applied Physics Letters*, 98(1) :011909, January 2011.
- [132] Jianning Han and Shuai Tang. Realization of complex curved waveguide based on local resonant 3D metamaterial. *AIP Advances*, 8(12) :125327, December 2018.
- [133] A. Rycerz, J. Tworzydło, and C. W. J. Beenakker. Valley filter and valley valve in graphene. *Nature Physics*, 3(3) :172–175, March 2007.
- [134] Rong Xiao, Ryan Enright, and Evelyn N. Wang. Prediction and Optimization of Liquid Propagation in Micropillar Arrays. *Langmuir*, 26(19) :15070–15075, October 2010.
- [135] Raj Kumar Pal. Edge waves in plates with resonators : an elastic analogue of the quantum valley Hall effect. *New J. Phys.*, page 19, 2017.
- [136] Zhiwang Zhang, Ye Tian, Yihe Wang, Shuxiang Gao, Ying Cheng, Xiaojun Liu, and Johan Christensen. Directional Acoustic Antennas Based on Valley-Hall Topological Insulators. *Advanced Materials*, 30(36) :1803229, 2018.
- [137] Tsung-Tsong Wu, Zin-Chen Hsu, and Zi-Gui Huang. Band gaps and the electromechanical coupling coefficient of a surface acoustic wave in a two-dimensional piezoelectric phononic crystal. *Physical Review B*, 71(6) :064303, February 2005.
- [138] Tsung-Tsong Wu, Liang-Chen Wu, and Zi-Gui Huang. Frequency band-gap measurement of two-dimensional air/silicon phononic crystals using layered slanted finger interdigital transducers. *Journal of Applied Physics*, 97(9) :094916, May 2005.
- [139] Sarah Benchabane, Gwenn Ulliac, Olivier Gaiffe, Roland Salut, Younes Achaoui, and Vincent Laude. Hyper-sonic phononic crystal for surface acoustic waves. pages 158–161. IEEE International Ultrasonic Symposium, San Diego, October 2010.

-
- [140] Younes Achaoui, Abdelkrim Khelif, Sarah Benchabane, Laurent Robert, and Vincent Laude. Experimental observation of locally-resonant and Bragg band gaps for surface guided waves in a phononic crystal of pillars. *Physical Review B*, 83(10) :104201, March 2011.
- [141] Ting-Wei Liu, Yao-Chuan Tsai, Yu-Ching Lin, Takahito Ono, Shuji Tanaka, and Tsung-Tsong Wu. Design and fabrication of a phononic-crystal-based Love wave resonator in GHz range. *AIP Advances*, 4(12) :124201, December 2014.
- [142] Ting-Wei Liu, Yu-Ching Lin, Yao-Chuan Tsai, Takahito Ono, Shuji Tanaka, and Tsung-Tsong Wu. Evidence of a Love wave bandgap in a quartz substrate coated with a phononic thin layer. *Applied Physics Letters*, 104(18) :181905, May 2014.
- [143] Bernhard Jakoby and Michael J. Vellekoop. Viscosity sensing using a Love-wave device. *Sensors and Actuators A : Physical*, 68(1-3) :275–281, June 1998.
- [144] José M. Carcione. Viscoelasticity and Wave Propagation. In *Wave Fields in Real Media*, pages 63–122. Elsevier, 3 edition, 2015.
- [145] Yusuke Chiba, Tadashi Ebihara, Koichi Mizutani, and Naoto Wakatsuki. Love wave propagation along viscoelastic surface layer on elastic half-space substrate. In *23rd International Congress on Sound & Vibration*, page 8, Athens, Greece, 2016.
- [146] F. Herrmann, D. Hahn, and S. Büttgenbach. Separate determination of liquid density and viscosity with sagittally corrugated Love-mode sensors. *Sensors and Actuators A : Physical*, 78(2-3) :99–107, December 1999.
- [147] Myeong Chan Jo and Rasim Guldiken. Active density-based separation using standing surface acoustic waves. *Sensors and Actuators A : Physical*, 187 :22–28, November 2012.
- [148] P. J. Wei and Y. P. Zhao. The Influence of Viscosity on Band Gaps of 2D Phononic Crystal. *Mechanics of Advanced Materials and Structures*, 17(6) :383–392, July 2010.
- [149] A. Oseev, M. Zubtsov, and R. Lucklum. Gasoline properties determination with phononic crystal cavity sensor. *Sensors and Actuators B : Chemical*, 189 :208–212, December 2013.
- [150] Aysevil Salman, Olgun Adem Kaya, Ahmet Cicek, and Bulent Ulug. Low-concentration liquid sensing by an acoustic Mach–Zehnder interferometer in a two-dimensional phononic crystal. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 48(25) :255301, June 2015.
- [151] Simón Villa-Arango, David Betancur Sánchez, Róbinson Torres, Panayiotis Kyriacou, and Ralf Lucklum. Differential Phononic Crystal Sensor : Towards a Temperature Compensation Mechanism for Field Applications Development. *Sensors*, 17(9) :1960, August 2017.

- [152] Yabin Jin, Yan Pennec, Yongdong Pan, and Baram Djafari-Rouhani. Phononic Crystal Plate with Hollow Pillars Actively Controlled by Fluid Filling. *Crystals*, 6(64) :64, 2016.
- [153] Chen Wang, Feiyan Cai, Fei Li, Long Meng, Jiangyu Li, Junru Wu, Yan Kang, and Hairong Zheng. A highly sensitive compact liquid sensor based on slotted phononic crystal plates. *Lab on a Chip*, 16(23) :4595–4600, 2016.
- [154] Ralf Lucklum, Mikhail Zubtsov, and Aleksandr Oseev. Phoxonic crystals—a new platform for chemical and biochemical sensors. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 405(20) :6497–6509, August 2013.
- [155] R.B. Topolevsky and M. Redwood. A General Perturbation Theory for Elastic Resonators and Its Application to the Monolithic Crystal Filter. *IEEE Transactions on Sonics and Ultrasonics*, 22(3) :152–161, May 1975.
- [156] G. Madja, R. C. Y. Chin, and F. E. Followill. A perturbation theory for Love waves in anelastic media. *Geophysical Journal International*, 80(1) :1–34, January 1985.
- [157] Wencheng Xu, Seokheun Choi, and Junseok Chae. A contour-mode film bulk acoustic resonator of high quality factor in a liquid environment for biosensing applications. *Applied Physics Letters*, 96(5) :053703, February 2010.

Chapitre 2

Étude théorique d'une structure phononique

Sommaire

Introduction	45
2.1 Équations de propagation des ondes acoustiques dans les matériaux élastiques	47
2.2 Modélisation numérique par éléments finis	49
2.2.1 Généralités sur la méthode par éléments finis	49
2.2.1.1 Formulation faible des équations	50
2.2.1.2 Discrétisation, importance du choix du maillage et des fonctions de forme	52
2.2.1.3 Résolution et convergence	54
2.2.2 Modélisation d'un cristal phononique unidimensionnel	55
2.2.3 Étude de modes de résonances locales dans les piliers phononiques	58
2.2.3.1 Modes de résonance confinés à l'extrémité libre du pilier phononique	58
2.2.3.2 Positionnement des modes de résonance local dans la bande interdite	59
2.2.4 Étude de l'interaction des ondes de Love avec les piliers	61
2.3 Étude de la sensibilité théorique de la structure via la théorie de perturbation	64

2.3.1	Estimation du décalage de la résonance locale par la théorie de perturbation	64
2.3.1.1	Mise en place d'un modèle semi-analytique	64
2.3.1.1.1	Équations de la théorie de perturbation	65
2.3.1.1.2	Modèle numérique à base d'éléments finis	67
2.3.1.2	Décalage de la résonance locale	68
2.3.2	Étude de la sensibilité	70
2.3.2.1	Estimation de la sensibilité du système	70
2.3.2.2	Influence des dimensions du système sur la sensibilité	72
2.3.2.3	Évolution de la réponse du système en fonction du nombre de particules	76
	Conclusion	78
	Bibliographie	80

Introduction

Le domaine des cristaux phononiques (CP) et des métamatériaux acoustiques est un domaine de recherche relativement récent. En effet, les premiers phénomènes ont été mis en évidence théoriquement au début des années 90 [1, 2]. L'amélioration des algorithmes et l'augmentation de la puissance de calcul informatique a permis de s'intéresser à des structures et des phénomènes plus complexes. Ces nouvelles études théoriques ont permis, en plus de découvrir de nouvelles propriétés aux matériaux périodiques, de trouver des applications pour ces structures. Par exemple la focalisation [3, 4] ou l'atténuation sonore [5, 6] pour les métamatériaux acoustiques et le guidage [7, 8] ou le filtrage [9, 10] pour les cristaux phononiques.

Il existe également dans la littérature différentes manières d'utiliser des structures phononiques pour des applications de biodétection. Ces techniques utilisent des structures périodiques à base de piliers ou de trous. L'interaction de ces structures phononiques avec les ondes acoustiques produisent des pics d'absorption ou de transmission pour des fréquences très localisées [11, 12, 13] (respectivement si le cristal ne transmet pas ou transmet uniquement ces fréquences). Dans le cas des piliers, les ondes élastiques interagissent avec les modes de résonance propres des piliers, produisant ainsi une forte atténuation dans le spectre de transmission sur une bande très réduite. Ces études montrent que le comportement acoustique de ces pics est très sensible à un changement de leur milieu environnant (à la viscosité dans un milieu liquide par exemple) ou à un dépôt de masse. Ces différentes techniques pourraient permettre d'augmenter la sensibilité des capteurs acoustiques, cependant, les applications de ces techniques pour la détection de très faibles masses sont, pour l'heure, uniquement théoriques. Les seules vérifications expérimentales ayant été effectuées sont la présence des bandes interdites de fréquences et des décalages provoquée par des masses macroscopiques [11, 14].

Les recherches sur les CP sont en grande partie théoriques et utilisent des modèles analytiques et des méthodes numériques pour simuler la dispersion des ondes. On peut citer par exemple la méthode de décomposition en ondes planes (*Plane Wave Expansion*), basée sur le développement en série de Fourier, la méthode des différences finies résolues dans le temps (*Finit Difference Time Domaine*), et celle des éléments finis (*Finite Elements Method*).

Dans le cadre de ce projet de thèse, nous nous sommes principalement basés sur la méthode

des éléments finis pour les études théoriques. L'objectif de ce chapitre est d'étudier les interactions entre les structures phononiques et les ondes de surface de Love, ainsi que de proposer une méthode théorique pour estimer l'impact d'un dépôt massique sur le système et d'estimer sa sensibilité. Le but est également d'établir une structure de référence qui servira de base pour les travaux expérimentaux qui ont été menés durant le doctorat.

2.1 Équations de propagation des ondes acoustiques dans les matériaux élastiques

Pour décrire la propagation des ondes acoustiques dans les matériaux élastiques, trois équations sont utilisées [15, 16]. Premièrement, l'équation reliant le tenseur de déformation \mathbf{S} au champ de déplacement \mathbf{u} :

$$\mathbf{S} = \nabla_s \mathbf{u}. \quad (2.1)$$

La seconde équation exprime le comportement vibratoire propre d'un milieu élastique sans forces extérieures. Elle est appelée équation du mouvement :

$$\nabla \cdot \mathbf{T} = \frac{\partial^2 \mathbf{u}}{\partial t^2}. \quad (2.2)$$

La troisième équation correspond à la loi de Hooke qui relie le tenseur de contraintes au tenseur de déformations. Elle permet d'introduire les constantes élastiques du milieu qui établissent le lien entre les déformations et les forces élastiques de rappel dans le matériau :

$$\mathbf{T} = \mathbf{c} : \mathbf{S}. \quad (2.3)$$

Dans ces trois équations, \mathbf{T} correspond au tenseur de contraintes et \mathbf{c} le tenseur de rigidité élastique qui regroupe les différentes constantes élastiques du matériau.

Les formes développées des équations 2.1, 2.2 et 2.3 sont, respectivement,

$$S_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right), \quad (2.4)$$

$$\frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = \sum_j \frac{T_{ij}}{\partial x_j}, \quad (2.5)$$

$$T_{ij} = \sum_{k,l} c_{ijkl} \frac{\partial u_k}{\partial x_l}, \quad (2.6)$$

$(i, j, k, l) \in \{1, 2, 3\}$, avec x_1, x_2 et x_3 correspondant respectivement à x, y et z les trois directions d'un repère cartésien dans un espace tridimensionnel (3D). Il est à noter que les tenseurs \mathbf{T} et \mathbf{S} ainsi que le tenseur de rigidité \mathbf{c} du matériau sont symétrique, c'est à dire que $T_{ij} = T_{ji}$, $S_{ij} = S_{ji}$ et $c_{ijkl} = c_{jikl} = c_{ijlk} = c_{klij}$ [16]. Dans ce cas, la notation de Voigt est utilisée afin de réduire le nombre d'indices pour décrire les tenseurs. Les tenseurs se réécrivent donc : $c_{ijkl} = c_{IJ}$ et $T_{ij} = T_I$. La traduction des indices est présentée dans le tableau 2.1. La propagation des ondes acoustiques dans un milieu élastique est modélisée par les équations détaillées suivantes,

$$\begin{cases} \frac{\partial^2 u_x}{\partial t^2} = \frac{\partial T_1}{\partial x} + \frac{\partial T_6}{\partial y} + \frac{\partial T_5}{\partial z} \\ \frac{\partial^2 u_y}{\partial t^2} = \frac{\partial T_6}{\partial x} + \frac{\partial T_2}{\partial y} + \frac{\partial T_4}{\partial z} \\ \frac{\partial^2 u_z}{\partial t^2} = \frac{\partial T_5}{\partial x} + \frac{\partial T_4}{\partial y} + \frac{\partial T_3}{\partial z} \end{cases}, \quad (2.7)$$

avec

$$\begin{bmatrix} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ T_4 \\ T_5 \\ T_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & c_{14} & c_{15} & c_{16} \\ c_{21} & c_{22} & c_{23} & c_{24} & c_{25} & c_{26} \\ c_{31} & c_{32} & c_{33} & c_{34} & c_{35} & c_{36} \\ c_{41} & c_{42} & c_{43} & c_{44} & c_{45} & c_{46} \\ c_{51} & c_{52} & c_{53} & c_{54} & c_{55} & c_{56} \\ c_{61} & c_{62} & c_{63} & c_{64} & c_{65} & c_{66} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \frac{\partial u_x}{\partial x} \\ \frac{\partial u_y}{\partial y} \\ \frac{\partial u_z}{\partial z} \\ \frac{\partial u_y}{\partial z} + \frac{\partial u_z}{\partial y} \\ \frac{\partial u_x}{\partial z} + \frac{\partial u_z}{\partial x} \\ \frac{\partial u_y}{\partial x} + \frac{\partial u_x}{\partial y} \end{bmatrix}.$$

Cette formulation correspond à des matériaux quelconques, mais il est à noter que la matrice

TABLE 2.1 – Conversion des indices par la notation de Voigt

ij ou kl	xx	yy	zz	yz	xz	xy
I, J	1	2	3	4	5	6

d'élasticité peut être simplifiée lorsque l'on connaît la nature cristallographique du matériau utilisé. Par exemple dans le cas d'un solide cubique ou isotrope, la matrice comporte des 0 en dehors de la diagonale et des six premiers paramètres.

La résolution des équations 2.7 permet de simuler le comportement élastique vibratoire d'un milieu solide quelconque, et donc sa réponse aux forces extérieures. Il est notamment possible de simuler la propagation des ondes dans un milieu complexe et d'étudier la dispersion des ondes acoustiques.

2.2 Modélisation numérique par éléments finis

La première partie de ce projet de thèse a consisté à utiliser des outils de simulation numérique afin d'étudier une structure phononique, de regarder les interactions possibles entre cette structure et les ondes transverses de type Love. L'objectif est de concevoir une structure phononique, d'optimiser ses paramètres et dimensions pour parvenir à un système que l'on considèrera idéal et servira de référence pour le reste de l'étude. Dans le Chapitre 1, nous avons vu que les structures sous forme de piliers présentaient des caractéristiques intéressantes vis-à-vis des ondes acoustiques de surface, ainsi que la possibilité de créer des modes de résonances localisés au niveau d'un défaut dans la structure. Pour cette étude, nous avons principalement utilisé la méthode par éléments finis via le logiciel commercial Comsol Multiphysics v5.3a.

2.2.1 Généralités sur la méthode par éléments finis

La méthode des éléments finis (*Finite Element Method* : FEM) s'est démocratisée avec l'augmentation de la puissance des outils de calcul et permet aujourd'hui de prendre en compte un grand nombre d'effets physiques (par exemple la piezoélectricité du matériau, les déformations et l'élévation de température lorsqu'une tension est appliquée) ainsi que de coupler différents phénomènes pour des applications multiphysiques. Historiquement, la FEM a été utilisée en ingénierie afin de calculer les déformations et contraintes dans des structures mécaniques [17, 18, 19]. Cette

méthode est donc parfaitement adaptée et efficace pour simuler la propagation de SAW [20, 21] ou d'ondes acoustiques en général dans les structures phononiques [22, 23, 24].

La méthode FEM permet la recherche de solutions dans des systèmes d'équations aux dérivées partielles relatives à un ou plusieurs problèmes physiques. La résolution s'opère sur un domaine compact avec des conditions aux limites qui serviront à restreindre les solutions possibles au problème. D'après la section 2.1, la formulation générale du champ de déplacement pour une onde acoustique, considérée sur les trois axes, $\mathbf{u} = (u_i)$ avec $i \in \{1, 2, 3\}$, peut s'écrire :

$$-\nabla \cdot (C \nabla u) = \omega^2 u. \quad (2.8)$$

Cette équation est à résoudre sur un domaine Ω de \mathbb{R}^3 avec des conditions aux limites appliquées sur les frontières $\partial\Omega$. L'adhérence (plus petit ensemble fermé contenant le domaine d'étude) $\bar{\Omega} = \Omega \cup \partial\Omega$ est également un ensemble compact.

Le principe de la méthode peut être résumé en trois étapes :

- la définition du problème sous sa forme faible : les équations aux dérivées partielles sont écrites sous une forme variationnelle pour des fonctions appartenant à un espace vectoriel V bien défini ;
- la discrétisation : la solution du problème variationnel est décomposée dans un sous-espace vectoriel de dimension fini $V_N \in V$. Ces éléments sont appelés fonction de forme ;
- et la résolution du problème posé sous forme matriciel.

2.2.1.1 Formulation faible des équations

L'objectif de cette étape est de résoudre l'équation générale de propagation des ondes acoustiques (Équation 2.8) sur le domaine Ω . Dans l'équation 2.8, u représente les fonctions de champs de déplacement inconnus et appartenant à l'espace des fonctions définies de $\bar{\Omega}$ vers \mathbb{R}^3 . Nous établissons ensuite les conditions aux limites sur la frontière $\partial\Omega$ par des conditions de Neumann [25] par exemple, qui définissent les valeurs des dérivées de la solutions sur ladite frontière,

$$\vec{n} \cdot (C\nabla u) + qu = g, \quad (2.9)$$

\vec{n} étant la normale extérieure orientant la frontière $\partial\Omega$, q et g sont des fonctions connues et définies sur $\partial\Omega$. Avec des fonctions q et g nulles, on obtient une condition aux limites d'une surface libre, c'est à dire que la frontière n'est soumise à aucune contrainte.

Considérant l'équation 2.8, on multiplie par une fonction de forme v de l'espace vectoriel V (appelée aussi fonction test) et on intègre sur Ω pour obtenir :

$$\int_{\Omega} -(\nabla \cdot (C\nabla u))v dx = \int_{\Omega} \omega^2 uv dx. \quad (2.10)$$

En utilisant la formule de Green, on arrive à :

$$\int_{\Omega} (C\nabla u) \cdot \nabla v dx - \int_{\partial\Omega} \vec{n} \cdot (C\nabla u) v dx = \int_{\Omega} \omega^2 uv dx. \quad (2.11)$$

On peut donc remplacer la condition aux limites (2.9) dans l'intégrale sur la frontière $\partial\Omega$ de l'équation précédente :

$$\int_{\Omega} (C\nabla u) \cdot \nabla v dx - \int_{\partial\Omega} (g - qu) v dx = \int_{\Omega} \omega^2 uv dx. \quad (2.12)$$

Cette dernière formule correspond à la formulation dite variationnelle ou faible du problème défini par les équations 2.8 et 2.9. Il est possible de montrer que la résolution du système d'équations 2.8 et 2.9 revient à trouver les solutions u dans un espace vectoriel V et vérifiant la formulation faible (Équation 2.12) quelle que soit la fonction test v appartenant à V .

2.2.1.2 Discrétisation, importance du choix du maillage et des fonctions de forme

Le problème défini dans la section précédente doit se faire dans un espace vectoriel V connu et de dimension infinie. Afin de pouvoir résoudre le problème numériquement, un sous espace vectoriel V_N de dimension finie et inclus dans V doit être défini. De plus, afin d'assurer la cohérence de calcul, il faut ajouter la condition : $\lim_{N \rightarrow +\infty} V_N = V$.

L'espace V_N est réalisé grâce à un maillage du domaine $\bar{\Omega}$. Ce maillage correspond à un découpage du domaine en un nombre fini de sous-domaines définis par des points (nœuds). On obtient alors un réseau de frontières défini par les bords des sous-domaines et reliant les nœuds dans tout le domaine d'étude. La figure 2.1 présente un exemple de maillage triangulaire sur un domaine 2D. Classiquement, la géométrie choisie pour exposer le maillage d'un domaine 2D est une ellipse, ici on choisit une géométrie plus complexe, sous la forme d'un éléphant de Fermi [26], qui permet d'exposer quelques problématiques sur le choix du maillage.

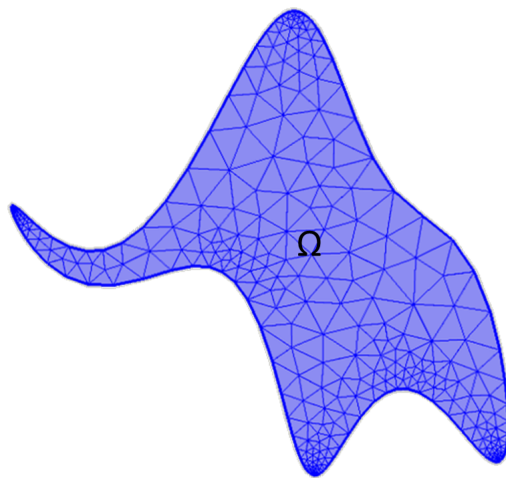


FIGURE 2.1 – Exemple de maillage triangulaire sur un domaine Ω .

Généralement, le maillage est composé d'éléments triangulaires ou rectangulaires dans le cas bi-dimensionnel, tétraédriques ou cubiques dans le cas tridimensionnel. Il permet donc d'approximer la solution dans le domaine d'étude $\bar{\Omega}$ au moyen de fonctions de formes définies sur chaque polygone. Le choix du maillage est très important dans la résolution des équations aux dérivées partielles, car il permet d'accéder à une approximation de la solution dans chaque point du domaine d'étude. Idéalement, le maillage doit épouser au mieux le contour $\partial\Omega$ du domaine. Des

nœuds trop éloignés les uns des autres peuvent créer des vides entre le contour réel et le contour défini par le maillage (ou au contraire ajouter des éléments en dehors du contour). La figure 2.2 (a) présente un maillage grossier appliqué au niveau d'une zone fine et courbée du domaine $\bar{\Omega}$, où on remarque une différence entre le domaine initial et le domaine maillé.

Pour palier au problème, il est nécessaire de raffiner le maillage, c'est à dire réduire la taille des éléments et donc ajouter des mailles au système, afin de mieux décrire les contours. La figure 2.2 (b) reprend l'exemple de la figure 2.2 (a) en raffinant le maillage. Il est également utile de prendre en compte la physique du problème afin de favoriser la convergence du calcul. Il est possible de mailler plus finement les zones ayant un intérêt pour évaluer les solutions. Par exemple dans le cas des études des SAW, le maillage est réalisé plus finement au voisinage de la surface que dans le volume du substrat loin de la surface, et ce, afin d'augmenter la résolution de la solution en surface et réduire le temps de calcul en limitant le nombre total de mailles à calculer.

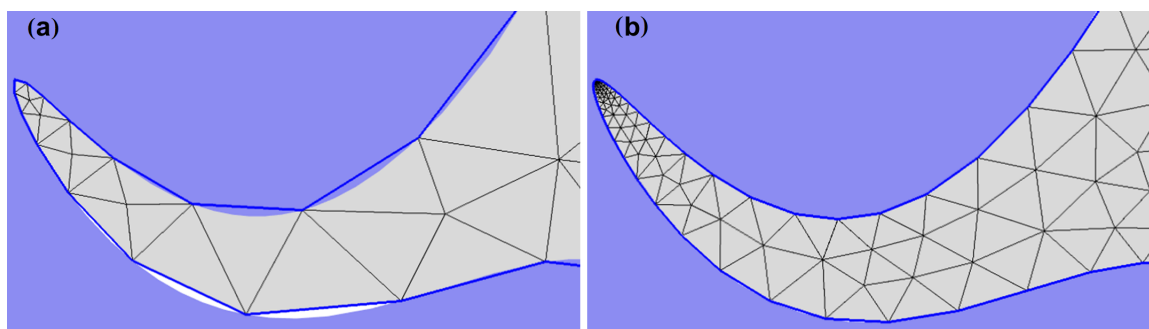


FIGURE 2.2 – Approximation du domaine Ω par un maillage "grossier" (a) et un maillage "fin" (b) au niveau de la trompe de l'éléphant de Fermi.

Une fois le maillage déterminé, les solutions sont exprimées dans le sous espace V_N afin qu'elles soient continues sur chaque nœud et qu'elles vérifient les conditions aux limites du problème sur la frontière $\partial\Omega$. Ces solutions sont écrites sous forme de combinaison linéaire d'une base de fonctions polynomiales de V_N . Les polynômes obtenus sont appelés fonctions de forme et sont d'ordre 1, 2 ou 3 en général. Elles sont ainsi définies sur chaque nœud du problème. Dans le cas des équations aux dérivées partielles (EDP) d'ordre inférieur ou égale à 2, on utilise généralement les fonctions de Lagrange où chaque fonction prend la valeur 1 sur un nœud et 0 sur le reste des nœuds. Ces fonctions apportent donc une continuité sur les sous-domaines pour les solutions. Pour des EDP d'ordre supérieur, il est préférable d'utiliser les éléments Hermitiens qui sont composés de deux

fonctions de base pour chaque nœud, la première permettant d'ajuster la solution et la seconde d'ajuster sa dérivée.

En notant ϕ_i avec $i \in \{1, \dots, N\}$ la fonction de forme variationnelle (Équation 2.12) définie comme étant une base du sous-espace vectoriel V_N , on a $\forall i \in \{1, \dots, N\}$:

$$\int_{\Omega} (C \cdot \nabla u) \cdot \nabla \phi_i dx - \int_{\Omega} (g - qu) \cdot \phi_i dx = \omega^2 \int_{\Omega} u \phi_i dx. \quad (2.13)$$

Pour cet exemple nous allons considérer les fonctions de formes ϕ_j comme des polynômes de Lagrange. On recherche alors la solution approchée de u dans V_N qui peut être décomposée dans la base ϕ_i comme suit :

$$u(x, y, z) = \sum_{j=1}^N U_j \phi_j(x, y, z). \quad (2.14)$$

U_j correspond à la valeur recherchée de u au nœud j . En incorporant la décomposition (Équation 2.14) dans l'équation 2.13, on arrive à :

$$\sum_{j=1}^N \left(\int_{\Omega} (C \nabla \phi_j) \cdot \nabla \phi_i dx + \int_{\partial\Omega} q \phi_j \phi_i dx - \omega^2 \int_{\Omega} \phi_j \phi_i dx \right) U_j = \int_{\partial\Omega} g \phi_i dx. \quad (2.15)$$

Cette équation correspond à la fonction de forme développée pour une approche Lagrangienne.

2.2.1.3 Résolution et convergence

En partant de l'équation de forme développée (Équation 2.15), nous nous plaçons dans le cas de conditions aux limites libres (les fonctions q et g sont nulles) afin de simplifier les équations :

$$\sum_{j=1}^N \left(\int_{\Omega} (C \nabla \phi_j) \cdot \nabla \phi_i dx - \omega^2 \int_{\Omega} \phi_j \phi_i dx \right) U_j = 0. \quad (2.16)$$

Il est possible de réécrire cette équation pour obtenir un problème aux valeurs propres, de la forme :

$$KU = \omega^2 MU, \quad (2.17)$$

où $U = (U_j)_{1 \leq j \leq N}$ est un vecteur colonne de dimension N regroupant les coefficients de la solution recherchée dans la base ϕ_j et K et M sont des matrices d'ordre N telles que :

$$\begin{cases} K_{i,j} = \int_{\Omega} (C \nabla \phi_j) \cdot \nabla \phi_i dx \\ M_{i,j} = \int_{\Omega} \phi_i \phi_j dx \end{cases} . \quad (2.18)$$

Les matrices K et M se nomment respectivement matrice de rigidité et matrice de masse. Le problème matriciel ainsi défini (Équation 2.17) peut être résolu par un algorithme de calcul itératif tel que les méthodes d'Arnoldi ou de Lanczos [27] qui permettent de déterminer les valeurs propres λ et les vecteurs propres associés aux solutions u du problème.

La convergence de la solution dépend de la construction du sous espace vectoriel de solution V_N , et donc de la discrétisation du domaine (maillage). Plus la dimension N est grande, plus l'interpolation de la solution sera proche de la solution recherchée. Cela représente une augmentation du nombre d'éléments dans le maillage, et donc plus le maillage est fin, plus les éléments sont réguliers, et plus la solution trouvée sera proche de la solution réelle.

2.2.2 Modélisation d'un cristal phononique unidimensionnel

Le CP que nous avons retenu est une structure cylindrique composée d'une alternance de couches de deux matériaux ayant des propriétés élastiques différentes. La périodicité est seulement présente sur l'axe du cylindre (figure 2.3), donc sur une dimension, et les surfaces extérieures du pilier sont libres. La modélisation de la propagation d'onde sur une structure infiniment périodique se réduit à une cellule unitaire correspondant à la plus petite portion du CP représentative de sa période spatiale.

En ce qui concerne le choix des matériaux utilisés, les propriétés importantes à prendre en compte

sont la vitesse des ondes acoustiques dans ces matériaux et leur impédance acoustique. En effet, dans cette étude, les deux matériaux choisis dans la construction du CP ont des vitesses assez proches mais des impédances acoustiques très différentes afin de pouvoir créer des bandes interdites. [28, 29]. Le CP ainsi que la cellule unitaire correspondante sont représentés dans la figure 2.3.

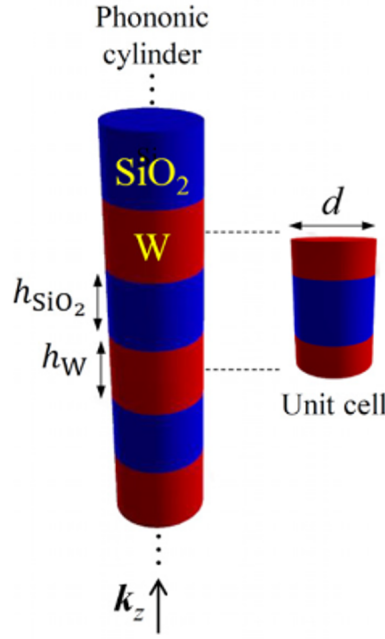


FIGURE 2.3 – Représentation schématique du CP [30].

La résolution du problème aux valeurs propres s'appuie sur l'équation 2.17, définie dans la partie précédente. Comme le système est périodique, on applique le théorème de Bloch (ou Bloch-Floquet). La solution $u(\mathbf{r})$, avec $\mathbf{r} = (x, y, z)$, peut s'écrire de manière générale sous la forme : $u(\mathbf{r}) = u_{\mathbf{k}}(\mathbf{r})e^{-i\mathbf{k}\mathbf{r}}$, avec $u_{\mathbf{k}}(\mathbf{r} + \mathbf{a}) = u_{\mathbf{k}}(\mathbf{r})$, et \mathbf{a} le vecteur définissant la période spatiale du CP. La résolution du problème se ramène donc à un système d'équations différentielles paramétrées par le vecteur d'onde $\mathbf{k} = (k_x, k_y, k_z)$ à résoudre dans le domaine de la cellule unité définie par $\mathbf{a} = (0, 0, a)$.

Le domaine de calcul en valeurs propres de la cellule unitaire peut être réduit en fonction de la périodicité du système mise en relation avec la première zone irréductible de Brillouin [28, 31]. Dans le cas du CP présenté dans cette étude, la périodicité est unidimensionnelle et

définie suivant l'axe z . On peut donc limiter le domaine de calcul à (Γ, X) , et donc se limiter à $k_z = [0, \frac{\pi}{a}]$ [32].

La figure 2.4 (a) présente la structure de bande calculée pour le CP composé de Tungstène et de Silice. Les vitesses des ondes et les impédances acoustiques considérées pour ces matériaux sont : $V_{SiO_2} = 5500 \text{ m/s}$ et $Z_{SiO_2} = 12 \times 10^6 \text{ Pa.s/m}$ pour la silice ; et $V_W = 5180 \text{ m/s}$ et $Z_W = 100 \times 10^6 \text{ Pa.s/m}$ pour le Tungstène. Dans cet exemple, les couches cylindriques ont un diamètre de $6 \mu\text{m}$ et des épaisseurs identiques de $3 \mu\text{m}$. A titre de comparaison, la structure de bande d'un cylindre infini ayant le même diamètre et homogène, entièrement constitué de Silice, est présenté dans la figure 2.4 (b).

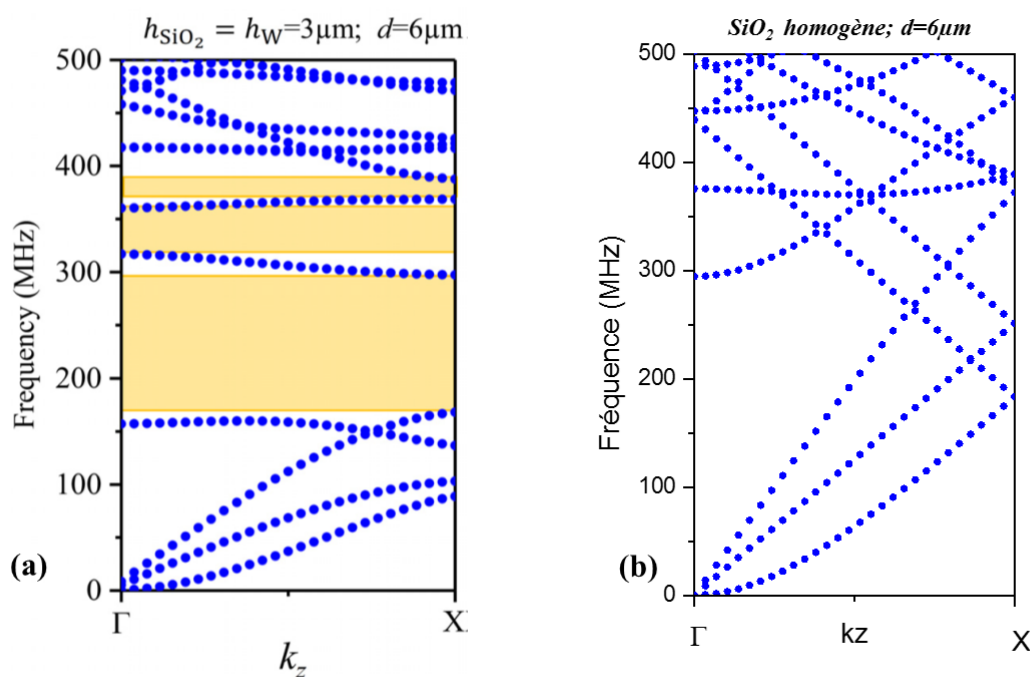


FIGURE 2.4 – Structure de bande pour le CP unidimensionnel cylindrique composé d'une alternance de couches Tungstène et Silice [30] (a). Dispersion des ondes élastiques dans un cylindre infini et homogène en Silice (b).

Contrairement à la structure cylindrique homogène, on peut observer que la structure de bande du CP présente des plages de fréquences pour lesquelles aucun mode de vibration n'est possible dans la structure [1, 33]. Ces plages de fréquence sont appelées bandes interdites, et elles correspondent aux fréquences d'ondes qui ne peuvent pas se propager dans le CP. Une large

bande interdite apparaît entre 167 et 297.5 MHz, et deux plus fines entre 317 et 360 MHz et entre 368.5 et 388.5 MHz. A ces fréquences les ondes sont évanescentes dans le pilier.

2.2.3 Étude de modes de résonances locales dans les piliers phononiques

Dans la section précédente, nous avons défini un CP composé d'une succession de couches de Tungstène et de Silice et présentant des bandes interdites complètes. Dans ce qui suivra, nous allons étudier les modes de résonance d'un pilier phononique de taille finie ayant la même structure multicouches que le CP.

2.2.3.1 Modes de résonance confinés à l'extrémité libre du pilier phononique

Le CP est constitué d'une succession infinie de deux matériaux. En sélectionnant seulement un nombre fini de couches, on peut construire un pilier fait de plusieurs périodes et dont les extrémités (libres ou fixes) peuvent présenter des modes de résonances localisés sur ces mêmes extrémités [24] (Fig.2.5(a)). Il a été montré que l'introduction d'un défaut dans la régularité du CP permet de créer des modes à des fréquences situées dans la bande interdite, et dont l'énergie acoustique ou mécanique se localise au niveau du défaut [8, 34, 35, 36]. Dans le cas d'un CP en 1D similaire à notre étude, Oudich *et al.* ont mis en évidence l'existence de modes de résonance localisés au niveau d'un défaut de structure créée en changeant l'épaisseur d'une des couches constituant le CP [37].

Dans notre cas, nous considérons un pilier phononique constitué de 5 couches alternées : trois en Silice et 2 en Tungstène (2.5(a)). En utilisant le logiciel Comsol Multiphysics, nous avons calculé les modes propres du pilier autour de la bande interdite, en fixant la surface inférieure du-dit pilier. Le calcul met en évidence différents modes de résonance confinés à la surface du pilier (figure 2.5). En effet, la propriété de la bande interdite ne permet pas la possibilité d'avoir des modes dont l'énergie mécanique est diffusée sur toutes les couches. Seuls des modes de résonance de l'extrémité du pilier sont permis dans la gamme de fréquences définie par la bande interdite. On peut distinguer en premier lieu quatre types de modes de résonance avec des comportements vibratoires différents au niveau de la couche supérieure libre : deux modes de flexion, un mode de torsion, un mode de compression verticale, puis un mode de type "*whispering gallery*" [38] (figure 2.5).

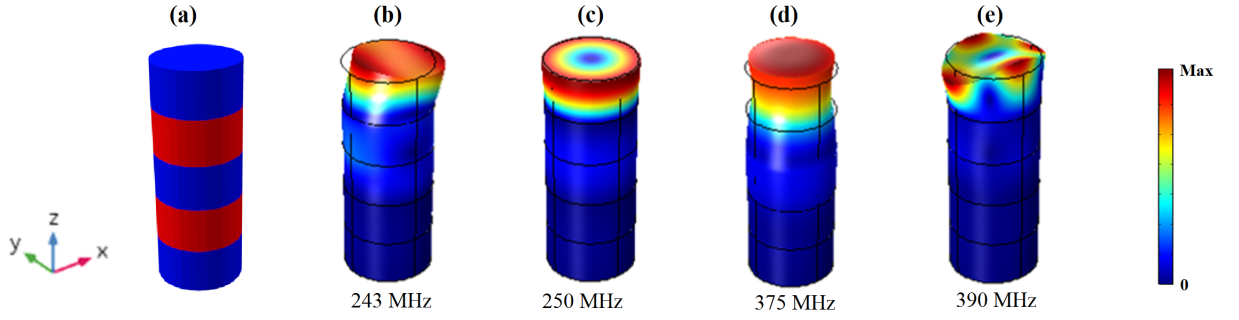


FIGURE 2.5 – Pilier constitué d’une alternance de 5 couches de Tungstène (en rouge) et de silice (en bleu) (a). Modes de résonance confinés au niveau de la couche supérieure libre du pilier : mode de flexion (b), mode de torsion (c), mode de compression (d) et mode de type "whispering gallery" (e).

2.2.3.2 Positionnement des modes de résonance local dans la bande interdite

En plaçant le pilier de taille finie sur un substrat permettant le transport des ondes de Love, il est possible d’obtenir la structure de bandes décrivant la dispersion des ondes de surface par les piliers phononiques. On considère donc le PC composé d’une distribution carrée de piliers phononiques finis sur la surface du substrat à couche guidante. Chaque pilier est constitué de trois couches SiO_2 et deux couches W alternées de manière à ce que la couche SiO_2 soit sur chacune des extrémités du pilier. La distance entre deux piliers est de $1 \mu m$, et la cellule unité représentée dans la figure 2.6 a) est considérée avec une périodicité en deux dimensions afin de simuler un réseau de pilier sur la surface du substrat. On applique donc les conditions périodiques de Floquet en k_x et en k_y respectivement sur les faces perpendiculaires aux directions x et y (figure 2.6 a).

En reprenant le principe de calcul permettant d’obtenir la structure de bandes (section 2.3), on se limite donc à un intervalle de calcul pour les composantes du vecteur d’onde sur la première zone de Brillouin (présentée dans la figure 2.6 b). On peut donc calculer les modes sur dans le domaine de l’espace réciproque $U_{\vec{k}} = [0, \frac{\pi}{a}] \times [0, \frac{\pi}{a}]$ avec $\vec{k} = (k_x, k_y)$. Les directions de propagation étudiées sont : ΓX ($0 \leq k_x \leq \frac{\pi}{a}, k_y = 0$); XM ($k_x = \frac{\pi}{a}, 0 \leq k_y \leq \frac{\pi}{a}$); et $M\Gamma$ ($0 \leq k_x \leq \frac{\pi}{a}, k_y = k_x$), avec $\Gamma(0, 0)$, $X(\frac{\pi}{a}, 0)$ et $M(\frac{\pi}{a}, \frac{\pi}{a})$.

Ici, nous avons choisi de travailler sur un substrat de quartz avec une couche guidante de SiO_2 comme plate forme classique pour la propagation des ondes de Love. La figure 2.6(b) présente

la structure de bande du système caractérisant la dispersion des ondes de surface par les piliers phononiques composés de 5 couches (la première de $1 \mu\text{m}$ et les suivantes de $3 \mu\text{m}$) et pour un pas de $7 \mu\text{m}$. La région au dessus de ligne du son associée au substrat, colorée en bleu cyan, correspond aux modes qui se propagent dans le volume du substrat ou des ondes de surfaces dites *leaky surface waves* qui se diffusent dans le volume du substrat. En dessous de cette ligne du son, les modes sont soit localisés en surface ou dans le pilier, ces modes constituent le centre de notre intérêt.

Dans cette structure de bande apparaissent plusieurs modes "plats" ayant une vitesse de groupe pratiquement nulle, synonyme de résonances des piliers. Parmi ces modes on peut distinguer des modes où la vibration mécanique est essentiellement localisée au sommet des piliers (figure 2.6 b).

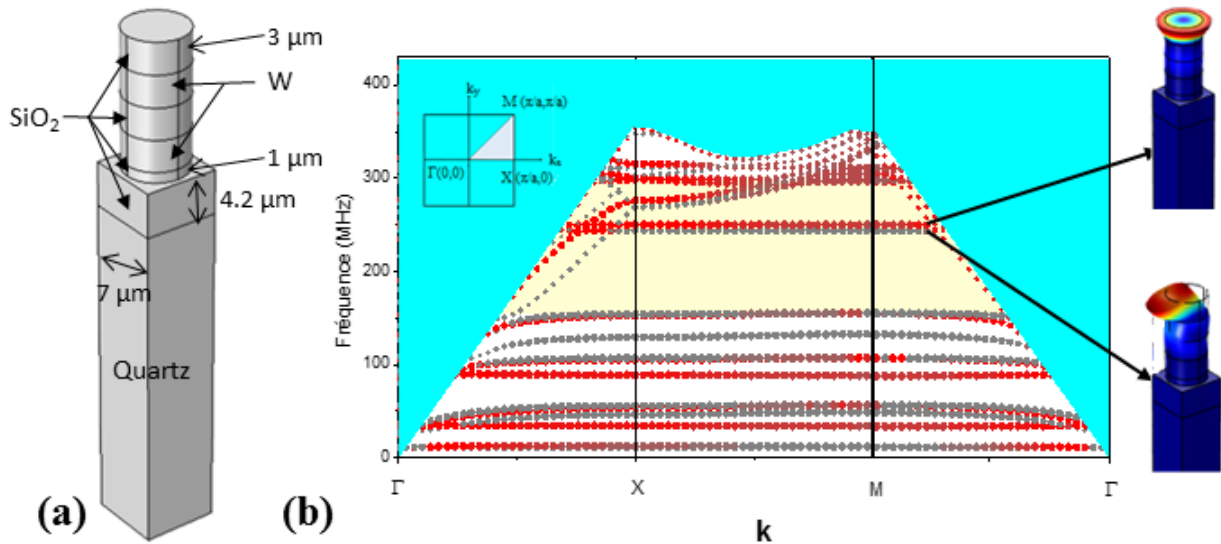


FIGURE 2.6 – Représentation de la cellule unitaire constituée d'un pilier phononique sur un substrat en Quartz et une couche guidante en SiO_2 (a), Structure de bande complète du pilier sur le substrat avec les positions des modes de torsion et de flexion et la zone de Brillouin 2D associée au calcul (b). La bande interdite est représentée en jaune, le cône du son en bleu.

Sur cette figure, les modes représentés en rouge correspondent aux modes possédant un champ de déplacement principalement transverse (selon la direction y) et les modes gris aux autres modes.

Les dimensions du système influent sur les différents modes de résonance. En effet l'épaisseur de la couche supérieure modifie la fréquence des modes de résonance tandis que l'épaisseur de

la couche inférieure (en contact avec le substrat) joue sur la position des modes de résonance localisés à la base du pilier qui correspond à une cavité résonante [37]. En étudiant la structure de bandes, nous visons à placer les modes de torsion et de flexion au centre de la bande interdite et les plus éloignés possible des autres modes parasites pouvant se propager dans le CP. L'objectif est de découpler les modes en surface des piliers des autres modes afin de maximiser l'énergie absorbée par le pilier.

2.2.4 Étude de l'interaction des ondes de Love avec les piliers

Les étapes décrites dans les sections précédentes ont permis la conception d'un pilier optimisé de manière à avoir des modes de résonances isolés dans la structure de bandes associée au système à ondes de surface. Afin d'observer l'effet des piliers sur la propagation des ondes acoustiques de surface, et plus particulièrement des ondes de Love, nous avons mené une étude théorique en transmission en créant un modèle de ligne à retard, formé d'un substrat, d'une couche guidante et d'un pilier. Ce modèle est représenté dans la figure 2.7 a. Des conditions périodiques de continuité sont appliquées sur les surfaces perpendiculaires à la direction y :

$$\mathbf{u}_{face1} = \mathbf{u}_{face2}, \quad (2.19)$$

avec \mathbf{u}_{face1} et \mathbf{u}_{face2} les champs de déplacements sur les faces du modèle. Ces conditions périodiques permettent d'obtenir les résultats correspondant à une ligne infinie de piliers avec une périodicité de $7\mu m$ suivant la direction y .

Afin de simuler une propagation sur un substrat infini, il est nécessaire d'éviter les réflexions des ondes sur les bords du domaine adopté pour le calcul. Pour cela, nous avons considéré une portion (d'une longueur d'onde) à la base et de chaque côté (entrée et sortie) du domaine d'étude avec un matériau absorbant en utilisant les conditions de PML (*Perfectly Matched Layer*). L'objectif est de construire des conditions sur les domaines PML pour absorber les ondes venant du substrat et de la couche guidante et éviter les réflexions sur les bords du domaine d'étude. La formulation mathématique des PML a été réalisée en 1994 par Béranger *et al.* dans le cas des ondes électromagnétiques régies par les équations de Maxwell [39]. L'atténuation est centrée sur

une longueur d'onde particulière. La gamme de fréquence étudiée ainsi que les dimensions des PML doivent être bien choisies pour optimiser et accroître l'effet d'une atténuation sans réflexion.

L'étude sera menée dans le domaine fréquentiel, qui permet de calculer la réponse d'un modèle soumis à une excitation harmonique pour une ou plusieurs fréquences. Ce mode de résolution permet de rendre compte des différents modes propres existants dans le système. Les résultats correspondent donc à un état de régime permanent du système pour une fréquence fixée. Dans notre cas, la perturbation sera une différence de potentiel placée sur des surfaces correspondantes à des électrodes interdigitées (*IDT*) qui vont, par l'effet piézoélectrique du substrat de quartz, générer une déformation mécanique et donc une champ de déplacement (il est à noter que le même effet peut être obtenu avec des forces placées sur ces surfaces).

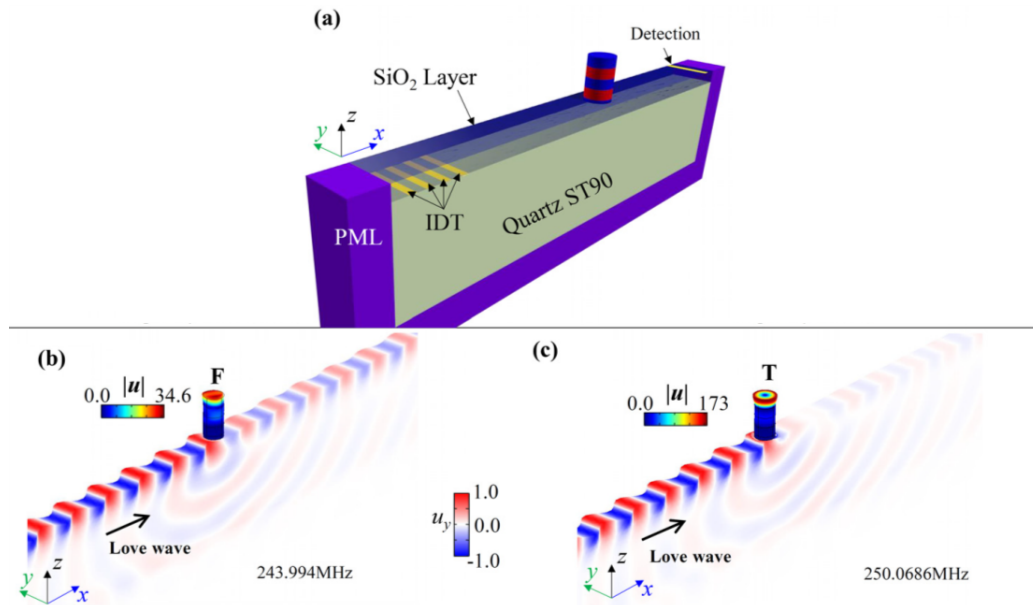


FIGURE 2.7 – Représentation schématique du modèle de ligne à retard (a), champs de déplacements obtenus pour le mode de flexion (b) et le mode de torsion (c) [30]

Les figures 2.7 (b) et (c) montrent les résultats de la norme du champ de déplacement, respectivement pour les modes de flexion et torsion, des champs de déplacement le long du modèle en normalisant l'échelle de déplacement dans le pilier par rapport au déplacement de l'onde de Love dans le substrat. On remarque que le champ de déplacement de l'onde est atténué après le pilier pour les deux modes de vibration, mais l'atténuation est plus importante dans le cas du mode de torsion. De plus, on peut constater que le déplacement dans le pilier est bien concentré

à la surface et que l'amplitude du déplacement est beaucoup plus importante que celle de l'onde (34.6 fois pour le mode de flexion et 173 fois pour le mode de torsion). Cette différence dans le déplacement explique la meilleure atténuation provoquée par le mode de torsion.

Afin d'exploiter plus facilement les résultats, nous avons tracé le spectre de transmission du modèle (figure 2.8), il s'agit du champ de déplacement total ($|\mathbf{u}_{pilier}| = \sqrt{|u_x|^2 + |u_y|^2 + |u_z|^2}$) pris à la fin de la ligne de transmission en fonction de la fréquence introduite dans le système. Le déplacement pris en compte peut être la moyenne du déplacement sur la ligne ou le déplacement sur le point central. Il est important de normaliser les résultats avec les résultats d'un modèle identique mais sans pilier pour que les résultats ne prennent pas en compte la dérive due aux dimensions des IDTs qui fixent une fréquence centrale. Les données tracées correspondent à l'équation :

$$T(f) = 20 \log\left(\frac{|\mathbf{u}_{pilier}|}{|\mathbf{u}_0|}\right), \quad (2.20)$$

où $T(f)$ représente la transmission dépendante de la fréquence, $|\mathbf{u}_{pilier}|$ et $|\mathbf{u}_0|$ correspondent respectivement aux valeurs absolues des champs de déplacement respectivement pour les calculs avec et sans pilier.

Le spectre de transmission (Figure 2.8) montre deux pics dans l'amplitude du champ de déplacement total, aux fréquences correspondant aux modes de flexion et de torsion, soit environ 244 MHz et 250 MHz. L'atténuation de l'onde de Love atteint 54% pour le mode de flexion et 90% pour le mode de torsion. Une estimation du facteur de qualité mécanique nous donne environ 2250 pour le mode de flexion et 83000 pour le mode de torsion. Le mode de torsion semble donc très intéressant pour des applications de détection. Ce facteur de qualité très élevé est en effet intéressant car il rend compte de la bande passante très restreinte des modes confinés au sommet des piliers, ainsi que de leur très grande absorption de l'énergie mécanique de l'onde incidente. De plus, expérimentalement un facteur de qualité élevé permet de facilement repérer le pic.

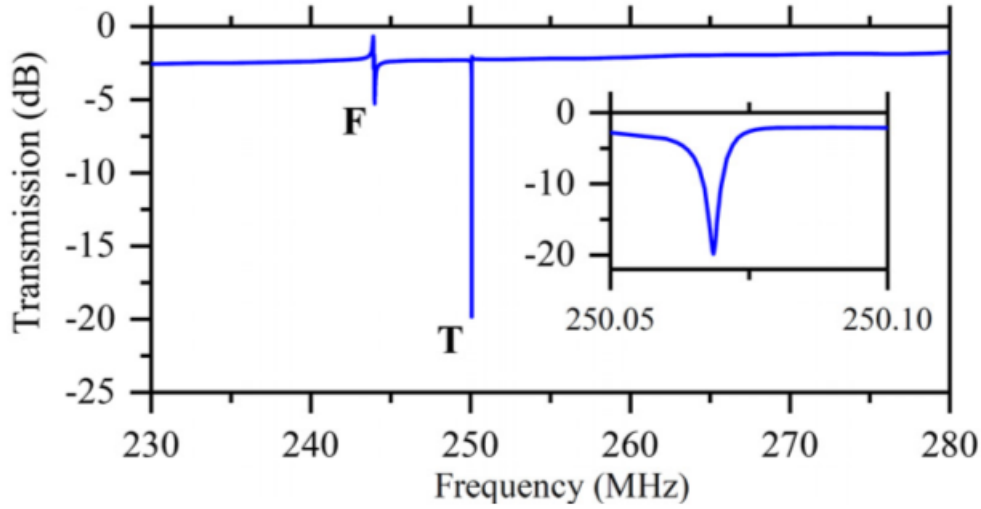


FIGURE 2.8 – Spectre de transmission normalisé obtenu pour les ondes de Love[30].

2.3 Étude de la sensibilité théorique de la structure via la théorie de perturbation

Le pilier que nous étudions et que nous avons optimisé montre une bonne absorption des ondes de Love pour ses deux modes de résonance locaux positionnés dans la bande interdite. Afin de pouvoir utiliser un tel dispositif en tant que capteur, il faut étudier l'effet d'une perturbation sur le comportement du pilier en déterminant les paramètres qui sont affectés afin de pouvoir quantifier cette perturbation. Pour cela, nous avons mené une étude sur la sensibilité des piliers en nous intéressant plus particulièrement au mode de torsion qui présente les meilleures caractéristiques : facteur de qualité et absorption.

2.3.1 Estimation du décalage de la résonance locale par la théorie de perturbation

2.3.1.1 Mise en place d'un modèle semi-analytique

Pour modéliser l'influence de particules biologiques se fixant en surface du système et ainsi estimer la sensibilité du système utilisé comme capteur, nous avons choisi une approche semi-analytique. Cette méthode se base sur la théorie de perturbation mécanique [15, 40] qui permet d'évaluer le décalage de réponse du système à partir du système initial non perturbé. L'avantage

d'un modèle semi-analytique est de pouvoir gagner en temps de calcul. En effet, ce modèle permet d'obtenir des résultats pour le système perturbé, mais sans introduire de points de calculs supplémentaires dans le calcul FEM, et sans tenir compte des effets dûs à la masse des particules. L'objectif est d'évaluer le décalage de la fréquence de résonance en fonction d'un dépôt de masse ponctuel à la surface du résonateur.

2.3.1.1.1 Équations de la théorie de perturbation

Afin de créer le modèle, nous avons défini le problème dans deux cas de figures : une particule unique se déposant sur le pilier (figure 2.9 a) et un ensemble de particules de même masse se déposant uniformément sur une surface (figure 2.9 b). En se basant sur le développement proposé par Topolevsky et Redwood [40], la théorie de perturbation donne pour une perturbation de la densité :

$$\frac{\delta(\omega^2)}{\omega_0^2} = -\frac{\int_V \delta\rho \|\mathbf{u}\|^2 dV}{\rho \int_V \|\mathbf{u}\|^2 dV}, \quad (2.21)$$

où ω_0 est la pulsation de résonance pour le système non perturbé, ω la pulsation après perturbation, ρ est la densité du matériau constituant le pilier, $\delta\rho$ la perturbation de densité et $\|\mathbf{u}\|^2 = |u_x|^2 + |u_y|^2 + |u_z|^2$ avec u_x, u_y, u_z les composantes du champ de déplacement. Le paramètre que l'on cherche à estimer ici est le décalage entre les pulsations initiale et perturbée, $\delta\omega = \omega - \omega_0$. Il est possible de l'estimer en développant le paramètre $\delta(\omega^2) = \omega^2 - \omega_0^2$:

$$\delta(\omega^2) = (\omega_0 + \delta\omega)^2 - \omega_0^2 = (\delta\omega)^2 + 2\omega_0\delta\omega. \quad (2.22)$$

Or $(\delta\omega)^2 \ll 2\omega_0\delta\omega$, on a donc :

$$\delta(\omega^2) \simeq 2\omega_0\delta\omega. \quad (2.23)$$

En remplaçant 2.23 dans 2.21, on obtient :

$$\frac{\delta\omega}{\omega_0} = \frac{\delta f}{f_0} \simeq -\frac{\int_V \delta\rho \|\mathbf{u}\|^2 dV}{2\rho \int_V \|\mathbf{u}\|^2 dV}, \quad (2.24)$$

où f et f_0 correspondent respectivement aux fréquences de résonance pour le système perturbé et non perturbé.

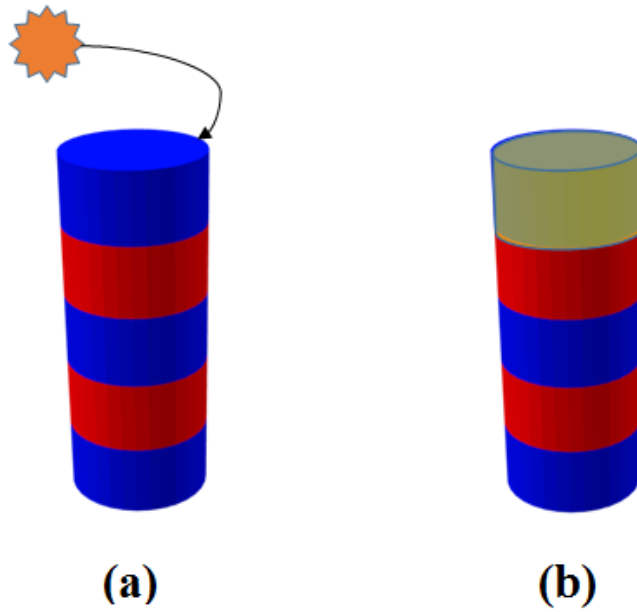


FIGURE 2.9 – Schéma représentant le dépôt de masse ponctuel (a) et répartie uniformément sur une surface (surface jaune) (b) sur le pilier.

Dans le cas d'une perturbation ponctuelle (figure 2.9 a), la perturbation de densité devient une perturbation de masse. L'équation 2.24 devient :

$$\frac{\delta f}{f_0} = -\delta_m \frac{\|\mathbf{u}(\mathbf{r}_i)\|^2}{2 \int_V \rho \|\mathbf{u}\|^2 dV}, \quad (2.25)$$

avec δ_m une masse ponctuelle placée en un point $\mathbf{r}_i = (x_i, y_i, z_i)$ à la surface du résonateur (figure 2.9 a). Le numérateur représente le déplacement au point où se trouve la perturbation et l'intégrale du dénominateur est calculée sur l'ensemble du volume du résonateur.

Pour un grand nombre de particules réparties uniformément à la surface du résonateur (figure 2.9 b), la perturbation devient une perturbation de masse surfacique, on considère alors un nombre N de particules réparties suivant une densité surfacique $\sigma_p = N/S$:

$$\frac{\delta f}{f_0} = -\delta_m \sigma_p \frac{\int_S \|\mathbf{u}\|^2}{2 \int_V \rho \|\mathbf{u}\|^2 dV}. \quad (2.26)$$

2.3.1.1.2 Modèle numérique à base d'éléments finis

Afin de valider notre approche basée sur la théorie de perturbation, nous avons construit un modèle numérique basé sur la méthode des éléments finis, afin de comparer les résultats obtenus avec le modèle analytique présenté dans la partie précédente (Partie 2.3.1.1.1). Ce modèle reprend la géométrie du modèle semi-analytique et le mode de calcul consiste à chercher les fréquences propres de résonance dans le pilier. La masse ajoutée est modélisée grâce au module *Weak Contribution* sur Comsol qui peut être appliqué sur un point ou une surface. Ce module permet d'ajouter une force au système d'équation résolu par Comsol. La perturbation de masse sera considérée comme étant une masse rigide accrochée au système. De plus, les particules sont considérées très petites vis-à-vis du résonateur, on négligera donc les effets de raideur au niveau de la connexion et les contraintes associées sur le système. Dans le cas d'une masse ponctuelle, on ajoutera au point la force suivante [41] :

$$\mathbf{F}_i = \delta_m \omega^2 \mathbf{u}(\mathbf{r}_i), \quad (2.27)$$

où δ_m est la masse ajoutée au point \mathbf{r}_i , ω la pulsation de résonance et $\mathbf{u}(\mathbf{r}_i)$ le champ de déplacement au point \mathbf{r}_i .

Dans le cas d'une répartition surfacique de particules, la force prendra la forme :

$$\mathbf{F}_S = \delta_m \sigma_p \omega^2 \mathbf{u}, \quad (2.28)$$

avec $\sigma_p = N/S$ la densité surfacique de particules (où N est le nombre de particules et S la surface où elles sont déposées). Il est à noter que dans le cas d'une répartition surfacique de particules, il est possible d'utiliser le module *Added Mass* sur comsol, qui permet d'ajouter une masse surfacique directement. Dans ce cas on rentrera l'équation $\delta_m N/S$.

2.3.1.2 Décalage de la résonance locale

Lors de la mise en forme des équations de la théorie de perturbation pour une perturbation ponctuelle (Équation 2.25), nous avons vu que le décalage de la fréquence de résonance dépend du déplacement du point où se produit la perturbation de masse. Il est donc intéressant de faire une étude du décalage de la fréquence en fonction de cette position. Nous nous sommes focalisés sur le mode de résonance du pilier qui manifeste un mouvement de torsion au niveau de sa couche supérieure (2.7). Compte tenu de la symétrie du champ de déplacement de ce mode, les calculs ont été effectués en faisant varier la position de la masse ponctuelle depuis le centre jusqu'au bord du pilier sur la surface supérieure de la couche SiO_2 (figure 2.10(a) entre les points A et B), puis entre les bords supérieur et inférieur sur la surface latérale de cette même couche (figure 2.10(a) entre les points B et C). Pour toutes les simulations conduites, la valeur de la perturbation de masse prise en compte est : $\delta_m = 1.15$ fg, soit approximativement la masse d'un virus HIV-1 [42]. L'étude sur le mode de torsion est présentée dans la figure 2.10(b) et (c). On remarque une très bonne correspondance entre les résultats numériques (FEM) et les résultats issus de la théorie de perturbation, ce qui confirme la validité de la méthode semi-analytique. Les résultats montrent un maximum de déplacement de la fréquence de 2.7 kHz pour le point B qui correspond au point de déplacement maximum pour le mode de torsion ; à l'inverse, le centre du pilier ne se déplace pas pour ce mode. Le décalage de fréquence est nul (figure 2.10 b et c).

Pour une répartition surfacique de particules, nous avons étudié l'influence du nombre de particules (de masse individuelle $\delta_m = 1.15$ fg) sur le décalage de la fréquence de résonance (figure 2.10 d). On remarque que les modèles divergent à partir de $3 \cdot 10^4$ particules déposées sur la surface du pilier, ce qui correspond à une couche uniforme déposée sur le pilier possédant une densité de 0.63 g/m².

Cette déviation peut être expliquée par la dépendance linéaire de l'équation utilisée (Équation 2.26) par rapport au paramètre N (le nombre de particules), qui provient du premier ordre de

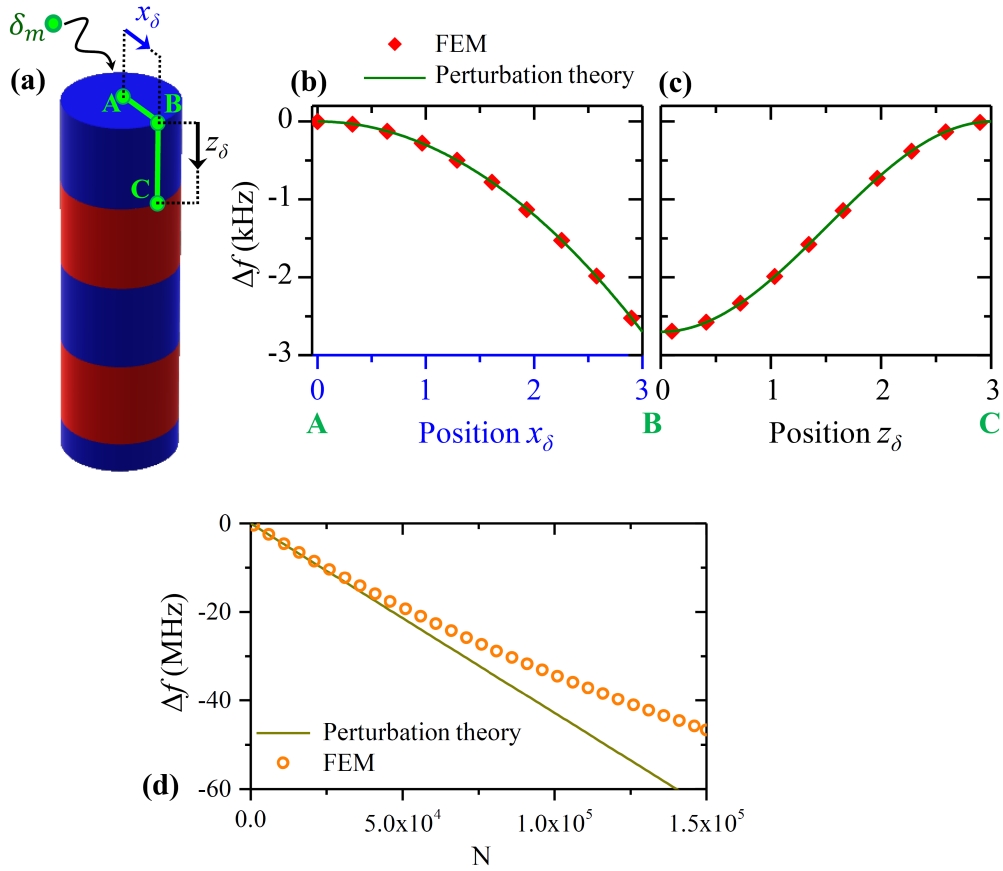


FIGURE 2.10 – Schéma représentant le positionnement de la particule sur la surface du cylindre (a). Décalage de la fréquence de résonance pour une masse ponctuelle sur les chemins [AB] (b) et [BC] (c) pour la théorie de perturbation (ligne verte) et le calcul FEM (points rouges). (d) Comparaison entre la théorie de perturbation et calcul FEM pour une répartition homogène de N particules sur la couche supérieure [30].

la théorie de perturbation [40]. Des ordres supérieurs doivent être considérés pour que le modèle semi-analytique s'approche du modèle FEM.

En reprenant le modèle de transmission présenté (Partie 2.2.4) et en positionnant une masse ponctuelle sur le point de déplacement maximum du mode de torsion (point B dans 2.10 (a)), on obtient le spectre de transmission pour un pilier perturbé (figure 2.11). Le résultat montre que le décalage obtenu dans le spectre de transmission est de 2.7 kHz, ce qui correspond à la même valeur que celle obtenue précédemment (valeur au point B dans la figure 2.10(b)).

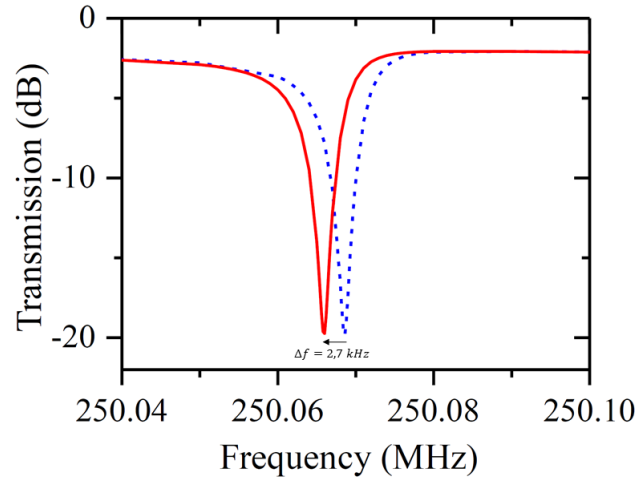


FIGURE 2.11 – Transmission avec le modèle FEM avec (ligne rouge) et sans (points bleu) ajout d'une masse ponctuelle au point de déplacement maximum du mode de torsion (point B dans 2.10 (a)) [30].

2.3.2 Étude de la sensibilité

L'étude théorique du pilier a montré que la fréquence de résonance subit un fort décalage après une faible perturbation de masse. Il est alors intéressant de pouvoir estimer la sensibilité du système, de la comparer à celle des capteurs SAW existants et de regarder les paramètres qui l'influencent.

2.3.2.1 Estimation de la sensibilité du système

Afin d'estimer le calcul de la sensibilité, il convient de prendre en compte le facteur de qualité pour considérer la possibilité de détecter le décalage de fréquence. On note le facteur de qualité $Q = \frac{\Delta f_1}{f_0}$, avec Δf_1 la largeur à mi-hauteur du pic d'absorption et f_0 la fréquence centrale du pic. En prenant l'hypothèse que le facteur de qualité du mode de résonance varie peu après un décalage de fréquence dû à une perturbation massique, on peut poser que le décalage est décelable expérimentalement s'il est supérieur à la moitié de la largeur du pic :

$$\frac{\Delta f_1}{2} \leq |\delta f|, \quad (2.29)$$

avec δf le changement de fréquence du pic après perturbation. En remplaçant l'expression du facteur de qualité dans l'équation 2.29, on obtient :

$$\frac{1}{2Q} \leq \frac{|\delta f|}{f_0}, \quad (2.30)$$

d'où une inégalité sur le facteur de qualité :

$$Q \geq \frac{f_0}{2|\delta f|}. \quad (2.31)$$

$\frac{|\delta f|}{f_0}$ est directement le résultat des équations 2.25 et 2.26. Il est donc possible d'exprimer Q_{limite} , le facteur de qualité à partir duquel le décalage du pic peut être mesuré :

$$Q_{limite} = \frac{\int_V \rho \|\mathbf{u}\|^2 dV}{\delta_m \|\mathbf{u}(\mathbf{r}_i)\|^2}, \quad (2.32)$$

pour une masse ponctuelle en utilisant l'équation 2.25.

$$Q_{limite} = \frac{\int_V \rho \|\mathbf{u}\|^2 dV}{\delta_m \sigma_p \int_S \|\mathbf{u}\|^2 dS}, \quad (2.33)$$

pour une répartition homogène de particules sur le pilier, en utilisant l'équation 2.26.

Dans cette dernière équation, nous avons posé précédemment $\sigma_p = N/S$, où N est le nombre de particules sur le résonateur et S la surface sur laquelle s'applique la masse.

On peut donc introduire un paramètre de masse totale : $\frac{m_{totale}}{S} = \delta_m \sigma_p$. Pour une géométrie et

un mode de résonance donné, le facteur de qualité ainsi que les termes de déplacement sont fixés. En repartant de l'équation 2.33, on obtient l'équation pour le minimum de densité surfacique détectable :

$$\frac{m_{limite}}{S} = \frac{\int_V \rho \|\mathbf{u}\|^2 dV}{Q \int_S \|\mathbf{u}\|^2 dS}. \quad (2.34)$$

Comme le décalage de la fréquence est fortement dépendant du champ de déplacement de la structure, la sensibilité sera dépendante du mode de vibration. En effet, le déplacement de la surface du pilier est différent pour chaque mode. Dans notre étude, les modes de vibration qui nous intéressent sont localisés sur la couche supérieure libre du pilier, qui constitue la partie sensible.

En appliquant la formule 2.34 sur les différents modes de résonance présentés à la figure 2.5, on obtient le tableau suivant :

TABLE 2.2 – Sensibilités minimales calculées avec la formule 2.34 pour les différents modes de vibration présentés figure. 2.5

Mode de résonance	Facteur de qualité	Décalage minimum détectable	Sensibilité limite calculée
Flexion	2250	54 kHz	89.13 ng/cm^2
Torsion	83000	1.5 kHz	1.48 ng/cm^2
Compression	Non excitable par les ondes de Love	-	-
<i>Whispering gallery</i>	Non excitable par les ondes de Love	-	-

Cette évaluation montrent que le mode de torsion présente la plus grande sensibilité théorique parmi les modes de résonance du pilier.

2.3.2.2 Influence des dimensions du système sur la sensibilité

Les sections précédentes ont présenté l'étude d'un pilier idéal qui possède de bonnes caractéristiques pour des applications de biodétection. Il devient ainsi intéressant de regarder comment évoluent les paramètres de la structure phononique (bande interdite, fréquence de résonance, ...)

et d'estimer la sensibilité des piliers avec différentes dimensions.

En reprenant le modèle de cellule unitaire pour le cristal phononique présenté dans la partie 2.3, nous avons étudié l'évolution de la bande interdite en fonction du rayon des couches par rapport à leur épaisseur (figure 2.12 b). On remarque que la fréquence centrale de la bande interdite se décale vers les hautes fréquences si les dimensions du système diminuent. L'ouverture de la bande interdite peut être quantifiée par le rapport $\Delta f/f_0$ avec $\Delta f = f_{max} - f_{min}$ la largeur de la bande interdite et f_0 la fréquence centrale de la bande interdite. Ce rapport nous indique que l'ouverture de la bande interdite diminue légèrement, passant de 0.56 pour une structure de dimensions $3 \mu m$ à 0.5 pour une structure de dimensions $0.5 \mu m$.

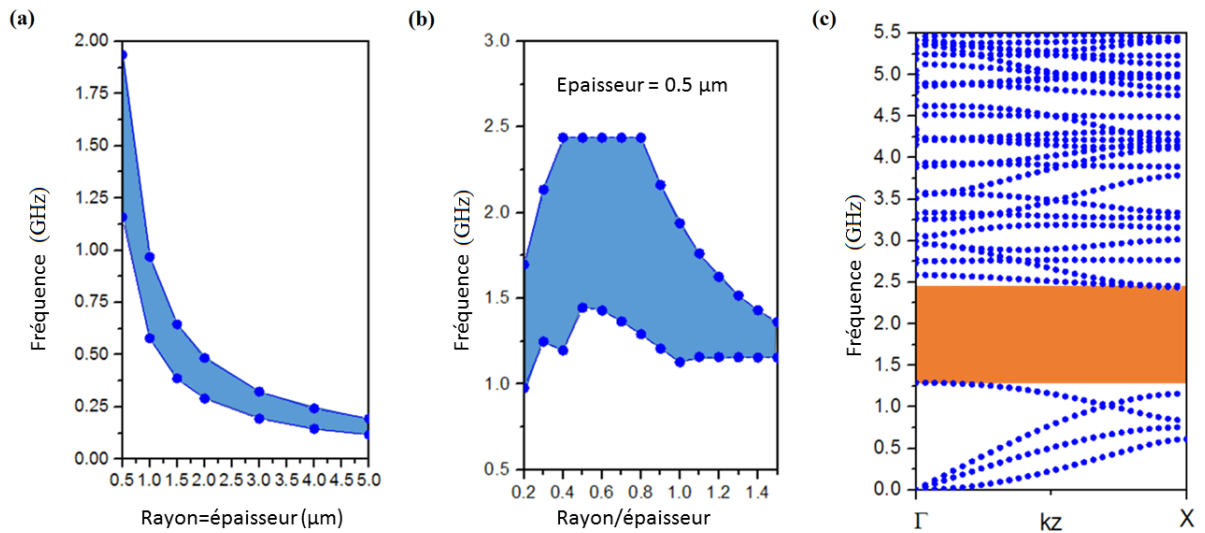


FIGURE 2.12 – Fréquences et largeur de la bande interdite en fonction du rayon du pilier par rapport à l'épaisseur des couches : cas où le rayon est égal à l'épaisseur des couches (a), cas où l'épaisseur est fixée à $0.5 \mu m$ (b). Structure de bande obtenue pour une épaisseur de $0.5 \mu m$ et un ratio Rayon/Épaisseur de 0.8, la bande interdite est représentée en orange (c) [43].

Afin de maximiser les effets du CP sur la propagation des ondes, on recherche la bande interdite la plus large possible. On fixe pour la suite l'épaisseur à $0.5 \mu m$ et nous regardons l'évolution de la bande interdite en fonction du ratio rayon/épaisseur (figure 2.12 b). On remarque que pour les extrémités de la courbe (un ratio inférieur à 0.4 ou supérieur à 0.8, la bande interdite se referme et la fréquence centrale de la bande se déplace vers les basses fréquences. Il y a deux maxima pour la largeur de la bande interdite, pour un ratio de 0.4 (entre 1.196 GHz et 2.437 GHz) et 0.8 (entre 1.291 GHz et 2.437 GHz). Le ratio égal à 0.8 nous donne un rayon de $0.4 \mu m$

(contre $0.2 \mu m$ pour le ratio égal à 0.4). Pour la suite le ratio sera fixé à 0.8 ce qui correspond à un rayon atteignable expérimentalement. La structure de bande du PC correspondante est présentée dans la figure 2.12 (c).

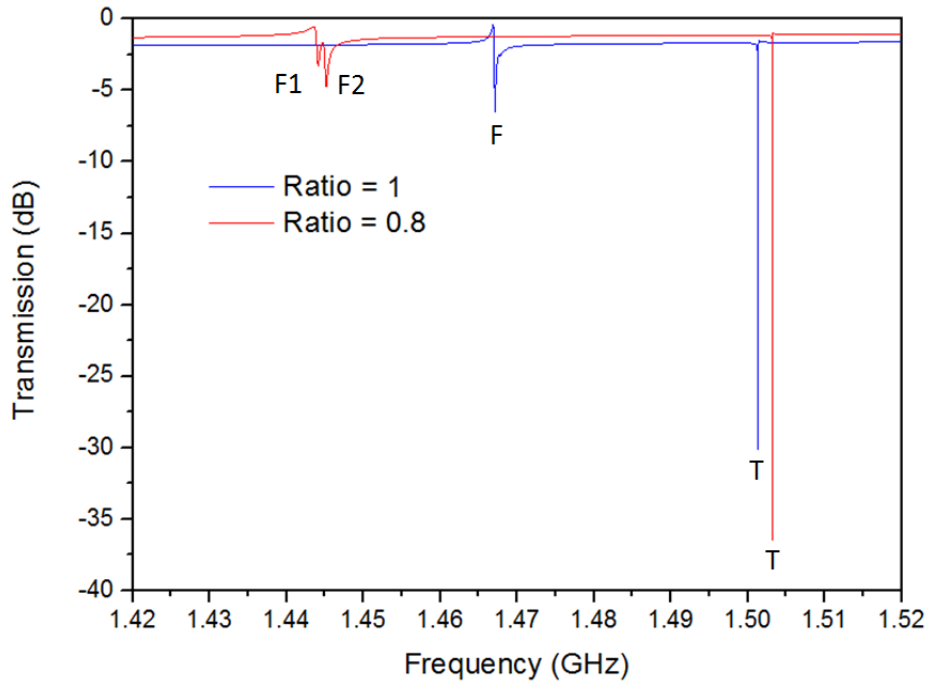


FIGURE 2.13 – Spectre de transmission pour les piliers ayant un ratio de 1 (en bleu) et 0.8 (en rouge), les modes de torsion sont dénotés T et les modes de flexions F [43].

Une fois le CP défini, nous suivons les mêmes étapes que précédemment (Partie 2.2.3) afin d'optimiser les dimensions du pilier pour centrer au maximum les modes de résonance situés au sommet des piliers. En considérant des piliers de rayon $0.4 \mu m$ et composés de 5 couches comme précédemment, on trouve que la première couche en SiO_2 doit mesurer $0.2 \mu m$ tandis que les autres mesurent $0.5 \mu m$. On place ensuite une ligne de ces piliers sur un modèle de ligne à retard tel que décrit dans la partie 2.2.4. Afin de comparer l'impact de la largeur de la bande interdite sur le spectre de transmission, les simulations ont également été réalisées avec un pilier ayant un rayon de $0.5 \mu m$. Comme précédemment, pour une onde de Love se propageant à travers les piliers, on observe deux pics d'absorption dûs à l'excitation des modes de résonance locale. Le premier correspondant à un mode de torsion, le second un mode de flexion (figure 2.13).

En comparant les spectres obtenus, on remarque que la bande interdite la plus large donne une atténuation plus importante et un meilleur facteur de qualité. En plus de cela, on voit apparaître deux pics correspondant à deux modes de flexion pour le cas du ratio 0.8. Ces modes ont des mouvements vibratoires suivant les axes x et y .

En reprenant la partie précédente et particulièrement l'équation 2.34, on peut estimer la sensibilité théorique à partir de la fréquence de résonance et du facteur de qualité. Les résultats sont présentés dans le tableau 2.3.

On voit que la sensibilité est fortement liée au CP et que l'étude de la bande interdite donne de fortes indications sur le comportement des structures. Ici, la dissociation du mode flexion, en deux modes distincts, fait décroître leur sensibilité, mais le mode de torsion reste le plus sensible dans tous les cas.

TABLE 2.3 – Comparaison des facteurs de qualité et des sensibilités pour différentes dimensions de piliers [43].

Pilier	Mode de résonance	Fréquence	Facteur de qualité	Décalage minimum détectable	Limite de sensibilité
Rayon $3\mu m$ Ratio 1	Flexion	243.99 MHz	2250	54 kHz	89.13 ng/cm^2
	Torsion	250.07 MHz	83000	1.5 kHz	1.47 ng/cm^2
Rayon $0.5\mu m$ Ratio 1	Flexion	1.4671 GHz	4400	165 kHz	7.39 ng/cm^2
	Torsion	1.5014 GHz	183000	4.12 kHz	0.11 ng/cm^2
Rayon $0.5\mu m$ Ratio 0.8	Flexion 1	1.4441 GHz	3000	235 kHz	10.1 ng/cm^2
	Flexion 2	1.4452 GHz	3000	243 kHz	10.1 ng/cm^2
	Torsion	1.5033 GHz	477000	3.06 kHz	0.036 ng/cm^2

Les sensibilités présentées ici sont beaucoup plus importantes que celle des dispositifs SAW classiques. La sensibilité limite des capteurs SAW est d'environ 20 ng/cm^2 [21, 44, 45]. On observe que le mode de torsion est plus sensible que le mode de flexion, le pilier $3\mu m$ montre des limites de sensibilité de 1.47 ng/cm^2 (torsion) et 89.13 ng/cm^2 (flexion) tandis que la réduction des dimensions à $0.5 \mu m$ donne une limite de sensibilité de 7.39 ng/cm^2 (flexion) et 0.11 ng/cm^2 (torsion). Pour le système présentant la bande interdite la plus large, on arrive à 10.1 ng/cm^2 (flexions) et 0.036 ng/cm^2 (torsion). On observe dans ce dernier cas que la limite de sensibilité du mode de flexion diminue. Cela est dû au découplage des deux modes de flexion. Ces sensibilités théoriques ne semblent pas réalistes. En effet, ces modèles ne prennent pas en compte l'influence du milieu et considère que les perturbations de masse sont les mêmes et sont positionnées au

même endroit pour tous les piliers de la rangée. Elles donnent une estimation de la limite de sensibilité de ce type de système.

Il est toutefois possible d'évaluer l'influence d'une perturbation non homogène entre les piliers et d'estimer l'impact sur le signal d'une adsorption progressive des particules sur le système.

2.3.2.3 Évolution de la réponse du système en fonction du nombre de particules

Dans les sections précédentes, les perturbations étaient considérées homogènes entre les piliers. Elles apportent donc toutes la même contribution à l'atténuation du signal. Lors d'un test expérimental, les particules vont s'accrocher progressivement sur différents piliers jusqu'à arriver à un état stationnaire où l'on pourra considérer les perturbations homogènes.

Pour simuler cet effet, on peut agrandir le modèle de transmission afin de simuler plusieurs piliers simultanément. Ici cinq piliers ont été placés sur la ligne à retard [46] (figure 2.14 a). Des perturbations sur la surface des piliers ont été ajoutées sur chacun des résonateurs de la ligne ($0 \times \delta_m$, $25 \times \delta_m$, $50 \times \delta_m$, $100 \times \delta_m$ et $200 \times \delta_m$).

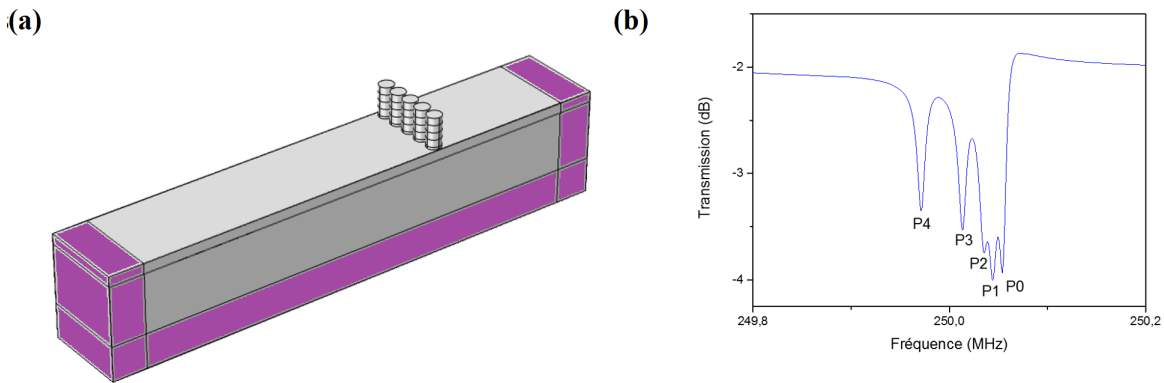


FIGURE 2.14 – Modèle de transmission avec 5 piliers (les PML sont représentées en violet) (a), Spectre de transmission pour une rangée de 5 piliers avec des perturbations différentes pour chacun d'entre eux (b) ($P0 : 0 \times \delta_m$, $P1 : 25 \times \delta_m$, $P2 : 50 \times \delta_m$, $P3 : 100 \times \delta_m$, $P4 : 200 \times \delta_m$).

Le signal est reçu sur toute la longueur de l'électrode de sortie, chaque pilier et donc chaque perturbation apporte sa contribution à l'atténuation du signal. Le signal de sortie sera alors la combinaison des différentes atténuations (figure 2.14 b). Le facteur de qualité du système étant très élevé, on retrouve dans le signal de sortie les pics correspondant aux différents piliers, mais l'atténuation globale du signal est réduite.

Avant que l'accroche de particules ne soit considérée homogène, le signal à la résonance sera donc moins atténué et le facteur de qualité moins important. On peut considérer qu'il s'agit d'un état transitoire. Au fur et à mesure que l'accroche des particules s'homogénéise entre les piliers, les perturbations sur les différents piliers seront de plus en plus semblables, les décalages convergeront donc vers un même pic qui correspondra à une perturbation homogène répartie sur toute la surface des piliers (Équation 2.26).

Conclusion

L'objectif de ce chapitre était de définir une structure phononique que l'on considérera idéale pour la suite de l'étude. En partant de la formulation classique de propagation des ondes acoustiques dans les milieux solides élastiques et assisté par la méthode FEM, nous avons étudié un pilier composé d'une alternance de couches de deux matériaux différents.

Nous avons vu que ce type de structure permet de créer des phénomènes de bandes interdites de fréquences empêchant la propagation des ondes dans le CP. De plus, la structure retenue, constituée de Tungstène et de Silice, présente des modes de résonance locale confinée sur la couche supérieure libre du pilier. Ces modes confinés présente un réel intérêt pour notre étude. En effet, ils peuvent être obtenus par interaction avec les ondes de Love qui peuvent se propager en milieu liquide en contact avec le substrat. De plus, ils manifestent une très forte absorption des ondes acoustiques sur des bandes de fréquences très étroites et localisées. Enfin, nous avons étudié leur sensibilité à un dépôt massique sur le système en développant une méthode semi-analytique permettant d'obtenir une valeur de sensibilité limite des structures. Un mode de résonance de torsion présente la sensibilité théorique la plus élevée. Cette sensibilité est meilleure par rapport à la sensibilité des bio-capteurs SAW classiques, ce qui implique un potentiel d'application prometteur des structures phononiques en dehors du cadre théorique. De plus, les simulations indiquent que la sensibilité peut être ajustée en jouant sur les paramètres géométriques du système.

La détection d'une perturbation massique se fait par un décalage de la fréquence de résonance des modes de surface. Les résultats montrent que la sensibilité du système dépend du déplacement de la structure, et donc que la prise en compte de la position de la perturbation de masse est très importante pour estimer la sensibilité.

Cette structure, bien que difficilement réalisable, permet de mettre en évidence des phénomènes nouveaux pour l'interaction entre des structures phononiques et des SAW. De plus, cette structure a servi de référence pour les travaux expérimentaux que nous présenterons dans les chapitre 4 et 5. Ces chapitres s'orientent sur la fabrication de structures phononiques ainsi que leur caractérisation et les tests de détection et de sensibilité. Les méthodes de calcul présentées ici ont été réutilisées dans ces chapitres afin d'optimiser les paramètres géométriques (principale-

ment les rayons et hauteurs des piliers), pour la calibration des fréquences de travail, pour choisir les matériaux et pour estimer les résultats d'atténuation attendus.

Bibliographie

- [1] M. Sigalas and E.N. Economou. Band structure of elastic waves in two dimensional systems. *Solid State Communications*, 86(3) :141–143, April 1993.
- [2] M. S. Kushwaha, P. Halevi, L. Dobrzynski, and B. Djafari-Rouhani. Acoustic band structure of periodic elastic composites. *Physical Review Letters*, 71(13) :2022–2025, September 1993.
- [3] Sébastien Guenneau, Alexander Movchan, Gunnar Pétursson, and S Anantha Ramakrishna. Acoustic metamaterials for sound focusing and confinement. *New Journal of Physics*, 9(11) :399–399, November 2007.
- [4] Yong Li, Bin Liang, Xu Tao, Xue-feng Zhu, Xin-ye Zou, and Jian-chun Cheng. Acoustic focusing by coiling up space. *Applied Physics Letters*, 101(23) :233508, December 2012.
- [5] Nikhil JRK Gerard, Mourad Oudich, and Yun Jing. Omnidirectional elastic wave attenuation via an isotoxal-star-based auxetic micro-lattice. *arXiv :1912.08260 [physics]*, December 2019. arXiv : 1912.08260.
- [6] Xiang Fei, Lei Jin, Xiujuan Zhang, Xin Li, and Minghui Lu. Three-dimensional anti-chiral auxetic metamaterial with tunable phononic bandgap. *Applied Physics Letters*, 116(2) :021902, January 2020.
- [7] B. Djafari-Rouhani, J.O. Vasseur, A.C. Hladky-Hennion, P. Deymier, F. Duval, B. Dubus, and Y. Pennec. Absolute band gaps and waveguiding in free standing and supported phononic crystal slabs. *Photonics and Nanostructures - Fundamentals and Applications*, 6(1) :32–37, April 2008.
- [8] Y. Pennec, B. Djafari Rouhani, H. Larabi, A. Akjouj, J. N. Gillet, J. O. Vasseur, and G. Thabet. Phonon transport and waveguiding in a phononic crystal made up of cylindrical dots on a thin homogeneous plate. *Physical Review B*, 80(14) :144302, October 2009.
- [9] Il Kyu Lee, Yoon Jae Kim, Joo Hwan Oh, and Yoon Young Kim. One-dimensional broadband phononic crystal filter with unit cells made of two non-uniform impedance-mirrored elements. *AIP Advances*, 3(2) :022105, February 2013.
- [10] Pu Zhang and Albert C. To. Broadband wave filtering of bioinspired hierarchical phononic crystal. *Applied Physics Letters*, 102(12) :121910, March 2013.
- [11] Hamed Esmaeilzadeh, George Cernigliaro, Junwei Su, Lin Gong, Iman Mirzaee, Majid Charmchi, and Hongwei Sun. The Effects of Material Properties on Pillar-Based QCM Sensors. page 6. ASME, International Mechanical Engineering Congress and Exposition, Houston, November 2015.
- [12] Ralf Lucklum, Manzhu Ke, and Mikhail Zubtsov. Two-dimensional phononic crystal sensor based on a cavity mode. *Sensors and Actuators B : Chemical*, 171-172 :271–277, August 2012.
- [13] Yabin Jin, Yan Pennec, Yongdong Pan, and Baram Djafari-Rouhani. Phononic Crystal Plate with Hollow Pillars Actively Controlled by Fluid Filling. *Crystals*, 6(64) :64, 2016.

-
- [14] Ting-Wei Liu, Yao-Chuan Tsai, Yu-Ching Lin, Takahito Ono, Shuji Tanaka, and Tsung-Tsong Wu. Design and fabrication of a phononic-crystal-based Love wave resonator in GHz range. *AIP Advances*, 4(12) :124201, December 2014.
- [15] B A Auld. *Auld-Acoustic Fields and Waves in Solids Vol 2*. Malabar edition, 1990.
- [16] Daniel Royer and eugène Dieulesaint. *Ondes élastiques dans les solides 1*. Éditions Masson, 1997.
- [17] Theodore H. H. Pian. Derivation of element stiffness matrices by assumed stress distributions. *AIAA Journal*, 2(7) :1333–1336, July 1964.
- [18] O. C. Zienkiewicz and I. K. Cheung. *The Finite Element Method in Engineering Science*. McGraw-Hill, 1971. Google-Books-ID : B99RAAAAMAAJ.
- [19] K. K. Gupta and J. L. Meek. A Brief History of the Beginning of the Finite Element Method. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 39(22) :3761–3774, 1996. _eprint : <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/%28SICI%291097-0207%2819961130%2939%3A22%3C3761%3A%3AAID-NME22%3E3.0.CO%3B2-5>.
- [20] M. Hofer, N. Finger, G. Kovacs, J. Schoberl, S. Zaglmayr, U. Langer, and R. Lerch. Finite-element simulation of wave propagation in periodic piezoelectric SAW structures. *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, 53(6) :1192–1201, June 2006. Conference Name : IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control.
- [21] A. Abdollahi, Z. Jiang, and S. A. Arabshahi. Evaluation on mass sensitivity of SAW sensors for different piezoelectric materials using finite-element analysis. *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, 54(12) :2446–2455, December 2007.
- [22] Ying Liu and Ling-tian Gao. Explicit dynamic finite element method for band-structure calculations of 2D phononic crystals. *Solid State Communications*, 144(3-4) :89–93, October 2007.
- [23] S. Yankin, A. Talbi, Y. Du, J.-C. Gerbedoen, V. Preobrazhensky, P. Pernod, and O. Bou Matar. Finite element analysis and experimental study of surface acoustic wave propagation through two-dimensional pillar-based surface phononic crystal. *Journal of Applied Physics*, 115(24) :244508, June 2014.
- [24] Mourad Oudich, Bahram Djafari-Rouhani, Bernard Bonello, Yan Pennec, and Frédéric Sarry. Phononic Crystal Made of Multilayered Ridges on a Substrate for Rayleigh Waves Manipulation. *Crystals*, 7(12) :372, December 2017.
- [25] Alexander H.-D. Cheng and Daisy T. Cheng. Heritage and early history of the boundary element method. *Engineering Analysis with Boundary Elements*, 29(3) :268–302, March 2005.

- [26] Jürgen Mayer, Khaled Khairy, and Jonathon Howard. Drawing an elephant with four complex parameters. *American Journal of Physics*, 78(6) :648–649, June 2010.
- [27] G. H. Golub and C. F. Van Loan. *Matrix computations*. The Johns Hopkins University Press, third edition edition, 1996.
- [28] J O Vasseur, B Djafari-Rouhani, L Dobrzynski, M S Kushwaha, and P Halevi. Complete acoustic band gaps in periodic fibre reinforced composite materials : the carbon/epoxy composite and some metallic systems. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 6(42) :8759–8770, October 1994.
- [29] Simón Villa-Arango, David Betancur Sánchez, Róbinson Torres, Panayiotis Kyriacou, and Ralf Lucklum. Differential Phononic Crystal Sensor : Towards a Temperature Compensation Mechanism for Field Applications Development. *Sensors*, 17(9) :1960, August 2017.
- [30] J. Bonhomme, M. Oudich, B. Djafari-Rouhani, F. Sarry, Y. Pennec, B. Bonello, D. Beyssen, and P. G. Charette. Love waves dispersion by phononic pillars for nano-particle mass sensing. *Applied Physics Letters*, 114(1) :013501, January 2019.
- [31] Florian Maurin, Claus Claeys, Elke Deckers, and Wim Desmet. Probability that a band-gap extremum is located on the irreducible Brillouin-zone contour for the 17 different plane crystallographic lattices. *International Journal of Solids and Structures*, 135 :26–36, March 2018.
- [32] Y.P. Zhao and P.J. Wei. The band gap of 1D viscoelastic phononic crystal. *Computational Materials Science*, 46(3) :603–606, September 2009.
- [33] M. S. Kushwaha, P. Halevi, G. Martínez, L. Dobrzynski, and B. Djafari-Rouhani. Theory of acoustic band structure of periodic elastic composites. *Physical Review B*, 49(4) :2313–2322, January 1994.
- [34] R. Marchal, O. Boyko, B. Bonello, J. Zhao, L. Belliard, M. Oudich, Y. Pennec, and B. Djafari-Rouhani. Dynamics of confined cavity modes in a phononic crystal slab investigated by *in situ* time-resolved experiments. *Physical Review B*, 86(22) :224302, December 2012.
- [35] Tianxi Jiang, Qingbo He, and Zhi-Ke Peng. Enhanced directional acoustic sensing with phononic crystal cavity resonance. *Applied Physics Letters*, 112(26) :261902, June 2018.
- [36] Yu-Xin Liu, Abdelkrim Talbi, Philippe Pernod, and Olivier Bou Matar. Highly Confined Love Waves Modes by Defects States in a Phononic Crystal Based on Holey-SiO₂/ST-Cut Quartz Structure. *EUROSENSORS 2018, Graz, Austria*, 2(13) :729, December 2018.
- [37] M. Oudich, B. Djafari-Rouhani, B. Bonello, Y. Pennec, S. Hemaïdia, F. Sarry, and D. Beyssen. Rayleigh Waves in Phononic Crystal Made of Multilayered Pillars : Confined Modes, Fano Resonances, and Acoustically Induced Transparency. *Physical Review Applied*, 9(3) :034013, March 2018.

-
- [38] Weitao Yuan, Jinfeng Zhao, Bernard Bonello, Bahram Djafari-Rouhani, Xiaoqing Zhang, Yongdong Pan, and Zheng Zhong. Compact Waveguide and Guided Beam Pattern Based on the Whispering-Gallery Mode of a Hollow Pillar in a Phononic Crystal Plate. *Physical Review Applied*, 10(3) :034010, September 2018.
- [39] Jean-Pierre Berenger. A Perfectly Matched Layer for the Absorption of Electromagnetic Waves. *Journal of computational physics*, (114) :185–200, 1994.
- [40] R.B. Topolevsky and M. Redwood. A General Perturbation Theory for Elastic Resonators and Its Application to the Monolithic Crystal Filter. *IEEE Transactions on Sonics and Ultrasonics*, 22(3) :152–161, May 1975.
- [41] Mourad Oudich, Xiaoming Zhou, and M. Badreddine Assouar. General analytical approach for sound transmission loss analysis through a thick metamaterial plate. *Journal of Applied Physics*, 116(19) :193509, November 2014.
- [42] Ping Zhu, Elena Chertova, Julian Bess, Jr. Jeffrey D. Lifson, Larry O. Arthur, Jun Liu, Kenneth A. Taylor, and Kenneth H. Roux. Electron Tomography Analysis of Envelope Glycoprotein Trimers on HIV and Simian Immunodeficiency Virus Virions. 100(26) :15812–15817, December 2003.
- [43] J. Bonhomme, M. Oudich, P. A. Segura Chavez, L. Olive, D. Beyssen, P. G. Charette, and F. Sarry. Theoretical study of a phononic structure for bio-sensing applications. In *2019 IEEE SENSORS*, pages 1–4, October 2019. ISSN : 1930-0395.
- [44] Haekwan Oh, Wen Wang, Keekeun Lee, and Sangsik Yang. Sensitivity evaluation of a Love wave sensor with multilayer structure for biochemical application. In *Microfluidics, BioMEMS, and Medical Microsystems VII*, volume 7207, page 72070R. International Society for Optics and Photonics, February 2009.
- [45] David Rabus. *Résonateurs à ondes élastiques de volume à modes harmoniques élevés (HBARs) pour mesures gravimétriques : application à la détection de gaz*. PhD thesis, Université de Franche-Comté, 2013.
- [46] Jérémy Bonhomme, Mourad Oudich, Bahram Djafari-Rouhani, Frédéric Sarry, Yann Pennec, Bernard Bonello, Denis Beyssen, and Paul G. Charette. Nano-particle mass sensing using phononic pillars. In *2019 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS)*, pages 844–846, October 2019. ISSN : 1948-5719.

Chapitre 3

Étude théorique de la propagation des ondes de Love sous un liquide visqueux

Sommaire

Introduction	87
3.1 Écriture du problème	89
3.1.1 Équations de propagation dans un matériau piézoélectrique anisotrope .	89
3.1.2 Équations de propagation dans un milieu isotrope, avec prise en compte de la viscosité et de la viscoélasticité	92
3.2 Formulation du problème	94
3.2.1 Méthode analytique	94
3.2.1.1 Description de la méthode analytique proposée par Kielczyński	94
3.2.1.2 Résolution des équations sous python	98
3.2.2 Méthode par éléments finis	99
3.2.2.1 Principe de fonctionnement du modèle PDE	100
3.2.2.2 Implémentation des équations dans le modèle éléments finis . .	101
3.3 Résultats de simulation	104
3.3.1 Comparaison des méthodes	104
3.3.2 Résultats du modèle éléments finis pour des structures plus complexes .	107
3.3.2.1 Application au niobate de lithium	108
3.3.2.2 Simulation pour une couche guidante viscoélastique	110

3.3.2.3	Prise en compte d'une électrode dans les simulations	111
Conclusion	115
Bibliographie	117

Introduction

Les SAW transverses et plus particulièrement les ondes de Love sont couramment utilisées pour des applications de biodétection [1, 2, 3]. Elles sont donc amenées à interagir avec des milieux liquides et viscoélastiques au contact de matières biologiques. Les ondes de Love se créent en utilisant une couche guidante à la surface d'un substrat piézoélectrique. Ces ondes sont principalement confinées dans la couche guidante et se déplacent avec un mouvement horizontal de cisaillement perpendiculaire à la direction de propagation. Ce mouvement réduit énormément les pertes d'énergie transportée par l'onde dans le fluide ou la couche biologique qui surmonte la couche guidante. Ainsi, ce type d'onde est très utilisé pour des applications de détection dans les domaines microfluidiques et des laboratoires sur puces [4, 5, 6]. L'essor de ce type de dispositifs de détection rend nécessaire de pouvoir modéliser la propagation des SAW et des ondes de Love dans des systèmes multicouches afin de pouvoir optimiser les systèmes. De nombreux modèles analytiques, proposant des expressions simples de solutions aux équations de propagation, ont été proposés [7, 8, 9]. Des modèles très complets comme celui proposé par Du *et al.* [7] font intervenir la piézoélectricité et l'anisotropie des matériaux. Les modèles ont ensuite été complétés pour prendre en compte la dispersion des ondes de Love et l'influence des effets de la charge d'une couche liquide visqueuse [10, 11, 12, 13, 14].

Cependant, toutes les formulations analytiques proposées sont limitées à des géométries parfaitement stratifiées (sans imperfections) et les équations ne sont résolues que pour les ondes de Love d'ordre zéro [10, 14, 15]. De plus, pour tenir compte de la couche fluide dans les modèles, des simplifications sont apportées aux matériaux. Ils sont généralement considérés comme isotropes et la piézoélectricité est négligée. Les contraintes sur la géométrie imposent de ne pas modéliser les électrodes dans le système. Les effets de masse et de forme des électrodes sont donc négligés. De même, il n'est pas possible avec ces modèles de modéliser une couche guidante poreuse ou rugueuse, ou encore la propagation à travers une structure périodique.

Afin d'évaluer au mieux l'effet d'une couche visqueuse sur les ondes de Love, nous avons construit un modèle basé sur la méthode des éléments finis pour étudier la dispersion des ondes de Love sous les liquides visqueux en incluant le maximum de paramètres. Ce modèle comprend l'anisotropie des matériaux, la piézoélectricité et la viscoélasticité, ainsi que la possibilité d'in-

introduire des discontinuités dans la structure étudiée, telles que l'introduction d'électrodes. Il est également possible d'introduire des matériaux viscoélastiques (type polymères) ou d'interchanger la nature des matériaux des différentes couches sans retravailler la théorie du modèle.

La méthode généralement utilisée pour résoudre ce type de problème est une analyse en fréquences propres qui permet de retrouver la relation entre le nombre d'onde k et la pulsation ω . Cependant, les paramètres de viscosité du fluide et de viscoélasticité dépendent de la fréquence de l'onde. Le mode de résolution en fréquences propres n'est donc pas utilisable. Pour contourner le problème, le mode de résolution sera inversé en résolvant les équations sur le nombre d'onde k à la place de la pulsation ω [16]. La fréquence est alors considérée comme un paramètre d'entrée et les équations sont écrites de manière à résoudre un problème où le nombre d'onde k est la valeur propre. Ce nombre d'onde complexe est directement lié à la vitesse de phase et à l'atténuation de l'onde pour chaque fréquence de fonctionnement.

Dans ce chapitre, nous présenterons le problème complet de la modélisation des ondes de Love dans une structure multicouches en tenant compte de l'anisotropie et de la piézoélectricité des matériaux. Ensuite nous présenterons une méthode analytique classique, inspirée par le modèle de *Kielczyński et al.* [11] qui utilise des approximations pour formuler un problème soluble par les algorithmes analytiques. Nous présenterons ensuite la méthode basée sur les éléments finis que nous avons mis en place en y incluant les différents paramètres d'anisotropie, de piézoélectricité et de viscoélasticité. Enfin, nous comparerons les résultats des deux modèles, puis nous présenterons des résultats pour des structures et matériaux plus complexes.

3.1 Écriture du problème

Pour cette étude, nous considérons une structure classique en deux dimensions ($2D$) pour l'étude de la propagation des ondes de Love surmontée d'une couche de liquide visqueux. La structure est composée d'un substrat piézoélectrique semi-infini, d'une couche guidante fine et d'une couche liquide épaisse (figure 3.1). Plusieurs méthodes analytiques ont été proposées pour modéliser la propagation des ondes de Love dans ce type de structure [8, 9, 11, 12, 13].

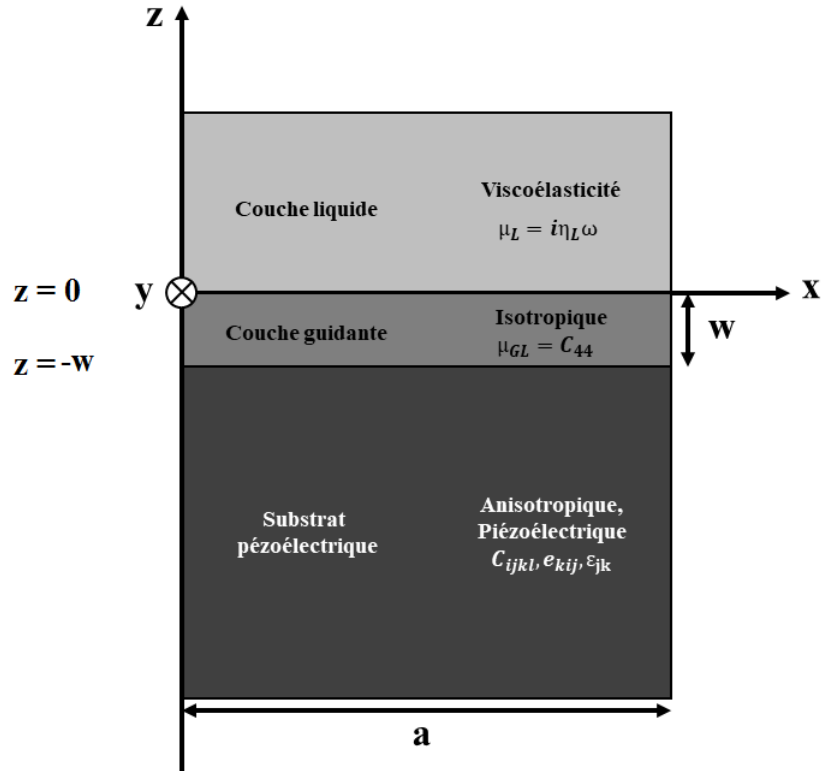


FIGURE 3.1 – Schéma 2D de la structure multicouche composée d'un substrat piézoélectrique, d'une couche guidante d'épaisseur w et d'une couche fluide semi-infinie.

3.1.1 Équations de propagation dans un matériau piézoélectrique anisotrope

Nous partons des équations générales de propagation d'ondes, équations 2.1, 2.2 et 2.3, décrites dans le chapitre précédent (Partie 2.1) ainsi que les notations associées. A cela, il faut ajouter le potentiel électrique ϕ aux composantes du champ de déplacement qui seront calculées. Le système modélisé est bidimensionnel (Figure 3.1), les composantes calculées de potentiel

électrique et du champ de déplacement ne dépendront que des positions x et z dans l'espace, et seront notées :

$$\phi(x, z, t), \quad \mathbf{u} = \begin{pmatrix} u_x(x, z, t) \\ u_y(x, z, t) \\ u_z(x, z, t) \end{pmatrix}. \quad (3.1)$$

Afin de représenter l'effet piézoélectrique, il faut réécrire l'équation de Hooke (Équation 2.3) en prenant en compte les coefficients de piézoélectricité du matériau [17, 18] :

$$T_{ij} = C_{ijkl} \frac{\partial u_l}{\partial x_k} + e_{kij} \frac{\partial \phi}{\partial x_k}. \quad (3.2)$$

À cela on ajoute l'équation d'induction électrique [17, 18] :

$$D_j = e_{jik} \frac{\partial u_i}{\partial x_k} - \varepsilon_{jk} \frac{\partial \phi}{\partial x_k}. \quad (3.3)$$

Dans ces équations ε_{jk} correspond aux coefficients de permittivité diélectrique, e_{kil} aux coefficients piézoélectriques et D_j aux composantes de l'induction électrique (*Electrical displacement field*), qui sont indexés sur les trois directions de l'espace comme dans la partie 2.1 : $(i, j, k, l) \in \{1; 2; 3\}$. Pour un solide non conducteur, on a $\nabla \cdot \mathbf{D} = 0$. Le système étant réduit à deux dimensions, les grandeurs physiques sont considérées invariantes suivant l'axe y , ce qui revient à rendre nulles les dérivées suivant y ($\frac{\partial}{\partial y} = 0$). De plus, nous nous intéressons au déplacement des ondes de Love, nous considérerons ainsi uniquement le déplacement suivant l'axe $x_2 = y$. En développant les équations 3.2 et $\nabla \cdot \mathbf{D} = 0$, nous arrivons aux équations suivantes :

$$\begin{aligned}
 \rho \frac{\partial^2 u_y}{\partial t^2} &= \frac{\partial T_{21}}{\partial x} + \frac{\partial T_{23}}{\partial z} \\
 0 &= e_{16} \frac{\partial^2 u_y}{\partial x^2} + e_{14} \frac{\partial^2 u_y}{\partial x \partial z} + e_{36} \frac{\partial^2 u_y}{\partial z \partial x} + e_{34} \frac{\partial^2 u_y}{\partial z^2} \\
 &\quad - \varepsilon_{11} \frac{\partial^2 \phi}{\partial x^2} - \varepsilon_{13} \frac{\partial^2 \phi}{\partial x \partial z} - \varepsilon_{31} \frac{\partial^2 \phi}{\partial z \partial x} - \varepsilon_{33} \frac{\partial^2 \phi}{\partial z^2},
 \end{aligned} \tag{3.4}$$

avec :

$$\begin{aligned}
 \frac{\partial T_{21}}{\partial x} &= C_{66} \frac{\partial^2 u_y}{\partial x^2} + C_{64} \frac{\partial^2 u_y}{\partial x \partial z} + e_{16} \frac{\partial^2 \phi}{\partial x^2} + e_{36} \frac{\partial^2 \phi}{\partial z \partial x} \\
 \frac{\partial T_{23}}{\partial z} &= C_{46} \frac{\partial^2 u_y}{\partial z \partial x} + C_{44} \frac{\partial^2 u_y}{\partial z^2} + e_{14} \frac{\partial^2 \phi}{\partial z \partial x} + e_{34} \frac{\partial^2 \phi}{\partial z^2}.
 \end{aligned} \tag{3.5}$$

Pour résoudre ces équations, on considère une propagation harmonique de la forme $u_y(x, z, t) = U_y(x, z)e^{i(\omega t - kx)}$ et $\phi(x, z, t) = \Phi(x, z)e^{i(\omega t - kx)}$, où ω est la fréquence angulaire et k le nombre d'onde complexe. Les paramètres U_y et Φ vérifient les conditions de Floquet tel que : $U_y(x+a, z) = U_y(x, z)$ et $\Phi(x+a, z) = \Phi(x, z)$, avec a la taille du domaine d'étude sur l'axe x (Figure 3.1). En remplaçant, u_y et ϕ dans les équations 3.4 et 3.5, on obtient pour l'équation du mouvement :

$$\begin{aligned}
 -\rho U_y \omega^2 &= C_{66} \frac{\partial^2 U_y}{\partial x^2} - 2ikC_{66} \frac{\partial U_y}{\partial x} - k^2 C_{66} U_y + C_{64} \frac{\partial^2 U_y}{\partial x \partial z} - ikC_{64} \frac{\partial U_y}{\partial z} + C_{46} \frac{\partial^2 U_y}{\partial z \partial x} \\
 &\quad - ikC_{46} \frac{\partial U_y}{\partial z} + C_{44} \frac{\partial^2 U_y}{\partial z^2} + e_{16} \frac{\partial^2 \Phi}{\partial x^2} - 2ike_{16} \frac{\partial \Phi}{\partial x} - k^2 e_{16} \Phi \\
 &\quad + e_{36} \frac{\partial^2 \Phi}{\partial z \partial x} - ik e_{36} \frac{\partial \Phi}{\partial z} + e_{14} \frac{\partial^2 \Phi}{\partial z \partial x} - ik e_{14} \frac{\partial \Phi}{\partial z} + e_{34} \frac{\partial^2 \Phi}{\partial z^2},
 \end{aligned} \tag{3.6}$$

et à partir de la formule d'induction pour un solide non conducteur :

$$\begin{aligned}
 0 &= e_{16} \frac{\partial^2 U_y}{\partial x^2} - 2ike_{16} \frac{\partial U_y}{\partial x} - k^2 e_{16} U_y + e_{14} \frac{\partial^2 U_y}{\partial x \partial z} - ik e_{14} \frac{\partial U_y}{\partial z} + e_{36} \frac{\partial^2 U_y}{\partial z \partial x} \\
 &\quad - ik e_{36} \frac{\partial U_y}{\partial z} + e_{34} \frac{\partial^2 U_y}{\partial z^2} - \varepsilon_{11} \frac{\partial^2 \Phi}{\partial x^2} + 2ik \varepsilon_{11} \frac{\partial \Phi}{\partial x} + k^2 \varepsilon_{11} \Phi \\
 &\quad - \varepsilon_{13} \frac{\partial^2 \Phi}{\partial x \partial z} + ik \varepsilon_{13} \frac{\partial \Phi}{\partial z} - \varepsilon_{31} \frac{\partial^2 \Phi}{\partial z \partial x} + ik \varepsilon_{31} \frac{\partial \Phi}{\partial z} - \varepsilon_{33} \frac{\partial^2 \Phi}{\partial z^2}.
 \end{aligned} \tag{3.7}$$

Ces équations décrivent la propagation d'une onde de Love en prenant en compte l'anisotropie et la piezoélectricité du matériau.

3.1.2 Équations de propagation dans un milieu isotrope, avec prise en compte de la viscosité et de la viscoélasticité

Dans un milieu isotrope et non piézoélectrique, les coefficients piézoélectriques sont posés nuls, et le tenseur de rigidité élastique peut être ramené au module de cisaillement μ (Figure 3.1). Le module de cisaillement correspond au second coefficient de Lamé qui peut être obtenu pour un matériau isotrope par les formules :

$$\mu = C_{44} = \frac{C_{11} - C_{12}}{2} = \frac{E}{2(1 + \nu)}, \quad (3.8)$$

où E et ν correspondent respectivement au module d'Young et au coefficient de poisson du matériau. En reprenant le raisonnement à partir des équations 3.2 et 3.3 présentés pour un matériau anisotrope piézoélectrique, on trouve les équations de propagation régissant un matériau isotrope. Pour l'équation du mouvement :

$$-\rho U_y \omega^2 = \mu \left(\frac{\partial^2 U_y}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 U_y}{\partial z^2} \right) - 2ik\mu \frac{\partial U_y}{\partial x} - \mu k^2 U_y, \quad (3.9)$$

et pour l'équation d'induction :

$$0 = -\varepsilon_{11} \frac{\partial^2 \Phi}{\partial x^2} + 2ik\varepsilon_{11} \frac{\partial \Phi}{\partial x} + k^2 \varepsilon_{11} \Phi - \varepsilon_{33} \frac{\partial^2 \Phi}{\partial z^2}. \quad (3.10)$$

Pour exprimer la viscoélasticité d'un matériau, nous avons choisi d'utiliser le modèle de viscoélasticité de Kelvin-Voigt [19, 20, 21]. Ce modèle peut être représenté par la mise en parallèle d'un amortisseur visqueux et d'un ressort (Figure 3.2) de manière à ce que les contraintes vues par les deux éléments soient les mêmes. Lorsqu'une force constante est appliquée sur le système, la déformation est d'abord absorbée par l'amortisseur jusqu'à un maximum de déplacement. À mesure que la déformation augmente, la contribution du ressort augmente jusqu'à une tension

maximale. Le taux de déformation décroît alors de façon exponentielle jusqu'à zéro. Le système atteint donc un maximum de déplacement au bout d'un temps τ , appelé temps de relaxation : $\tau = \mu/\eta$ où η est la viscosité dynamique du matériau exprimé en *Pa.s*. Ce modèle considère la déformation complètement élastique, et donc après la relaxation du matériau, il retrouve son état initial.

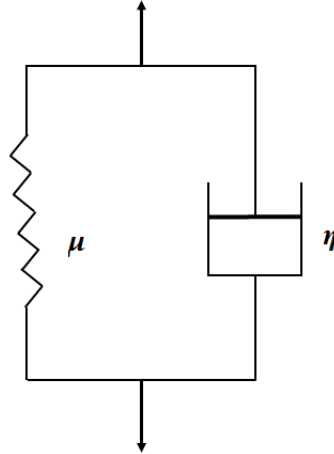


FIGURE 3.2 – Représentation schématique du modèle de viscoélasticité de Kelvin-Voigt.

Le modèle de Kelvin-Voigt permet dans notre cas d'exprimer pour le matériau un module de cisaillement complexe qui fait intervenir le coefficient de viscosité dynamique η . Il se décompose en un module de stockage, de valeur constante, correspondant au module de cisaillement μ et d'un module de perte proportionnel à la fréquence :

$$\begin{cases} \mu^* = g' + ig'' \\ g' = \mu \\ g'' = \eta\omega \end{cases}, \quad (3.11)$$

Pour modéliser la couche viscoélastique, nous prendrons les mêmes expressions que pour un matériau isotrope (Équations 3.9 et 3.10) en remplaçant le module de cisaillement par le module de cisaillement complexe (Équation 3.11). Le modèle de Kelvin-Voigt, permet également d'exprimer avec la même formulation (Équation 3.11) le caractère visqueux d'un liquide. Dans

ce cas, le module de stockage g' est nul, ce qui donne :

$$\mu^* = ig'' = i\eta\omega, \quad (3.12)$$

3.2 Formulation du problème

Dans cette partie, nous reprendrons les équations écrites dans la partie précédente afin de mettre en place une modélisation de la propagation des ondes de Love incluant tous les paramètres. Nous comparerons nos résultats avec une méthode analytique déjà connue et publiée par Kielczyński *et al.* [11] que nous avons reproduite et que présentons en premier lieu.

3.2.1 Méthode analytique

3.2.1.1 Description de la méthode analytique proposée par Kielczyński

Le modèle analytique proposé par Kielczyński *et al.* [11] reprend la géométrie en 2D présentée en figure 3.1 en considérant les différentes couches isotropes et en négligeant la piézoélectricité du matériau substrat. De plus, la couche liquide est considérée semi-infinie. Cela simplifie donc les équations 3.1 et 3.2. Le paramètre de potentiel est nul en tout point du système ($\phi(x, z, t) = 0$) et l'équation de Hooke devient :

$$T_{ij} = C_{ijkl} \frac{\partial u_i}{\partial x_k}.$$

On obtient donc une équation de propagation pour chaque couche qui dépendra des paramètres matériaux utilisés (ρ la densité et μ le module de cisaillement) ainsi que des vitesses dans

le substrat ($v_{substrat}$) et dans la couche guidante (v_{GL}) :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{1}{v_{substrat}^2} \frac{\partial u_y^2}{\partial t^2} = \left(\frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2} \right) u_y : \text{substrat} \\ \frac{1}{v_{GL}^2} \frac{\partial u_y^2}{\partial t^2} = \left(\frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2} \right) u_y : \text{couche guidante} \\ \frac{\partial v_y}{\partial t} = \frac{\eta}{\rho_l} \left(\frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2} \right) v_y : \text{couche liquide} \end{array} \right. \quad (3.13)$$

Les vitesses du substrat et de la couche guidante sont estimés avec la formule $v = \sqrt{\mu/\rho}$. Dans l'équation de la couche liquide, v_y est le champ de vitesse dans le liquide visqueux et est régi par les équations de Navier-Stokes.

Dans les équations 3.13 pour la couche guidante, on peut poser que le champ de déplacement u_y pour l'onde de Love peut être décrit par l'équation :

$$u_y = W(z) \cdot e^{i(k \cdot x - \omega t)}, \quad (3.14)$$

où k est le nombre d'onde complexe, ω la pulsation et $W(z)$ une fonction représentant l'amplitude de l'onde sur la direction verticale. En remplaçant l'expression de u_y dans l'équation 3.13 de la couche guidante, on obtient :

$$\ddot{W}(z) - (k_{GL}^2 - k^2)W(z) = 0.$$

La solution de cette équation différentielle peut être écrite :

$$W(z) = C_1 \cdot \sin(q \cdot z) + C_2 \cdot \cos(q \cdot z), \quad (3.15)$$

où $q = \sqrt{k_{GL}^2 - k^2}$, $k_{GL} = \omega/v_{GL}$ et C_1, C_2 sont des constantes arbitraires.

De la même manière, pour le substrat on pose :

$$u_y = U(z)e^{i(k.x - \omega t)}. \quad (3.16)$$

En substituant cette expression avec l'équation 3.13 du substrat on arrive à l'équation différentielle pour $U(z)$:

$$\ddot{U}(z) - (k^2 - k_{\text{substrat}}^2).U(z) = 0.$$

La solution choisie pour cette équation est :

$$U(z) = C_3.e^{b.z}, \quad (3.17)$$

où $b = \sqrt{k^2 - k_{\text{substrat}}^2}$, $k_{\text{substrat}}^2 = \omega/v_{\text{substrate}}$ et C_3 une constante arbitraire.

Finalement pour la couche liquide, on pose le champ de vitesse :

$$v_y = V(z)e^{i(k.x - \omega t)}. \quad (3.18)$$

En substituant cette expression avec l'équation 3.13 de la couche liquide, on arrive à l'équation différentielle pour $V(z)$:

$$\ddot{V}(z) - (k^2 - j\omega\frac{\rho}{\eta})V(z) = 0,$$

dont la solution est :

$$V(z) = C_4 e^{-\lambda z}, \quad (3.19)$$

avec $\lambda = \sqrt{k^2 - j\omega\rho/\eta}$.

Aux interfaces entre la couche guidante et le substrat et entre la couche guidante et le liquide, il faut définir des conditions de continuités sur le champ de déplacement et les fonctions W, U et V . Pour l'interface liquide solide, on a :

$$\left. \frac{\partial u_y^{GL}}{\partial z} \right|_{z=0} = v_y|_{z=0} \quad (3.20)$$

$$\mu_{GL} \left. \frac{\partial u_y^{GL}}{\partial z} \right|_{z=0} = \eta \left. \frac{\partial v_y}{\partial z} \right|_{z=0} \quad (3.21)$$

La forme développée de l'équation 3.21 s'écrit :

$$C_1 \cdot \mu_{GL} \cdot q = C_4 \cdot \eta \cdot \lambda$$

Pour l'interface substrat couche guidante, on a :

$$u_y^{GL}|_{z=-w} = u_y^{substrat}|_{z=-w} \quad (3.22)$$

$$\mu_{GL} \left. \frac{\partial u_y^{GL}}{\partial z} \right|_{z=-w} = \mu_{substrat} \left. \frac{\partial u_y^{substrat}}{\partial z} \right|_{z=-w} \quad (3.23)$$

La forme développée de l'équation 3.23 s'écrit :

$$C_1 \cdot \mu_{GL} \cdot q \cdot \cos(-q \cdot w) - C_2 \cdot \mu_{GL} \cdot Q \cdot \sin(-q \cdot w) = -C_3 \cdot \mu_{substrat} \cdot b \cdot e^{b \cdot w}.$$

Ces différentes équations serviront à évaluer la vitesse et l'atténuation des ondes de Love dans la structure multicouches. Les principales approximations de cette approche sont :

- La non prise en compte de l'anisotropie et de la piézoélectricité.
- La résolution au premier ordre des équations différentielles partielles qui donne une approximation la forme réelle des champs de déplacement et de la vitesse.

Ces équations seront résolues via un code *Python* qui a été développé dans le cadre de cette thèse.

3.2.1.2 Résolution des équations sous python

En reprenant les équations de la partie précédente, on substitue les équations des champs de vitesse et de déplacement des différentes couches dans les équations des conditions aux limites, on arrive à quatre systèmes d'équations qui permettent d'évaluer les constantes C_1, C_2, C_3 et C_4 . Cela permet d'arriver à l'équation de dispersion complexe suivante :

$$\sin(qw) \cdot (\mu_{GL}^2 \cdot q^2 + \mu_{substrat} \cdot b \cdot \lambda \cdot j \omega \eta) - \cos(qw) \cdot (\mu_{GL} \cdot \mu_{substrat} \cdot b \cdot q - \mu_{GL} \cdot q \cdot \lambda \cdot j \omega \eta) = 0. \quad (3.24)$$

Les parties réelle et imaginaire de l'équation de dispersion peuvent être séparées. On obtient alors un système de deux équations dont les inconnues seront k le vecteur d'onde et α l'atténuation :

$$\begin{cases} A(\mu_{GL}, \rho_{GL}, \mu_{substrat}, \rho_{substrat}, \eta, \rho_{liquide}, w, k, \alpha) = 0 \\ B(\mu_{GL}, \rho_{GL}, \mu_{substrat}, \rho_{substrat}, \eta, \rho_{liquide}, w, k, \alpha) = 0 \end{cases}.$$

Le code *Python* développé pour résoudre ce problème est présenté en annexe A.

Ce système d'équation sera résolu en utilisant la méthode de Newton qui consiste à trouver les racines du système d'équation (correspondant ici au vecteur $K = (k, \alpha)$ en traçant la tangente et

en prenant les points d'intersection avec l'origine comme nouveau point de départ. L'algorithme continue ainsi jusqu'à converger vers la valeur recherchée.

Cet algorithme est très puissant et il converge vite vers la valeur cible. Cependant, pour que le calcul puisse converger rapidement, la valeur initiale donnée pour lancer le calcul doit être très proche de la solution recherchée ($k - k_{initial} < |10^{-4}|$). Cela oblige à rechercher en amont, la valeur initiale pour pouvoir lancer le calcul. Pour cela, nous recherchons une estimation de la valeur initiale de k en utilisant la méthode de bisection, qui consiste à rechercher un zéro de fonction de manière itérative en séparant le domaine d'application de la fonction en deux et en sélectionnant la partie où existe le zéro. Cette méthode est appliquée sur la forme développée de l'onde de Love dans un système bicouche (substrat/couche guidante) :

$$\tan(w\sqrt{k_{GL}^2 - k^2}) - \frac{\mu_{substrat}}{\mu_{GL}} \cdot \sqrt{\frac{k^2 - k_{substrat}^2}{k_{GL}^2 - k^2}} = 0,$$

où $k_{GL} = \omega/v_{GL} = \omega/\sqrt{\mu_{GL}/\rho_{GL}}$ est le vecteur d'onde dans la couche guidante seule, et $k_{substrat} = \omega/v_{substrat} = \omega/\sqrt{\mu_{substrat}/\rho_{substrat}}$ est le vecteur d'onde dans le substrat seul.

Une fois la valeur initiale obtenue, le calcul peut être lancé en faisant varier soit l'épaisseur de la couche guidante, soit la fréquence, ou la viscosité du liquide. La vitesse de l'onde est déterminée par $v_{Love} = \omega/k$ et l'atténuation est directement la partie imaginaire du nombre d'onde α trouvée.

Nous avons tout d'abord utilisé les mêmes matériaux que dans l'étude de Kiełczyński (substrat en acier, couche guidante en cuivre et couche liquide d'eau) [11] afin de valider le modèle par la reproduction de résultats existants dans la littérature et ce, avant de passer aux matériaux qui nous intéressent.

3.2.2 Méthode par éléments finis

Sous Comsol, le module *General Partial Differential Equations* (abrégé en **PDE**) permet de modéliser un problème physique directement à partir des équations physiques. Cela permet à l'utilisateur de coupler manuellement différents domaines de la physique ou de prendre en

compte des systèmes d'équations interdépendants pour lesquels il est difficile de faire varier tous les paramètres.

3.2.2.1 Principe de fonctionnement du modèle PDE

Les équations aux dérivées partielles décrivent les variations d'un système plutôt que son état dans l'espace et le temps. C'est-à-dire que les équations décrivent les changements de plusieurs variables indépendantes, par exemple une variation d'un système dans le temps et l'espace. En supposant que nous connaissons la solution d'un système à un temps t et toutes ses positions spatiales, nous pouvons utiliser les équations aux dérivées partielles pour estimer numériquement la solution après une petite variation dans le temps et ses positions.

Le module PDE utilise la formulation suivante [22, 23] :

$$e_a \frac{\partial^2 \mathbf{U}}{\partial t^2} + d_a \frac{\partial \mathbf{U}}{\partial t} - \nabla \cdot (c \nabla \mathbf{U} + \alpha \mathbf{U} - \gamma) + \beta \cdot \nabla \mathbf{U} + a \mathbf{U} = f. \quad (3.25)$$

Les termes \mathbf{U} correspondent au vecteur de déplacement du système.

Cette équation peut être mise en correspondance avec les équations générales de propagation pour les différents domaines de la physique, dans notre cas, l'équation 2.7. Les différents coefficients portent donc les noms relatifs aux équations générales de la physique :

- e_a est le coefficient de masse
- d_a est le coefficient d'atténuation
- c est le coefficient de diffusion
- α est le coefficient de convection de flux conservateur
- β est le coefficient de convection
- a est le coefficient d'absorption
- γ est le terme source de flux conservateur
- f est le terme source

Dans notre cas, la résolution de l'équation 3.25 est effectuée avec un mode de calcul en valeur propre avec les valeurs λ inconnues correspondant aux vecteurs d'onde. Cette équation s'écrit alors sous la forme d'un polynôme [22] :

$$\lambda^2 e_a \mathbf{U} + \lambda d_a \mathbf{U} - \nabla \cdot (c \nabla \mathbf{U} + \alpha \mathbf{U} - \gamma) + \beta \cdot \nabla \mathbf{U} + a \mathbf{U} = f \quad (3.26)$$

Cette formulation correspond dans notre cas à une inversion d'un problème aux valeurs propres. En effet, dans un problème aux valeurs propres classique, la valeur du vecteur d'onde est donnée en entrée du système et on calcule la fréquence propre du système en fonction du vecteur d'onde. Dans notre cas, la fréquence est fixée en tant qu'une valeur d'entrée et le nombre d'onde k constituera la valeur propre recherchée et calculée.

3.2.2.2 Implémentation des équations dans le modèle éléments finis

Pour simuler la structure à trois couches présentée dans la figure 3.1 avec le modèle PDE, nous reprenons les équations 3.6, 3.7, 3.9 et 3.10. L'objectif est d'identifier les différentes grandeurs de ces équations afin de les réécrire sous la forme d'une équation quadratique en valeur propre suivant la forme déterminée par le modèle PDE (équation 3.26). Il est à noter que les équations écrites dans la partie 3.1 font intervenir des grandeurs que l'on ne peut pas mettre en relation avec la forme d'équation du modèle PDE (les termes en $\frac{\partial U_y}{\partial x}$, $\frac{\partial U_y}{\partial z}$, $\frac{\partial \Phi}{\partial x}$ et $\frac{\partial \Phi}{\partial z}$).

Pour pouvoir simuler la structure, il faut introduire un vecteur \mathbf{U} pour le déplacement et de champ de potentiel qui inclura les grandeurs de calcul :

$$\mathbf{U} = \left[U_y, \frac{\partial U_y}{\partial x}, \frac{\partial U_y}{\partial z}, \Phi, \frac{\partial \Phi}{\partial x}, \frac{\partial \Phi}{\partial z} \right]. \quad (3.27)$$

Avec ce vecteur, le problème se pose sous la forme quadratique :

$$0 = a \mathbf{U} + k^2 e_a \mathbf{U} - k d_a \mathbf{U} - C \nabla^2 \mathbf{U} + \beta \nabla \mathbf{U},$$

où le vecteur d'onde k est la valeur propre du problème. L'identification des paramètres des équations ainsi que les matrices a , e_a , d_a , C et β sont présentée en annexe B pour les cas d'une

couche piézoélectrique anisotrope et d'une couche isotrope (qui peut être solide rigide, solide viscoélastique ou liquide visqueux).

Le calcul est effectué sur le domaine présenté en figure 3.1. La largeur du domaine a choisi est estimé à une demi longueur d'onde $a = \lambda_{Love}/2 = V_{Love}/2f$, avec f la fréquence choisie et V_{Love} la vitesse de l'onde de Love dans le cas d'un système substrat/couche guidante sans couche fluide. Cette vitesse peut être évaluée par : $V_{Love} = \sqrt{V_{substrate}V_{GL}}$ avec $V_{substrate}$ et V_{GL} la vitesse de l'onde transverse respectivement dans le substrat et dans la couche guidante. Par exemple, dans notre premier cas, nous utilisons une couche guidante de SiO₂ sur un substrat de quartz coupe ST. On a donc $V_{GL} = 3009.3$ m/s et $V_{substrat} = \sqrt{(C_{66} + e_{34}^2/\epsilon_{33})/\rho_{substrat}} = 5052.2$ m/s (avec C_{66} , e_{34} , ϵ_{33} et $\rho_{substrat}$ les coefficients du substrats présentés dans le tableau 3.1). On obtient une vitesse pour l'onde de Love de $V_{Love} = 3899.2$ m/s.

Enfin, avec la fréquence de fonctionnement de 250 MHz choisie pour cette étude, on obtient un paramètre $a = 7.8$ μm . Pour la construction du modèle, nous choisissons une épaisseur de substrat de $10a$ et de $2a$ pour la couche liquide ce qui correspond à des épaisseurs suffisantes pour éviter les effets des deux frontières supérieure et inférieure du domaine du calcul.

Sous le logiciel *Comsol*, le substrat est considéré d'épaisseur finie. Une condition de déplacement nul est appliquée à sa base ($U_y = 0$). De plus, de part et d'autre du domaine (suivant la direction x), des conditions périodiques sont appliquées pour le champ de déplacement et le potentiel. Enfin, des conditions aux frontières sont appliquées au niveau des interfaces entre le substrat et la couche guidante :

$$\begin{aligned} \Phi|_{z=-w}^{\text{substrat}} &= \Phi|_{z=-w}^{\text{couche guidante}} \quad \text{et} \quad D_z|_{z=0}^{\text{substrat}} = D_z|_{z=0}^{\text{couche guidante}} \\ u_y|_{z=-w}^{\text{substrat}} &= u_y|_{z=-w}^{\text{couche guidante}} \quad \text{et} \quad T_{i3}|_{z=0}^{\text{substrat}} = T_{i3}|_{z=0}^{\text{couche guidante}} \end{aligned} \quad (3.28)$$

Entre la couche guidante et le fluide, on considère la contrainte normales nulles et la continuité des contraintes transverses T_{13} et T_{23} :

$$T_{33}|_{z=0}^{\text{couche guidante}} = 0. \quad (3.29)$$

Les conditions aux limites de continuités sont appliquée par défaut par le logiciel. Pour imposer d'autres conditions, il faut les ajouter manuellement.

Le modèle PDE retourne un grand nombre de solutions répondant au problème posé. Afin de sélectionner la solution correspondant à l'onde de Love, nous utilisons un paramètre de sélection (SP) :

$$SP = \frac{\int_{-w \leq y \leq 0} |U_y|^2}{\int_{y \leq 0} |U_y|^2}. \quad (3.30)$$

Le paramètre SP compare la moyenne de l'amplitude du déplacement dans la couche guidante ($-w \leq y \leq 0$) à la moyenne de l'amplitude du déplacement sur le domaine de simulation ($y \leq 0$). Pour les ondes de Love, le champ de déplacement est majoritairement confiné à l'intérieur de la couche guidante et il s'annule dans le substrat en s'éloignant de la surface. Le numérateur $\int_{-w \leq y \leq 0} |U_y|^2$ sera donc proche du dénominateur $\int_{y \leq 0} |U_y|^2$, et donc le paramètre SP sera proche de 1. Pour les modes de volumes, le paramètre SP sera très inférieur à 1 car le champ de déplacement est entièrement réparti sur le domaine.

La figure 3.3 montre le champ de déplacement et le potentiel électrique calculés par notre modèle numérique et confinés dans la couche de guidage pour l'onde de Love.

La valeur du vecteur d'onde complexe retenue permet d'évaluer la vitesse de phase et l'atténuation de l'onde de Love en utilisant les équations suivantes :

$$V_L = \frac{\omega}{Re(k)}, \quad (3.31)$$

$$Attenuation = Im(k). \quad (3.32)$$

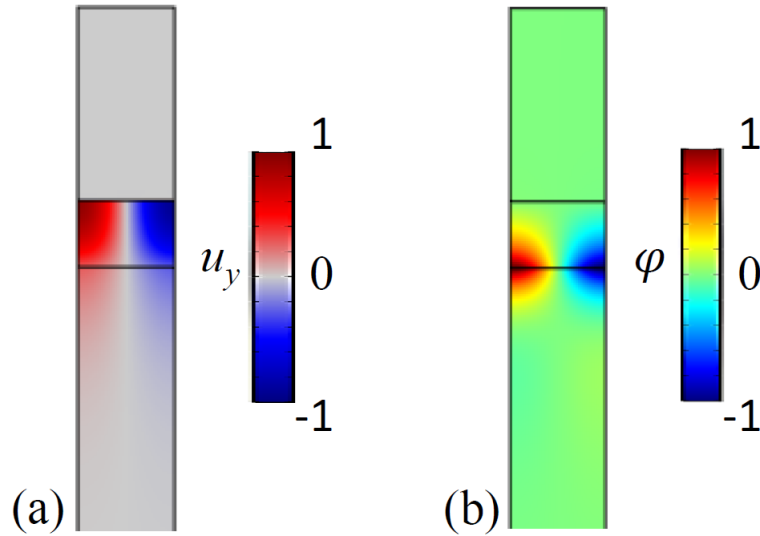


FIGURE 3.3 – Résultats obtenu par la simulation numérique pour le champ de déplacement u_y et le champ de potentiel ϕ .

3.3 Résultats de simulation

3.3.1 Comparaison des méthodes

Tout d'abord, nous avons comparé les résultats du modèle analytique repris de Kielczyński [11] pour une onde de Love se propageant dans une structure à trois couches telle que celle décrite dans la figure 3.1. Nous rappelons que le modèle analytique ne prend pas en compte l'anisotropie et la piézoélectricité du substrat. Nous avons réalisé différentes simulations en faisant varier l'épaisseur de la couche guidante, la fréquence de travail et la viscosité de la couche liquide. Pour comparer les modèles numérique et analytique, la première structure étudiée est composée d'un substrat de quartz-ST, d'une couche de silice (SiO_2) et d'une couche d'eau liquide. Les paramètres utilisés dans les simulations FEM sont présentés dans le tableau 3.1. Dans le calcul analytique, nous reprenons les valeurs du tableau 3.1 pour les densités des matériaux et la viscosité η de l'eau. Le module transverse du SiO_2 (μ_{SiO_2}) correspond au paramètre C_{44} (SiO_2). Pour le substrat piézoélectrique, le module transverse $\mu_{\text{quartz}} = C_{66}(\text{quartz})$. Comme la structure est un empilement de couches régulières, nous choisissons d'utiliser un maillage sous la forme d'une distribution de mailles carrées.

Nous avons d'abord étudié la vitesse de phase et l'atténuation des ondes en fonction de

TABLE 3.1 – Paramètres des matériaux utilisés pour les calculs FEM [17, 24]

Paramètres	Unités	Quartz ST-cut	SiO ₂	Eau
C_{44}	$10^{10} N/m$	3.033	1.995	
C_{64}		-0.761		
C_{66}		6.746		
e_{16}	C/m^2	0.099		
e_{36}		0.1071		
e_{14}		0		
e_{34}		0.0720		
e_{15}		0		
e_{35}		0		
ϵ_{11}		$10^{-11} F/m$	4.0171	3.718
ϵ_{13}	-0.897		0	0
ϵ_{33}	4.0029		3.718	69.51
ρ	kg/m^3	2648	2203	1000
η	$Pa.s$			$8.9 \cdot 10^{-2}$

l'épaisseur de la couche de guidage à la fréquence de fonctionnement de 250 MHz qui correspond à une fréquence d'intérêt dans l'étude du chapitre précédent (Fig. 3.4 a), puis en fonction de la fréquence pour une épaisseur fixe de $4.2 \mu m$ (Fig. 3.4 b). Dans les deux cas, nous observons une bonne concordance entre les résultats analytiques du modèle de Kielczyński et ceux issus du calcul numérique. La vitesse de phase de l'onde de Love diminue à mesure que l'épaisseur de la couche guidante augmente (de la valeur de vitesse dans le substrat jusqu'à la valeur dans la couche guidante), tandis que l'atténuation connaît un maximum autour de $3.8 \mu m$ ce qui correspond environ à un tiers de la longueur d'onde. À cette épaisseur, l'atténuation atteint un maximum de $800 Np/m$ dans l'eau. Comme notre modèle prend en compte la piézoélectricité (contrairement au modèle de Kielczyński), nous pouvons confirmer que l'effet est négligeable sur l'atténuation causée par la viscosité de l'eau. Cependant, la piézoélectricité ne peut plus être négligée lors de l'évaluation de la vitesse de phase pour une épaisseur w inférieure à $2.2 \mu m$ à 250 MHz (Fig. 3.4 a), et également aux fréquences inférieures à 150 MHz pour $w = 4.2 \mu m$ (3.4 b). En effet, lorsque l'épaisseur de la couche guidante devient faible, sa contribution à la vitesse de l'onde diminue, et donc la vitesse de phase de l'onde de Love se rapproche de la vitesse dans le substrat piézoélectrique. L'expression complète de la vitesse transverse de l'onde acoustique dans un substrat piézoélectrique fait intervenir les coefficients piézoélectriques [17] :

$$v_{piezo}n_i = \sqrt{\left(\Gamma_{il} + \frac{\gamma_i \gamma_l}{\varepsilon_{jk}n_j n_k}\right)n_l},$$

avec $\Gamma_{il} = C_{ijkl}n_j n_k$ et $\gamma_i = e_{kij}n_j n_k$,

où les paramètres n_i correspondent à la polarisation de l'onde se propageant selon une direction choisie. Il est donc logique d'observer une différence entre les deux simulations pour des épaisseurs de couche guidante faibles. De même, lorsque la fréquence diminue, la longueur d'onde augmente. Pour les faibles fréquences, l'épaisseur de la couche guidante nécessaire au bon confinement de l'onde de Love est donc plus importante. Dans les calculs, cette épaisseur était fixée, donc la contribution du substrat piézoélectrique est là aussi plus importante. Il est ainsi logique que la prise en compte de la piézoélectricité dans le modèle donne une estimation de la vitesse de phase légèrement différente.

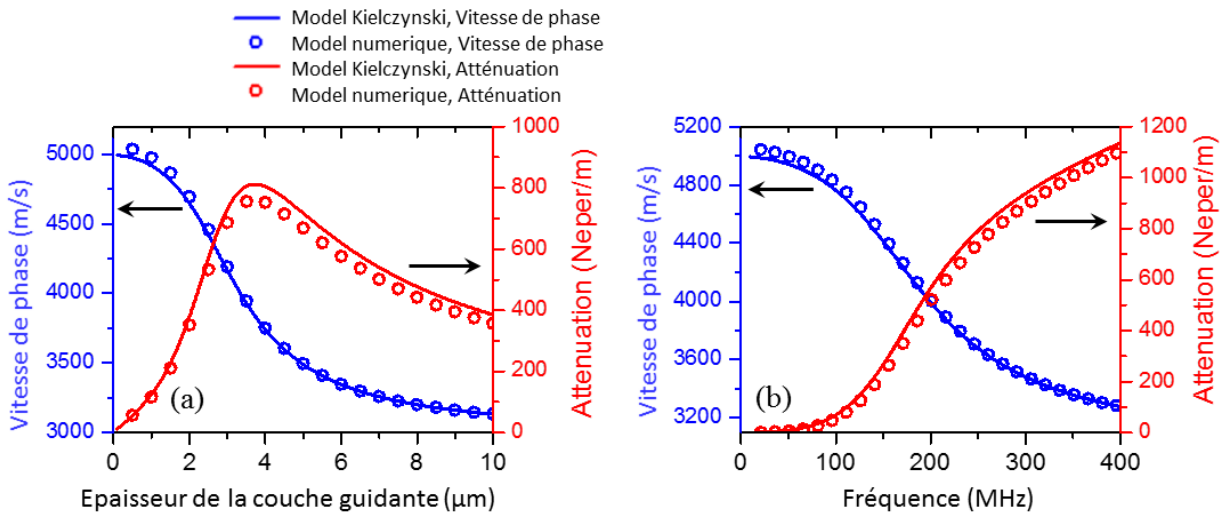


FIGURE 3.4 – Évolution de la vitesse de phase et de l'atténuation de l'onde de Love en fonction de l'épaisseur w de la couche guidante à 250 MHz (a) et de la fréquence pour une couche guidante $w = 4.2 \mu m$ (b).

Nous avons également comparé les résultats de notre modèle numérique avec ceux fournis par le modèle analytique pour évaluer la vitesse de phase et l'atténuation des ondes en fonction de la viscosité du fluide. Dans ce cas les paramètres de calculs sont fixés : une épaisseur de 4.2

μm et une fréquence de 250 MHz (figure 3.5 a et b). On observe que les deux modèles divergent pour des valeurs de viscosité supérieures à 1.2 Pa.s dans le cas de la vitesse de phase et 2.5 Pa.s pour l'atténuation.

Les divergences entre les résultats analytiques et FEM peuvent être expliquées par les approximations prises lors de l'écriture de la forme développée des équations utilisées permettant de résoudre le modèle analytique. En effet, le calcul FEM utilisant directement les formes différentielles des équations, le problème est résolu à un ordre plus grand que les modèles analytiques qui sont généralement limités à l'ordre zéro [10, 14, 15]. Cependant, la divergence apparaît pour des valeurs de viscosité très importantes qui ne sont que peu utiles dans les études de capteurs SAW pour des applications de biodétection. Par exemple, la viscosité du glycérol pur est proche de 1 Pa.s [25, 26] et celle du miel à température ambiante est comprise entre 5 et 20 Pa.s [27]. Les modèles analytiques sont donc parfaitement utilisables pour des variations classiques de viscosité dans la couche liquide, mais si la viscosité intervient plutôt pour un matériau rigide à forte viscosité il peut exister des différences significatives dans les résultats obtenus.

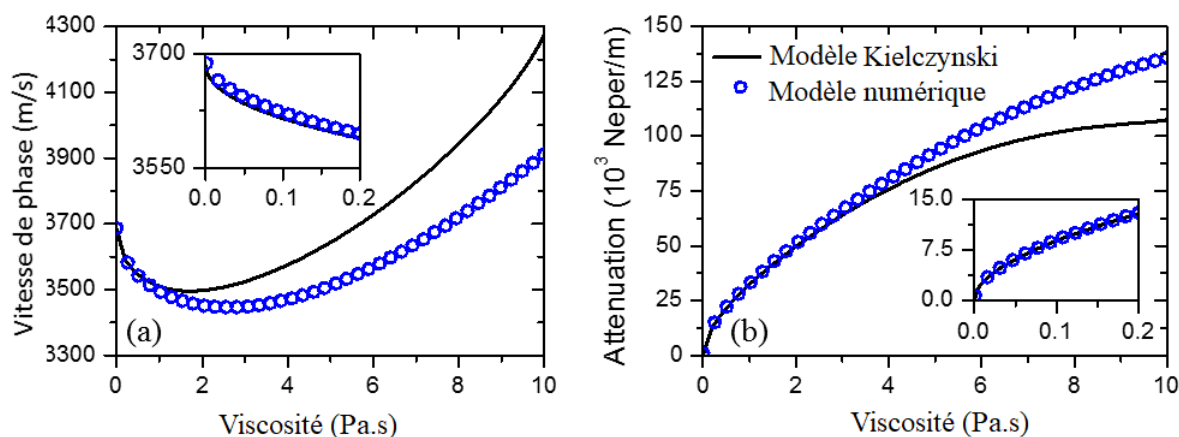


FIGURE 3.5 – Évolution de la vitesse de phase (a) et de l'atténuation (b) de l'onde de Love en fonction de la viscosité de la couche liquide.

3.3.2 Résultats du modèle éléments finis pour des structures plus complexes

Afin d'aller plus loin et montrer l'intérêt du modèle PDE, nous avons également simulé des matériaux ou des structures plus complexes. En effet, les principaux intérêts du modèle sont de pouvoir changer les matériaux ou la nature des différentes couches (anisotropie, caractère

piézoélectrique et viscoélasticité) en changeant uniquement les valeurs des constantes sans toucher aux équations. De la même manière, il est possible de rajouter des couches dans le modèle très simplement.

Pour montrer cela, nous avons refait des simulations avec un substrat de niobate de lithium (LiNbO_3), qui est fortement piézoélectrique et anisotrope, ainsi qu'avec une couche guidante en polymère viscoélastique. De plus, il est possible de travailler avec des couches non régulières. Nous montrerons cela par des simulations en prenant en compte une électrode plus petite que le périodicité de la structure.

3.3.2.1 Application au niobate de lithium

Nous avons utilisé notre modèle pour étudier la vitesse de phase et l'atténuation des ondes de Love dans un système constitué d'un substrat LiNbO_3 coupe Y 128° avec une couche de guidage SiO_2 , sous une couche d'eau considéré comme un liquide visqueux. Le LiNbO_3 est un matériau très utilisé pour la propagation des SAW, notamment pour les applications capteurs [28, 29, 30]. Les paramètres considérés pour le LiNbO_3 sont présentés en table 3.2.

TABLE 3.2 – Paramètres du niobate de lithium LiNbO_3 utilisés pour les calculs FEM [17]

Parameters	Units	LiNbO_3 Y 128 Cut
C_{44}	10^{10} N/m^2	7.805
C_{64}		0
C_{66}		7.576
e_{16}	C/m^2	-0.6162
e_{36}		0
e_{14}		0
e_{34}		-2.2779
e_{15}		0
e_{35}		2.9156
ϵ_{11}	10^{-11} F/m	30.7033
ϵ_{13}		0
ϵ_{33}		38.9
ρ	kg/m^3	4700

Les résultats obtenus pour les vitesses de phase et d'atténuation sont présentés en figure 3.6. Afin de montrer l'intérêt de travailler avec l'ensemble des paramètres du matériau, nous avons choisi de comparer les résultats du modèle FEM incluant la piézoélectricité avec une approxi-

mation n'incluant pas la piézoélectricité sur ce même modèle (les coefficients de piézoélectricité du LiNbO_3 sont considérés nuls). Nous présentons les résultats obtenus pour une variation de l'épaisseur de la couche guidante (figure 3.6 a) et de la fréquence (figure 3.6 b) en prenant les mêmes paramètres de calculs que dans la partie précédente.

On remarque que l'évolution des courbes de vitesses et d'atténuations sont similaires à ce que l'on observe pour le quartz. On constate également qu'il existe un léger écart entre les courbes des vitesses et d'atténuation avec et sans piézoélectricité. De la même manière que précédemment, nous pouvons donc conclure que la prise en compte de la piézoélectricité du LiNbO_3 a un effet négligeable sur l'estimation de l'atténuation des ondes et également sur l'estimation de la vitesse de phase pour des épaisseurs de SiO_2 supérieures à $4.5 \mu\text{m}$ à 250 MHz (figure 3.6 a), et pour des fréquences supérieures à 300 MHz pour une épaisseur de $4.2 \mu\text{m}$ (figure 3.6 b). Cependant, la piézoélectricité ne peut plus être négligée pour estimer la vitesse des ondes lorsque l'on considère l'épaisseur de la couche de guidage inférieure à $3 \mu\text{m}$ à 250 MHz (3.6 a), et pour les fréquences inférieures à 250 MHz lorsque l'épaisseur de la couche guidante est fixée à $4.2 \mu\text{m}$ (3.6 b). Nous pouvons alors conclure que l'effet piézoélectrique du substrat en LiNbO_3 Y128 doit être pris en compte lors de l'évaluation de la vitesse de l'onde de Love pour ce type de structure.

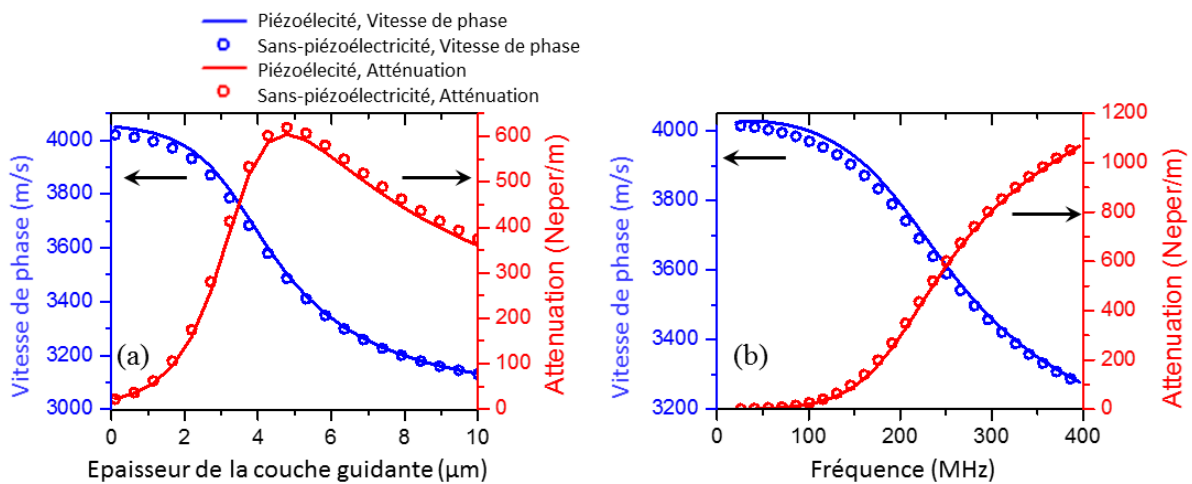


FIGURE 3.6 – Évolution de la vitesse de phase et de l'atténuation de l'onde de Love en fonction de l'épaisseur w de la couche guidante à 250 MHz (a) et de la fréquence pour une couche guidante $w = 4.2 \mu\text{m}$ (b) avec un substrat de LiNbO_3 .

3.3.2.2 Simulation pour une couche guidante viscoélastique

Dans cette partie nous reprenons le quartz comme substrat piézoélectrique, mais à la place d'une couche guidante en SiO₂ nous utiliserons un polymère viscoélastique. Nous avons choisi d'utiliser le polymère SU-8 qui est une résine photosensible dont la composition est un dérivé de résine époxy et qui est largement utilisé dans des procédés de micro et nano fabrication. De plus, il est couramment utilisé comme couche guidante pour des dispositifs à ondes de Love pour optimiser la sensibilité en bio-détection [31, 32, 33]. Ce matériau étant réputé viscoélastique, nous considérerons que son module de cisaillement possède une partie imaginaire en reprenant l'équation 3.11 de la partie 3.1. Les paramètres du polymère SU-8 sont [34, 35, 36] :

$$g' = \mu = 0.3 \times 10^{10} \text{ N/m}^2 \text{ (la partie réelle du module transverse)}$$

$$\eta = 0.12 \text{ Pa.s (la viscosité du polymère)}$$

$$\rho = 1200 \text{ kg/m}^{-3}$$

$$\varepsilon = 2.877 \times 10^{-11} \text{ F/m}$$

La figure 3.7 présente la vitesse de phase et l'atténuation des ondes de Love dans le cas d'un substrat de quartz avec une couche guidante en polymère SU-8 sur laquelle se trouve une couche d'eau visqueuse. Sur cette figure, nous avons comparé le cas de la prise en compte de la viscoélasticité ($\eta = 0.12 \text{ Pa.s}$) et le cas où la viscosité de la couche guidante est négligée ($\eta = 0$). Les résultats montrent que la viscoélasticité du polymère n'affecte pas la vitesse de phase des ondes de Love, en effet, la vitesse des ondes est définie par les parties réelles du module transverse du substrat et de la couche guidante. Néanmoins, la viscosité augmente considérablement l'atténuation dans la structure, on voit que dans cet exemple, l'atténuation est presque quatre fois plus importante lorsque la viscoélasticité est considérée. Ces résultats montrent l'importance de pouvoir considérer les propriétés viscoélastiques des matériaux polymères souples lorsqu'ils sont utilisés comme couche guidante pour le transport des ondes de Love.

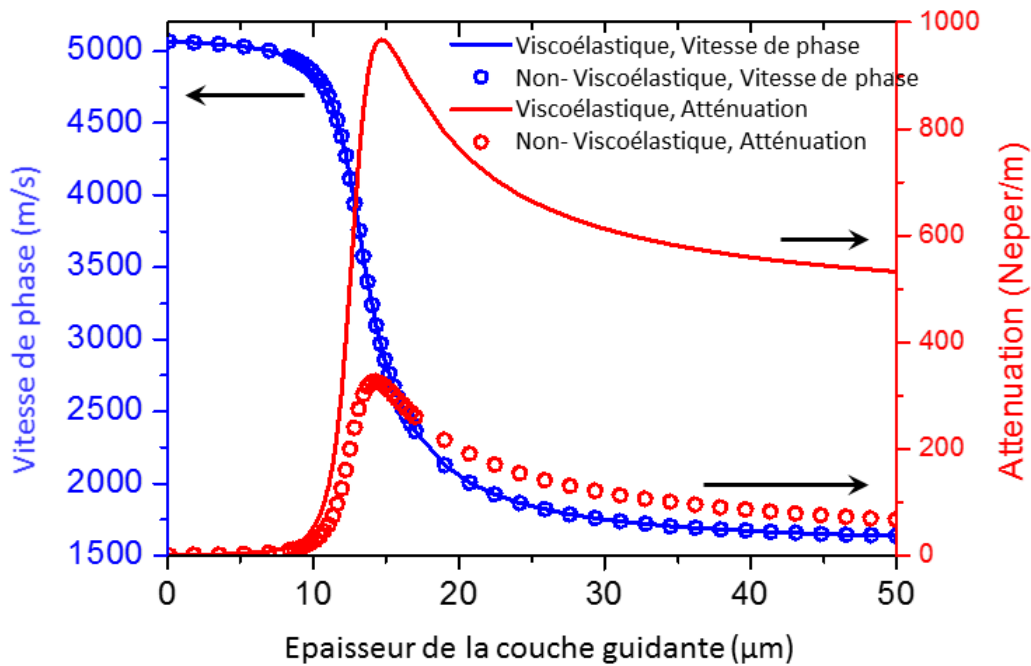


FIGURE 3.7 – Évolution de la vitesse de phase et de l’atténuation pour une couche guidante en polymère SU-8 en considérant la viscoélasticité du polymère (lignes) et sans la considérer (ronds creux).

3.3.2.3 Prise en compte d’une électrode dans les simulations

Un des avantages du modèle est de pouvoir facilement introduire de nouvelles couches dans le système à simuler sans avoir à recommencer le développement des équations. En partant de cette hypothèse, nous avons ajouté une électrode au système quartz/SiO₂/eau de la partie 3.3.1 afin de simuler une structure plus proche de la réalité. La structure implémentée est représentée dans la figure 3.8, la seule différence avec les parties précédentes est la présence d’une électrode d’épaisseur fixe.

À notre connaissance, il n’existe pas de méthode théorique pour résoudre ce problème qui est relativement compliqué à manipuler en utilisant les formulations analytiques classiques, notamment à cause de la couche guidante qui n’est plus un rectangle homogène et des conditions périodiques verticales qui apparaissent.

L’électrode est considérée en aluminium isotrope non viscoélastique et conducteur parfait (en choisissant une permittivité relative pour le métal $\epsilon_r = 1$), avec les paramètres suivants :

$$\mu = 2.7 \times 10^{10} \text{ N/m}^2$$

$$\rho = 2700 \text{ kg/m}^{-3}$$

$$\varepsilon = 8.854 \times 10^{-12} \text{ F/m}$$

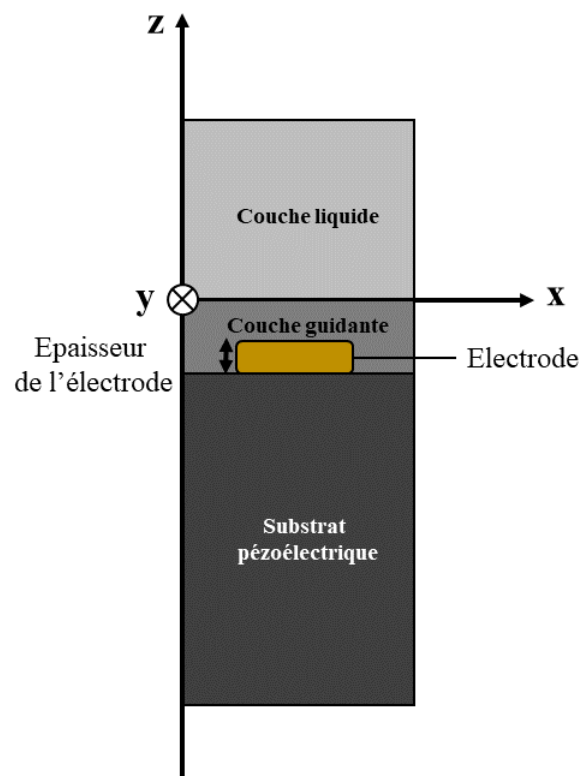


FIGURE 3.8 – Schéma de la structure multicouche comportant une électrode.

Nous avons refait les calculs en faisant varier l'épaisseur de la couche guidante (figure 3.9 (a) et (b)) et la fréquence (figure 3.9 (c) et (d)). Pour chacun de ces calculs, nous avons considéré deux épaisseurs d'électrode : 200 et 500 nm qui sont des épaisseurs couramment utilisées pour les dispositifs SAW. Nous avons comparé les résultats obtenus avec les calculs sans électrode. Les paramètres fixés pour les calculs sont les mêmes que dans les parties précédentes. Nous observons que la présence de l'électrode affecte la vitesse de phase de l'onde. La vitesse est

légèrement supérieure à celle sans électrode en dessous de $6 \mu m$ pour le calcul en fonction de l'épaisseur de la couche guidante (figure 3.9 (a)) et au dessus de 100 MHz pour le calcul en fonction de la fréquence (figure 3.9 (c)). De plus, l'atténuation des ondes est fortement affectée.

Pour la vitesse de phase de l'onde en fonction de l'épaisseur de la couche guidante (figure 3.9 (a)), on peut considérer que l'influence de l'électrode peut être négligée pour une épaisseur de la couche guidante supérieure à $6 \mu m$, pour laquelle l'épaisseur d'électrode représente 3.33 % de la couche guidante (pour l'électrode de $200 nm$) et 8.33 % (pour l'électrode de $500 nm$). Cependant, pour les couches guidantes inférieures à $6 \mu m$, la présence de l'électrode ne peut plus être négligée. On remarquera que la différence induite par les électrodes sur la vitesse est maximale dans la pente de vitesse (entre $2 \mu m$ et $4 \mu m$, là où elle est comprise entre la vitesse du substrat ($5052.2 m/s$) et celle de la couche guidante ($3899.2 m/s$). Ces vitesses correspondent au positionnement idéal de fonctionnement pour un dispositif de détection par ondes de Love.

Deuxièmement, nous pouvons également conclure que la présence de l'électrode affecte significativement l'atténuation des ondes (figures 3.9 (b) et (c)). Excepté pour une couche guidante très fine ou les très faibles fréquences, un fort décalage se crée pour les résultats d'atténuations pour les modèles avec et sans électrodes. Pour les cas avec électrodes, l'atténuation est inférieure jusqu'à un maximum de décalage de 30%. On peut alors conclure que, dans les modèles analytiques classiques, l'atténuation des ondes est surestimée en négligeant l'électrode dans la couche guidante. Il est donc important de pouvoir prendre en compte l'effet des électrodes pour ces simulations afin de pouvoir appréhender au mieux le design de dispositifs de détection par ondes de Love.

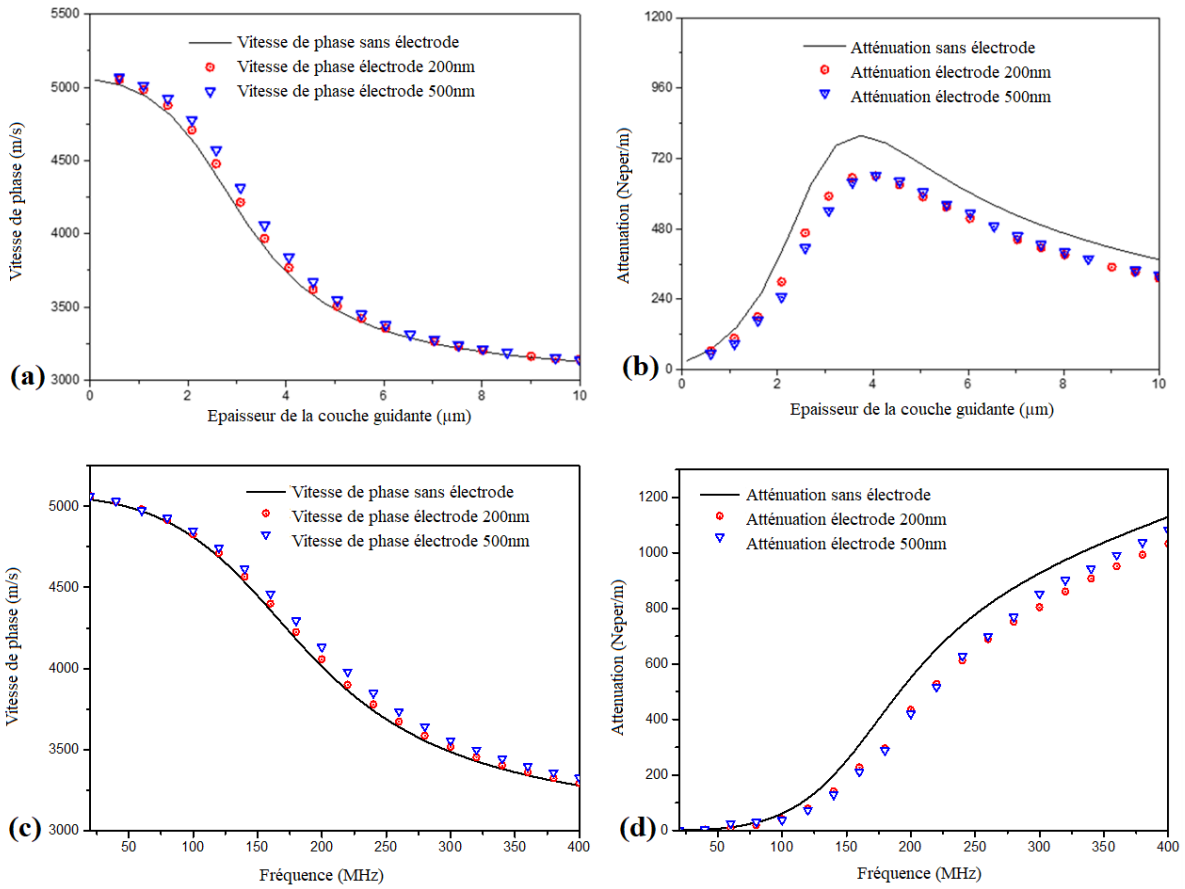


FIGURE 3.9 – Évolution de la vitesse de phase à 250 MHz (a) et de l'atténuation (b) en fonction de l'épaisseur de la couche guidante et de la fréquence ((c) et (d) respectivement) en incluant une électrode en aluminium dans la structure quartz/SiO₂/liquide pour des électrodes de 200 nm (ronds rouges) et 500 nm (triangles bleu).

Conclusion

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés à l'influence d'une couche de liquide visqueux sur la propagation des ondes de Love. Nous avons écrit ce problème sous la forme d'une propagation d'onde dans une structure composée de trois couches dont un substrat piézoélectrique, une couche guidante isotrope et une couche de liquide visqueux. L'objectif était de modéliser cette structure et l'onde de Love la parcourant en prenant en compte le plus de paramètres possibles.

Nous avons présenté un modèle analytique connu qui nous a servi de base pour notre modèle. Il considère que toutes les couches sont isotropes et utilise un développement au premier ordre des équations pour permettre la résolution avec les algorithmes classiquement utilisés. Nous avons ensuite présenté notre modèle basé sur les éléments finis reprenant les équations complètes développées dans la première partie de ce chapitre. La modélisation passe par le module PDE de COMSOL qui permet d'écrire directement les équations que l'on veut évaluer, ce qui permet d'inclure plus de paramètres dans le calcul et de les coupler plus facilement qu'un modèle FEM classique.

Comme pour le modèle analytique reproduit, ce modèle est basé sur le calcul du nombre d'onde complexe considéré en tant que valeur propre dans l'équation d'onde, à partir duquel la vitesse de phase et l'atténuation peuvent être évaluées. Ce modèle prend en compte l'anisotropie des matériaux, la piézoélectricité et la viscoélasticité sous fluide visqueux à n'importe quelle plage de fréquence. En outre, une caractéristique forte du modèle est sa capacité à gérer des géométries complexes telles que la prise en compte de l'électrode pour étudier son influence sur la vitesse et l'atténuation des ondes. Concernant la dispersion des ondes de Love, nous avons montré que la piézoélectricité du substrat ne doit pas être négligée pour certaines gammes spécifiques de fréquences et d'épaisseurs de la couche guidante. De plus, pour les matériaux viscoélastiques utilisés en tant que couche guidante (comme les polymères), la prise en compte de la viscoélasticité n'affecte pas la vitesse de l'onde alors qu'elle augmente considérablement l'atténuation.

Le modèle actuel basé sur les éléments finis, n'est pas limité aux systèmes étudiés dans ce travail, mais peut également être utilisé pour d'autres structures et matériaux multicouches sans changer la formulation des équations. En plus de ces principaux avantages, le modèle offre la possibilité de considérer n'importe quelle couche du système comme étant piézoélectrique ou

viscoélastique, ou encore d'ajouter des couches sans avoir à retravailler les équations. Deuxièmement, les éléments finis permettent de travailler avec des géométries plus complexes comme nous l'avons montré avec les calculs prenant en compte l'électrode. Les calculs prennent un peu plus de temps par cette méthode en comparaison avec la résolution analytique. Le calcul par éléments finis impose de calculer les équations sur chaque point du maillage. Suivant le nombre de points, les calculs peuvent prendre jusqu'à 15 minutes, ce qui reste relativement rapide, mais il faudra ensuite trier les résultats pour sélectionner la solution recherchée. De surcroît, certes cette méthode, telle qu'elle est présentée dans cette étude, nécessite la possession du logiciel COMSOL, mais elle peut être parfaitement implémentée dans n'importe quelle plate-forme à base d'éléments finis.

Cette étude nous permet de pouvoir évaluer l'impact de la mise en fonctionnement en milieu liquide de nos systèmes expérimentaux. De plus, ce modèle pourrait aider à améliorer l'optimisation des dispositifs basés sur les ondes de Love et permettrait d'étendre les études sur une large gamme de matériaux anisotropes et piézoélectriques ou des systèmes possédant une géométrie plus complexe.

Bibliographie

- [1] G. Kovacs, G.W. Lubking, M.J. Vellekoop, and A. Venema. Love waves for (bio)-chemical sensing in liquids. pages 281–285. IEEE, 1992.
- [2] M.I. Newton, F. Martin, K. Melzak, E. Gizeli, and G. McHale. Harmonic Love wave devices for biosensing applications. *Electronics Letters*, 37(6) :340, 2001.
- [3] Lokesh Rana, Reema Gupta, Monika Tomar, and Vinay Gupta. Highly sensitive Love wave acoustic biosensor for uric acid. *Sensors and Actuators B : Chemical*, 261 :169–177, May 2018.
- [4] J. Du, G.L. Harding, J.A. Ogilvy, P.R. Dencher, and M. Lake. A study of Love-wave acoustic sensors. *Sensors and Actuators A : Physical*, 56(3) :211–219, September 1996.
- [5] Laurent A. Francis. *Investigation of Love waves sensors*. PhD thesis, 2001.
- [6] Virginie Blondeau-Patissier, Wilfrid Boireau, Bruno Cavallier, Gwladys Lengaigne, William Daniau, Gilles Martin, and Sylvain Ballandras. Integrated Love Wave Device Dedicated to Biomolecular Interactions Measurements in Aqueous Media. *Sensors*, 7(9) :1992–2003, September 2007.
- [7] Jia Du and Geoffrey L. Harding. A multilayer structure for Love-mode acoustic sensors. *Sensors and Actuators A : Physical*, 65(2-3) :152–159, 1998.
- [8] G. McHale, F. Martin, and M. I. Newton. Mass sensitivity of acoustic wave devices from group and phase velocity measurements. *Journal of Applied Physics*, 92(6) :3368–3373, September 2002.
- [9] Haekwan Oh, Wen Wang, Keekeun Lee, and Sangsik Yang. Sensitivity evaluation of a Love wave sensor with multilayer structure for biochemical application. In *Microfluidics, BioMEMS, and Medical Microsystems VII*, volume 7207, page 72070R. International Society for Optics and Photonics, February 2009.
- [10] G. McHale, M. I. Newton, and F. Martin. Layer guided shear horizontally polarized acoustic plate modes. *Journal of Applied Physics*, 91(9) :5735–5744, May 2002.
- [11] P. Kielczyński, M. Szalewski, and A. Balcerzak. Effect of a viscous liquid loading on Love wave propagation. *International Journal of Solids and Structures*, 49(17) :2314–2319, September 2012.
- [12] A. Vikström and M.V. Voinova. Soft-film dynamics of SH-SAW sensors in viscous and viscoelastic fluids. *Sensing and Bio-Sensing Research*, 11 :78–85, December 2016.
- [13] P. Kielczyński. Direct Sturm–Liouville problem for surface Love waves propagating in layered viscoelastic waveguides. *Applied Mathematical Modelling*, 53 :419–432, January 2018.
- [14] Tao Wang, Ryan Murphy, Jing Wang, Shyam S. Mohapatra, Subhra Mohapatra, and Rasim Guldiken. Perturbation Analysis of a Multiple Layer Guided Love Wave Sensor in a Viscoelastic Environment. *Sensors*, 19(20) :4533, October 2019.

- [15] Jiansheng Liu. A simple and accurate model for Love wave based sensors : Dispersion equation and mass sensitivity. *AIP Advances*, 4(7) :077102, July 2014.
- [16] Mourad Oudich and M. Badreddine Assouar. Complex band structures and evanescent Bloch waves in two-dimensional finite phononic plate. *Journal of Applied Physics*, 112(10) :104509, November 2012.
- [17] Daniel Royer and eugène Dieulesaint. *Ondes élastiques dans les solides 1*. Éditions Masson, 1997.
- [18] B A Auld. *Auld-Acoustic Fields and Waves in Solids Vol 2*. Malabar edition, 1990.
- [19] G. Madja, R. C. Y. Chin, and F. E. Followill. A perturbation theory for Love waves in anelastic media. *Geophysical Journal International*, 80(1) :1–34, January 1985.
- [20] José M. Carcione. Viscoelasticity and Wave Propagation. In *Wave Fields in Real Media*, pages 63–122. Elsevier, 3 edition, 2015.
- [21] A Franck. Viscoelasticity and dynamic mechanical testing. page 7.
- [22] COMSOL. COMSOL Multiphysics Reference Manual. page 1292, 2012.
- [23] Pratyush Sharma. Equation Based Modeling, 2017.
- [24] Properties : Silica - Silicon Dioxide (SiO₂). *AZoM.com*, <https://www.azom.com/properties.aspx?ArticleID=1114>.
- [25] C. Mathew, Z. Saidi, J. Peyrelasse, and C. Boned. Viscosity, conductivity, and dielectric relaxation of waterless glycerol–sodium bis(2-ethylhexyl) sulfosuccinate–isooctane microemulsions : The percolation effect. *Physical Review A*, 43(2) :873–882, January 1991.
- [26] Nian-Sheng Cheng. Formula for the Viscosity of a GlycerolWater Mixture. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 47(9) :3285–3288, May 2008.
- [27] S. Yanniotis, S. Skaltsi, and S. Karaburnioti. Effect of moisture content on the viscosity of honey at different temperatures. *Journal of Food Engineering*, 72(4) :372–377, February 2006.
- [28] D. Cullen, G. Meltz, and T. Grudkowski. Surface and interface acoustic waves in SiO₂ / Y-X -LiNbO₃. *Applied Physics Letters*, 44(2) :182–184, January 1984.
- [29] F.S. Hickemell, H.D. Knuth, R.C. Dablemont, and T.S. Hickernell. The surface acoustic wave propagation characteristics of 64/spl deg/ Y-X LiNbO₃/ and 36/spl deg/ Y-X LiTaO₃/ substrates with thin-film SiO₂/. In *1995 IEEE Ultrasonics Symposium. Proceedings. An International Symposium*, volume 1, pages 345–348 vol.1, November 1995. ISSN : 1051-0117.
- [30] Jia-Hong Sun and Jyun-Hua Jhou. Study of surface acoustic waves in SiO₂ /LiNbO₃ layered-structure phononic crystals. *Japanese Journal of Applied Physics*, 53(7S) :07KB04, July 2014.

- [31] Paul Roach. SU-8 Guiding Layer for Love Wave Devices. page 9, 2007.
- [32] Jie Zhao, Cheng Jiang, Ye Chen, Honglang Li, and Shitang He. A study of Love wave sensors with SU-8 guiding layers. In *2008 IEEE Ultrasonics Symposium*, pages 1120–1123, Beijing, China, November 2008. IEEE.
- [33] Lamia El Fissi, Jean-Michel Friedt, Frédéric Chérioux, and Sylvain Ballandras. Amine functionalized SU-8 layer guiding Love mode surface acoustic wave. *Sensors and Actuators B : Chemical*, 144(1) :23–26, January 2010.
- [34] Jeanne Hossenlopp, Lizhong Jiang, Richard Cernosek, and Fabien Josse. Characterization of epoxy resin (SU-8) film using thickness-shear mode (TSM) resonator under various conditions. *Journal of Polymer Science Part B : Polymer Physics*, 42(12) :2373–2384, June 2004.
- [35] A del Campo and C Greiner. SU-8 : a photoresist for high-aspect-ratio and 3D submicron lithography. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 17(6) :R81–R95, June 2007.
- [36] Nima Ghalichechian and Kubilay Sertel. Permittivity and Loss Characterization of SU-8 Films for mmW and Terahertz Applications. *IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters*, 14 :723–726, 2015.

Chapitre 4

Fabrication des dispositifs phononiques

Sommaire

Introduction	122
4.1 Structures phononiques et méthodes de fabrication	123
4.1.1 Choix des structures à fabriquer	123
4.1.2 Approche par photolithographie et <i>lift-off</i>	124
4.1.2.1 Description de la méthode et des équipements utilisés	124
4.1.2.2 Conception des masques de photolithographie	128
4.1.2.3 Application à la fabrication des électrodes interdigitées	131
4.2 Fabrication des structures phononiques	133
4.2.1 Piliers en polymère SU-8	133
4.2.2 Structures en oxyde	135
4.2.2.1 Piliers en oxyde de zinc (ZnO)	135
4.2.2.2 Piliers en silice (SiO ₂)	136
4.2.3 Piliers en cuivre (Cu)	138
Conclusion	143
Bibliographie	144

Introduction

Dans les chapitres précédents, nous avons utilisé des techniques de modélisation numérique afin de mettre en évidence des phénomènes nouveaux dans les CP et les modes de résonances localisées. Au moment de la fabrication, il s'est avéré que la structure envisagée lors du chapitre 1 est très compliquée à réaliser actuellement du fait des matériaux utilisés (W et SiO₂) qui demandent beaucoup d'énergie pour être déposés et qui sont difficiles à travailler pour des épaisseurs supérieures à quelques centaines de nm. Dans le cas particulier du SiO₂, un dépôt en forte épaisseur demande un équipement particulier (notamment une machine de PECVD) pour pouvoir faire les dépôts en un temps raisonnable, qui n'est pas disponible à l'IJL. De plus, l'alternance de ces couches pose également un défi au niveau de la fabrication.

Cependant, il a été montré théoriquement que des piliers composés uniquement d'une ou deux couches présentent des effets similaires à ceux que nous avons mis en évidence précédemment, notamment les modes confinés en surface de piliers [1, 2, 3, 4]. De plus, de premiers travaux expérimentaux de dispersion des ondes acoustiques de surface de Rayleigh ont été réalisés en utilisant des structurations de surface sous forme de piliers ou de trous. Ces travaux montrent bien une absorption du signal pour certaines fréquences correspondant aux résonances locales ainsi que l'excitation de mode de résonances localisés au sommet des structures piliers [5, 6, 7]. Une première étude expérimentale utilisant des ondes de Love a également été réalisée par *Liu et al.* en utilisant un réseau de trous creusés dans une couche guidante en silice [8, 9]. Cette structure permet de mettre en évidence une bande interdite autour de 1.2 GHz.

Dans ce chapitre, nous présenterons les structures retenues pour la fabrication après de nouvelles modélisations numériques. Nous parlerons des équipements utilisés et des méthodes classiques de fabrication mises en œuvre dans les salles blanches du 3IT et de l'IJL. Enfin, nous expliquerons les différentes méthodes explorées pour la fabrication des microstructures retenues. Chaque matériau a nécessité une adaptation et une recherche de protocole de fabrication.

4.1 Structures phononiques et méthodes de fabrication

Dans cette section, nous décrivons les procédés de fabrication mis au point pour réaliser les différents dispositifs et structures phononiques. Quatre grandes lignes de procédés différents ont été étudiés afin de faire varier les types de matériaux utilisés. Les fabrications des différents dispositifs ont été réalisées dans les salles blanches du CC MiNaLor (*Centre de Compétence de Micro et Nanotechnologies en Lorraine*) à l'Institut Jean Lamour ainsi que dans les salles blanches du LNN (*Local de Nanofabrication et de Nanocaractérisation*) au sein du 3IT de Sherbrooke. Les procédés d'électrodéposition ont été mis au point dans les locaux de l'ICPM (*Institut de Chimie Physique et Matériaux*) à Metz.

4.1.1 Choix des structures à fabriquer

Dans les sections précédentes, et particulièrement dans le chapitre 2, nous avons développé une méthode d'analyse basée sur la FEM pour concevoir des structures phononiques interagissant avec les ondes de Love. Nous avons utilisé cette méthode pour concevoir théoriquement un pilier composé de cinq couches. Cet empilement supposé idéal donne lieu à un mode de torsion qui est particulièrement sensible à un dépôt massique. Cependant, cette structure multi-couches s'avère très difficile à réaliser expérimentalement du fait des épaisseurs des couches requises, des matériaux utilisés et de leur empilement. Les simulations ont toutefois permis de voir des effets similaires pour des piliers simplifiés : homogènes ou constitués de deux couches. Par souci de temps et pour des raisons de contraintes techniques, nous avons choisis d'étudier des structures plus simples pouvant être réalisées en salle blanche et qui serviront de preuve de concept pour le développement du bio-capteur.

Nous avons repris les simulations en prenant cette fois en compte les matériaux à notre disposition et les contraintes de fabrication notamment liées aux dépôts. Pour les matériaux, nous avons choisi le cuivre qui est facile à déposer en grande épaisseur par différentes techniques, l'oxyde de zinc (ZnO) qui est couramment utilisé à l'IJL et la silice (SiO₂) qui est plus compliquée à travailler mais qui permettra de tester un matériau du pilier composite. Il est possible d'optimiser les piliers en faisant varier leurs épaisseurs de manière à placer le mode de torsion autour d'une même fréquence pour les différentes structures [10, 11]. Dans cette étude, nous

choisissons une fréquence de fonctionnement de 200 MHz, ce qui correspond à des épaisseurs possibles à atteindre pour les différents processus de fabrication. Pour les calculs, nous avons choisi des piliers de même diamètre ($3 \mu m$) et de même périodicité (entre 7 et $9 \mu m$) que pour le pilier multicouche de la partie 2.

Nous avons également fabriqué des piliers monocouche en résine SU-8. Ce matériau étant plus mou que les autres, pour les mêmes dimensions, les piliers résonneront à une fréquence de résonance beaucoup plus faible. Les premières étapes de fabrication seront différentes, afin d'optimiser la concordance entre la longueur d'onde des IDTs et la fréquence de résonance des piliers.

Des piliers bicouches sont également envisagés, pour cela nous reprendrons les structures des piliers monocouches sur lesquels une couche de polymère SU-8 est ajoutée. Nous avons également envisagé des designs de trous qui permettent de tester d'autres structures, mais également de développer un procédé de fabrication de piliers en cohérence avec la polarité de la résine photosensible (partie 4.1.2.1 et 4.6). Les différentes structures cibles sont récapitulées dans le tableau 4.1.

TABLE 4.1 – Structures cibles pour la fabrication.

Structure	Matériaux	Diamètres	Epaisseur	Périodicité
Monocouche	SiO ₂	$3/2 \mu m$	$2.5 \mu m$	$7-9 \mu m$
	ZnO	$3/2 \mu m$	$2 \mu m$	$7-9 \mu m$
	Cu	$3/2 \mu m$	$2 \mu m$	$7-9 \mu m$
	Polymère SU-8	$3 \mu m$	$4.5 \mu m$	$9 \mu m$
Bicouche	SiO ₂ /SU-8	$3 \mu m$	$2.5/2.5 \mu m$	$7-9 \mu m$
	ZnO/SU-8	$3 \mu m$	$2/4 \mu m$	$7-9 \mu m$
	Cu/SU-8	$3 \mu m$	$3/3 \mu m$	$7-9 \mu m$
Trous	dans la couche guidante en SiO ₂	$3/2 \mu m$	-	$7-9 \mu m$

4.1.2 Approche par photolithographie et *lift-off*

4.1.2.1 Description de la méthode et des équipements utilisés

Pour la réalisation des piliers, nous avons privilégié la photolithographie et le soulèvement (*lift-off*). Ces techniques classiques de la microfabrication permettent de transférer des motifs

présents sur un masque vers un substrat. Le procédé complet comporte plusieurs étapes (figure 4.1) qui seront décrites plus en détail.

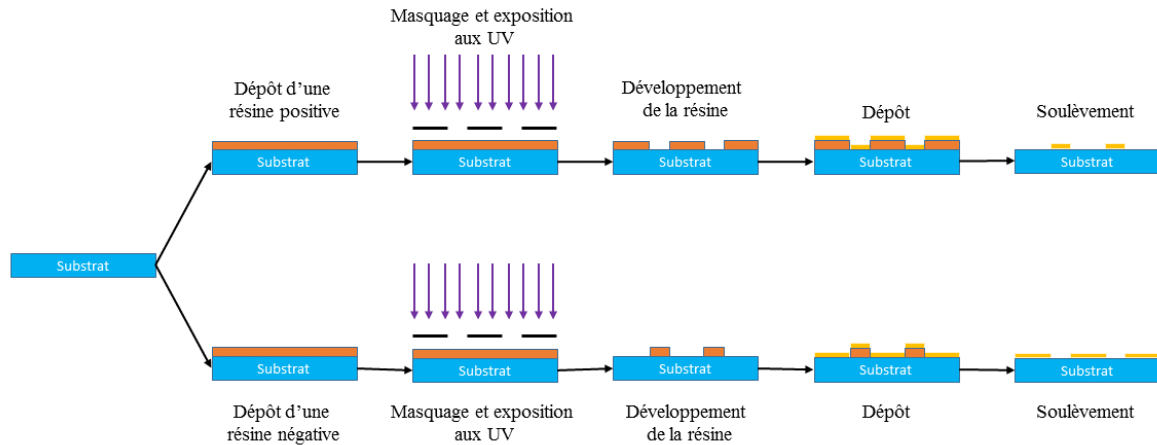


FIGURE 4.1 – Schéma récapitulant les étapes de fabrication par photolithographie et soulèvement pour une résine photosensible positive (panneau supérieur) et négative (panneau inférieur).

La préparation de l'échantillon : cette étape permet de nettoyer l'échantillon des poussières et traces organiques qui pourraient s'être déposées avant que l'échantillon n'entre en salle blanche ou lors de manipulations. Cela permet d'éviter les contaminations qui pourraient altérer le transfert de motifs sur l'échantillon et de garantir un bon état de surface pour que l'enrésinement soit homogène sur toute la surface.

L'échantillon subit un nettoyage par solvant en étant plongé successivement dans une solution d'acétone puis d'isopropanol avant d'être rincé à l'eau distillée. L'ensemble se déroule dans un bac à ultrason afin de favoriser le départ de possibles poussières. L'échantillon est ensuite séché sous flux d'azote. Une étape de déshydratation sur une plaque chauffante est en général nécessaire afin de s'assurer qu'il ne reste aucune trace de liquide sur l'échantillon.

L'enrésinement : Une résine photosensible est étalée par centrifugation sur l'échantillon à l'aide d'une enrésineuse ou tournette. L'épaisseur finale de la résine dépend de plusieurs paramètres inhérent au procédé dont l'accélération, la vitesse et le temps de spin-coating ainsi que la viscosité de la résine. La résine est ensuite recuite sur une plaque chauffante afin d'évaporer rapidement une partie des solvants de la résine. Cela a pour but de stabiliser la résine afin de pouvoir l'insoler.

Dans notre cas, nous utilisons principalement des substrats en verre sur lesquels l'adhésion de la résine est faible. Il faut donc utiliser un *promoteur d'adhérence* afin de favoriser l'accroche de la résine sur le substrat. L'étalease du 3IT est un modèle CEE 200X (Brewer) (figure 4.2 a) et celle de l'IJL est un modèle SPIN150 (SPS-Europe) (figure 4.2 b).

L'alignement et l'exposition : Le substrat est placé dans une aligneuse qui permet d'ajuster sa position vis à vis du masque de photolithographie en quartz transparent sur lequel sont imprimés des motifs en chrome. L'objectif est de positionner précisément les structures déjà présentes sur le substrat par rapport à celles du masque. Ensuite, le substrat est plaqué contre le masque afin d'éviter les phénomènes de diffraction des UV en sortie du masque. Le système est alors exposé aux rayonnements UV sur les endroits non masqués. L'exposition va affecter les chaînes des polymères de la résine, ce qui permettra d'enlever uniquement certaines parties lors du développement. Les fournisseurs des résines indiquent une dose d'exposition (exprimée en J/cm^2) qui correspond à une durée d'exposition. La dose, et donc la durée d'exposition, varie en fonction de la résine et de l'épaisseur déposée. La durée est également à adapter avec la puissance de la machine utilisée.

Il est à noter que pour une résine négative, un recuit supplémentaire est indispensable après l'exposition. En effet, dans ce cas, les chaînes polymères exposées vont se réaligner sous l'effet de la chaleur, ce qui permettra de ne pas les dissoudre lors de l'étape suivante de développement. À l'IJL, nous utilisons l'aligneuse MJB4 (SUSS MicroTec) (figure 4.2 d) qui fonctionne avec une longueur d'onde de 365 nm . Au 3IT, l'aligneuse 806 MBA (OAI) (figure 4.2 c) qui possède une longueur d'onde de 330 nm est utilisée. Comme la longueur d'onde de l'aligneuse du 3IT est inférieure, sa résolution spatiale est meilleure. Par contre l'alignement physique du masque par rapport au substrat sur la MJB4 est plus précis.

Le développement de la résine : L'échantillon est placé dans un bain de développeur afin de retirer les parties de la résine qui ont été exposées pour une résine positive et non exposées pour une résine négative. Le développeur pour notre résine est une solution d'hydroxyde de tétraméthylammonium (*TMAH*).

Le dépôt en couche mince : Cette étape consiste à déposer sur l'échantillon une couche de métal ou d'oxyde. Les méthodes de dépôts que nous avons principalement utilisées sont

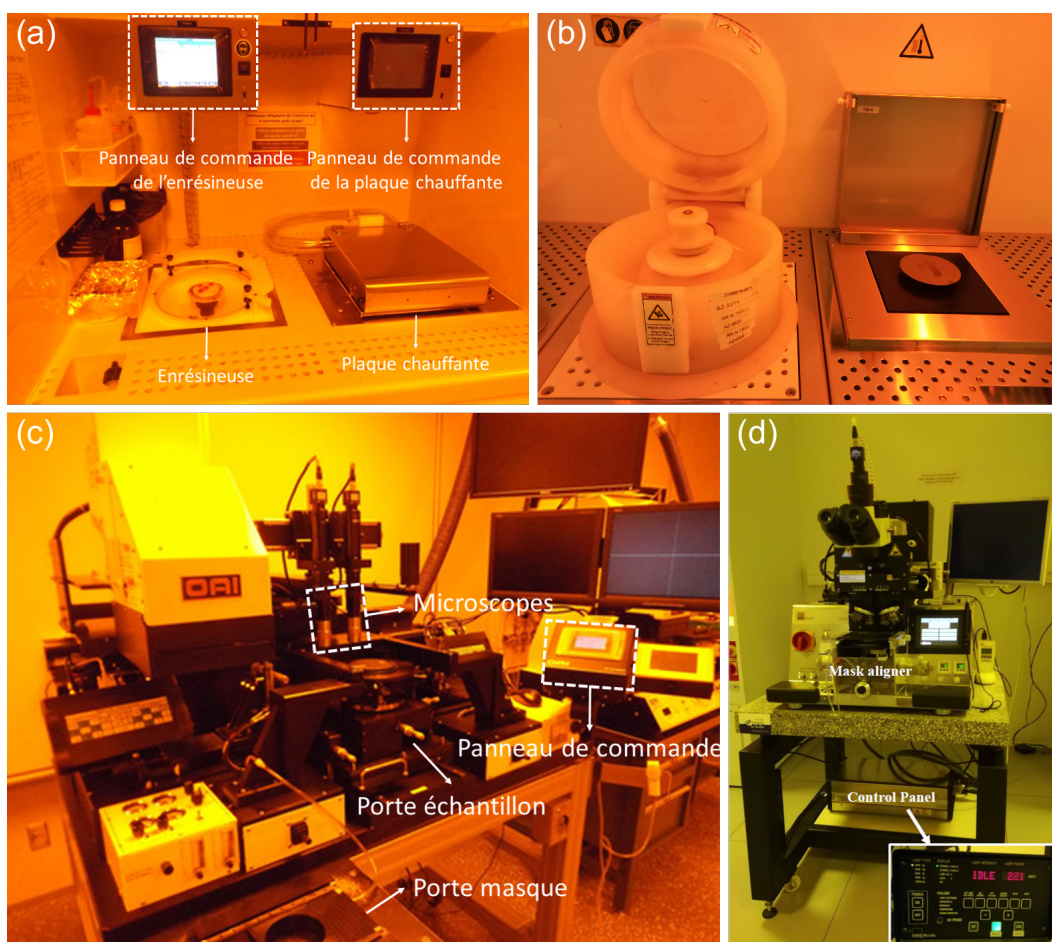


FIGURE 4.2 – Étaleuse Brewer et plaque chauffante du 3IT (a), étaleuse SPIN150 et plaque chauffante de l'IJL (b), aligneuse OAI 806 du 3IT (c) et aligneuse MJB4 de l'IJL (d).

l'évaporation pour les dépôts métalliques fins (quelques centaines de nanomètres maximum) et la pulvérisation cathodique pour les dépôts d'oxydes ou de matériaux plus épais (de l'ordre du micromètres).

Dans le cas d'un dépôt par évaporation, le matériau source est chauffé jusqu'à atteindre son point d'ébullition et ainsi permettre le dépôt des particules sur le substrat.

Nous avons utilisés à l'IJL le bâti de dépôt d'évaporation par effet Joule Méca 200 (Vinci Technologies). Un courant électrique chauffe le creuset où est placé la matière à évaporer. Au 3IT, nous avons utilisé le bâti d'évaporation à canon à électrons EB8 (K.H. Frederick Co.), qui chauffe le matériau par un faisceau d'électrons émis par un filament de tungstène.

Un dépôt par pulvérisation se fait à l'aide d'un plasma d'argon qui va bombarder une cible

du matériau à déposer. Les ions du plasmas vont décrocher des particules de matière de la cible qui vont se déposer sur le substrat.

Pour les dépôts par pulvérisation, nous avons utilisé à l'IJL les bâtis AC450 et DP650 (Alliance Concept) et au 3IT le bâti SPT320 (Plasmionique).

Le soulèvement (lift-off) : Le soulèvement consiste à dissoudre la résine dans un solvant afin de libérer les motifs déposés. Les résidus de dépôt présent sur la résine se retrouvent en solution. Le soulèvement peut être accéléré en chauffant le solvant jusqu'à 70-80 ° C (pour les solvant adaptés tels que le Remover 1165 produit par l'entreprise *Shipley*) et en appliquant des ultrasons pour faciliter le détachement de la résine du substrat.

4.1.2.2 Conception des masques de photolithographie

Après avoir défini les différentes structures à tester et les méthodes de fabrication (parties 4.1.1 et 4.1.2.1), nous avons conçu les masques de photolithographie nécessaires à la réalisation des échantillons. En effet, chaque étape du procédé de fabrication nécessite un masque, respectivement pour déposer les électrodes ; déposer la couche guidante et protéger les contacts électriques ; puis fabriquer des structures phononiques.

Nous utilisons pour la fabrication des structures, des wafers de quartz coupe ST de 4 pouces. Par conséquent, les masques seront associés à ces dimensions.

Pour les électrodes, le paramètre important à définir est l'espacement entre les doigts des IDTs. Cet espacement donne la longueur d'onde de l'onde générée par les IDTs. Une longueur d'onde correspond à la distance entre deux électrodes successives de même polarité. Classiquement, le taux de métallisation est de 50%, ce qui signifie qu'une électrode a une largeur de $\lambda/4$ et est espacé de $\lambda/4$ de l'électrode suivante (4.3).

Dans la partie 4.1.1, à l'exception des piliers en polymère qui montrent une résonance à des fréquences plus basses, les structures que nous avons retenu ont une fréquence de résonance proche de 200 MHz. De plus, la couche guidante est considérée en silice et ayant une épaisseur de 2 μm pour les différentes structures. On peut alors calculer la vitesse pour l'onde de Love correspondante avec la méthode présentée dans la partie 3.2.1.1, ce qui nous donne une vitesse $v_{\text{Love}} = 4000$ m/s. Nous calculons donc la longueur d'onde correspondant à cette fréquence pour

définir nos masques :

$$\lambda = \frac{v_{Love}}{f}. \quad (4.1)$$

Cela nous donne une longueur d'onde de $20 \mu m$, et donc des électrodes de $5 \mu m$ de large (figure 4.3). Sur une plaque de 4 pouces, nous réalisons 40 dispositifs.

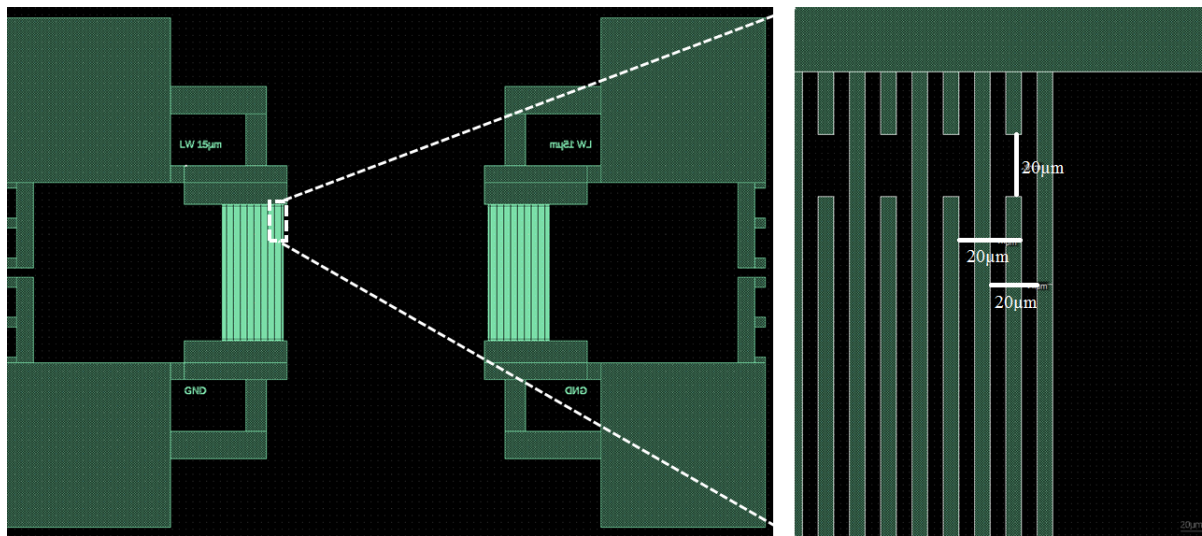


FIGURE 4.3 – Dessin LayoutEditor d'un dispositif constitué de deux réseaux d'électrodes et agrandissement sur les doigts de l'électrode

Le masque permettant la protection des contacts électriques présente un motif qui viendra recouvrir les positions où l'on viendra positionner les pointes lors de la caractérisation. Enfin le masque avec les structures phononiques présentent plusieurs configurations de motifs conçus d'après les résultats de simulation de la partie 4.1.1.

Sur la partie supérieure du masque, nous avons placé les motifs pour des piliers de $6 \mu m$ de diamètre avec un paramètre de périodicité entre 7 et $9 \mu m$. La partie inférieure du masque contient des piliers de diamètres 2 et $3 \mu m$ et de périodicité 5 et $6 \mu m$.

Nous avons également placés des motifs pour réaliser des trous de deux géométries : $2 \mu m$ de diamètre avec une périodicité $6 \mu m$ et de diamètre $6 \mu m$ avec une périodicité de $9 \mu m$ (figure 4.4).

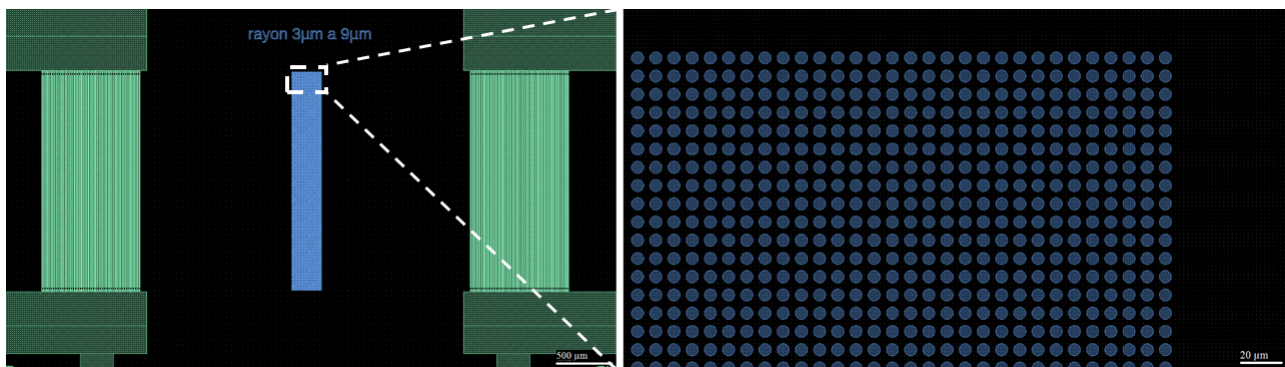


FIGURE 4.4 – Dessin LayoutEditor d’une matrice de structures phononique et agrandissement sur les premiers rangs de structures.

Sur ce masque, nous laissons également des portions vides afin d’avoir une mesure du dispositif sans structures phononiques.

Comme nous effectuons plusieurs niveaux de photolithographie, des marques d’alignements sont réalisées. Ces marques permettront de positionner le substrat précisément par rapport au masque lors d’une étape suivante. Les motifs doivent se compléter d’un masque sur l’autre (figure 4.5).

J’ai débuté mes étapes de fabrication d’échantillons au sein de la salle blanche de l’Université de Sherbrooke. Après avoir réalisé mes masques de photolithographie sur le logiciel *Layout Editor*, ces derniers ont été commandés à la société *Photomask Portal*. En tenant compte de l’utilisation de photorésines négatives, les masques présentent des motifs opaques en chromes et des parties transparentes.

La figure 4.6 représente la superposition numérique des différents masques et in fine, ce qui sera obtenu sur nos échantillons.

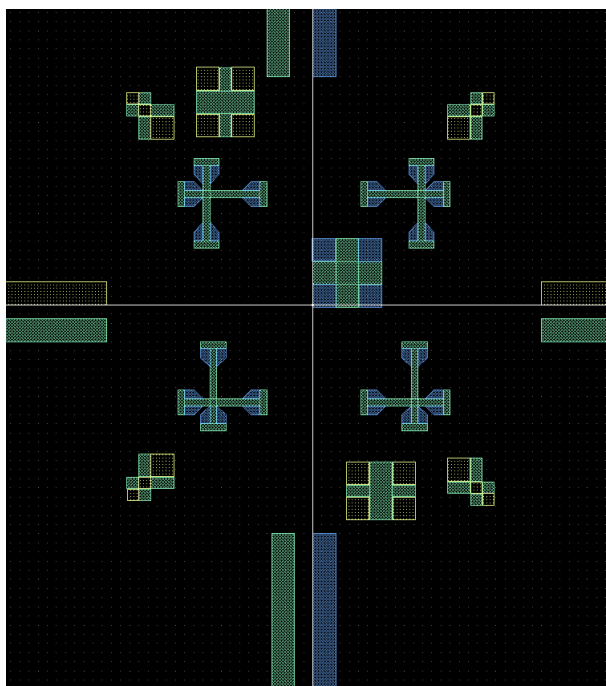


FIGURE 4.5 – Marques d’alignement sur les 3 masques, en vert le masque pour les électrodes, en jaune le masque pour la protection des contacts électriques et en bleu les structures phononiques

4.1.2.3 Application à la fabrication des électrodes interdigitées

La première étape consiste à fabriquer les électrodes sur le substrat de quartz. Ce premier niveau est réalisé par photolithographie.

Deux procédés équivalents ont été utilisés en fonction du lieu de fabrication des échantillons. À Sherbrooke, de la résine Az nLof2020 a été utilisée pour produire un film de $2 \mu\text{m}$ d’épaisseur (ce qui correspond à un enrésinement à 3000 rpm durant 60 secondes et est ensuite recuit à 110°C). À Nancy, c’est la résine inversible Az 5214E qui est utilisée avec des paramètres d’enrésinement qui donnent une épaisseur de résine de $1.6 \mu\text{m}$.

Dans les deux cas, l’épaisseur de résine obtenue est suffisante pour réaliser l’étape d’évaporation. Cette dernière correspond au dépôt d’une première couche de 10 nm de titane (Ti), appelée couche d’accroche, et de la couche de 150 nm d’or constituant l’électrode.

Finalement la résine est retirée dans un bain de solvant chauffé à 80°C . Pour aider à dégager au maximum la résine, le bain est placé quelques minutes dans un bac à ultrasons. Enfin, si des traces de résine persistent, l’échantillon est exposé quelques minutes à un plasma O_2 qui va

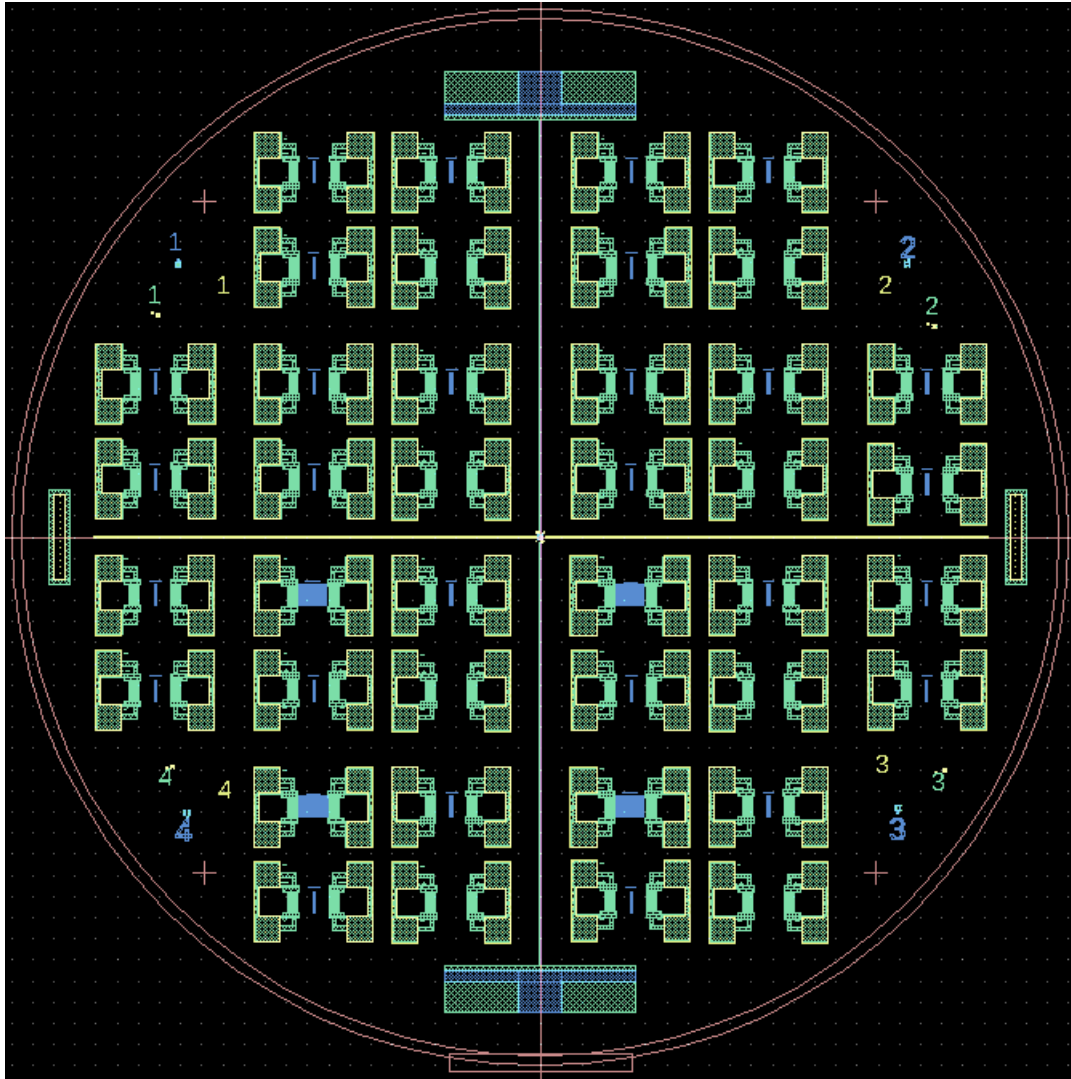


FIGURE 4.6 – Design superposé des masques de photolithographie réalisé avec LayoutEditor, en vert le masque pour les électrodes, en jaune le masque pour la protection des contacts électriques et en bleu les structures phononiques.

dégrader les restes de composés organiques. Un exemple d'électrodes obtenu est présenté dans la figure 4.7.

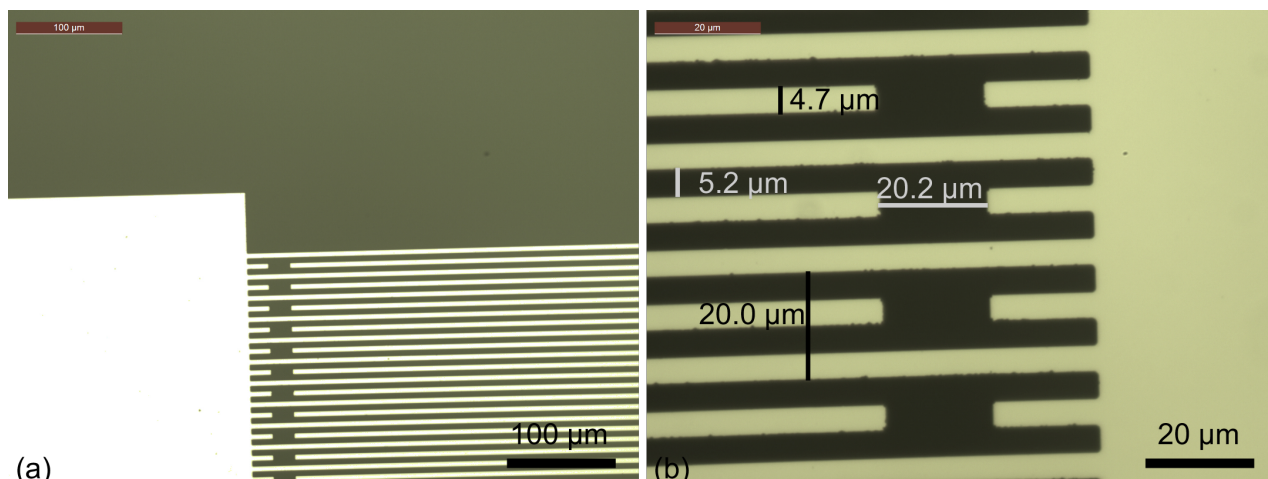


FIGURE 4.7 – Électrodes en or obtenues après soulèvement (images par microscopie optique).

À chaque étape du procédé de fabrication, une vérification au microscope optique est nécessaire afin de s'assurer que les structures sont bien imprimées dans la résine (contrôle de la sur- ou sous-exposition et du sur- ou sous-développement de la résine). De plus, pour s'assurer que les épaisseurs de résine et de métaux correspondent au procédé, nous mesurons les différentes épaisseurs sur le substrat avec un profilomètre.

Le même processus est utilisé pour l'étape de dépôt de la couche guidante. Dans ce cas, le SiO_2 sera déposé par pulvérisation cathodique.

4.2 Fabrication des structures phononiques

4.2.1 Piliers en polymère SU-8

Les piliers en polymères SU-8 sont une exception. Ils n'ont pas été réalisés sur substrat de quartz avec les IDTs présentées dans les parties précédentes. En effet leur fréquence de résonance se situe autour de 30 MHz seulement. Pour ne pas avoir à recréer de nouveaux designs d'échantillons et ainsi éviter de recommander des masques, nous avons utilisés des dispositifs fabriqués par M. Pedro Alberto Segura Chavez, doctorant à l'Université de Sherbrooke. Le support de propagation des ondes de Love se fait par une couche guidante de 10 μm de SU-8. Ces dispositifs

sont fabriqués sur un substrat de niobate de lithium (LiNbO_3 coupe Y36), ce qui donne une longueur d'onde des électrodes déposées de $144 \mu\text{m}$ [12, 13].

Nous avons utilisé la photorésine négative SU-8 2005 qui permet des dépôts supérieurs à 2 micromètres. La résine SU-8 est un dérivé de résine époxy et a l'avantage de pouvoir être rendue permanente par un recuit supplémentaire à haute température (*hardbaking*). La couche guidante pour ces dispositifs est également en résine SU-8 et est épaisse de $10 \mu\text{m}$, réalisée en deux dépôts successifs de $5 \mu\text{m}$ et exposition. Ensuite nous chauffons l'échantillon pendant 20 minutes à 150°C pour durcir la résine et la rendre permanente. Cette étape peut être délicate avec les substrats de LiNbO_3 qui sont pyroélectriques en plus d'être piézoélectriques. L'échantillon ne doit donc pas être posé sur la plaque chauffante, car cela provoque des arcs électriques entre le substrat et la plaque chauffante, ce qui peut briser l'échantillon. Le recuit a pour effet secondaire de diminuer d'environ 11% l'épaisseur de la couche guidante.

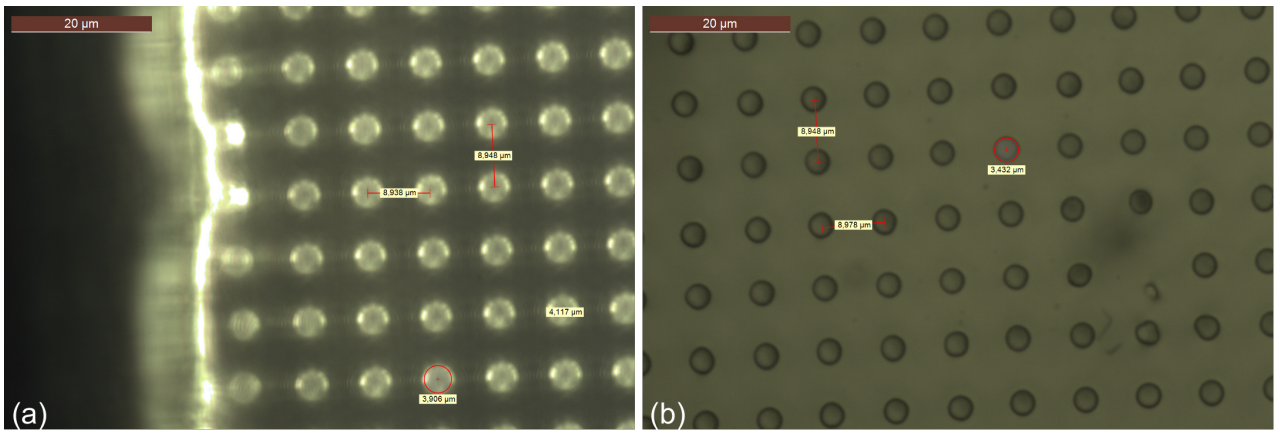


FIGURE 4.8 – Piliers SU-8 avant (a) et après (b) hardbaking.

La dernière étape consiste à réaliser les piliers. Pour cela, nous étalons une couche de résine de $4.5 \mu\text{m}$ d'épaisseur, et comme la résine est négative, l'échantillon est ensuite exposé avec un motif de trous présent sur le masque. Les piliers obtenus mesurent $4 \mu\text{m}$ de diamètre (figure 4.8 a). En observant les échantillons au microscope électronique à balayage (*MEB*), on voit qu'ils sont bien alignés et bien homogènes entre eux. De plus on voit qu'ils sont bien définis et de même largeur sur toute la hauteur (figure 4.9).

Il est également possible de faire une étape de hardbaking sur les piliers afin d'améliorer leur rigidité. Là aussi, les dimensions des piliers sont réduites, passant à $4 \mu\text{m}$ d'épaisseur et $3.5 \mu\text{m}$

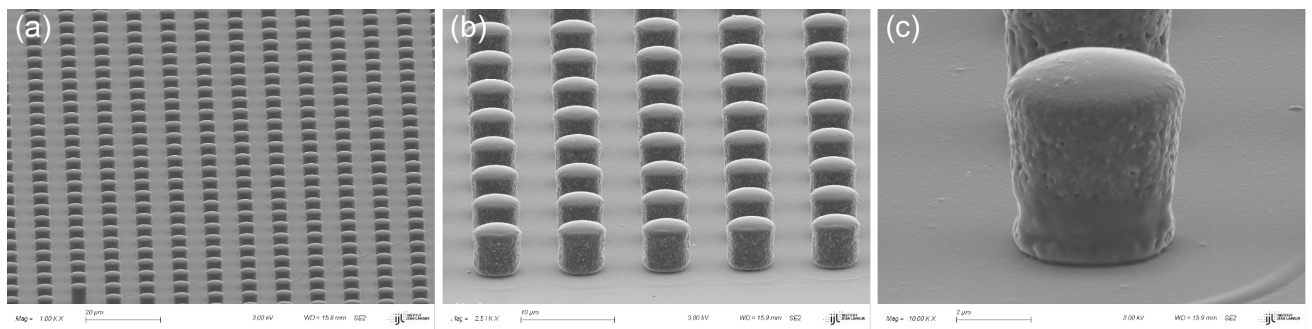


FIGURE 4.9 – Images MEB des piliers SU-8 avant hardbaking.

de diamètre. Nous discuterons plus en détail de l'intérêt de cette étape dans le chapitre suivant (chapitre 5).

La figure 4.10 montre un dispositif avec des piliers en résine SU-8 complet après toutes les étapes de fabrication.

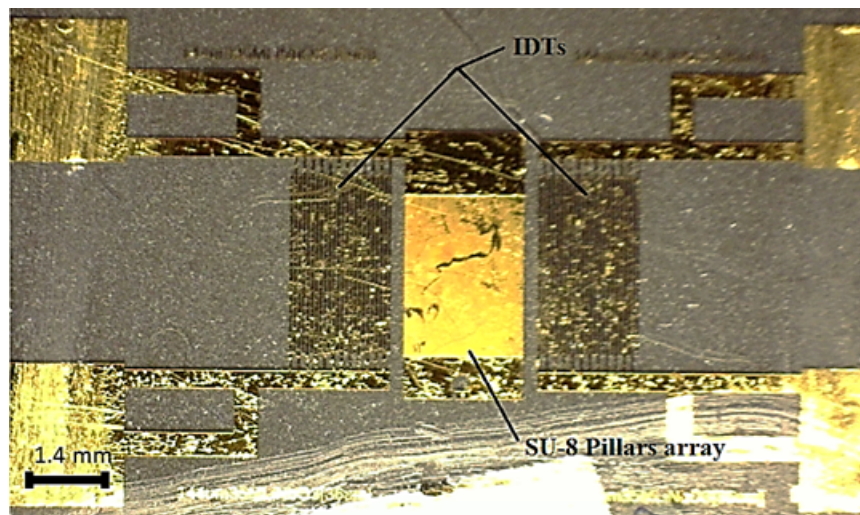


FIGURE 4.10 – Dispositif complet avec des piliers en résine SU-8.

4.2.2 Structures en oxyde

4.2.2.1 Piliers en oxyde de zinc (ZnO)

La fabrication des structures utilisant le ZnO a été réalisée uniquement à Nancy. En effet, c'est un matériau indisponible dans les salles blanches du LN2 pour cause de contamination possible par ce matériau pour des applications optiques et photoniques.

Une couche de $3\ \mu\text{m}$ de ZnO est déposée par pulvérisation cathodique sur le substrat entre les électrodes, puis les motifs sont protégés par de la résine positive et le ZnO excédentaire est gravé avec une solution de gravure pour aluminium commercialisée par Fugifilm. Cette solution est utilisée à l'IJL pour la gravure du ZnO avec des équivalences de gravure pour ce matériau. Il s'agit d'une solution d'acide phosphorique (H_3PO_4). La vitesse de gravure est d'environ $210\ \text{nm}/\text{min}$, pour graver les piliers de $3.5\ \mu\text{m}$, il faut donc 16.5 minutes.

Les piliers gravés sont présentés dans la figure 4.11. On voit que les motifs sont bien définis, que les piliers sont homogènes dans leurs dimensions et respectent l'organisation en réseau défini. Pour garantir que hauteur des piliers reste la même suivant la position dans le réseau, on peut ajouter une agitation pour renouveler la solution sur certaines zones.

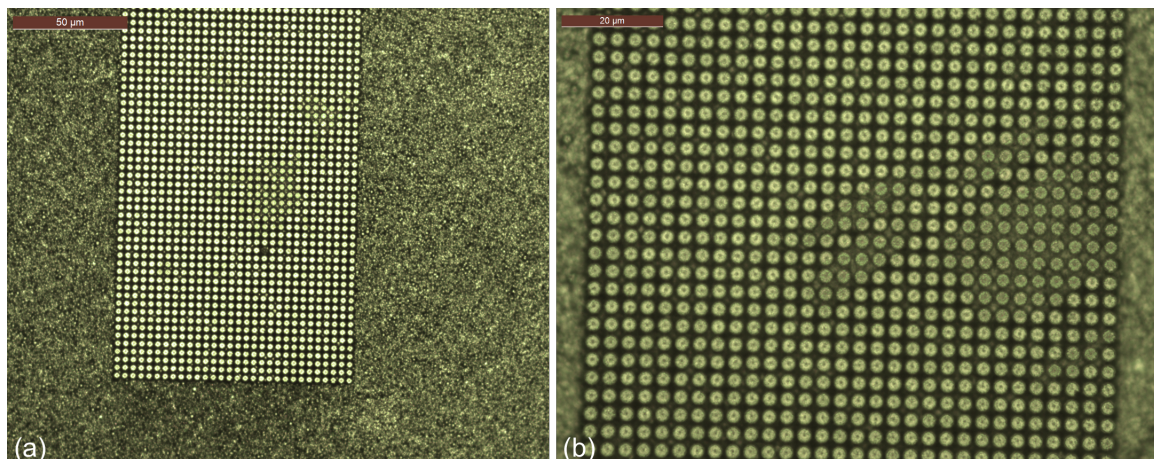


FIGURE 4.11 – Images au microscope optique de piliers ZnO gravés.

Une mesure au profilomètre montre que les structures gravées mesurent bien $2\ \mu\text{m}$ de hauteur. Les piliers obtenus sont légèrement coniques, leur diamètre est plus petit au sommet qu'à leur base ($4\ \mu\text{m}$ au sommet contre $5.5\ \mu\text{m}$ à la base). En effet la gravure chimique est une gravure isotrope, le pilier est donc attaqué en même temps que la matière à retirer. De plus, l'épaisseur à graver est proche du diamètre des piliers ce qui amplifie ce phénomène.

4.2.2.2 Piliers en silice (SiO_2)

Les piliers en SiO_2 sont ceux dont la fabrication a rencontré le plus de contraintes. En effet, c'est un matériau qui est difficile à travailler sur les épaisseurs qui nous intéressent (autour de

2 μm) à Nancy. À Sherbrooke, il est plus facile à déposer sur de grandes épaisseurs grâce à des procédés de PECVD (dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma ou *Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition* en anglais), mais ces procédés nécessitent un chauffage à 300 ° C et sont limités aux dépôts sur des substrats peu contaminants. Cependant, des solutions ont pu être trouvées pour travailler avec ce matériau pour des fabrications par soulèvement et gravure dans les salles blanches du 3IT.

Nous avons effectué des tests de fabrication par la méthode de soulèvement (*lift-off*) sur silicium. Pour cela nous avons choisi d'utiliser une résine négative KMPR afin de laisser des ouvertures pour le dépôt de la silice sur le substrat mais aussi car elle résiste à des températures élevées (420 ° C).

Après le dépôt, l'échantillon a été placé durant 3 jours dans la solution de Remover 1165 (*Shi-pley*). Cependant, comme la résine a été chauffée à des températures supérieures à la température de hardbaking (220 ° C), la résine est devenue plus difficile à retirer. La solution de Remover permet de retirer une partie de la résine mais sans libérer complètement les structures. Ainsi, nous avons utilisé une solution Piranha pour dissoudre les résidus organique de manière plus agressive qu'un simple soulèvement. La solution Piranha est un mélange d'acide sulfurique H_2SO_4 et de peroxyde d'hydrogène H_2O_2 qui permet de produire de l'acide peroxymonosulfurique H_2SO_5 .

L'utilisation de cette solution sur des résidus de résine nécessite de prendre des précautions supplémentaires, en effet, la solution est en ébullition et son action sur la résine produit des dégagement gazeux.

Les structures obtenues sont présentées dans la figure 4.12. On observe que les structures sont régulières et homogènes. On voit que les piliers sont réguliers sur leur épaisseur, mais que les diamètres sont légèrement supérieurs au motif inscrit sur le masque de photolithographie (un diamètre de 7 μm pour les piliers contre 6 μm sur le masque et 3.5 μm pour les trous contre 5 μm sur le masque). Cela est dû au durcissement de la résine lors de l'étape de dépôt comme pour les piliers en SU-8 de la partie précédente.

Une seconde méthode de fabrication par gravure a été envisagée. Pour cela on dépose toujours la silice par PECVD. L'enrésinement vient ici en seconde étape, on utilise ici une résine positive pour créer les motifs qui protégeront des zones pour la gravure. Ici, la gravure utilise l'acide fluorhydrique qui est une solution de fluorure d'hydrogène (HF) à 49% dilué dans 10 volume

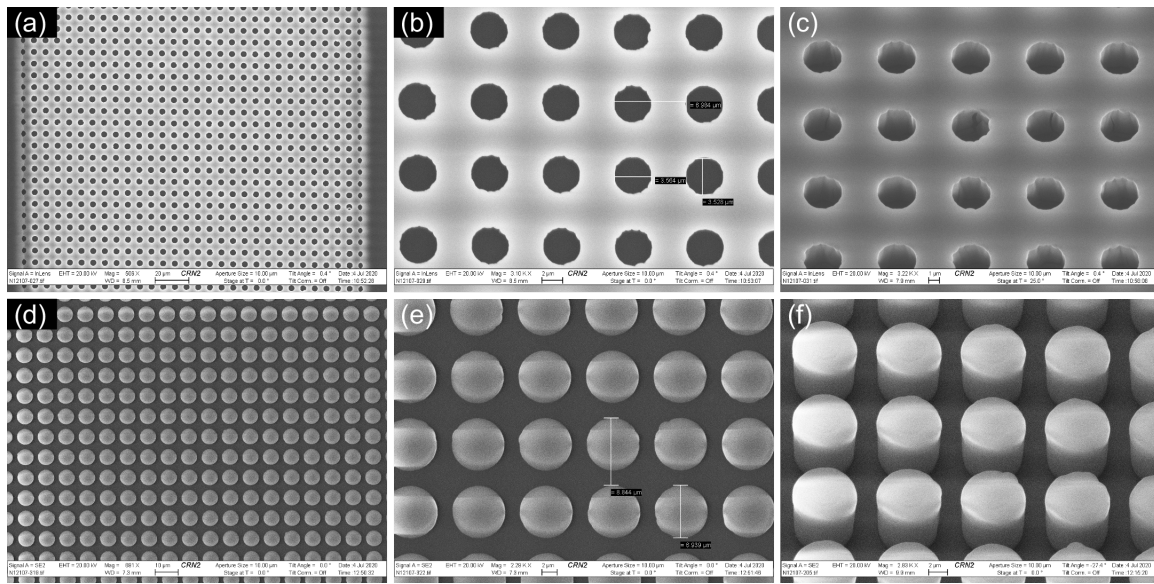


FIGURE 4.12 – Images MEB de piliers en SiO_2 fabriqués par soulèvement, trous (a-c) et piliers (d-f).

d'eau. Cette solution est classiquement utilisée pour graver chimiquement les oxydes de silicium [14, 15, 16]. Le taux de gravure pour le HF est de 28 nm/min. Les essais n'ont pu être réalisés que dans les salles blanches de Sherbrooke, car le HF n'est pas disponible dans les salles blanches de l'IJL.

4.2.3 Piliers en cuivre (Cu)

Pour fabriquer les piliers en cuivre, nous avons envisagé deux méthodes :

- le dépôt d'une couche de cuivre puis gravure humide du cuivre
- l'électroplacage du cuivre dans des trous formés dans une résine photosensible

La fabrication par gravure reprend les protocoles décrits dans les parties 4.2.2.1 et 4.2.2.2 pour fabriquer les piliers en ZnO et SiO_2 par gravure. Une épaisse couche de cuivre est déposée ($3.5 \mu\text{m}$) entre les deux réseaux d'IDTs. Une partie est protégée par des motifs en résines déposées par électrodéposition et la gravure du cuivre excédentaire est réalisée par une solution de perchlore de fer (FeCl_3). Cette solution est extrêmement réactive (de l'ordre de $6 \mu\text{m}/\text{min}$), il est assez difficile de graver de façon homogène des structures de petites dimensions (entre 2 et $3 \mu\text{m}$) ce qui donne une gravure de moins d'une minute.

L'électroplacage est une technique permettant de déposer un métal à la surface d'un objet conducteur en utilisant le principe de l'électrolyse. Cette méthode est largement utilisée dans les procédés de fabrication en électronique, notamment pour déposer les connexions entre les différents composants [17, 18, 19].

L'objet est placé dans une solution, appelée électrolyte, contenant des cations métalliques. Une électrode dans ce même métal sera immergée et branchée sur le potentiel positif (anode) tandis que l'objet sur lequel on veut déposer le métal sera branché sur le potentiel négatif (cathode). Cela produira une réaction de réduction : les atomes de l'électrode perdent des électrons et passent en solution tandis que les cations en solution se déposent sur l'objet en captant les électrons du courant électrique (figure 4.13). La réduction de l'électrode permet de conserver une concentration constante en électrolyte en solution et ainsi conserver une vitesse de dépôt constante.

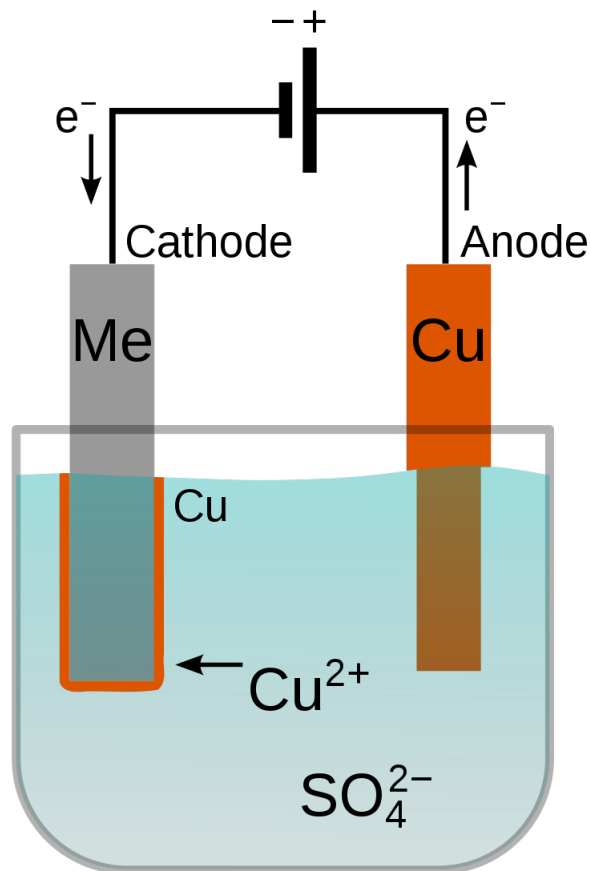


FIGURE 4.13 – Schéma du principe de l'électroplacage.

Pour mettre en place cette technique, nous sommes allés à ICPM de Metz, où nous avons pu concevoir un protocole avec le Pr. Nicolas Stein (maître de conférence à l'Institut Jean Lamour dans l'équipe Chimie et électrochimie des matériaux). Nous nous sommes inspirés des travaux de *Brek & Greer* [20].

Préalablement, nous avons effectué sur les échantillons un dépôt de 10 nm/150 nm de chrome/cuivre qui permettra de connecter la cathode et faire croître le cuivre sur le substrat, et une étape de photolithographie qui permet d'ouvrir des trous dans une résine photosensible afin de ne laisser libre que les espaces pour faire pousser les piliers.

Pour préparer la solution électrolytique, nous dissolvons des cristaux de sulfate de cuivre (CuSO_4) afin d'obtenir une concentration de 125 g/l (ce qui équivaut à 0.78 Mol/l) dans une solution d'acide sulfurique (H_2SO_4) concentrée à 50 g/l (0.5 Mol/l). La cellule d'électroplacage est montée telle que présentée dans la figure 4.14.

Les éléments importants pour déposer le cuivre sont l'intensité du courant électrique et la durée du dépôt. En effet, ces deux paramètres permettent de connaître l'épaisseur déposée sur le substrat. La relation qui permet le calcul est la suivante [21] :

$$Q = i.t = \frac{N.\rho.V.F}{M_{Cu}}, \quad (4.2)$$

où Q est la charge électrique totale exprimée en coulomb ($C.cm^2$), $i = j.A$ est le courant appliqué sur le système (en mA), calculé par le produit entre la densité de courant sur l'électrode (j exprimé en mA/cm^2) et la surface de l'électrode A . $N = 2$ est le nombre d'électrons échangés par atome se libérant de l'électrode ou s'attachant au substrat, $\rho = 8.96g/cm^3$ la masse volumique du cuivre, $M_{Cu} = 63.5g/mol$ la masse molaire du cuivre, $F = 96485C/mol$ la constante de Faraday et V le volume de cuivre déposé qui correspond au produit de la surface active sur le substrat et de l'épaisseur visée.

Pour les échantillons tests, la surface mesurait environ $2.5 cm^2$. Nous avons testé différentes valeurs de courant afin de vérifier l'impact sur le dépôt obtenu, ce qui revient à tester différentes vitesses de dépôt. Pour cela nous avons procédé au dépôt sur un premier échantillon, en visant une épaisseur de $3.5 \mu m$, ce qui correspond à une valeur de charge électrique de $22.5 C$ que l'on cherchera à atteindre pour d'autres valeurs de courant. Les données utilisées sont résumées dans

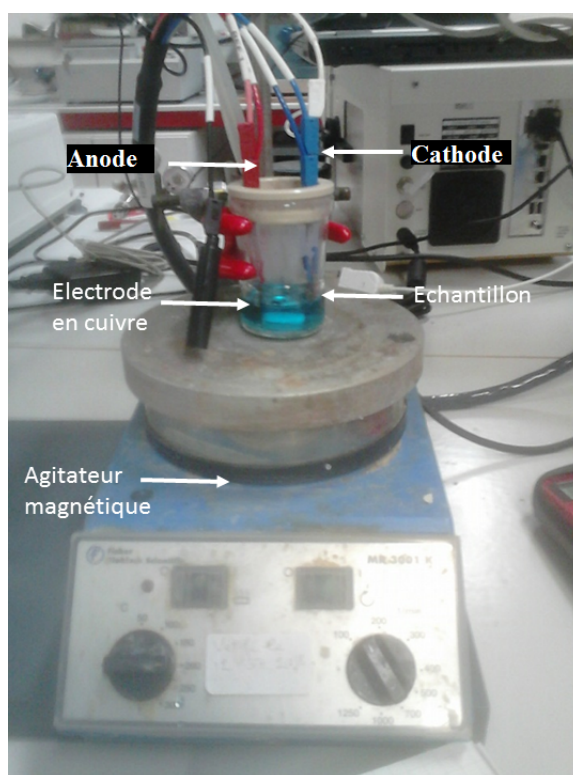


FIGURE 4.14 – Montage d'électroplacage utilisé à Metz.

TABLE 4.2 – Données de courant et de temps testées pour développer le procédé de fabrication par électroplacage, l'épaisseur déposée est calculée avec la formule 4.2.

j	Epaisseur	Temps de dépôt
5 mA/cm ²	2.9 μm	26 min 5s
10 mA/cm ²	3.2 μm	14 min 22s
15 mA/cm ²	3.5 μm	10 min 35s

le tableau 4.2.

Après le dépôt, il est important de bien rincer l'échantillon à l'eau distillée puis à l'éthanol avant de le sécher. Le rinçage est important car s'il reste du sulfate de cuivre en suspension, il cristallisera lors du séchage, ce qui peut remplir l'espace entre les piliers et polluer ainsi l'échantillon.

Nous avons observé les structures obtenues au MEB (figure 4.15). Le dépôt de cuivre est conforme à nos attentes dans les cavités laissées libre et, pour une intensité donnée, la croissance des piliers a été homogène sur la surface de l'échantillon. On voit également que la structure des piliers est différentes en fonction de la vitesse de dépôt. En effet, la taille des grains augmente

lorsque la densité de courant appliquée est forte. Pour une densité de courant de 15 mA/cm^2 les grains visibles sont d'environ $2 \mu\text{m}$ de diamètre, pour une densité de courant de 10 mA/cm^2 les grains mesurent environ $1 \mu\text{m}$ de diamètre et pour une densité de 5 mA/cm^2 les grains sont d'environ 800 nm de diamètre.

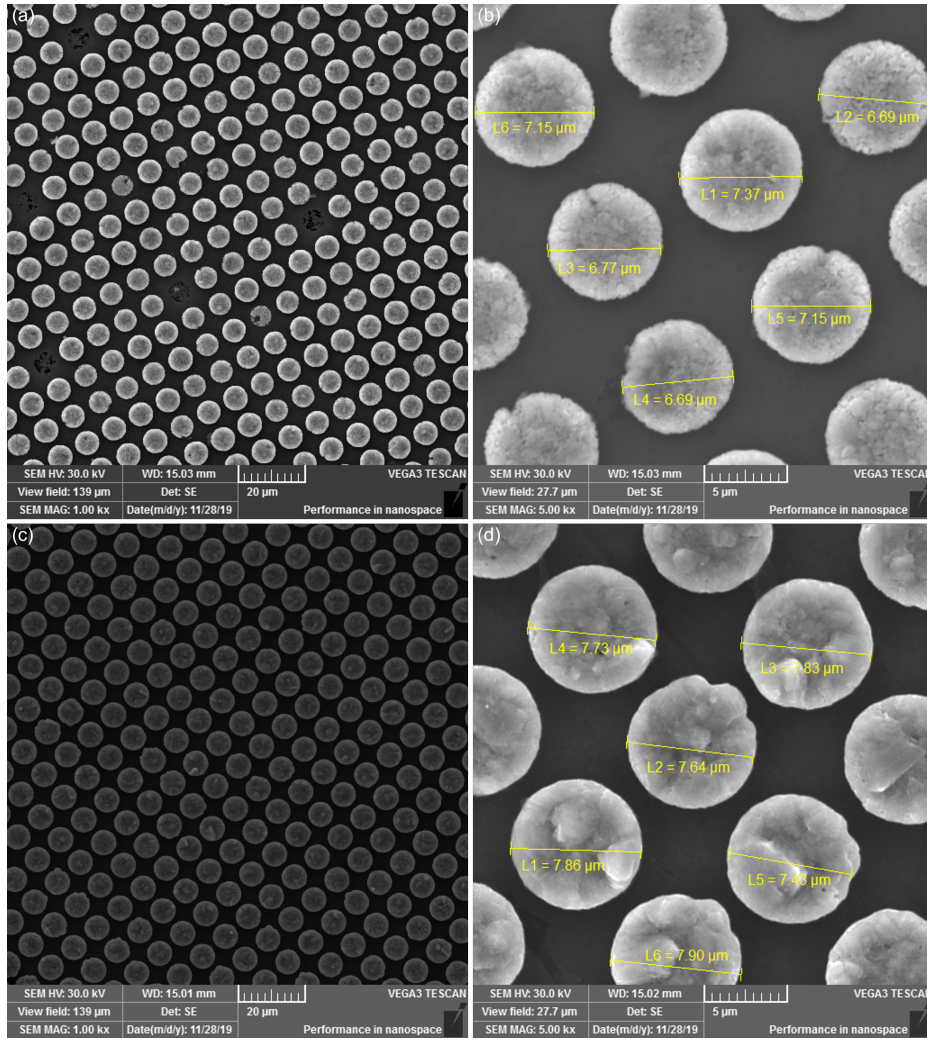


FIGURE 4.15 – Images MEB des piliers en cuivre pour un courant de 5 mA (a et b) et de 15 mA (c et d).

Conclusion

Ce chapitre a présenté les méthodes de fabrication utilisées pour réaliser les dispositifs expérimentaux constitués de micropiliers de différents matériaux. En tenant compte des contraintes expérimentales et de simulations réalisées sous *Comsol Multiphysics* à partir des modèles développés dans le chapitre 2, nous avons retenu différentes structures à fabriquer.

Nous avons réalisé dans un premier temps les IDTs et la couche guidante servant de support de propagation pour les ondes de Love. Ensuite, pour les matériaux choisis (polymère SU-8, ZnO, SiO₂, cuivre), nous avons réalisé par photolithographie les dispositifs sur des substrat de quartz (et LiNbO₃ pour les structures SU-8).

Ces procédés de salle blanche ont conduit à l'obtention de plusieurs types d'échantillons : des réseaux de piliers en polymère SU-8 sur substrat de LiNbO₃, des piliers de SiO₂, des piliers en ZnO et des structures en cuivre obtenues par électrodéposition. En parallèle, les procédés de gravure et de soulèvement ont été optimisés en fonction des matériaux et des dimensions.

Les images par microscopie optique et électronique ainsi que les contrôles d'épaisseurs (profilomètres) ont confirmé l'obtention d'échantillons de façon reproductible, de bonne qualité et homogène. La caractérisation et les sensibilités des échantillons seront présentés et discuté dans le chapitre suivant (Chapitre 5).

Bibliographie

- [1] Abdelkrim Khelif, Younes Achaoui, Sarah Benchabane, Vincent Laude, and Boujamaa Aoubiza. Locally resonant surface acoustic wave band gaps in a two-dimensional phononic crystal of pillars on a surface. *Physical Review B*, 81(21) :214303, June 2010.
- [2] Yabin Jin, Nicolas Fernez, Yan Pennec, Bernard Bonello, Rayisa P. Moiseyenko, Stéphanie Hémon, Yongdong Pan, and Bahram Djafari-Rouhani. Tunable waveguide and cavity in a phononic crystal plate by controlling whispering-gallery modes in hollow pillars. *Physical Review B*, 93(5), February 2016.
- [3] Yuxin Liu, Abdelkrim Talbi, Bahram Djafari-Rouhani, Lucie Drbohlavova, Vincent Mortet, El Houssaine El Boudouti, Olivier Bou Matar, and Philippe Pernod. Interaction of Love waves with coupled cavity modes in a 2D holey phononic crystal. *arXiv :1811.03922 [cond-mat, physics :physics]*, November 2018. arXiv : 1811.03922.
- [4] Yuxin Liu, Abdelkrim Talbi, Bahram Djafari-Rouhani, El Houssaine El Boudouti, Lucie Drbohlavová, Vincent Mortet, Olivier Bou Matar, and Philippe Pernod. Interaction of Love waves with coupled cavity modes in a 2D holey phononic crystal. *Physics Letters A*, January 2019.
- [5] Younes Achaoui, Abdelkrim Khelif, Sarah Benchabane, Laurent Robert, and Vincent Laude. Experimental observation of locally-resonant and Bragg band gaps for surface guided waves in a phononic crystal of pillars. *Physical Review B*, 83(10) :104201, March 2011.
- [6] Ralf Lucklum, Mikhail Zubtsov, and Aleksandr Oseev. Phoxonic crystals—a new platform for chemical and biochemical sensors. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 405(20) :6497–6509, August 2013.
- [7] M. Sledzinska, B. Graczykowski, F. Alzina, J. Santiso Lopez, and C.M. Sotomayor Torres. Fabrication of phononic crystals on free-standing silicon membranes. *Microelectronic Engineering*, 149 :41–45, January 2016.
- [8] Ting-Wei Liu, Yu-Ching Lin, Yao-Chuan Tsai, Takahito Ono, Shuji Tanaka, and Tsung-Tsong Wu. Evidence of a Love wave bandgap in a quartz substrate coated with a phononic thin layer. *Applied Physics Letters*, 104(18) :181905, May 2014.
- [9] Ting-Wei Liu, Yao-Chuan Tsai, Yu-Ching Lin, Takahito Ono, Shuji Tanaka, and Tsung-Tsong Wu. Design and fabrication of a phononic-crystal-based Love wave resonator in GHz range. *AIP Advances*, 4(12) :124201, December 2014.
- [10] Zhengyou Liu, Xixiang Zhang, Yiwei Mao, Y. Y. Zhu, Zhiyu Yang, C. T. Chan, and Ping Sheng. Locally Resonant Sonic Materials. *Science*, 289(5485) :1734–1736, September 2000.

-
- [11] Y. Pennec, B. Djafari Rouhani, H. Larabi, A. Akjouj, J. N. Gillet, J. O. Vasseur, and G. Thabet. Phonon transport and waveguiding in a phononic crystal made up of cylindrical dots on a thin homogeneous plate. *Physical Review B*, 80(14) :144302, October 2009.
- [12] Paul Roach. SU-8 Guiding Layer for Love Wave Devices. page 9, 2007.
- [13] Virginie Blondeau-Patissier, Wilfrid Boireau, Bruno Cavallier, Gwladys Lengaigne, William Daniau, Gilles Martin, and Sylvain Ballandras. Integrated Love Wave Device Dedicated to Biomolecular Interactions Measurements in Aqueous Media. *Sensors*, 7(9) :1992–2003, September 2007.
- [14] G I Parisi, S E Haszko, and G A Rozgonyi. Tapered Windows in SiO₂ : The Effect of NH₄F :HF Dilution and Etching Temperature. page 6, 1977.
- [15] S Verhaverbeke and I Teerlinck. The Etching Mechanisms of SiO₂ in Hydrofluoric Acid. page 7.
- [16] H. Kikuyama, M. Waki, M. Miyashita, T. Yabune, N. Miki, J. Takano, and T. Ohmi. A Study of the Dissociation State and the SiO₂ Etching Reaction for HF Solutions of Extremely Low Concentration. *Journal of The Electrochemical Society*, 141(2) :366–374, December 2019.
- [17] Craig G. Smith. Copper electroplating procedure, May 1984.
- [18] Momcilo Miljkovic. Copper electroplating solutions and methods, August 1990.
- [19] K Weiss, S Riedel, S.E Schulz, M Schwerd, H Helneder, H Wendt, and T Gessner. Development of different copper seed layers with respect to the copper electroplating process. *Microelectronic Engineering*, 50(1-4) :433–440, January 2000.
- [20] Michael J. Burek and Julia R. Greer. Fabrication and Microstructure Control of Nanoscale Mechanical Testing Specimens via Electron Beam Lithography and Electroplating. *Nano Letters*, 10(1) :69–76, January 2010.
- [21] Thomas Kessler. A Model for Copper Electroplating of Multilayer Printed Wiring Boards. *Journal of The Electrochemical Society*, 123(7) :990, 1976.

Chapitre 5

Caractérisations et tests expérimentaux

Sommaire

Introduction	148
5.1 Caractérisations électriques sous pointes	149
5.2 Caractérisation des structures en polymère SU-8	150
5.2.1 Effet des piliers sur le signal et influence du recuit (<i>hardbake</i>) sur la réponse du polymère	151
5.2.2 Influence de la température	152
5.2.3 Mise en évidence de la sensibilité massique	155
5.2.3.1 Dépôt de micro-gouttelettes d'eau de tailles croissantes	155
5.2.3.2 Mise en solution d'une espèce dans une goutte de volume fixe .	157
Conclusion	160
Bibliographie	161

Introduction

Comme nous l'avons vu lors de la revue de littérature, il y a aujourd'hui peu d'études expérimentales montrant un couplage entre les ondes acoustiques de surface, et particulièrement entre les ondes de Love et des métastructures en piliers. Des travaux expérimentaux ont étudié les interactions entre des structures en piliers et les ondes de Rayleigh [1], et entre un réseau de trous et les ondes de Love [2]. Ces études mettent en évidence des phénomènes de dispersion de l'onde tels que les bandes interdites ou le guidage des ondes élastiques, tout en évoquant le potentiel des dites structures pour les applications à la détection. Cependant, aucune étude expérimentale réelle n'a été menée sur l'utilisation de ces phénomènes pour la détection de paramètres physiques ou chimiques.

Dans le chapitre précédent, nous avons présenté les méthodes de fabrications dédiées pour différents matériaux et géométries que nous voulions tester. L'objectif est de valider les résultats des modèles théoriques présentés dans le chapitre 2. Il s'agira donc de montrer expérimentalement un effet d'absorption du signal sur une bande de fréquence restreinte correspondant à la résonance des piliers, et de mettre en évidence une détection d'un dépôt de masse à la surface des piliers. Dans cette partie, nous allons nous concentrer particulièrement sur les dispositifs possédant des piliers en polymère SU-8 qui ont été les plus rapides et les moins contraignants à fabriquer.

Dans ce dernier chapitre, nous présenterons le banc expérimental permettant la caractérisation des échantillons et l'acquisition des données. Nous parlerons ensuite de l'étude menées sur les effets de température. Enfin, nous discuterons les résultats obtenus en faisant varier une masse déposée au sommet du réseau de pilier dans deux cas, l'augmentation d'un volume d'eau et la variation de la concentration d'une espèce en solution pour une goutte déposée de volume fixe.

5.1 Caractérisations électriques sous pointes

La caractérisation sous pointes est utilisée en électronique afin de tester les composants électroniques. Dans notre cas, elle servira à connecter l'analyseur de spectre aux électrodes déposées sur le substrat piézoélectrique afin d'exciter les ondes de Love. La station est composée d'un porte échantillon mobile dont la température peut être contrôlée, des pointes sur des supports de position ajustable grâce à des vis de précision, et d'une optique permettant de positionner précisément les pointes (figure 5.1).

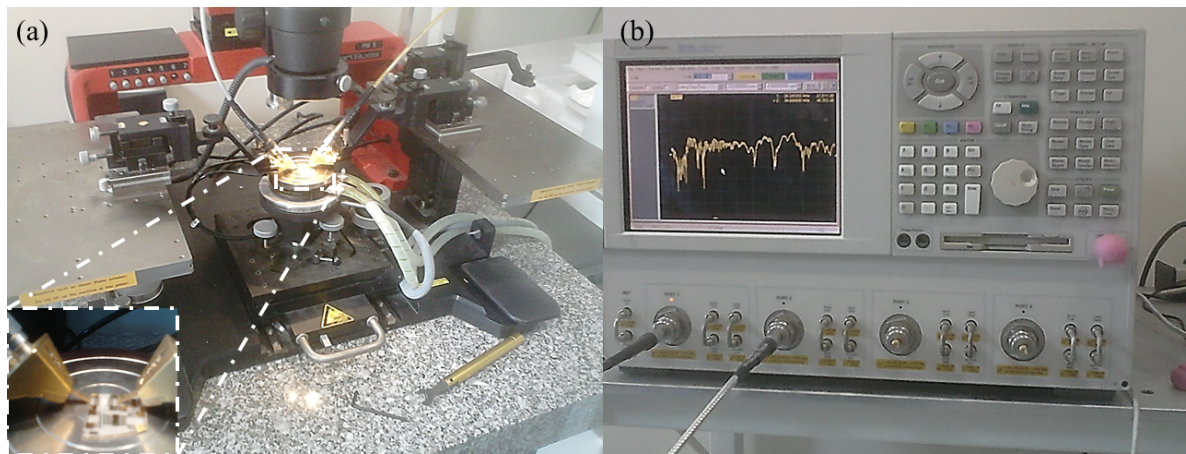


FIGURE 5.1 – Banc de mesure sous pointe de l'IJL : station sous pointes avec un agrandissement sur la connexion des pointes sur l'échantillon (a) et analyseur de réseau (b).

La caractérisation électrique utilise les paramètres S (*Scattering parameters*). Dans le cas d'un dispositif de ligne à retard, les paramètres d'intérêt sont les paramètres S_{12} et S_{21} qui correspondent respectivement à la puissance transférée du port 2 vers le port 1 et du port 1 vers le port 2. Cette valeur est exprimée en dB et est calculée par l'expression [3, 4, 5] :

$$S_{12} = \frac{b_1}{a_2}, \quad (5.1)$$

où a_2 correspond à la mesure de l'onde incidente sur le port 2 et b_1 correspond à la mesure de l'onde réfléchie sur le port 1. Ces paramètres peuvent être exprimés en fonction de la tension et de l'intensité mesurée aux ports :

$$\begin{aligned} a_2 &= \frac{V_2 + Z_0 I_2}{2\sqrt{Z_0}}, \\ b_1 &= \frac{V_1 - Z_0 I_1}{2\sqrt{Z_0}}, \end{aligned} \tag{5.2}$$

avec V_1, V_2 respectivement les tensions aux bornes du port 1 et 2, I_1, I_2 respectivement les courants aux ports 1 et 2, et Z_0 l'impédance de référence définie à 50Ω .

Les mesures ont été effectuées dans les locaux de l'IJL et les paramètres S ont été mesurés à l'aide d'un analyseur de réseau (VNA Agilent-N5 figure 5.1 (b)) qui est relié à l'échantillon par la station sous pointes (PM5 SUSS MicroTec figure 5.1 (a)). Ce système permet de réaliser des mesures temporelles ou fréquentielles, et également d'effectuer des étapes de traitement de signal directement lors de l'acquisition des données.

5.2 Caractérisation des structures en polymère SU-8

Les dispositifs en LiNbO_3 présentant des piliers en SU-8 tel que présentés dans le chapitre précédent (partie 4.2.1) ont été caractérisés sous pointes. Nous avons mesuré les réponses pour des dispositifs sans piliers dans la ligne de transmission et des dispositifs avec des piliers avant et après recuit (*hardbaking*), c'est à dire avant et après chauffage à 150°C durant 20 minutes. Durant ce recuit intervient le phénomène de réticulation, c'est à dire que des liaisons chimiques vont apparaître entre les chaînes de polymère. De plus, la température de transition vitreuse de la résine SU-8 est d'environ 60°C pour la résine simple et de 120°C pour le polymère réticulé [6]. La transition vitreuse pour les polymères correspond au changement de la matière d'un état viscoélastique vers un état rigide. Ces deux phénomènes permettent de changer les propriétés de la résine en la rendant plus rigide, et affectent également les dimensions des piliers qui subissent une diminution de taille [7, 8, 9]. La transition vitreuse de la résine est un phénomène réversible au contraire de la réticulation. De plus nous avons étudié les réponses et sensibilités des dispositifs aux changements de température et de la masse.

5.2.1 Éffet des piliers sur le signal et influence du recuit (*hardbake*) sur la réponse du polymère

La figure 5.2 (a) montre les spectres de transmission pour des dispositifs avec et sans pilier. On remarque que la forme des deux signaux est similaire, mais qu'un pic d'absorption apparaît autour de 32.5 MHz pour le dispositif avec piliers. Ce pic correspond à l'absorption de l'onde de Love par les piliers. Nous avons repris les modèles théoriques du chapitre 2 en reprenant les paramètres de la résine SU-8. Nous avons adopté les paramètres géométriques que nous avons mesuré lors de la fabrication (partie 4.2.1 : un rayon de $4 \mu\text{m}$, une hauteur de $4.5 \mu\text{m}$ et une périodicité de $9 \mu\text{m}$); et les propriétés mécaniques que l'on trouve dans la littérature [7, 10] que nous avons utilisé lors de notre précédente étude expérimentale (partie 3.3.2.2 : un module de Young de $0.3 \times 10^{10} \text{N/m}^2$, un coefficient de poisson de 0.22 et une densité de 1200kg/m^3). Cette étude théorique sur la SU-8 nous donne une estimation de la résonance à 32.41 MHz, ce qui est très proche de la valeur expérimentale observée correspondant à l'absorption de l'onde par les piliers. La différence de fréquence entre la prédiction et la mesure peut être expliquée par la fluctuation des paramètres de la résine en fonction des paramètres de fabrication et de dépôt.

L'analyseur de spectre permet de traiter le signal de manière automatique afin de lisser le signal. En effet, il est possible de sélectionner une gamme de signaux temporels avant la transformée de Fourier, ce qui permet de retirer les bruits électromagnétiques des signaux visualisés. Cette opération est qualifiée de lissage. Dans la figure 5.2 (b) et dans la suite de ce chapitre, la gamme temporelle choisie est comprise entre 320 ns et $4 \mu\text{s}$. Après traitement de signal, on repère le pic d'atténuation à 32.47 MHz et on détermine un facteur de qualité de 120.

Dans le cas des piliers ayant subi un *hardbake* (figure 5.3), on observe que le pic se décale légèrement vers les hautes fréquences (jusqu'à 32.65 MHz) et le facteur de qualité est grandement augmenté, passant de 120 à 510 (figure 5.3). Ces effets sont dus aux changements des paramètres de dimension et au durcissement de la résine SU-8. En effet, la réduction des dimensions des piliers va décaler la fréquence de résonance des piliers vers les hautes fréquences. De plus, l'augmentation du module d'Young et de la rigidité du polymère limite aussi les pertes à l'interface entre la couche guidante et les piliers, ce qui permet d'augmenter l'absorption du signal et de la restreindre à une gamme de fréquences plus fine. La conséquence est l'augmentation du facteur de qualité.

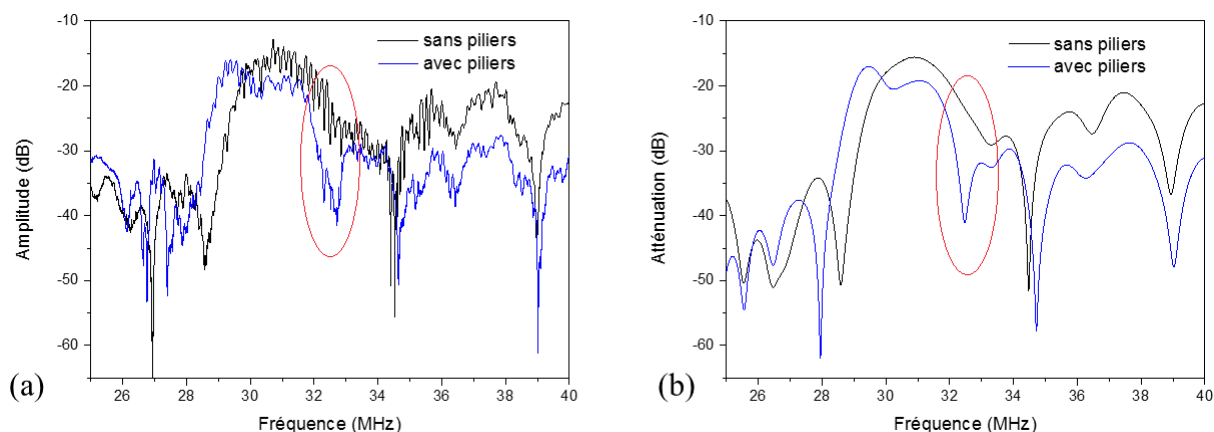


FIGURE 5.2 – Spectres de transmission (S12) obtenus pour un dispositif sans piliers et avec piliers non recuit : signaux bruts (a) et après lissage (b), l’absorption des piliers est indiquée par un cercle rouge.

L’apparition de ce pic est due à l’interaction des piliers avec les ondes de Love en absorbant une partie de l’énergie de l’onde pour une fréquence particulière.

5.2.2 Influence de la température

L’utilisation du polymère a un inconvénient : la résine s’hydrate en restant à l’air libre, ce qui modifie ses propriétés mécaniques. Avant une nouvelle caractérisation, il est donc nécessaire de chauffer quelques minutes l’échantillon à 60 ° C pour le sécher. Afin de vérifier que la résine ne se détériore pas avec la température et donc que les dispositifs soient réutilisables. Nous avons mené une étude en faisant varier la température.

Dans cette partie et la suivante (partie 5.2.3.2), les dispositifs utilisés ne sont pas tout à fait les mêmes que dans la partie précédente. Les piliers fabriqués sont légèrement plus petits (4.1 μm avant recuit et 3.7 μm après), ce qui donne une résonance à une fréquence légèrement plus haute (34.45 MHz).

Pour cette étude, nous avons utilisé le support chauffant contrôlé en température de la station sous pointes. Nous avons d’abord augmenté progressivement la température de 30 ° C jusqu’à 60 ° C, puis baissé progressivement la température jusqu’à 30 ° C, tout en acquérant les signaux correspondant pour les dispositifs avec les piliers non recuit (figure 5.4 a et b) et les piliers recuits *hardbaked* (figure 5.4 c et d).

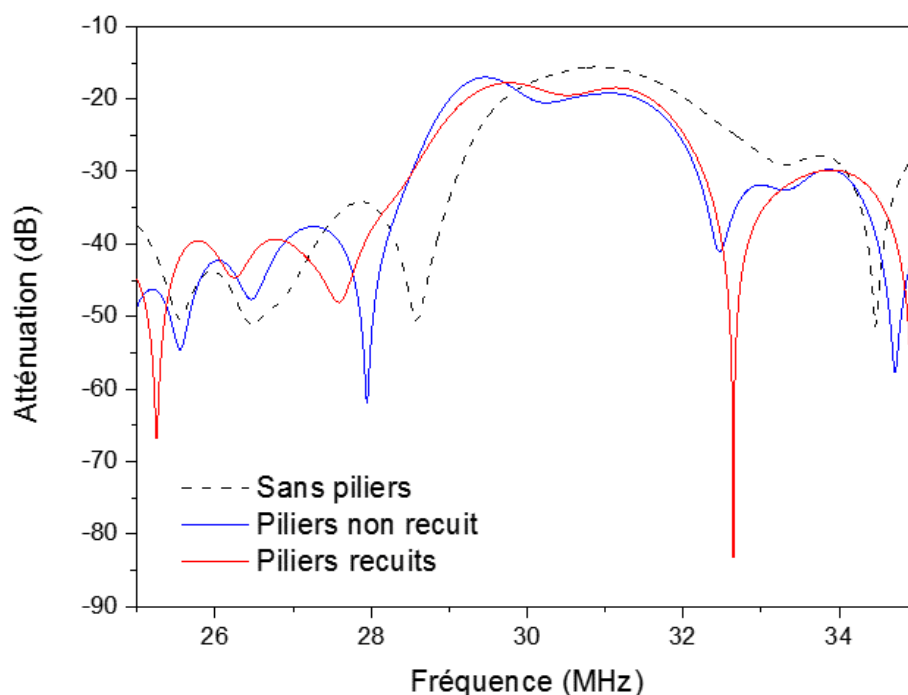


FIGURE 5.3 – Spectres de transmission (S12) obtenus pour un dispositif sans piliers (courbe noire en tirets), avec piliers non recuit (courbe bleue continue) et avec des piliers recuits (*hardbaked*) (courbe rouge continue).

Les mesures ont montré que la fréquence de résonance des piliers diminue avec l'augmentation de la température. De plus, on remarque une amélioration du facteur de qualité du pic d'atténuation dans le cas des piliers non recuits. Cette amélioration peut être expliquée par les changements de propriétés de la résine SU-8 non recuite avec la température. En effet, avec l'augmentation de la température, le matériau se rapproche de la température de transition vitreuse des piliers (60°C pour la résine non *hardbaked*) le matériau commence donc à se rigidifier [6, 11]. Comme la transition vitreuse est un phénomène réversible, les chaînes se désorganisent avec la baisse de température et les piliers retrouvent leurs paramètres mécaniques initiaux.

Dans le cas de piliers *hardbaked*, la diminution de la fréquence de résonance est toujours présente, mais l'effet sur le facteur de qualité est plus surprenant. En effet, il augmente jusqu'à 45°C puis diminue. Cet effet pourrait être expliqué par la variation commune du module de Young, du coefficient de Poisson de la résine *hardbaked*, du module de stockage et du module de perte [12]. Ces variations conjointes indiquent une variation de la rigidité et de la viscosité du matériau.

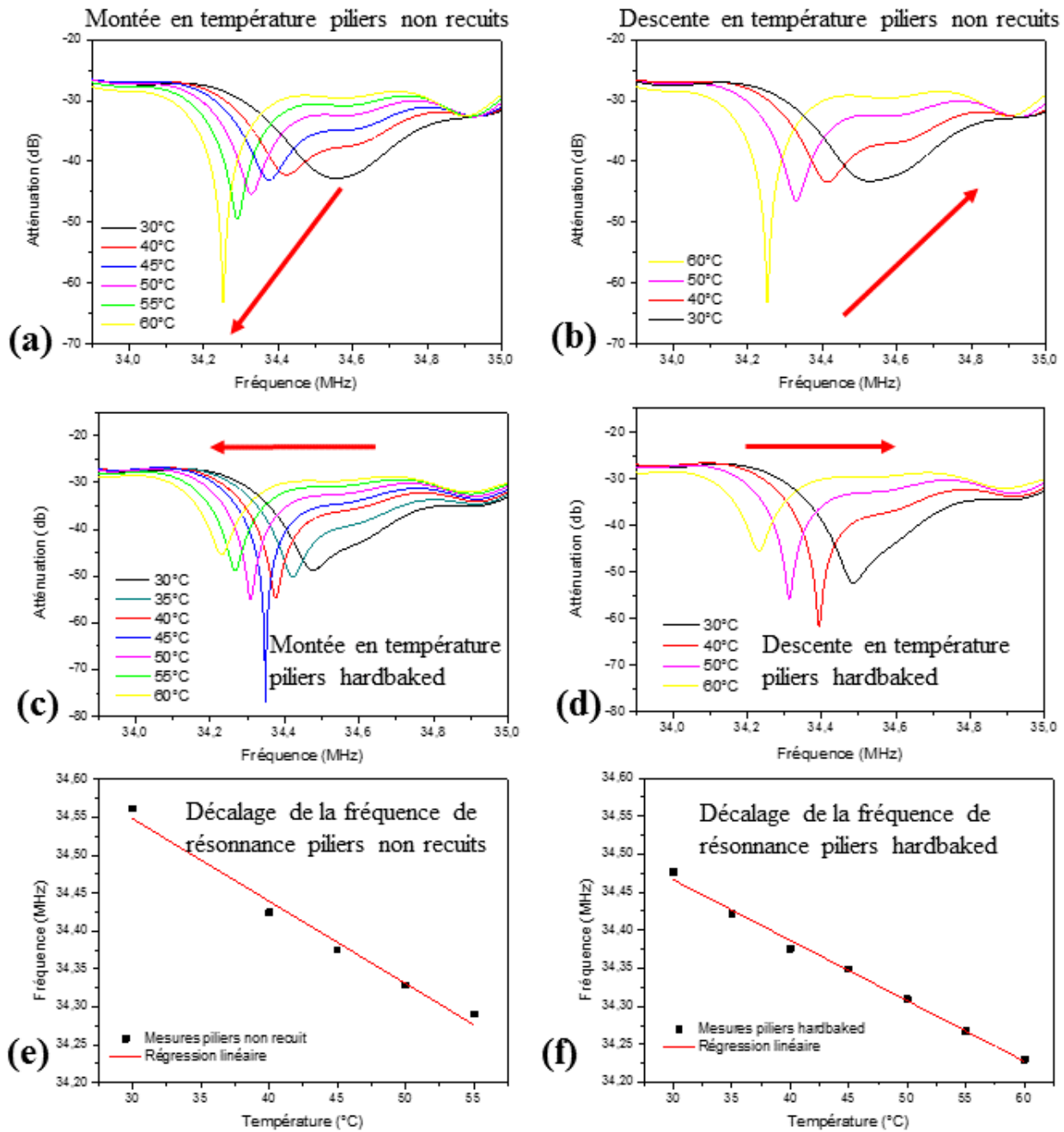


FIGURE 5.4 – Spectres de transmission (S12) obtenus pour une montée en températures (a) et une descente en température (b) pour les piliers SU-8 non recuits et les piliers *hardbaked* (c) et (d). Les flèches rouges représentent l'évolution de la température. Fréquence du pic de résonance en fonction de la température (points carrés en noir) ainsi que le tracé de l'ajustement linéaire associé (droite rouge) pour le cas des piliers sans recuit (e) et avec recuit (f).

Dans ces deux tests, les fréquences lors de la montée en température et de la descente se superposent presque parfaitement. Il n'y a donc pas de phénomène d'hystérésis qui dégraderait le dispositif après une montée en température. Cela permet de valider les protocoles expérimentaux de la partie suivante où l'on utilisera des micro-gouttelettes déposées sur les piliers et nécessitant donc un séchage entre deux mesures.

De plus, l'absence d'hystérésis permet d'utiliser ces dispositifs en temps que capteurs de température. En traçant une régression linéaire il est possible d'estimer la sensibilité en température des piliers. On observe pour les piliers non recuits une sensibilité de 10.9 kHz/°C avec un coefficient de détermination $R^2 = 0.9788$ (figure 5.4 e). Pour les piliers *hardbaked*, la pente est de 7.96 kHz/°C avec un coefficient de détermination $R^2 = 0.993$ (figure 5.4 f). Ces sensibilités paraissent inférieures à celles que l'on peut trouver pour des capteurs à ondes de surface, mais la sensibilité est élevée relativement à la fréquence de fonctionnement utilisée [13, 14, 15].

Cependant, pour les piliers non-recuits, on observe qu'un ajustement polynomial donne une meilleure approximation que la régression linéaire, ce qui laisse supposer la contribution d'effets non-linéaire dans le comportement de la résine SU-8 non recuite avec la température [16]. De plus, cette sensibilité à la température oblige un contrôle de la température du système pour une utilisation en tant que bio-capteur.

5.2.3 Mise en évidence de la sensibilité massique

Pour une utilisation bio-capteur, il faut vérifier les attentes quand à la sensibilité massique que nous avons discuté dans le chapitre 2. Pour cela nous avons utilisé deux approches, la première permet de vérifier le fonctionnement en faisant varier grandement la masse déposée sur les piliers, et la seconde consiste à estimer plus finement la sensibilité de ce type de système.

5.2.3.1 Dépôt de micro-gouttelettes d'eau de tailles croissantes

Comme première preuve de fonctionnement et de sensibilité massique du système et des structures piliers, nous avons déposé des micro-gouttelettes d'eau distillée sur les matrices de piliers grâce à une micro-pipette. Nous avons acquis les signaux pour des gouttes de 2 à 7 μl en maintenant une température de 30°C au niveau de l'échantillon. Au delà de 7 μl , la goutte dépasse du réseau de pilier, il n'est donc pas pertinent d'augmenter encore la taille des gouttes.

Entre chaque mesure, le dispositif est séché en montant la température à 60 ° C pendant quelques minutes jusqu'à ce que l'eau s'évapore complètement. Les mesures sont présentées dans la figure 5.5.

On observe deux phénomènes sur le signal : la fréquence de résonance se décale vers les basses fréquences et le facteur de qualité diminue avec le volume d'eau ajouté. Cet impact sur le facteur de qualité est dû au nombre de piliers recouverts par la goutte. En effet, en plus de répartir la masse sur un plus grand nombre de piliers, la viscosité de l'eau va également impacter plus de structures. Un plus grand nombre de piliers disperseront une partie de l'énergie de l'onde dans la goutte, ce qui correspondra à une énergie totale plus grande, et donc un facteur de qualité moins important.

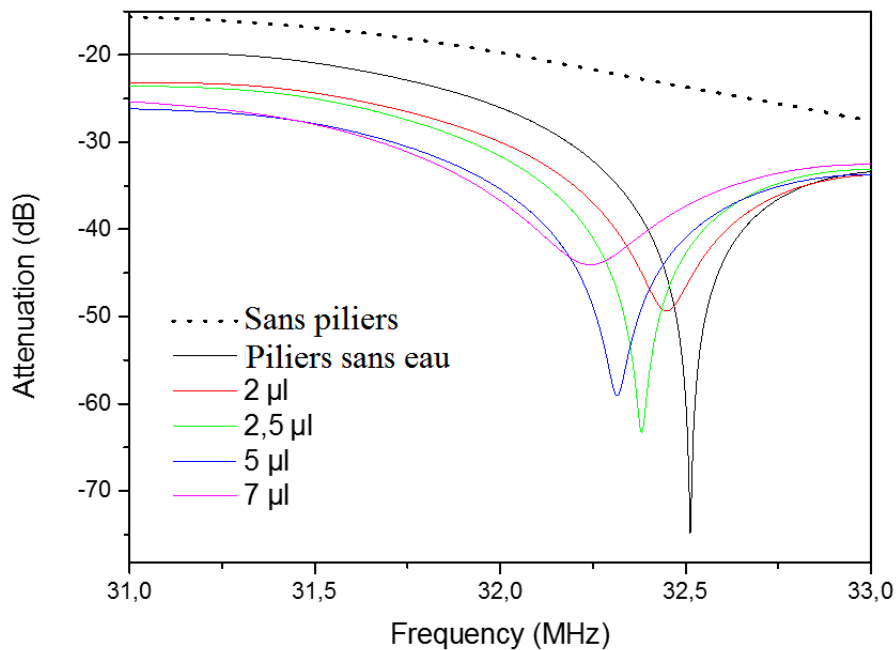


FIGURE 5.5 – Spectres de transmission (S12) obtenus pour différentes gouttes de volumes différents, déposées sur les piliers.

Le décalage de la fréquence de résonance est linéairement dépendant du volume des gouttes et donc de la masse d'eau déposée. Aussi, on observe que l'augmentation de la masse d'eau provoque le décalage du pic de résonance vers les basses fréquences. Ce comportement est conforme à notre

prédiction théoriques sur l'effet de l'ajout de masse sur les piliers (section 2.3.1.2). Ces résultats présentent une première preuve de concept d'utilisation des métastructures couplées aux ondes de Love pour une utilisation en détection.

Il est possible d'estimer la masse d'eau déposée, $m = \rho V$, avec $\rho \approx 1000 \text{ kg/m}^3$ la masse volumique de l'eau et V le volume d'eau déposé. L'évolution du décalage étant linéaire, il est facile de donner une première estimation de la sensibilité en prenant la pente de la droite. Avec ces mesures en micro-gouttelettes, une première estimation de la sensibilité donne $0.38 \text{ kHz}/\mu\text{g}$.

5.2.3.2 Mise en solution d'une espèce dans une goutte de volume fixe

Afin de pousser notre étude un peu plus loin, il est nécessaire de pouvoir déceler des changements de masse plus faibles. Pour cela, nous avons choisi de travailler avec un volume de goutte de $2.5 \mu\text{l}$ en faisant varier la concentration d'une espèce mise en solutions. L'espèce mise en solution est ici du sucre. Entre deux mesures, le dispositif est rincé à l'eau distillé et chauffé jusqu'à 60°C afin de le sécher. La température est ensuite stabilisée à 30°C pour la mesure.

La figure 5.6 montre l'évolution de la résonance des piliers pour différentes concentrations de sucre dans la goutte déposée. Pour des piliers non recuits, on remarque que la fréquence de la résonance se décale faiblement vers les basses fréquences en augmentant la concentration, mais la distinction entre les pics n'est possible qu'en repérant manuellement la fréquence de résonance (figure 5.6 (a)). L'effet est plus visible pour les piliers *hardbaked* où l'on voit une nette distinction entre les pics correspondant aux concentrations différentes (figure 5.6 (b)).

Le dispositif avec les piliers non recuits présente un saut entre la goutte d'eau seule et la première concentration de sucre (de 34.50 MHz à 34.47 MHz). Il n'est alors pas possible d'estimer simplement la sensibilité.

Par contre pour les piliers *hardbaked*, il est possible, à partir de la masse de sucre dans les gouttes et du décalage de la fréquence, de remonter à une estimation de la sensibilité du dispositif. La masse de sucre ajoutée dans chaque goutte peut être calculée avec la formule : $m_{\text{sucre}} = C.V$ avec C la concentration de sucre et V le volume de la goutte. Ces données nous donnent une estimation de la sensibilité de $0.96 \text{ kHz}/\mu\text{g}$ (figure 5.7).

Cependant, on observe que le facteur de qualité augmente en fonction de la concentration de sucre en solution. Ce phénomène n'est pas attendu. En effet le volume des gouttes étant le

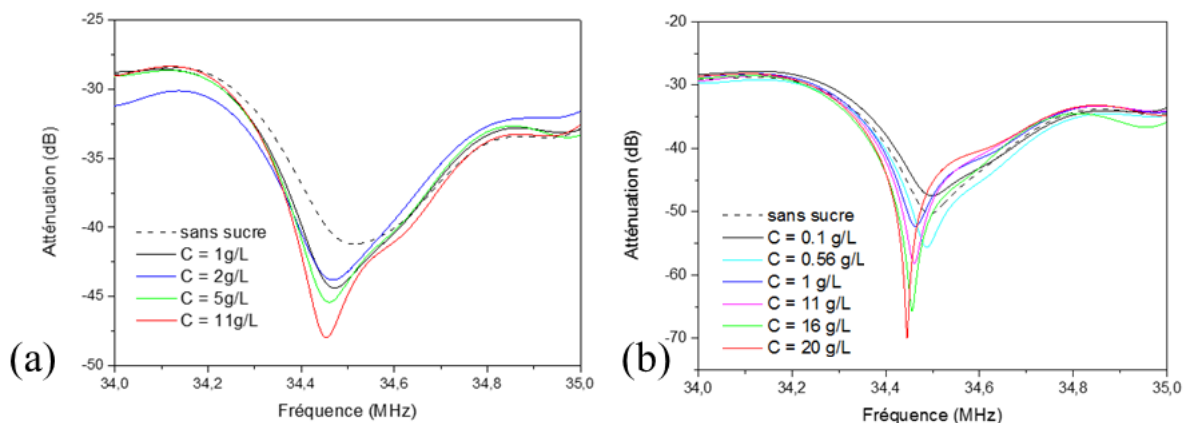


FIGURE 5.6 – Spectres de transmission (S12) obtenu pour différentes concentrations de sucre dans une goutte de $2.5 \mu\text{l}$ déposée sur les piliers non recuits (a) et piliers recuits (*hardbaked*) (b).

même, on s’attend à ce que la forme du pic d’atténuation soit là même. La dilution de sucre dans l’eau augmente la viscosité du liquide [17, 18]. Il est donc probable que les piliers mesurent à la fois les effets du changement de la masse de la goutte ainsi que le changement de viscosité du milieu. Une solution envisagée pour confirmer cette hypothèse et valider complètement les valeurs de sensibilités des dispositifs serait de mesurer les décalages pour des micro-billes d’oxyde de fer (II, III) qui auraient un effet presque négligeable sur la viscosité de la goutte.

De plus, on s’attend à ce que les autres types de dispositifs fabriqués dans le chapitre précédent (parties 4.2.2.1, 4.2.2.2 et 4.2.3), fonctionnant à une fréquence plus haute et avec des matériaux plus rigides montrent des sensibilités plus importantes.

Ces premiers résultats expérimentaux de détection pourraient être étendus à des mesures de biodétection en mettant en solution une espèce biologique et en mettant au point un protocole de chimie de surface pour réaliser une détection spécifique. Nous discuterons ces points dans les perspectives de ces travaux de thèse.

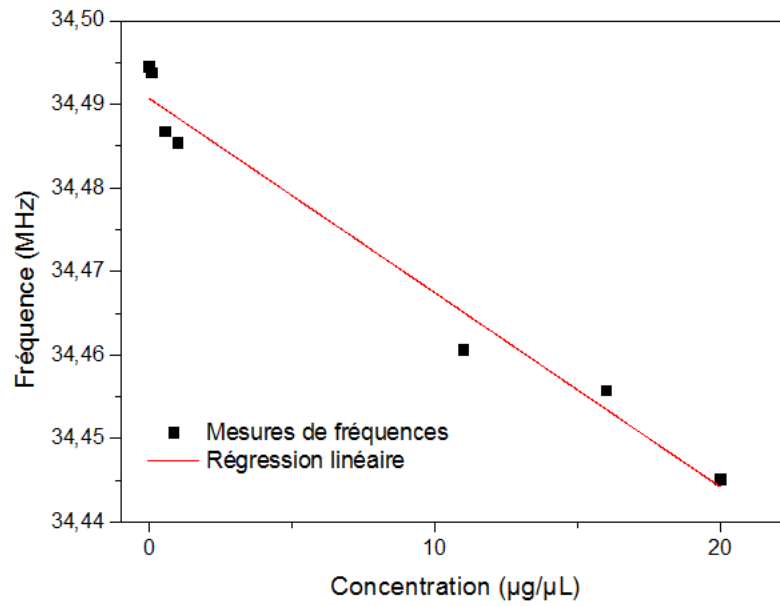


FIGURE 5.7 – Ajustement linéaire des fréquences de résonance en fonction de la concentration en sucre (droite rouge) pour le cas des piliers *hardbaked*

Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons caractérisé les dispositifs avec les piliers en résine SU-8. Nous avons montré que la présence des piliers influe sur les ondes de Love en créant une forte atténuation à une fréquence de 32.5 MHz, correspondant à la fréquence de résonance des-dits piliers. De plus, nous avons montré que la modification des paramètres physiques des piliers par un recuit à une température supérieure à la température de réticulation (120 ° C) change la réponse des piliers en augmentant l'atténuation et le facteur de qualité.

Nous avons étudié la dépendance en température afin de nous assurer que les dispositifs ne se détériorent pas après chauffage. Cette étude nous a montré que la résonance se décale en fonction de la température et que la structure interne des piliers influe sur la réponse obtenue.

Nous avons également pu établir que, conformément aux modèles théoriques présentés dans la partie 2.3.1, la présence d'une masse au sommet des piliers induit un décalage de la résonance vers les basses fréquences et que ce décalage est linéairement dépendant de la masse ajoutée. Nous avons pu vérifier cet effet de deux manières, d'abord en ajoutant un volume croissant d'eau au sommet du réseau de piliers et ensuite avec une concentration croissante de sucre dans la micro-solution. Ces résultats montrent une première utilisation des métastructures en piliers couplées aux ondes de Love en tant que capteur de masse, capable de fonctionner en milieu liquide.

Cependant, ces résultats de sensibilité doivent être confirmés. En effet, la sensibilité au liquide déposé change avec la concentration en sucre. L'effet mesuré semble être la combinaison de la masse et du changement de la viscosité. Pour cela, de nouvelles mesures sont envisagées en remplaçant le sucre en solution par des micro-billes qui auront un effet négligeable sur la viscosité.

De plus, nous n'avons pas eu le temps de caractériser que les dispositifs à piliers en résine SU-8. Nous envisageons de réaliser la caractérisation et les tests dans les mêmes conditions en utilisant les dispositifs en quartz avec les piliers en cuivre, ZnO et silice que nous avons pu fabriquer. Enfin, afin de valider le fonctionnement du système pour une utilisation pour la biodétection, il faudra mettre en place des protocoles utilisant une chimie de surface spécifique et une espèce biologique (protéines, bactéries, ...).

Bibliographie

- [1] Sarah Benchabane, Roland Salut, Olivier Gaiffe, Valérie Soumann, Mahmoud Addouche, Vincent Laude, and Abdelkrim Khelif. Surface-Wave Coupling to Single Phononic Subwavelength Resonators. *Physical Review Applied*, 8(3), September 2017.
- [2] Ting-Wei Liu, Yu-Ching Lin, Yao-Chuan Tsai, Takahito Ono, Shuji Tanaka, and Tsung-Tsong Wu. Evidence of a Love wave bandgap in a quartz substrate coated with a phononic thin layer. *Applied Physics Letters*, 104(18) :181905, May 2014.
- [3] K. Kurokawa. Power Waves and the Scattering Matrix. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, 13(2) :194–202, March 1965.
- [4] S.R. Mazumder and P.D. van der Puije. Two-Signal Method of Measuring the Large-Signal S-Parameters of Transistors. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, 26(6) :417–420, June 1978.
- [5] David Pozar. *Microwave Engineering*. 4th edition, 1998.
- [6] Sung-Won Youn, Akihisa Ueno, Masaharu Takahashi, and Ryutaro Maeda. Microstructuring of SU-8 photoresist by UV-assisted thermal imprinting with non-transparent mold. *Microelectronic Engineering*, 85(9) :1924–1931, September 2008.
- [7] Ram Surya Gona and Eric D Johnston. SU-8 Post Development Bake (Hard Bake) Study. page 10.
- [8] C. J. Robin, Aakansha Vishnoi, and Krishna N. Jonnalagadda. Mechanical Behavior and Anisotropy of Spin-Coated SU-8 Thin Films for MEMS. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 23(1) :168–180, February 2014.
- [9] Tingge Xu, Jun Hyeon Yoo, Sachin Babu, Samit Roy, Jeong-Bong Lee, and Hongbing Lu. Characterization of the mechanical behavior of SU-8 at microscale by viscoelastic analysis. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 26(10) :105001, October 2016.
- [10] Paul Roach. SU-8 Guiding Layer for Love Wave Devices. page 9, 2007.
- [11] Charles Chung and Mark Allen. Uncrosslinked SU-8 as a sacrificial material. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 15(1) :N1–N5, January 2005.
- [12] Soonwan Chung and Seungbae Park. Effects of temperature on mechanical properties of SU-8 photoresist material. *Journal of Mechanical Science and Technology*, 27(9) :2701–2707, September 2013.
- [13] B. Drafts. Acoustic wave technology sensors. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, 49(4) :795–802, April 2001.

- [14] W.-E. Bulst, G. Fischerauer, and L. Reindl. State of the art in wireless sensing with surface acoustic waves. *IEEE Transactions on Industrial Electronics*, 48(2) :265–271, April 2001. Conference Name : IEEE Transactions on Industrial Electronics.
- [15] Wenxiu Dong, Xue Ji, Jun Huang, Taofei Zhou, Tengku Li, Yingmin Fan, and Ke Xu. Sensitivity enhanced temperature sensor : one-port 2D surface phononic crystal resonator based on AlN/sapphire. *Semiconductor Science and Technology*, 34(5) :055005, May 2019.
- [16] Harald Steiner, Franz Keplinger, Wilfried Hortschitz, and Michael Stifter. The non-linear thermal behavior of SU-8. In *2012 35th International Spring Seminar on Electronics Technology*, pages 450–454, May 2012. ISSN : 2161-2064.
- [17] Tonny Soesanto and Michael C. Williams. Volumetric interpretation of viscosity for concentrated and dilute sugar solutions. *The Journal of Physical Chemistry*, 85(22) :3338–3341, October 1981.
- [18] J. Chirife and M.P. Buera. A simple model for predicting the viscosity of sugar and oligosaccharide solutions. *Journal of Food Engineering*, 33(3-4) :221–226, August 1997.

Conclusion générale et perspectives

Ce manuscrit de thèse a présenté une approche qui consiste à utiliser les structures phononiques sous formes de piliers dans des capteurs à ondes acoustiques de surface. Ce sujet de thèse pluridisciplinaire, à la fois théorique et expérimental a permis d'explorer différentes thématiques comme la physique des ondes acoustiques et des cristaux phononiques, le fonctionnement des biocapteurs, la science des matériaux et la fabrication en salle blanche. De plus, nous avons pu valoriser ces travaux avec deux revues à comités de lectures et trois conférences internationales.

D'abord, nous avons exploré la littérature des capteurs à ondes acoustiques de surface et de la physique des cristaux phononiques ainsi que les perspectives de leur utilisation dans des systèmes de détection (chapitre 1). Cette revue bibliographique nous a permis d'orienter le sujet vers des structures sous forme de piliers qui sont souvent couplées avec les ondes acoustiques de surface. De plus, les piliers présentent l'avantage de pouvoir facilement interagir avec des molécules en suspension dans un fluide. Nous avons enfin choisi de travailler avec un système de ligne à retard utilisant les ondes de Love correspondant à la configuration la plus utilisée des biocapteurs acoustiques. En effet, les ondes de Love ont la particularité de se propager dans le plan du substrat, ce qui limite les interactions entre les ondes et le milieu liquide environnant, et par conséquent réduit les pertes acoustiques dans le liquide.

Ensuite, nous avons développé des approches (chapitre 2) basées sur la méthode des éléments finis afin de concevoir et présenter une structure phononique de référence. Cette structure correspond à un cristal phononique constitué de couches cylindriques alternées de tungstène et de silice (d'épaisseur et de rayon $3 \mu m$) et présentant une large bande interdite. A partir de ce cristal, nous avons conçu un pilier phononique, constitué d'un nombre fini de couches de tungstène et de silice, et doté de modes de résonance localisés à la surface du pilier à des fréquences dans

la bande interdite. Nous avons ensuite développé une méthode semi-analytique nous permettant d'estimer la sensibilité de ces piliers à la détection de masse. Cette étude nous a permis d'évaluer la sensibilité maximale d'un tel système à 1.48 ng/cm^2 ce qui est environ 13 fois inférieur à un capteur à onde de Love classique. Finalement nous avons exploré les impacts des dimensions des piliers sur le système, notamment sur la fréquence des modes de résonance des piliers et de la sensibilité associée.

Dans le chapitre 3, nous avons présenté une méthode permettant d'évaluer l'impact d'une couche fluide viscoélastique sur la propagation des ondes de Love. Cette méthode se base sur le développement des équations de propagation des ondes élastiques dans des matériaux piézo-électriques, anisotropes et viscoélastiques. Ces équations sont ensuite entrées dans le logiciel de calcul par éléments finis *Comsol Multiphysics*. Nous avons ensuite comparé les résultats obtenus avec une méthode purement analytique et avons observé plusieurs différences de comportement notamment à de très hautes valeurs de viscosité. De plus, notre modèle permet d'intégrer facilement les paramètres de viscosité, la piézoélectricité et l'anisotropie des matériaux utilisés. Le modèle apporte plus de flexibilité que les modèles analytiques. En effet, il permet de multiplier le nombre de couches intégrées dans la simulation sans avoir besoin de développer à nouveau les équations de propagation. Cet avantage a été mis en évidence par l'incorporation d'une couche métallique correspondant à une électrode dans le modèle.

La structure de référence définie dans le second chapitre présentant de nombreuses difficultés pour être réalisée, nous avons entrepris la fabrication de dispositifs expérimentaux comportant des piliers composés uniquement d'une couche. Nous avons donc décrit dans le chapitre 4 les protocoles de fabrication et le matériel de salle blanche que nous avons utilisé pour la réalisation des dispositifs expérimentaux. Nous avons sélectionné des méthodes par soulèvement afin de réaliser les électrodes sur un substrat piézoélectrique, puis différentes méthodes pour la réalisation des piliers :

- la photolithographie directe permettant d'obtenir des piliers en polymère SU-8 ;
- le dépôt par pulvérisation de ZnO puis par gravure humide ;
- le dépôt par PECVD puis le soulèvement de la résine ou la gravure humide par acide fluoridrique ;
- et l'électrodéposition du cuivre dans des cavités formées dans une résine photosensible.

Enfin, le chapitre 5 a présenté les caractérisations sous pointes des dispositifs munis de piliers en résine SU-8 qui ont mis en évidence une forte absorption du signal transmis à une fréquence de 32.45 MHz. Cette absorption a permis de valider nos modèles théoriques. Nous avons également montré que cette absorption est dépendante des paramètres physiques de la résine, notamment après un recuit à 150 ° C qui permet la réticulation des chaînes de polymère. Ensuite, nous avons étudié la sensibilité du système à la température et à un dépôt de masse par un dépôt de micro-gouttelettes sur le réseau de piliers. Pour ces deux paramètres, la fréquence du pic d'absorption se décale vers les basses fréquences. Nous avons finalement estimé la sensibilité du système en déposant des gouttes de 2.5 μl contenant différentes concentrations de sucre. Cela a permis de définir une première sensibilité pour les piliers recuits de 0.96 $kHz/\mu g$.

Ce travail présente donc une analyse et conception complète d'un dispositif phononique interagissant avec les ondes de Love et une première preuve expérimentale du potentiel de détection des micro-structures piliers couplées aux ondes acoustiques de surface.

Cependant, des limitations et perspectives d'améliorations sont envisagés :

- Seul les piliers SU-8 ont pu être testé. Leur fonctionnement s'opère relativement en basses fréquences et leurs paramètres physiques donnent des sensibilités beaucoup plus faibles que ce qui a été calculé pour la structure idéale dans le chapitre 2. Les mêmes expériences sont prévues pour des piliers en oxyde de zinc, cuivre et silice dont on s'attend à des résonances ayant un facteur de qualité plus important et une meilleure sensibilité. De plus, comme il a été montré dans les simulations, la fabrication de structures multicouches devraient également améliorer ses paramètres.
- Ces résultats de détection ne représentent qu'un pas vers un biocapteur fonctionnel. En effet, en plus d'une preuve de sensibilité, il faut pourvoir intégrer une fonctionnalisation chimique de la surface afin de rendre la détection spécifique.
- L'utilisation de matières biologiques est également différente des premiers tests effectués avec des solutions. En effet, la viscosité des espèces se déposant sur les piliers aura une influence en plus de leur masse.
- Afin de rendre le dispositif utilisable en dehors du laboratoire, il faut réfléchir à les inclure sur des puces pouvant être connectées facilement à des connecteurs d'entrée-sortie élec-

triques. Il faudra également réfléchir à inclure le dispositif dans un système microfluidique tout en évitant les court-circuits, et travailler avec un flux de liquide adapté autour des piliers.

Le système présenté dans ce manuscrit correspond à la première étape pour la mise en fonction d'un système de biodétection se basant sur l'interaction de structures phononiques avec des ondes acoustiques de surface. Les modèles théoriques et les premières fabrications en salle blanche pourront être utilisées pour la réalisation et l'optimisation de nouveaux dispositifs de détection dans la veine de ceux présentés ici.

Annexe A

Code *Python* permettant de modéliser le transport des ondes de Love dans un système multicouches

Code permettant une modélisation analytique du problème posé au chapitre 3 et inspire de la méthode proposée par Kielczyński.

```
# -*- coding: utf-8 -*-

from math import sqrt, pi, cos, sin, sinh, cosh, tan
from scipy.optimize import root, bisect
import matplotlib.pyplot as plt
import numpy as np
import os

os.system("clear")

#####Fonctions#####
def disp_kiel(z):
    k0 = z[0]
    alpha = z[1]
    F = np.empty(2)

    c = sqrt(k_layer ** 2 - k0 ** 2 + alpha ** 2)
    d = k0 * alpha / c
    e = sqrt(k0 ** 2 - alpha ** 2 - k_substrate ** 2)
    f = k0 * alpha / e
    a1 = (k0 ** 2 - alpha ** 2) / (
```

```

    2 * sqrt(2) * sqrt(omega * rho_l / eta - 2 * k0 * alpha)
) + sqrt(omega * rho_l / eta - 2 * k0 * alpha) / sqrt(2)
b1 = (k0 ** 2 - alpha ** 2) / (
    2 * sqrt(2) * sqrt(omega * rho_l / eta - 2 * k0 * alpha)
) - sqrt(omega * rho_l / eta - 2 * k0 * alpha) / sqrt(2)

y1 = sin(c * h_layer) * cosh(d * h_layer)
y2 = cos(c * h_layer) * sinh(d * h_layer)
y3 = mu_layer ** 2 * (c ** 2 - d ** 2) - omega * eta
* mu_substrate * (
    f * a1 + e * b1
)
y4 = mu_layer ** 2 * 2 * c * d - omega * eta
* mu_substrate * (e * a1 - f * b1)
y5 = cos(c * h_layer) * cosh(d * h_layer)
y6 = sin(c * h_layer) * sinh(d * h_layer)
y7 = mu_layer * mu_substrate * (e * c + f * d)
- omega * eta * mu_layer * (
    a1 * d - b1 * c
)
y8 = mu_layer * mu_substrate * (d * e - c * f)
+ omega * eta * mu_layer * (
    a1 * c + b1 * d
)
F[0] = (y1 * y3 - y2 * y4) - (y5 * y7 + y6 * y8)
F[1] = y5 * y8 - y1 * y4 - y2 * y3 - y6 * y7
return F

```

```
def disp(x):
```

```

    return tan(H * sqrt(k_layer ** 2 - x ** 2))
- (mu_substrate / mu_layer) * sqrt(
    (x ** 2 - k_substrate ** 2) / (k_layer ** 2 - x ** 2)
)

```

```
def k_init_generation():
```

```
#####Determination_du_K_initial#####
```

```

k0 = []
k0.append(k_substrate)

```

```

for i, H in enumerate(h[1:]): # commence la boucle a partir de
                               #h[1] et non h[0]

```

```

    a = k0[i]
    b = k0[i]

```

```

    while disp(a) * disp(b) > 0:
        a += 1

```

```

        k0.append(bisect(displ, a, b))

    for i, H in enumerate(h[:]):
        if round(H, 10) == round(h_layer, 10):
            j = i

    kinit = k0[j]
    print("kinit_=", kinit)
    return kinit

#####Parametres_de_simulation#####
frequency = (
    250.0 * 1.0e6
) # Hz 250MHz pour calculs epaisseur ou viscosite ,
  #100MHz pour frequence
h_layer = (
    4.2 * 1.0e-6
) # pour un calcul de viscosite entrez 4.2 um,
  #1 um pour un calcul epaisseur
h = np.arange(0.0, 10e-6, 0.1e-6)

omega = 2 * pi * frequency # pulsation

substrat = "quartz" # remplacer par "quartz", "steel"
guide = "sio2" # remplacer par "sio2", "Cu", "Zno"
fluide = "eau" # remplacer par "eau", "air", "glycerol"
calcul = "viscosite" # remplacer par "epaisseur",
  #"viscosite", "frequence"

#####Donnees_couches#####
if fluide is "eau":
    rho_l = 1000 # kg/m3
    eta = 0.00089 #Pa*s

elif fluide is "air":
    rho_l = 1.2 # kg/m3
    eta = 0.000018 # Pa*s

if substrat is "steel":
    # Steel
    mu_substrate = 8.02e10 # N/m^2
    rho_substrate = 7.8e3 # kg/m^3

elif substrat is "quartz":
    # Quartz ST90
    mu_substrate = 6.6089e10 # 3.177e10 #N/m^2
    rho_substrate = 2.65e3 # kg/m^3

```

```

c44 = 3.177e10
c46 = 1.0398e10
c66 = 6.6089e10
Ca = sqrt((c66 / c44) - (c46 ** 2 / c44 ** 2))

elif substrat is "LiNbO3":
    # Quartz ST90
    # mu_substrate = 6.8e10 # 3.177e10 #N/m^2
    rho_substrate = 4.7e3 # kg/m^3
    c11 = 1.93e11
    c12 = 0.907e11
    c44 = 5.662e10
    c46 = 0e10
    c66 = 7.576e10
    Ca = sqrt((c66 / c44) - (c46 ** 2 / c44 ** 2))
    E = c11-2*c12*c12/(c11+c12)
    pois = c12/(c11+c12)
    mu_substrate = E/(2*(1+pois))

#vitesse substrat
v_substrate = sqrt(c66/rho_substrate) #m/s
k_substrate = omega / v_substrate

if guide is "Cu":
    # Cu
    mu_layer = 3.91e10 # N/m^2
    rho_layer = 8.9e3 # kg/m^3

elif guide is "Zno":
    # Layer_ZnO
    mu_layer = 4.23e10 # N/m^2
    rho_layer = 5.665e3 # kg/m^3

elif guide is "sio2":
    # Layer_SiO2
    mu_layer = 1.995e10 #N/m^2 3.12e10
    rho_layer = 2.203e3 # kg/m^3

# vitesse guide
v_layer = sqrt(mu_layer / rho_layer) # m/s
k_layer = omega / v_layer

print("v_substrate_=", v_substrate)
print("k_substrate_=", k_substrate)
print("v_layer_=", v_layer)
print("k_layer_=", k_layer)

#####Determination_du_K_initial#####

```

```

mur = mu_substrate / mu_layer
k0 = []
k0.append(k_substrate)

for i, H in enumerate(h[1:]): # commence la boucle for a partir
                               #de h[1] et non h[0]
    a = k0[i]
    b = k0[i]

    while disp(a) * disp(b) > 0:
        a += 1

    k0.append(bisect(disp, a, b))

for i, H in enumerate(h[:]):
    if round(H, 10) == round(h_layer, 10):
        j = i

kinit = k0[j]
print("kinit_=" , kinit)

#####Calculs#####
Vphase = []
Alpha = []
alphainit = 0.01

if calcul is "epaisseur":
    H_layer = np.linspace(0.1, 10.0, 10.0 / 0.1) * 1e-6

    for j in range(len(H_layer)):
        h_layer = H_layer[j]
        # k_init_generation()
        zinit = np.array([kinit, alphainit])
        z = root(disp_kiel, zinit, method="hybr")
        Vphase.append(2 * pi * frequency / z.x[0])
        Alpha.append(abs(z.x[1]))
        kinit = z.x[0]
        alphainit = abs(z.x[1])

    lam = []
    H_norm = []
    for i in Vphase:
        lam.append(i / frequency)
    for i in range(len(lam)):
        H_norm.append(H_layer[i] / lam[i])

elif calcul is "viscosite":
    Eta = np.linspace(eta, 200, 1.0 / 0.01) * 1e-3

```

```

for j in range(Eta.shape[0]):
    eta = Eta[j]
    zinit = np.array([kinit, alphainit])
    z = root(displ_kiel, zinit, method="hybr")
    Vphase.append(2 * pi * frequency / z.x[0])
    Alpha.append(abs(z.x[1]))
    kinit = z.x[0]
    alphainit = abs(z.x[1])
Eta_cP = [i for i in Eta] # pour affichage en cP

if calcul is "frequence":
    freq = np.linspace(10.0, 400.0, 1000000) * 1e6

    for j in range(len(freq)):
        frequency = freq[j]
        omega = 2 * pi * frequency

        # recalcul des vitesses pour les chaque frequence
        if substrat is "steel":
            v_substrate = sqrt(mu_substrate / rho_substrate) # m/s
            k_substrate = omega / v_substrate

        elif substrat is "quartz":
            v_substrate = sqrt(mu_substrate / rho_substrate)
            k_substrate = omega / v_substrate

        v_layer = sqrt(mu_layer / rho_layer) # m/s
        k_layer = omega / v_layer

        zinit = np.array([kinit, alphainit])
        z = root(displ_kiel, zinit, method="hybr")
        Vphase.append(2 * pi * frequency / z.x[0])
        Alpha.append(abs(z.x[1]))
        kinit = z.x[0]
        alphainit = abs(z.x[1])

Alpha = np.array(Alpha)
Vphase = np.array(Vphase)

plt.figure(2)
plt.subplot(2, 1, 1)
title = (
    "Frequency:"
    + str(frequency / 1e6)
    + "MHz, Layer:"
    + guide
    + ", Substrate:"
    + substrat

```

```

)
plt.title(title)

if calcul is "viscosite":
    plt.xlabel("Viscosity_(cP)")
    plt.plot(Eta_cP, Vphase, "o-")
elif calcul is "epaisseur":
    plt.xlabel("Thickness_(um)")
    plt.plot(
        H_layer*1e6, Vphase, "o-")
    ) # remplacer H_layer par H_norm pour une normalisation
elif calcul is "frequence":
    plt.xlabel("frequence_(MHz)")
    plt.plot(freq * 1e-6, Vphase, "o-")

plt.ylabel("Phase_velocity_(m/s)")

v_Love = sqrt(v_substrate * v_layer)
a = v_Love / (2 * frequency)
plt.subplot(2, 1, 2)

if calcul is "viscosite":
    plt.xlabel("Viscosity_(cP)")
    plt.plot(Eta_cP, Alpha, "o-")
elif calcul is "epaisseur":
    plt.xlabel("Thickness_(um)")
    plt.plot(H_layer*1e6, Alpha, "o-")
    # remplacer H_layer par H_norm
    #pour une normalisation

elif calcul is "frequence":
    plt.xlabel("frequence_(MHz)")
    plt.plot(freq * 1e-6, Alpha, "o-")

plt.ylabel("Attenuation_(Nepper/m)")
plt.show()

```


Annexe B

Identification des paramètres des équations et construction des matrices de calcul pour le modèle PDE

En comparant les équations 3.6, 3.7, 3.9 et 3.10 avec le polynôme 3.26 demandé par le module PDE. En réarrangeant les équation du mouvement (équation 3.6), on obtient :

$$\begin{aligned} a\mathbf{U} &= \rho U_y \omega^2 \\ -C\nabla^2\mathbf{U} &= C_{66}\frac{\partial^2 U_y}{\partial x^2} + C_{44}\frac{\partial^2 U_y}{\partial z^2} + e_{16}\frac{\partial^2 \Phi}{\partial x^2} + e_{34}\frac{\partial^2 \Phi}{\partial z^2} \\ &\quad + C_{64}\frac{\partial^2 U_y}{\partial x\partial z} + C_{46}\frac{\partial^2 U_y}{\partial z\partial x} + e_{36}\frac{\partial^2 \Phi}{\partial z\partial x} + C_{14}\frac{\partial^2 \Phi}{\partial z\partial x} \\ \lambda^2 e_a \mathbf{U} &= -k^2 C_{66} U_y - k^2 e_{16} \Phi \\ -\lambda d_a \mathbf{U} &= -2ike_{16}\frac{\partial \Phi}{\partial x} - ike_{36}\frac{\partial \Phi}{\partial x} - ike_{14}\frac{\partial \Phi}{\partial z} \\ &\quad - 2ikC_{64}\frac{\partial U_y}{\partial z} - 2ikC_{66}\frac{\partial U_y}{\partial x} \end{aligned} \tag{B.1}$$

et en réarrangeant l'équation du comportement électrique (équation 3.7), on obtient :

$$\begin{aligned}
 -C\nabla^2\mathbf{U} &= e_{16}\frac{\partial^2 U_y}{\partial x^2} + e_{36}\frac{\partial^2 U_y}{\partial z^2} - \varepsilon_{11}\frac{\partial^2 \Phi}{\partial x^2} - \varepsilon_{33}\frac{\partial^2 \Phi}{\partial z^2} \\
 &\quad + e_{14}\frac{\partial^2 U_y}{\partial x\partial z} + e_{36}\frac{\partial^2 U_y}{\partial z\partial x} - \varepsilon_{13}\frac{\partial^2 \Phi}{\partial x\partial z} - \varepsilon_{31}\frac{\partial^2 \Phi}{\partial z\partial x} \\
 \lambda^2 e_a \mathbf{U} &= -k^2 e_{16} U_y + k^2 \varepsilon_{11} \Phi \\
 -\lambda d_a \mathbf{U} &= -2ik\varepsilon_{11}\frac{\partial \Phi}{\partial x} - ik e_{14}\frac{\partial U_y}{\partial z} - ik e_{36}\frac{\partial U_y}{\partial z} \\
 &\quad + ik\varepsilon_{13}\frac{\partial \Phi}{\partial z} + ik\varepsilon_{31}\frac{\partial \Phi}{\partial z} - 2ike_{16}\frac{\partial U_y}{\partial x}
 \end{aligned} \tag{B.2}$$

Ces équations réarrangées permettent d'identifier les paramètres des matrices a , C , e_a , d_a et β .

Pour une couche piézoélectrique anisotrope, on obtient les matrices :

$$C = \begin{bmatrix} \begin{bmatrix} -C_{66} & -C_{46} \\ -C_{46} & -C_{44} \end{bmatrix} & 0 & 0 & \begin{bmatrix} -e_{16} & -e_{36} \\ -e_{14} & -e_{34} \end{bmatrix} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ \begin{bmatrix} -e_{16} & -e_{14} \\ -e_{36} & -e_{34} \end{bmatrix} & 0 & 0 & \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{13} & \varepsilon_{33} \end{bmatrix} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \tag{B.3}$$

$$a = \begin{bmatrix} \rho\omega^2 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \tag{B.4}$$

$$e_a = \begin{bmatrix} -C_{66} & 0 & 0 & -e_{16} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ -e_{16} & 0 & 0 & -\varepsilon_{11} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \tag{B.5}$$

$$d_a = \begin{bmatrix} 0 & 2i & -2i & 0 & -3i & -i \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 2i & -2i & 0 & 2i & 2i \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (\text{B.6})$$

$$\beta = \begin{bmatrix} \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} -2C_{66} \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 \\ 2C_{64} \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 2e_{16} + e_{36} \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 \\ e_{14} \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} -e_{16} \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 \\ e_{14} + e_{36} \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} -\varepsilon_{11} \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 \\ -2\varepsilon_{13} \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} \end{bmatrix} \quad (\text{B.7})$$

Pour une couche isotrope solide, solide viscoélastique ou liquide visqueux, on obtient les matrices :

$$C = \begin{bmatrix} -\mu & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \varepsilon & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (\text{B.8})$$

$$a = \begin{bmatrix} -\rho\omega^2 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (\text{B.9})$$

$$e_a = \begin{bmatrix} -\mu & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \varepsilon & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (\text{B.10})$$

$$d_a = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & -2i & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2i & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (\text{B.11})$$

$$\beta = \begin{bmatrix} \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ \mu \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ -\varepsilon \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} \end{bmatrix} \quad (\text{B.12})$$

Publications et communications

Revue internationale à comité de lecture

J. Bonhomme, M. Oudich, P.A. Segura Chavez, M.L. Bellaredj, J.-F. Bryche, D. Beyssen, P.G. Charette and F. Sarry. "Numerical Characterization of Love Waves Dispersion in Viscoelastic Guiding-Layer Under Viscous Fluid". *Journal of Applied Physics*, 128(15) :154502, October 2020.

J. Bonhomme, M. Oudich, B. Djafari-Rouhani, F. Sarry, Y. Pennec, B. Bonello, D. Beyssen and P. G. Charette. "Love waves dispersion by phononic pillars for nano-particle mass sensing". *Applied Physics Letters*, 114(1) :013501, January 2019.

Conférences internationales avec acte

P.A. Segura Chavez, F. Sarry, M.L. Bellaredj, **J. Bonhomme**, L. Olive, D. Beyssen, M. Oudich and P.G. Charette. "Love wave sensor for detection of viscosity changes on a cell monolayer". In *2020 MicroTAS*, Online, *poster*.

J. Bonhomme, M. Oudich, P. A. Segura Chavez, L. Olive, D. Beyssen, P. G. Charette and F. Sarry. "Theoretical study of a phononic structure for bio-sensing applications". In *2019 IEEE SENSORS*, Montréal, pages 1–4, October 2019. ISSN : 1930, *oral*.

F. Sarry, P.A. Segura Chavez, **J. Bonhomme**, L. Olive, D. Beyssen, M. Oudich and P.G. Charette. "Love wave biosensor to diagnose modification of cell viscoelasticity". In *2019 IEEE SENSORS*, Montréal, pages 1–4, October 2019. ISSN : 2168-9229, *poster*.

J. Bonhomme, M. Oudich, B. Djafari-Rouhani, F. Sarry, Y. Pennec, B. Bonello, D. Beyssen and P. G. Charette. "Nano-particle mass sensing using phononic pillars". In *2019 IEEE Interna-*

tional Ultrasonics Symposium (IUS), Glasgow, pages 844–846, October 2019. ISSN : 1948-5719, *poster*. **Finalist of the Student Paper Competition.**

Conférences internationales sans acte

J. Bonhomme, M.L. Bellaredj, J-F. Bryche, M. Oudich, P.A. Segura Chavez, D. Beyssen, P.G. Charette and F. Sarry. "Experimental Evidence of Mass Sensitivity for Love Wave Interacting with phononic Pillars". In *2020 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS)*, Las-Vegas/online, *poster*.

Workshops et séminaires

J. Bonhomme, M. Oudich, B. Djafari-Rouhani, F. Sarry, Y. Pennec, B. Bonello, D. Beyssen and P. G. Charette. "Dispositif micro-fluidique à base de métamatériaux pour la bio-détection". *Journée CNES jeunes chercheurs 2019*, Citée de l'espace, Toulouse, *oral*.

J. Bonhomme, M. Oudich, B. Djafari-Rouhani, F. Sarry, Y. Pennec, B. Bonello, D. Beyssen and P. G. Charette. "Nano-particle mass sensing using phononic pillars". *Journée CNES jeunes chercheurs 2019*, Citée de l'espace, Toulouse, *poster*.

J. Bonhomme, M. Oudich, B. Djafari-Rouhani, F. Sarry, Y. Pennec, B. Bonello, D. Beyssen and P. G. Charette. "Capteurs phononiques à ondes de Love pour la biodétection". *Séminaire de l'école doctorale C2MP 2019*, UFR de Mathématiques, Metz, *poster*.



Résumé

Structure phononique à ondes de Love pour la biodétection

Le développement de systèmes de biodétection est extrêmement important pour un grand nombre de domaines et la nécessité d'améliorer la sensibilité et la précision des mesures devient un enjeu important pour des applications de pointe comme la sûreté alimentaire, le diagnostic médical ou encore la surveillance de l'environnement. Les ondes acoustiques de surface (SAW) sont largement utilisées comme capteurs notamment pour la biodétection. Cependant les limites théoriques de leur sensibilité sont rapidement atteintes. Parallèlement à l'accroissement de leur positionnement sur le marché, de nouvelles méthodes de manipulation des ondes acoustiques grâce à des arrangements périodiques, appelés cristaux phononiques, ont été développées. Nous partons de l'hypothèse que ces structures peuvent être utilisées pour accroître la sensibilité des capteurs acoustiques.

L'objectif de ce projet doctoral est de concevoir une plate forme de biodétection intégrant des structures phononiques dans un dispositif SAW à ondes de Love afin d'améliorer la sensibilité à un dépôt de masse et démontrer le potentiel de ce type de dispositif pour des applications de biodétection.

Le travail s'appuie sur deux phases majeures, l'une de modélisation numérique afin de concevoir et optimiser une structure phononique de référence, l'autre de développement expérimental de processus de fabrication en salle blanche et de tests de détection afin de caractériser les dispositifs et d'estimer leur sensibilité.

Mots-clés: Dispositifs SAW, Cristaux phononiques, Ondes de Love, Biocapteur.

Abstract

Love wave phononic structure for biodetection

The development of biosensing systems is extremely important for a large number of fields and the need to improve the sensitivity and accuracy of measurements is becoming an important issue for cutting-edge applications such as food safety, medical diagnosis or environmental monitoring. Surface acoustic waves (SAW) are widely used as sensors especially for biosensing, however the theoretical limits of their sensitivity will soon be reached. In parallel with the increase of their market position, new methods of manipulating acoustic waves through periodic arrangements, called phononic crystals, have been developed.

The objective of the project is to design a biosensing platform integrating a phononic crystal in a SAW device based on Love waves to increase the sensitivity to mass deposition and demonstrate the potential of such device for biosensing applications.

The work is based on two major phases, one of numerical modeling in order to design and optimize a reference phononic structure, the other of experimental development of manufacturing processes in clean room and tests in order to characterize the devices and to estimate a first sensitivity for this type of systems.

Keywords: SAW devices, Phononic crystals, Love waves, Biosensors.