

MA-530-153-1

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

جامعة سعد دحلب البليدة 1

UNIVERSITE SAAD DAHLEB DE BLIDA 1



كلية العلوم - دائرة الفيزياء

Faculté des Sciences

Département de Physique

MEMOIRE DE PROJET DE FIN D'ETUDES POUR L'OBTENTION DU

DIPLÔME DE :

MASTER EN PHYSIQUE

Option : Physique Appliquée aux Microsystèmes

Par :

M^{lle} Ilham RIAHI et M^{lle} Nawal SLIMI

THÈME :

**Etude de la sensibilité d'un résonateur SAW pour
la détection d'une série de gaz**

Soutenance le : 21 juin 2017

Devant le jury composé de :

Dr. Souad OUIR

MCB Université Blida 1

Présidente

Dr. Abdelkader HASSEIN-BEY

MCB Université Blida 1

Examineur

Dr. Fayçal HADJ-LARBI

MRB CDTA Baba hassene

Promoteur

BLIDA, Juin 2017

MA-530-153-1





ملخص

بعض الغازات تشكل تهديدا خطيرا لحياة الأشخاص ولذلك من الضروري الكشف عليها قبل أن تصل إلى عتبة الخطر (القابلية للاشتعال، الانفجارية أو السمية). الأجهزة التي تعمل وفق الموجات الصوتية السطحية يمكن استخدامها كأجهزة استشعار الغازات وذلك من خلال قياس التغيرات التي قد تطرأ على بعض خصائص هذه الموجات هذه التغيرات تعمل كمؤشر على وجود غاز معين على السطح الفعال الموجود في هذا الجهاز. يتم استخدام المحاكاة باستخدام برنامج Comsol لتحليل السلوك الكهربائي والصوتي. لدينا جهاز الاستشعار SAW الذي ندرسه يتألف من هيكل مشكل من $Si/SiO_2 / ZnO$ ، انسحاب تردد الاستجابة (الكهربائية) للغاز الذي تم إضافته مع الأخذ بعين الاعتبار تزايد كتلة الطبقة بتأثير ثقل جزيئات الغاز وانتفاخ الطبقة الحساسة هو حساسية جهاز استشعار الغاز الناجمة عن الجسيمات المتفاعلة من كل مليون من الغاز. نقترح في هذه الدراسة مقارنة الحساسية الموافقة لجهاز استشعار SAW متطابقين إلا في ما يخص الطبقة الحساسة حيث نستعمل بوليمار PIB في الأول و PDMS في الثاني.

هدف هذه المقارنة هو تحديد الطبقة الحساسة التي تعطي أفضل النتائج من حيث الحساسية. عندما يتم إنشاء هيكل الرنان وتطبيق الجهد الكهربائي نتحصل على موجات مستقر. كل رنان محل ظاهرة الرنين و الرنين العكسي. أظهرت النتائج أن نمط الموجات المنتشرة هو من نوع Rayleigh التي تسري تحت سطح جهاز الاستشعار، كما أظهرت أن مادة PDMS تعطي حساسية أفضل من تلك التي تنتج عن مادة PIB.

Résumé

Certains gaz constituent une menace sérieuse pour la vie des personnes se trouvant à leur proximité. Il est donc nécessaire de détecter leur présence avant qu'ils n'atteignent des seuils critiques du danger (inflammabilité, explosivité ou toxicité). Les dispositifs basés sur les ondes acoustiques de surface (SAW pour Surface Acoustic Wave) peuvent être utilisés comme des capteurs de gaz. La sensibilité d'un capteur de gaz est la mesure du décalage fréquentiel du signal causé par une particule par million du gaz. Dans ce mémoire, on fait appel à la simulation numérique via l'outil COMSOL *Multiphysics* pour analyser le comportement électro-acoustique d'un résonateur SAW à base de $ZnO/SiO_2/Si$, le décalage fréquentiel de sa réponse (électrique) aux gaz étant modélisé en tenant compte de l'effet de masse combiné au gonflement de la couche sensible. On se propose ici de comparer les sensibilités (à trois gaz, le méthane, le butane et le dichlorométhane, où chacun de ces gaz est virtuellement injecté seul dans la simulation) de deux résonateurs SAW identiques sauf en termes de la couche polymère sensible (le polydiméthylsiloxane (PDMS) pour l'un, et le polyisobutylène (PIB) pour l'autre). Cette comparaison a pour but de déterminer le polymère qui donne le meilleur résultat en termes de sensibilité. Une fois la structure du résonateur est générée et les conditions aux frontières appliquées, la tension électrique en régime harmonique au niveau de la borne

d'entrée du transducteur interdigités va lancer des ondes de surface stationnaires. Nous avons pu obtenir, pour chacun des deux résonateurs SAW, les réponses fréquentielles simulées (en termes d'admittance électrique d'entrée Y_{11}) en absence et en présence des gaz considérés. Ces réponses ont montré l'apparition du phénomène de résonance et d'antirésonance. Le déplacement mécanique total des résonateurs SAW a confirmé que le mode de propagation est de type *Rayleigh* confiné près de la surface du capteur. D'autre part, le PDMS a offert une meilleure sensibilité que le PIB. Le polymère offrant la meilleure sensibilité est donc celui possédant le coefficient de partitionnement K_p le plus élevé. En perspectives, on se propose d'optimiser les paramètres géométriques de la structure afin d'améliorer ses performances.

Abstract

Certain gases constitute a serious threat for life of persons who are in their vicinity. It is therefore necessary to detect their presence before reaching critical thresholds of danger (inflammability, explosivity or toxicity). *Surface Acoustic Wave* (SAW) devices can be used as gas sensors. The sensitivity of a gas sensor is the measurement of the signal frequency shift caused by one particle per million of the gas. In this memory, we use the numerical simulation via the COMSOL *Multiphysics* tool to analyze the electro-acoustical behavior of a SAW resonator made on the basis of ZnO/SiO₂/Si structure, the frequency shift of its (electrical) response to the gas is modeled by taking into account the mass effect combined with the

swelling of the sensitive layer. We propose here to compare the sensitivities (to three gas, methane, butane and dichloromethane, where each of these gases is virtually injected alone in the simulation) of two SAW resonators that are identical except in terms of the polymer based sensitive layer (polydimethylsiloxane (PDMS) for one, and polyisobutylene (PIB) for the other). This comparison has for purpose to determine the polymer which gives the best result in terms of sensitivity. Once the structure of the resonator is generated and the boundary conditions are applied, the electrical voltage in harmonic regime imposed at the input terminal of the interdigitated transducer will launch standing surface waves. For each of the two SAW resonators, we obtained the simulated frequency responses (in terms of electrical input admittance Y_{11}) in absence as well as in presence of the considered gases. These responses showed the appearance of resonance and anti-resonance phenomenon. The total mechanical displacement of SAW resonators confirmed that

the propagation mode is a Rayleigh-type confined near to the top surface of the sensor. On the other hand, the PDMS has offered a better sensitivity than PIB. We concluded that the choice of one polymer among others for the detection of a given gas should be based on the higher value of partitioning coefficient. Thus, the polymer offering the best sensitivity is that having the highest value of the partitioning coefficient K_p . In perspectives, we propose to optimize the geometric parameters of the structure in order to improve its performances.

Remerciements

Avant toute chose, nous remercions Allah le tout puissant, le clément, le miséricordieux, qui nous a aidé à réaliser ce modeste travail qui vient conclure ce deuxième cycle d'études universitaires.

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude et remerciements à :

Mr. Le Docteur Abdelkader HASSEIN-BEY pour nous avoir donné l'opportunité d'accéder à la spécialité Physique Appliquée aux Microsystèmes et nous avoir enseigné de nombreux modules de cette spécialité.

Nous remercions le Centre De Développement Des Technologies Avancées (CDTA) de nous avoir assuré la préparation de ce mémoire à travers le personnel de l'équipe MEMS and SENSORS et les ressources mises à notre disposition.

Merci à Mr. Le Docteur HADJ LARBI Fayçal, notre promoteur, de nous avoir proposé cet intéressant sujet de fin d'études, de nous avoir encadré et dirigé tout au long de ce travail.

Nous remercions Mr. Le Docteur R. SERHANE pour sa disponibilité, sa gentillesse et sa patience à répondre à nos questions durant toute cette formation.

Merci aussi à Mr. A. BENABDELMOUMENE, pour son soutien et ses précieux conseils.

Nous remercions également Mme. Le Docteur S. OUIR d'avoir accepté de présider le jury de la soutenance.

Nous remercions vont également à l'ensemble des étudiants du groupe MEMS de l'Université Saad DAHLEB - Blida.

Dédicaces

Je dédie mon travail à ma fleur de ma vie « maman », à l'exemple de fierté « papa », à vous mes très chères parents que j'aime et qui m'ont toujours soutenu et encouragé le long de mon cursus universitaire, que Dieu les protège.

À mes adorables sœurs Linda, Khadidja, Ghania, Zakia, à mes frères : Kouider et Mhamed

À tous mes oncles et mes tantes, mes cousins et cousines.

À mon binôme Ilham et à sa famille.

À mes amis, Noussaïba, Meriem, Marwa, Karima, Hassina, Chrifa, Sarah, Fatiha, Soumia, Ratiba, Imen, Zineb, Sabrina, Bouchra, Khawla, Khdawedj, Soumia, Naziha, Sabiha, Khouloud, Meriem.

À tous les étudiants et les professeurs du group MEMS et du département de Physique.

Et à vous Prochains physiciens.

SILMI NAWAL

Dédicaces

À MES CHERS PARENTS

Aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour.

Éternel et ma considération pour les sacrifices que vous avez consenti pour mon instruction et mon bien être. Que ce modeste travail soit l'exaucement de vos vœux tant formulés, le fruit de vos innombrables sacrifices, bien que je ne vous en acquitterai jamais assez. Puisse Dieu, le Très Haut, vous accorder santé, bonheur et longue vie et faire en sorte que jamais je ne vous déçoive.

À MES CHÈRES SŒURS Houda, Yasmine, Safaa, et À toute la famille.

À Mon Grand-Père : **FRADJ CHERIFE**

J'aurais tant aimé que vous soyez présents. Que Dieu ait votre âme dans sa sainte miséricorde.

À MES AMIS DE TOUJOURS

LAMIS, SAADIA, DJIHAN, ABIR, HIBA, ... MES AMIS DE SETIF ET NAWAL, MERIEM, ZINEB, SABRINA, KHAOULA, BOUCHRA, KHOLOUD, SABIHA, KHEDAOUDJ, NAZIHA, SOUMIA.

En souvenir de notre sincère et profonde amitié et des moments agréables que nous avons passés ensemble. Veuillez trouver dans ce travail l'expression de mon respect le plus profond et mon affection la plus sincère.

À tous mes amis et collègues

À tous les étudiants de la promotion 2016/2017 (Option : MEMS)

À tous mes chers enseignants qui ont pris soin de moi.

RIYHI ILHAM

TABLE DES MATIÈRES

RESUME

LISTE DES SYMBOLES

LISTE DES ABBREVIATIONS

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEAUX

INTRODUCTION GENERALE

CHAPITRE I : GÉNÉRALITÉS ET CONSIDÉRATIONS THÉORIQUES SUR LES CAPTEURS SAW

I.1 Les capteurs de gaz.....	4
I.2 La transduction piézoélectrique.....	4
I.2.1 Les mécanismes d'excitation et de détection dans les micro-actionneurs et les résonateurs	4
I.2.2 L'effet piézoélectrique	5
I.2.3 Les matériaux piézoélectriques.....	6
I.2.4 Le coefficient de couplage piézoélectrique.....	7
I.3 Le transducteur interdigité.....	8
I.3.1 Description du transducteur interdigité	8
I.3.2 La conception du transducteur interdigité.....	8
I.3.3 Les différentes configurations du transducteur interdigité.....	8
I.3.4 Sélection du métal constituant le transducteur interdigité.....	10
I.4 Les ondes de Rayleigh.....	10
I.5 Les dispositifs à ondes acoustiques	11
I.6 Le capteur SAW.....	12
I.7 Les facteurs affectant la performance d'un capteur SAW.....	13
I.7.1 La limite de détection	13
I.7.2 La sensibilité	13
I.7.3 La sélectivité	14
I.8 Les gaz cibles étudiés et leurs dangers.....	14

I.8.1	La notion d'inflammabilité (ou d'explosivité) des gaz.....	14
I.8.2	La notion de toxicité des gaz.....	15
I.8.3	Le méthane (CH ₄)	15
I.8.4	Le butane (C ₄ H ₁₀)	16
I.8.5	Le dichlorométhane (CH ₂ Cl ₂)	17
I.9	La couche sensible au gaz.....	17
I.9.1	Le polydiméthylsiloxane (PDMS)	18
I.9.2	Le polyisobutylène (PIB)	19
I.10	Le résonateur SAW.....	19
I.10.1	Description du résonateur SAW.....	19
I.10.2	Les configurations des ports	19
I.10.3	Les réflecteurs	20
I.10.4	Le principe de fonctionnement d'un résonateur SAW.....	22
I.10.5	La fréquence fondamentale de résonance	23
I.10.6	L'admittance d'entrée d'un résonateur SAW	23
I.10.7	Le facteur de couplage électromécanique effectif	24

CHAPITRE II : MODÉLISATION DE LA REPONSE FREQUENTIELLE DU RESONATEUR SAW

II.1	La notion de modélisation	- 26 -
II.2	Le mécanisme de perturbation de l'onde acoustique de surface	- 27 -
II.3	La notion du coefficient de partitionnement K_p	- 27 -
II.4	Détermination de K_p pour les couples polymère/gaz considérés	- 28 -
II.5	Modélisation de l'effet de masse	- 29 -
II.6	Modélisation de l'effet du gonflement de la couche sensible	- 31 -
II.7	Comparaison des deux modèles	- 32 -
II.8	Les pertes dans les résonateurs SAW	- 32 -

CHAPITRE III : STRUCTURE ETUDIÉE ET ASPECTS DE LA SIMULATION

III.1	La notion de la simulation numérique	35
III.2	La méthode des éléments finis.....	36

III.3 L'outil Comsol Multiphysics	38
III.4 Les équations de la piézoélectricité.....	40
III.5 L'équation de propagation de l'onde acoustique	41
III.6 Présentation du résonateur SAW à base de la structure ZnO/SiO ₂ /Si.....	42
III.6.1 La structure ZnO/SiO ₂ /Si à travers la littérature.....	42
III.6.2 Les différentes régions du résonateur SAW.....	43
III.6.3 Paramétrage géométrique du résonateur SAW.....	44
III.7 Les conditions aux frontières.....	46
III.7.1 Modélisation d'une infinité de transducteurs interdigités par la condition de périodicité	46
III.7.2 Modélisation de milieux infiniment grands par les couches absorbantes parfaitement adaptées	48
III.8 Les paramètres de la simulation.....	49
III.8.1 Les constantes des matériaux.....	49
III.8.2 Les paramètres géométriques.....	50
CHAPITRE IV : RESULTATS ET DISCUSSION	
IV.1 Les réponses fréquentielles en absence de gaz	52
IV.2 Les profils de vibration en absence de gaz	54
IV.3 Évolution des réponses fréquentielles en présence des gaz.....	55
IV.4 Détermination de la sensibilité pour chaque couple gaz/polymère	57
IV.5 Récapitulatif des sensibilités calculées	59
IV.6 Évolution des sensibilités en fonction K_p	59
CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES	54
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	62

LISTE DES SYMBOLES

K	Le coefficient de couplage piézoélectrique
K^2	Le carré du coefficient de couplage piézoélectrique
E	La constante piézoélectrique
c^E	La rigidité à champ électrique (E) constant
ε^S	Le constant diélectrique à une contrainte constante
K_{eff}^2	Le carré du coefficient de couplage piézoélectrique effectif
c^D	La constante d'élasticité à déplacement électrique (D) constant
N_{ppm}	La concentration du gaz
Δf_r	La variation de la fréquence de résonance
S	La sensibilité
ST	Maximal de toxicité
$C(t)$	La concentration du gaz en fonction du temps
T	La durée totale d'exposition
N	L'exposant adimensionnel propre au gaz.
f_r	Fréquence de résonance
f_a	Fréquence de antirésonance
Y_{11}	L'admittance électrique d'entrée
K_p	Coefficient de partitionnement
C_p	La couche sorbante
C_v	La concentration du gaz dans l'air
M_{gaz}	La masse molaire du gaz
P_{air}	La pression de l'air
T_{air}	La température de l'air
R	La constante des gaz parfaits
Q	Le facteur de qualité
T	La contrainte
S	La déformation
c_{ijkl}^E	Constantes d'élasticité à champ électrique constant ($c_{33}^E = c^E$)
c_{ijkl}^D	Constantes d'élasticité à déplacement électrique constant ($c_{33}^D = c^D$)
e_{kij}	Eléments du tenseur piézo-électrique ($e=e_{33}$)
ρ	Masse volumique du matériau
t	Temps
ε^{jks}	Permittivité diélectrique à déformation constante

- λ Longueur d'onde
- (*) Produit de convolution temporel
- E Module d'Young
- ν Coefficient de Poisson

LISTE DES ABBREVIATIONS

FEM : Finite Element Method

IDT : Inter Digital Transducer

MEMS : Micro-Electro-Mechanical Systems

SAW : Surface Acoustic Wave

PML: Perfectly Matched Layer

LISTE DES FIGURES

- Figure I.1** : Schéma de la vue de dessus d'un transducteur interdigité..... 9
- Figure I.2** : Les différentes configurations des transducteurs interdigités (TID).....9
- Figure I.3** : Déplacement des ondes de Rayleigh à la surface de la terre.....11
- Figure I.4** : Les deux configurations possibles des résonateurs SAW.....20
- Figure I.5** : Schéma de la vue de dessus d'un transducteur interdigité et des réflecteurs d'un résonateur SAW à 1 port.....22
- Figure I.6** : Courbe d'admittance d'entrée Y_{11} d'un résonateur SAW à un port.....24
- Figure II.1** : Représentation schématique de la sorption réversible des molécules d'un gaz par la couche sensible d'un résonateur.....28
- Figure II.2** : Comparaison entre, d'une part, les réponses expérimentales de capteurs SAW, recouverts de PIB, à plusieurs vapeurs organiques, et d'autre part, les réponses simulées en ne tenant compte que de l'effet de masse.....31
- Figure II.3** : Comparaison entre les variations de la masse volumique du polymère PIB constituant la couche sensible d'un capteur SAW prédites selon les modèles de l'effet de masse et du gonflement de cette couche, en fonction de la concentration du gaz DCM.....32
- Figure III.1** : Domaines physiques traités lors de l'analyse des MEMS par la méthode des éléments finis.....36

Figure III.2 : Séquence des étapes suivies lors de la simulation avec l'outil COMSOL <i>Multiphysics</i>	40
Figure III.3 : Relations entre les variables mécaniques et électriques dans un matériau piézoélectrique.....	41
Figure III.4 : Structure globale du résonateur SAW à base de la structure ZnO/SiO ₂ /Si.....	43
Figure III.5 : Représentation schématique de la structure du résonateur SAW paramétrée.....	45
Figure III.6 : Représentation schématique d'une région donnée de la structure.....	46
Figure III.7 : Représentation schématique du résonateur SAW simulé avec une section périodique des électrodes du TID.....	48
Figure IV.1 : Réponse fréquentielle du résonateur SAW à base de PDMS en absence de gaz.....	52
Figure IV.2 : Réponse fréquentielle du résonateur SAW à base de PIB en absence de gaz.....	53
Figure IV.3 : Profil du déplacement mécanique total du résonateur SAW simulé à la fréquence de résonance de 186.6 MHz.....	54
Figure IV.4 : Profil du déplacement mécanique associé aux composantes (a) <i>u</i> et (b) <i>v</i> du mode de Rayleigh observé dans le résonateur SAW simulé à la fréquence de résonance de 186.6 MHz.....	55
Figure IV.5 : Réponse fréquentielle du résonateur SAW à base de PDMS en présence des gaz.....	56
Figure IV.6 : Réponse fréquentielle du résonateur SAW à base de PIB en présence des gaz.....	57
Figure IV.7 : Décalage fréquentiel en fonction de la concentration de chaque gaz considéré pour le cas du résonateur SAW à base de PDMS.....	58
Figure IV.8 : Décalage fréquentiel en fonction de la concentration de chaque gaz considéré pour le cas du résonateur SAW à base de PIB.....	58
Figure IV.9 : Évolution de la sensibilité de chaque résonateur SAW en fonction du coefficient de partitionnement K_p	60

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1 : Mécanismes communs de micro-actionnement.....	4
Tableau I.2 : Mécanismes d'excitation et de détection utilisés dans les résonateurs à base de Silicium.....	4

Tableau I.3 : Les carrés des coefficients de couplage piézoélectrique (K^2) associés à l'AlN, ZnO et LiNbO ₃	7
Tableau II.1 : Constantes (c, r, s, a, b et l) associées au PDMS et au PIB.....	28
Tableau II.2 : Constantes (R, S, A, B, et L) associées au CH ₄ , C ₄ H ₁₀ et DCM.....	29
Tableau II.3 : Coefficients de partitionnement associés aux six couples gaz/polymère considérés.....	29
Tableau II.4 : Facteurs de perte mécanique du Si, SiO ₂ , ZnO, Al et des deux polymères considérés.....	33
Tableau III.1 : Valeurs des constantes des matériaux utilisées dans la simulation COMSOL <i>Multiphysics</i>	50
Tableau III.2 : Valeurs des paramètres géométriques utilisées dans la simulation COMSOL <i>Multiphysics</i>	51
Tableau IV.1 : Les caractéristiques f_r , f_a et K_{eff}^2 des résonateurs SAW à base de PDMS et de PIB en absence de gaz.....	53
Tableau IV.2 : Valeurs calculées des sensibilités des résonateurs SAW simulés.....	59

INTRODUCTION GENERALE

L'inhalation ou l'explosion à certains gaz constitue une menace sérieuse pour la vie des personnes se trouvant dans des enceintes fermées présentant des fuites de gaz (comme dans les mines), la vie des individus se trouvant à proximité d'un incendie, ou celle du personnel travaillant dans les processus industriels (comme la fermentation). Il est donc nécessaire de pouvoir détecter à tout moment la présence de ces gaz avant d'atteindre des seuils critiques aux conséquences fâcheuses.

Les dispositifs basés sur les ondes acoustiques de surface (*SAW* pour *Surface Acoustic Wave*) peuvent sentir l'environnement et être utilisés donc comme des sondes dans l'analyse des substances chimiques. L'histoire de ces dispositifs a commencé par la mise en évidence expérimentale de l'effet piézoélectrique (direct et inverse) par les frères Jacques et Pierre Curie entre 1880-1881 [1], suivie de la découverte des ondes élastiques de surface par Lord Rayleigh en 1885 [2] dans le cadre d'études sismologiques. Sur le plan des matériaux, les avancées de la technologie de fabrication du Silicium ont permis l'émergence des premiers circuits intégrés. De son côté, la synthèse des matériaux piézoélectriques (le premier cristal piézoélectrique à avoir été synthétisé fut le sel de Rochelle après la première guerre mondiale [3]) a constitué une innovation importante dans ce domaine, puisqu'elle a permis de s'affranchir de la limitation en forme représentée par la coupe des pierres naturelles piézoélectriques. L'invention des transducteurs interdigités par White et Voltmer en 1965 [4] a fourni un moyen pratique pour générer et détecter les ondes acoustiques, et a permis par la sorte, à Wohltjen et Dessy [5] de réaliser en 1979 le premier dispositif à ondes acoustiques. On a assisté par la suite à l'explosion du nombre de travaux autour des capteurs SAW dédiés à la détection d'une large gamme de gaz et de vapeurs.

La mesure des changements affectant certaines caractéristiques des ondes acoustiques de surface constitue un indicateur de la présence d'une substance chimique donnée à la surface active des dispositifs électroacoustiques basés sur ce type d'ondes. Dans le présent mémoire, on fait appel à la simulation numérique via l'outil COMSOL *Multiphysics* pour analyser et caractériser le comportement électroacoustique de notre structure étudiée constituée d'un résonateur SAW dit à un (1) port, le décalage fréquentiel de sa réponse (électrique) aux gaz étant modélisé en tenant compte de l'effet de masse combiné au gonflement de la couche sensible.

L'objectif principal de ce mémoire est de montrer de façon pédagogique les choix que l'étudiant devra faire afin de simuler son capteur et synthétiser son signal électrique (admittance d'entrée) pour en évaluer enfin les quantités physiques désirées, comme le facteur de couplage électromécanique ou la sensibilité du capteur. Comme application, on se propose de comparer les sensibilités (à trois gaz, le méthane, le butane et le dichlorométhane, où chacun de ces gaz est virtuellement injecté seul dans la simulation) de deux résonateurs SAW identiques sauf en termes de couche sensible, où le premier dispositif est recouvert d'un premier polymère (le polydiméthylsiloxane appelé PDMS), et le second d'un polymère différent (le polyisobutylène dit PIB). Cette comparaison a pour but de déterminer le polymère qui donne le meilleur résultat en termes de sensibilité.

Ce mémoire s'articule sur quatre (4) chapitres :

Dans le premier chapitre, nous donnerons quelques généralités et considérations théoriques sur les capteurs SAW. Nous rappellerons brièvement les différents types de capteurs de gaz, les notions de transduction piézoélectrique et de transducteur interdigité. Nous passerons ensuite à la présentation des ondes mécaniques, et notamment l'onde acoustique de surface dite de *Rayleigh*. Les dispositifs à ondes acoustiques, le capteur SAW et les facteurs l'affectant seront également présentés, suivis des gaz cibles étudiés ainsi que de la couche sensible recouvrant le capteur SAW. La présentation détaillée du résonateur SAW achèvera ce premier chapitre.

Nous consacrerons le second chapitre à la modélisation de la réponse fréquentielle du résonateur SAW. Nous introduirons à l'occasion la notion de modélisation, le mécanisme de perturbation de l'onde acoustique de surface, la notion du coefficient de partitionnement K_p et comment le déterminer dans le cas de nos six couples polymère/gaz, Nous présenterons ensuite le modèle de l'effet de masse pour la prévision du décalage fréquentiel de la réponse du résonateur SAW, un second modèle qui combine l'effet de masse au gonflement de la couche sensible, puis nous comparerons ces deux modèles et terminerons par introduire et donner les pertes considérées dans notre travail.

Le troisième chapitre fera l'objet de la simulation numérique, où nous rappellerons brièvement la méthode des éléments finis, puis présenterons l'outil de

simulation COMSOL *Multiphysics*, les équations de la piézoélectricité et de la propagation de l'onde acoustique. Nous présenterons ensuite notre résonateur SAW à un port et les conditions aux frontières utilisées (condition de périodicité et les couches absorbantes parfaitement adaptées). Nous terminerons par donner les constantes des matériaux et les paramètres géométriques considérés dans la simulation.

Nous présenterons dans le quatrième et dernier chapitre les différents résultats de simulation obtenus et tenterons de les discuter à la lumière des travaux publiés dans la littérature.

Nous clôturons ce mémoire en donnant la conclusion générale et les perspectives qui se dégagent de ce travail.

CHAPITRE I : GÉNÉRALITÉS ET CONSIDÉRATIONS THÉORIQUES SUR LES CAPTEURS SAW

I.1 Les capteurs de gaz

Il existe une grande variété de capteurs de gaz ; cette diversité est régie à la fois par les différents matériaux de base qui peuvent être utilisés et les principes de fonctionnement mis en jeu. Pour la classification des capteurs de gaz, on distingue essentiellement six catégories de capteurs : (1) optiques, (2) électrochimiques, (3) électriques, (4) acoustiques, (5) calorimétriques et (6) magnétiques [6].

I.2 La transduction piézoélectrique

I.2.1 Les mécanismes d'excitation et de détection dans les micro-actionneurs et les résonateurs

On appelle *transduction* le passage, par le biais d'un processus de transformation, d'une grandeur physique ou d'une forme d'énergie à une autre qui est dépendante de la première. Les micro-actionneurs convertissent une énergie fournie (électrique, mécanique, thermique, magnétique, chimique ou radiative) en une énergie mécanique qui peut prendre diverses formes [7]. Les principaux mécanismes d'actionnement utilisés dans les MEMS sont énumérés dans le tableau I.1 [7, 8]. Tout principe d'actionnement possède ses propres avantages et inconvénients. Le choix et l'optimisation d'une approche devrait être faite selon les exigences de l'application visée [7].

Mécanisme d'entrée	Mécanisme de sortie : Mécanique
Électrique	Électrostatique
	Piézoélectricité
Magnétique	Magnétostatique
	Magnétostriction
Mécanique	Pneumatique
	Hydraulique
Thermique	Expansion
	Effet mémoire de forme
	Changement de phase
Chimique	Combustion

Tableau I.1 : Mécanismes communs de micro-actionnement [7, 8].

Les différents mécanismes d'excitation et de détection utilisés dans les résonateurs (voir section I.10) à base de silicium sont résumés dans le tableau I.2. Ces mécanismes peuvent être utilisés soit à la fois pour l'excitation et la détection des vibrations d'un résonateur, soit en conjonction avec un autre mécanisme. Dans ce deuxième cas de figure, un premier mécanisme est utilisé pour l'excitation et le second pour la détection. Le choix des mécanismes d'excitation et de détection à utiliser dépend d'un certain nombre de facteurs comme l'amplitude des forces générées, le coefficient de couplage électromécanique (voir section I.2.2), l'effet du mécanisme de détection choisi sur la sensibilité (voir section I.7.2) du résonateur, ainsi que des considérations technologiques liées à la fabrication du résonateur et à l'environnement dans lequel il sera déployé [9].

Mécanisme d'excitation	Mécanisme de détection
Piézoélectrique	Piézoélectrique
Électrostatique	Capacitif
Magnétique	Magnétique
Électrothermique	Piézorésistif
Optothermique	Optique

Tableau I.2 : Mécanismes d'excitation et de détection utilisés dans les résonateurs à base de silicium [9, 10].

Nous nous limitons dans ce travail aux résonateurs qui utilisent, à l'entrée, l'énergie électrique, sous forme d'une tension appliquée.

I.2.2 L'effet piézoélectrique

Signalé en 1880 par Pierre et Jacques Curie, l'effet piézoélectrique direct décrit la génération de charges électriques sur la surface de certains solides cristallins causée par l'application d'une contrainte mécanique. Le mot «piezo» provient du grec et signifie la pression [11]. A l'inverse, l'apparition d'une déformation mécanique résultant de l'application d'une tension électrique externe est appelée *effet piézoélectrique inverse*. Cet effet a été prédit mathématiquement par Lippman en

1881 et confirmé expérimentalement par la suite par les frères Curie [12]. L'effet piézoélectrique peut être perçu comme un couplage entre les équations constitutives élastique et électrique (voir section III.4) [13].

L'origine physique de la piézoélectricité provient de l'asymétrie du réseau cristallin qui, sous l'effet de la déformation, est le siège d'une séparation des centres de gravité des charges positives et négatives, c'est la raison pour laquelle ces matériaux sont dits *non-centrosymétriques*. La polarisation résultante génère un champ électrique qui peut être utilisé pour transformer l'énergie mécanique fournie, par la déformation du matériau, en énergie électrique [14].

Lorsqu'on fournit une énergie électrique au matériau piézoélectrique, celle-ci sera en partie stockée sous forme mécanique, le reste peut être stocké sous une forme électrique, mais seule l'énergie mécanique stockée sera utile à une éventuelle reconversion vers l'énergie électrique [15].

1.2.3 Les matériaux piézoélectriques

Le capteur d'onde acoustique considéré dans notre mémoire fait appel à la transduction piézoélectrique, d'où notre recours à un matériau piézoélectrique. Les dispositifs acoustiques à base de matériaux piézoélectriques sont rendus sensibles à la masse des gaz grâce au dépôt d'une couche qui sorbe (et résorbe) les molécules du gaz [12]. Pour la fabrication de ces dispositifs, il existe plusieurs matériaux piézoélectriques qui peuvent être soit naturels ou synthétiques. La réalisation de la couche piézoélectrique peut se faire par le biais d'une variété de techniques (par pulvérisation, ablation laser, dépôt en phase chimique, ou autre) [16]. Plusieurs paramètres doivent être pris en considération lors du choix du matériau piézoélectrique pour une application donnée : mode de propagation des ondes, constante diélectrique du substrat, coût ultime du matériau, pertes, etc. [17]. Les matériaux piézoélectriques les plus utilisés dans les *MEMS* sont le nitrure d'aluminium (AlN), l'oxyde de zinc (ZnO) (voir tableau 3) et le titanate de zirconate de plomb (PZT).

1.2.4 Le coefficient de couplage piézoélectrique

Le coefficient de couplage piézoélectrique (noté K) constitue une mesure de l'efficacité ($K^2 = E_{stockée} / E_{fournie}$) avec laquelle l'énergie fournie au matériau piézoélectrique est convertie, de façon réciproque, en une énergie stockée [18-20]. Ce paramètre permet de comparer, en termes de conversion d'énergie, différents matériaux piézoélectriques soumis aux mêmes conditions d'opérations [20]. Le carré du coefficient de couplage piézoélectrique est donné par la relation (1) :

$$K^2 = \frac{e^2}{c^E \varepsilon^S} \quad (\text{eq.1})$$

Où e , c^E et ε^S représentent respectivement la constante piézoélectrique, la rigidité à champ électrique (E) constant et la constante diélectrique à une contrainte constante [21]. Le carré du coefficient de couplage piézoélectrique effectif K_{eff}^2 est donné par la relation (2) :

$$K_{eff}^2 = \frac{e^2}{c^D \varepsilon^S + e^2} \quad (\text{eq.2})$$

c^D est la constante d'élasticité à déplacement électrique (D) constant, elle est donnée par la relation (3) :

$$c^D = c^E + e^2 / \varepsilon^S \quad (\text{eq.3})$$

K_{eff}^2 est donc relié à K^2 par la relation (4) :

$$K_{eff}^2 = \frac{K^2}{K^2 + 1} \quad (\text{eq.4})$$

Les carrés des coefficients de couplage piézoélectrique du nitrure d'aluminium (AlN), de l'oxyde de zinc (ZnO) et du niobate de lithium (LiNbO₃) sont portés dans le tableau I.3 [22, 23]. Le ZnO présente un coefficient de couplage plus important que celui de l'AlN et du LiNbO₃, c'est pour cela que nous avons choisi d'utiliser le ZnO en tant qu'élément de transduction piézoélectrique.

Matériau	ZnO	AlN	LiNbO ₃
K_{eff}^2 (%)	8-9	6-7	4.6-5.6

Tableau I.3 : Les carrés des coefficients de couplage piézoélectrique (K^2) associés à l'AlN, ZnO et LiNbO₃ [22, 23].

I.3 Le transducteur interdigité

I.3.1 Description du transducteur interdigité

Les ondes élastiques (dites aussi *acoustiques*, voir la section I.4) peuvent être utilisées dans les dispositifs électroniques de détection [24]. L'excitation (émission) et la détection (réception) de ces ondes se propageant dans les couches piézoélectriques fait appel à la transduction piézoélectrique, d'où l'émergence en 1965 du transducteur interdigital (TID) inventé par White et Voltmer [25].

Le TID est constitué de deux électrodes métalliques sous forme de peignes interdigités (voir figure I.1), où l'un est connecté à la masse et l'autre est porté à la tension électrique désirée [26].

L'invention du transducteur interdigital (TID) a permis l'utilisation de la technologie microélectronique planaire, de la photolithographie et des salles blanches pour la fabrication en masse des capteurs SAW (voir la section I.6) [27]. Le terme *SAW* désigne l'acronyme anglais "*Surface Acoustic Wave*" que l'on peut traduire par "Onde Acoustique de Surface".

I.3.2 La conception du transducteur interdigité

Les deux peignes métalliques composant le TID (voir figure I.1) sont obtenus par dépôt du métal choisi (voir section I.3.4) sur la surface de la couche piézoélectrique, suivi de sa gravure de sorte à obtenir la géométrie finale désirée [26, 25]. La période du TID (notée P_T) a pour rôle à la fois de contrôler la fréquence de résonance [10] et de déterminer la longueur d'onde du mode de vibration qui se propage dans le dispositif acoustique [25].

I.3.3 Les différentes configurations du transducteur interdigité

Les TID peuvent se décliner sous quatre configurations (voir la figure I.2). Il y a d'abord les cas où le TID est déposé sur la surface supérieure de la couche piézoélectrique, avec (c) ou sans (a) électrode flottante sur la face opposée. Il y a ensuite les cas où le TID est déposé sur la couche diélectrique, avec (d) ou sans (b) électrode flottante sur la face opposée. Shih et al [28] ont proposé d'ajouter quatre autres configurations dans lesquelles une électrode flottante est insérée entre la couche diélectrique et le substrat. Le facteur de couplage électromécanique effectif (voir section I.10.7) associé à chaque configuration a été étudié en fonction du

rapport de l'épaisseur de la couche piézoélectrique à la longueur d'onde [29, 30], mais cet aspect (optimisation de K_{eff}^2) sort du cadre de ce mémoire. Le capteur considéré dans cette présente étude aura pour configuration celle du cas (a).

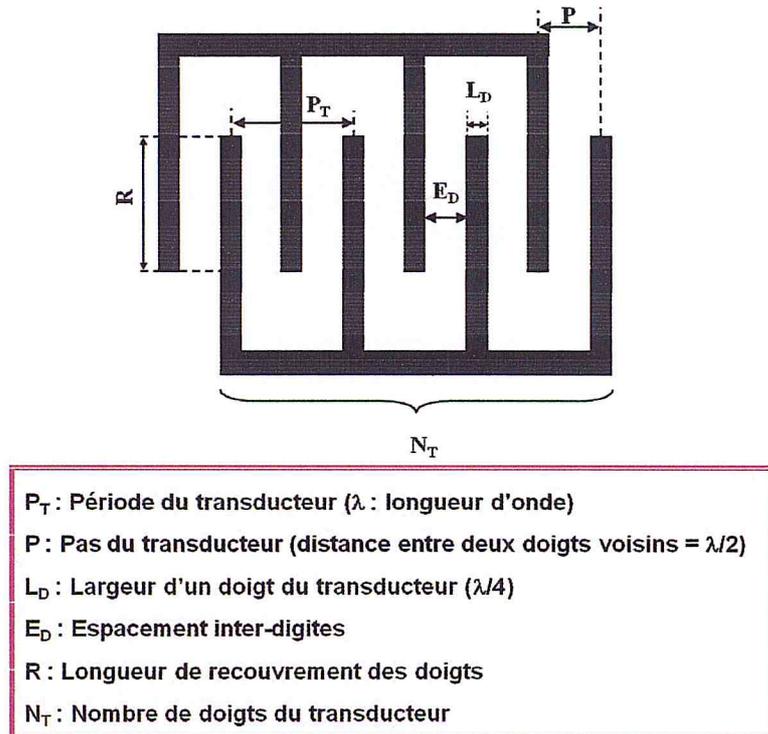


Figure I.1 : Schéma de la vue de dessus d'un transducteur interdigité.

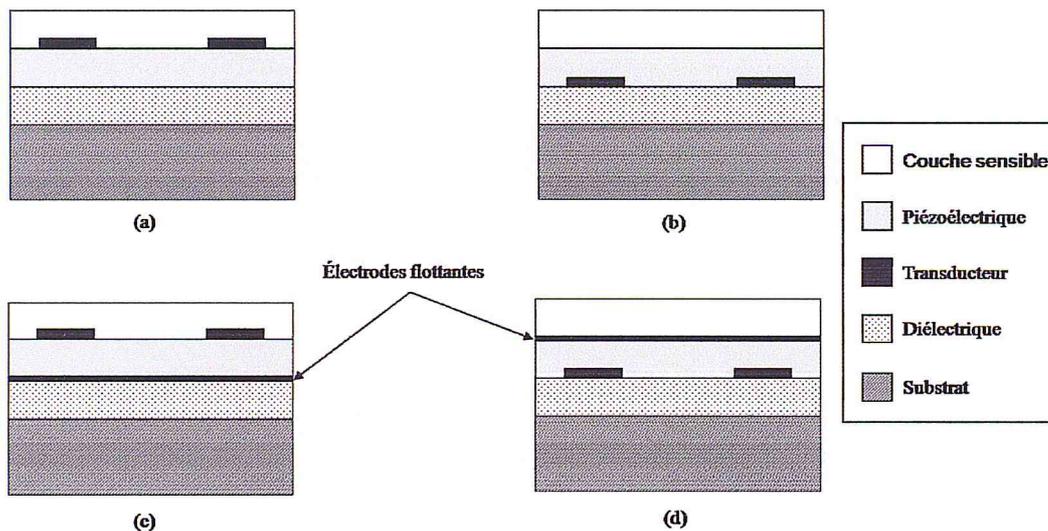


Figure I.2 : Les différentes configurations des transducteurs interdigités (TID) : (a) TID déposé sur la couche piézoélectrique sans électrodes flottantes, (b) TID déposé sur la couche diélectrique sans électrodes flottantes, (c) comme en (a) mais avec des électrodes flottantes sur la couche diélectrique, (d) comme en (b) mais avec des électrodes flottantes sur la couche piézoélectrique.

I.3.4 Sélection du métal constituant le transducteur interdigité

La couche métallique utilisée pour fabriquer le TID doit être suffisamment épaisse pour offrir une faible résistance électrique et assez mince pour qu'elle ne présente pas une charge mécanique excessive à l'onde acoustique. Les TID sont typiquement réalisés en aluminium. L'aluminium est compatible avec la technologie de fabrication des circuits intégrés à base de silicium, ce qui fait de lui le métal le plus couramment utilisé aujourd'hui dans cette technologie. En effet, l'aluminium est relativement peu coûteux, adhère bien à l'oxyde de silicium et possède une résistivité électrique de $2.7 \mu\text{Ohm-cm}$ [31]. D'un point de vue électrique, l'or est un bien meilleur conducteur que l'Aluminium (Al est 17% moins conducteur que Au). Il est également inerte chimiquement et possède une bonne tenue à la corrosion. Mais l'utilisation de l'or nécessite souvent l'ajout d'une couche mince ($\sim 10 \text{ nm}$) de Titane ou de Chrome/Tungstène pour assurer son adhérence [25]. Le cuivre peut lui aussi remplacer l'aluminium, mais sa résistance de contact avec le silicium est élevée, en outre, l'intégration de ce métal dégrade les performances du dispositif [32]. L'aluminium apparaît donc comme le métal de choix parce qu'il évite justement ces problèmes. De plus, il est disponible avec une pureté élevée, se dépose facilement, et s'intègre facilement aux procédés de photolithographie [32].

I.4 Les ondes de Rayleigh

Les ondes acoustiques (ou ondes élastiques) sont le siège d'un déplacement des particules du milieu qui peut être : soit parallèle à la direction de la propagation, on est alors en présence d'une onde longitudinale, soit perpendiculaire à la direction de la propagation, l'onde est alors dite *transversale* (ou *de cisaillement*) [33]. Les ondes acoustiques couvrent une plage fréquentielle de 14 ordres de grandeur. En effet, elles vont de 10^{-2} Hz pour les ondes sismiques, et s'étendent jusqu'à 10^{12} Hz pour les phonons excités thermo-élastiquement [34]. Une onde acoustique de surface est une onde mécanique dont le maximum d'énergie est confinée dans une zone proche de la surface du milieu de propagation [6,35-38]. On distingue principalement trois types d'onde de surface; l'onde de Rayleigh, l'onde de Love et l'onde Lamb. Nous nous limitons dans le cadre de ce mémoire à la présentation du premier type seulement.

L'onde de Rayleigh porte ce nom en référence à Lord Rayleigh, le célèbre mathématicien qui est à l'origine de la découverte de ces ondes en 1885, dans le cadre d'études sismologiques [27]. Le déplacement des ondes de Rayleigh à la surface de la terre est représenté dans la figure I.3, la plupart des dégâts occasionnés par les séismes sont dus à ce type d'ondes. Une onde de Rayleigh possède à la fois une composante longitudinale (u) parallèle à la direction de propagation (U_x) et une composante transversale (v) normale à cette direction [36], il n'y a donc pas de déplacement dans la direction transversale à la propagation des ondes [39]. Ces déplacements longitudinaux et de cisaillement sont couplés et se déplacent à la même vitesse. En appliquant une tension électrique à travers les électrodes, toute particule appartenant à la surface libre se déplace autour de sa position d'équilibre et décrit une ellipse rétrograde dans le plan sagittal (U_x, U_z). L'amplitude des déplacements mécaniques est limitée entre une et deux longueurs d'onde d'épaisseur [27], l'atténuation de l'onde se fait de manière exponentielle [39]. Le mode Rayleigh est le mode de propagation d'onde le plus couramment utilisé pour les capteurs de gaz à base de dispositifs SAW [37].

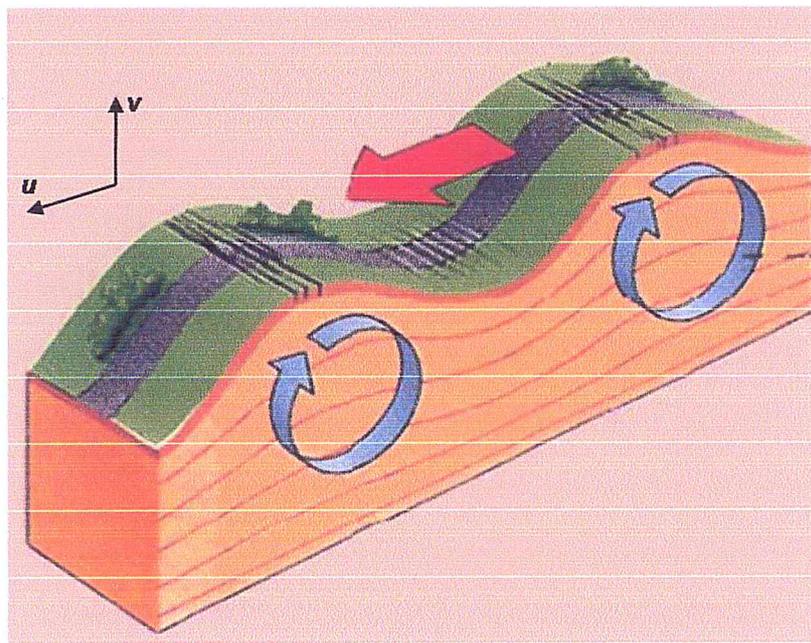


Figure I.3 : Déplacement des ondes de Rayleigh à la surface de la terre [40].

I.5 Les dispositifs à ondes acoustiques

Le type d'onde généré dans un matériau piézoélectrique dépend principalement des propriétés de ce milieu de propagation, de sa coupe cristallographique, et de la

structure des transducteurs interdigités [6,26]. Le changement de la fréquence de résonance de l'onde constitue un bon indicateur de l'interaction du gaz avec l'élément sensible (voir section 1.9) du détecteur [41]. Les différents types de capteurs de gaz exploitent divers modes de propagation pour mesurer les fréquences de résonance : le mode de cisaillement en épaisseur, le mode de l'onde acoustique de surface (Rayleigh, Love ou Lamb), le mode de cisaillement polarisé horizontalement, et le mode de plaque en flexion [14, 41, 42]. Les capteurs acoustiques utilisés pour la détection des gaz tels que les micro-poutres, les microbalances à quartz et les capteurs à ondes acoustiques de surface (SAW) reposent sur des changements de la masse de l'élément sensible lors de son interaction avec le gaz [6].

1.6 Le capteur SAW

Un capteur SAW, servant à la mesure quantitative d'un gaz, est un dispositif qui convertit, en un signal électrique, un stimulus physique ou chimique causée par le gaz [43]. La structure de base d'un capteur à onde acoustique de surface (SAW) consiste en la mise en contact d'un ou de plusieurs transducteurs interdigités métalliques avec la couche piézoélectrique. Une fois que le port émetteur du transducteur interdigité (TID) est excité électriquement avec une source harmonique (signal radiofréquence, R.F.), des ondes stationnaires vont s'établir et se propager des deux côtés du TID, perpendiculairement à celui-ci. Le port récepteur du TID va détecter ces ondes et les convertir en un signal électrique sinusoïdal [23]. Comme l'énergie mécanique de l'onde acoustique de surface est confinée dans une zone proche de la surface de la couche piézoélectrique, si le chemin de propagation de cette onde est recouvert d'un matériau sensible au gaz, l'onde pourra alors se propager dans ce milieu [44]. C'est la modification des caractéristiques de cette onde au contact de la couche sensible qui pourra être utilisée comme un indicateur de la présence du gaz considéré.

Les dispositifs SAW sont couramment utilisés dans l'industrie électronique, spécialement pour des applications de détection de gaz. Ils peuvent être conçus pour offrir une sensibilité élevée (de quelques parties par milliard à plusieurs centaines de parties par million de concentration). La fréquence d'utilisation des dispositifs SAW est suffisamment élevée pour permettre de rendre ces capteurs interrogeables à

distance [37]. De plus, les techniques de fabrication des dispositifs SAW comprennent la technologie des couches minces et les procédés photolithographiques qui sont entièrement compatibles avec la fabrication des circuits intégrés planaires, ce qui facilite la procédure de conception globale des capteurs SAW [44].

Nous étudions dans ce mémoire un capteur SAW spécifique. Comme plusieurs dispositifs SAW sont basés sur le mode Rayleigh [43], c'est un capteur SAW spécifique basé sur ce type d'ondes que l'on présentera le long des sections et des chapitres suivants.

I.7 Les facteurs affectant la performance d'un capteur SAW

En termes de performances, un capteur SAW peut être qualifié par certains paramètres, à savoir : sa limite de détection, sa sensibilité, sa sélectivité, sa réversibilité, et son temps de réponse. Nous nous limitons dans la section suivante à présenter les trois premiers facteurs précités.

I.7.1 La limite de détection

La limite de détection d'un capteur de gaz est définie comme la quantité minimale de la substance considérée que ce dispositif peut déceler. Cette limite peut être exprimée par la valeur de la concentration du gaz, typiquement donnée dans un rapport molaire, tel que le nombre de parties par millions (ppm) ou par milliard (ppb), ou en tant que concentration massique (mg/m^3) [45]. Une caractéristique idéale de tout capteur est de détecter les espèces d'intérêt bien en dessous des niveaux de concentration qui peuvent causer des effets nocifs pour les êtres humains.

I.7.2 La sensibilité

La sensibilité d'un capteur SAW notée S est donnée par la pente de la droite qui passe par les points représentant la variation de la fréquence de résonance (Δf_r) du capteur en fonction de la concentration du gaz (N_{ppm}). La sensibilité renseigne sur le décalage fréquentiel du signal causé par une particule par million (ou par milliard) du gaz, elle s'exprime donc en Hz/ppm (ou Hz/ppb) [45]. Ainsi, la sensibilité indique de combien le signal délivré par le capteur change lorsque la concentration du gaz est modifiée [46]. Cette mesure de la capacité d'un capteur à détecter la présence d'un gaz constitue un paramètre critique dans l'évaluation des performances du capteur. La sensibilité d'un capteur de gaz peut être optimisée par le choix du

matériau piézoélectrique, du mode de propagation des ondes, et de la couche sensible au gaz [47].

1.7.3 La sélectivité

La sélectivité d'un capteur de gaz est sa capacité à discriminer l'espèce désirée parmi un mélange de gaz, avec peu ou sans interférence avec les autres constituants du mélange [45, 48]. Par conséquent, l'une des fonctions les plus importantes dans l'évaluation de la performance d'un capteur de gaz est la qualification de sa sélectivité [49]. Bien que les détecteurs de gaz ont une bonne sensibilité, leur sélectivité reste trop faible. Lorsque la tâche consiste à détecter un mélange de gaz, on fait souvent appel à une matrice de capteurs, où chaque élément possède une couche sensible (voir section 1.9) spécifique à un gaz donné [12]. Des méthodes de traitement des signaux adaptées permettent d'augmenter la capacité de discrimination des gaz.

En résumé, un bon capteur devra avoir une sensibilité élevée et être sélectif, c'est-à-dire qu'il soit capable d'afficher une grande variation de la fréquence pour un petit changement dans la concentration du gaz cible, mais aussi de pouvoir discriminer entre les différents gaz. De plus, Il lui faudra également montrer une réponse reproductible pendant la durée de vie requise et être économiquement viable.

1.8 Les gaz cibles étudiés et leurs dangers

Avant d'aborder les gaz cibles considérés et leurs propriétés physiques requises pour nos simulations, il est nécessaire de faire un bref rappel sur quelques notions élémentaires liées aux risques d'inflammabilité (ou d'explosivité) et/ou de d'intoxication présentés par ces gaz.

1.8.1 La notion d'inflammabilité (ou d'explosivité) des gaz

Lorsque de légères augmentations d'un gaz combustible sont successivement mélangées à l'air, une concentration est finalement atteinte, pour laquelle une flamme se propagera si une source d'inflammation est présente. On désigne cette concentration seuil sous le nom de *limite inférieure d'inflammabilité* (ou *limite inférieure d'explosivité*) du gaz dans l'air.

A mesure que l'accumulation du gaz se poursuit, une concentration plus importante du gaz inflammable dans l'air sera finalement atteinte pour laquelle une flamme n'arrivera plus à se propager. Ce niveau critique de la concentration du gaz dans l'air est appelé *limite supérieure d'inflammabilité* (ou *limite supérieure d'explosivité*) [50].

1.8.2 La notion de toxicité des gaz

Les effets toxiques d'une substance chimique sont la conséquence soit de la sursaturation des cellules de divers organes, soit d'une action toxique propre sur un viscère donné ou une fonction métabolique précise. On appelle *résorption* du toxique le passage du produit dans la circulation sanguine à partir de son lieu d'introduction (inhalation, absorption ou ingestion). Chez l'être humain, la résorption des gaz se fait par voie pulmonaire. Il est nécessaire, pour bien comprendre la symptomatologie clinique des intoxications provoquées par l'exposition aux gaz considérés, de voir l'action des toxiques sur les principaux organes [51].

Les troubles causés par une exposition à un gaz toxique dépendront principalement de la concentration du gaz, sa nature et de la durée d'exposition. Le seuil maximal de toxicité (ST) toléré lors de l'inhalation d'un gaz peut s'exprimer par la relation (5) [52], le seuil de toxicité étant différent d'un gaz à un autre, cette relation tient compte de ce fait en incorporant l'exposant (N).

$$ST = \int_0^T [C(t)]^N dt \quad (\text{eq.5})$$

Où $C(t)$ est la concentration du gaz en fonction du temps, T est la durée totale d'exposition, et N (nombre naturel) l'exposant adimensionnel propre au gaz.

D'un point de vue toxicologique, la réponse physiopathologique à l'exposition à un gaz ne dépend pas de la masse des molécules en présence, mais de leur nombre. Il est donc plus approprié d'exprimer la concentration du gaz dans l'air (voir la section II.3) en ppm ou en ppb [53].

1.8.3 Le méthane (CH_4)

De masse molaire de 16.04 g/mol, le méthane est un gaz incolore, inodore, inerte biologiquement, inflammable et constitue le principal composant du gaz naturel

utilisé comme combustible par l'industrie et les ménages. Il forme des mélanges explosifs avec l'air (de 5 à 14 %), ce qui constitue une menace pesante pour les mineurs en particulier [54]. En effet, dans les mines de charbon, le méthane peut être libéré par les parois, s'accumuler dans les puits et causer de graves explosions. Peu d'information est disponible sur la toxicité du méthane. Une recherche bibliographique menée par Kamens et Stern [55] indiquait que l'exposition au méthane à une concentration de 10.000 ppm n'avait pas d'effet toxique. Il semble que les effets toxiques du méthane sont liés à la privation d'oxygène qui survient lorsque cet alcane simple est présent dans l'air à forte concentration [56]. En effet, le méthane a un effet méthémoglobinémiant, c'est-à-dire que l'hémoglobine des globules rouges (molécule responsable du transport de l'Oxygène aux tissus) n'arrive plus à assurer sa fonction correctement, ce qui peut causer des troubles du système nerveux provoquant la mort [57]. En effet, l'inhalation du méthane altère le fonctionnement correct de l'hémoglobine, ce qui peut causer une insuffisance circulatoire conduisant à un collapsus suivie de la mort [57]. La combustion incomplète du méthane produit du monoxyde de carbone dont l'exposition prolongée peut également entraîner la mort [51]. La conférence américaine des hygiénistes industriels gouvernementaux a répertorié en 1982 le méthane dans sa catégorie d'asphyxiants simples, sans autres effets physiologiques significatifs [56]. Une petite fraction du gaz naturel alimentant les réseaux de distribution est perdue à causes des fuites dans les canalisations. L'évaluation et la réduction de ces pertes sont des objectifs permanents des compagnies de gaz. Bien que le méthane soit émis dans l'air dans des quantités beaucoup plus faibles que le dioxyde de Carbone, son potentiel de réchauffement planétaire est 21 fois plus élevé, ce qui le place au deuxième du classement des gaz à effet de serre [58]. La détection du méthane est donc importante pour alerter de son niveau lorsqu'il devient dangereux dans un pui, une pièce fermée, ou pour surveiller les gaz à effet de serre potentiels [59].

1.8.4 Le butane (C₄H₁₀)

Le butane est un gaz incolore, inflammable (limites d'inflammabilité : 1.8-8.4 %), d'une odeur aromatique douce. Cet alcane de masse molaire de 58.12 g/mol est largement utilisé comme combustible ou agent propulseur dans les produits aérosols. Sur le plan toxique, le butane est un gaz asphyxiant, et est donc considéré comme un agent cardiotoxique, c'est-à-dire qu'il cause une intoxication associée à une

arythmie (trouble du rythme cardiaque) [60]. Pour une exposition à court terme (15 minutes en moyenne), le seuil maximal toléré est de 750 ppm (1810 mg/m³), alors que pour une exposition prolongée (8 heures en moyenne), le seuil est de 600 ppm (1450 mg/m³) [53].

1.8.5 Le dichlorométhane (CH₂Cl₂)

Le dichlorométhane (DCM), également connu sous le nom de chlorure de méthylène, est un composé organique volatil (de masse molaire égale à 84.93 g/mol) utilisé comme solvant (dégraissant, décapant de peinture, etc.). Le DCM est un composé chimique dangereux : il irrite la peau et les yeux, c'est un cancérigène pour l'homme, une toxine hépatique et un facteur qui affecte le système nerveux central [61, 62]. En effet, des concentrations atmosphériques élevées peuvent se développer dans des lieux mal ventilés, ce qui entraîne une perte de conscience chez les personnes exposées. Cependant, la substance a une odeur douce à des concentrations supérieures à 300 ppm et, par conséquent, elle peut être détectée à des niveaux inférieurs à ceux ayant des effets aigus [63]. Le DCM peut avoir des effets cardiotoxiques chez des individus présentant une prédisposition cardiaque. Des décès ont été signalés suite à une exposition aiguë par inhalation au DCM [64]. L'administration américaine de la sécurité et de la santé au travail a établi que le niveau d'exposition au DCM admissible chez l'humain était de 25 ppm pour une durée moyenne d'exposition de 8 heures [65]. Tout cela montre l'importance de mesurer le niveau de concentration du DCM présent dans l'air.

1.9 La couche sensible au gaz

La réponse d'un capteur SAW repose sur l'interaction entre sa couche sensible et le gaz considéré conduisant à la modification des propriétés physico-chimiques de cet élément sensible. La sensibilité et la sélectivité du capteur dépendent du choix du matériau (appelé sorbant) constituant la surface active du dispositif SAW en contact avec l'air [6]. Le rôle de ce sorbant est de collecter et concentrer les molécules du gaz par voie du phénomène de sorption [66]. Les propriétés physiques de la couche sensible qui peuvent influencer la réponse du capteur sont : la masse volumique, les constantes élastiques et viscoélastiques (module de Young et coefficient de Poisson), la conductivité électrique et la permittivité diélectrique [44]. Il existe un large éventail de matériaux sensibles qui ont été développés selon la nature du gaz

cible. A titre d'exemple, nous citons les couches d'oxydes métalliques, les nanoparticules, les structures supramoléculaires, les polymères à empreinte moléculaire, les nanotubes de carbone et leurs composites, les monocouches auto-assemblées, et les polymères hybrides [12].

Les polymères sont des matériaux de choix en tant qu'éléments sensibles des dispositifs SAW. En effet, les polymères offrent beaucoup d'avantages aux technologies des capteurs. Leur fabrication est relativement simple, c'est-à-dire qu'ils ne nécessitent pas de salles blanches ou des températures élevées. Ils permettent d'atteindre une bonne sélectivité vis-à-vis de la molécule cible, résiste aux conditions climatiques sévères (température, pression et humidité). Ils sont disponibles dans le commerce et se prêtent favorablement à la réalisation d'une matrice de capteurs [12].

Dans le cadre de ce mémoire, nous utilisons deux polymères (PDMS et PIB, voir sections I.9.1 et I.9.2) en tant que couches sensibles aux gaz cibles considérés.

I.9.1 Le polydiméthylsiloxane (PDMS)

Le polydiméthylsiloxane (PDMS) est un polymère bon marché, extrêmement utilisé, avec de bonnes propriétés physico-chimiques requises pour les applications de détection des gaz [67]. De masse moléculaire moyenne de 9×10^4 g/mole [68], le PDMS se présente sous la forme d'un élastomère ayant de nombreux avantages en tant qu'élément sensible aux gaz. Il est facile à le mettre en œuvre, en effet, Il peut être synthétisé en mélangeant un monomère avec un agent de réticulation, il est ensuite déposé par dépôt centrifuge sur la surface du capteur. Le durcissement nécessite un chauffage à faible température [69]. Au-delà de sa température de transition vitreuse (entre -120 et -128 °C [67, 68, 70]), et du fait de sa perméabilité élevée [70], la sorption s'opère rapidement et de façon réversible. Le PDMS possède une bonne résistance aux rayonnements ultraviolets [68]. Il montre de faibles variations avec la température [69]. Du fait de son aptitude à l'allongement (2 à 10 fois la longueur initiale), le PDMS se prête parfaitement aux technologies des dispositifs flexibles [71].

I.9.2 Le polyisobutylene (PIB)

Le PIB est un polymère commercial dont les caractéristiques physico-chimiques sont recherchées dans les applications de détection des gaz, et ce malgré sa faible perméabilité. Obtenu par une polymérisation de l'isobutylène, cet élastomère amorphe présente une excellente stabilité thermique, un faible poids moléculaire moyen (5×10^5 g/mole) [68, 62], et une température de transition vitreuse de -76 °C [68].

I.10 Le résonateur SAW

I.10.1 Description du résonateur SAW

Deux types d'architectures sont distingués dans les dispositifs SAW : les lignes à retard et les résonateurs [25]. Dans le cadre de ce travail, on se limitera à l'étude d'un type particulier de résonateurs. Le résonateur est ainsi appelé à cause du circuit externe qui excite la couche piézoélectrique de sorte à ce qu'une onde stationnaire s'établisse dans cette couche et fait entrer ce dispositif en résonance. Le résonateur SAW constitue donc à la fois un moyen pour générer (à travers ses TID et la couche piézoélectrique) des ondes acoustiques de surface, un siège pour l'interaction (de sa couche sensible) avec le gaz cible, et un outil de suivi des variations d'une caractéristique de l'onde résultant de cette interaction [5].

Dans le résonateur SAW, le (ou les) transducteur(s) interdigité(s) est (sont) placé(s) au centre de la structure acoustique (voir figure I.4), entre les deux réflecteurs (voir section I.10.3) [72]. Le résonateur SAW constitue ainsi une cavité résonante dans laquelle l'onde générée par le port d'entrée est piégée. Lorsque le résonateur SAW est excité à la fréquence de résonance, l'énergie mécanique stockée dans la cavité se trouve à son maximum [25]. Les résonateurs SAW peuvent être utilisés dans diverses applications, et notamment comme filtres, oscillateurs ou capteurs [10].

I.10.2 Les configurations des ports

Une connexion électrique séparée reliée à un circuit externe est appelée *port* [25]. Les résonateurs SAW se divisent en deux configurations : des résonateurs à un port ou à deux (2) ports (voir figure I.4) [9], c'est-à-dire le nombre de connexions

électriques auxquelles les TID sont reliées [23]. En d'autres termes, un résonateur SAW peut être conçu avec un ou deux transducteurs interdigités logés dans sa cavité (voir section I.10.2 et la figure I.5) [35]. Les structures appelées *réflecteurs* seront détaillés dans la section I.10.3.

Dans les dispositifs à un port, un seul port sert à la fois de port d'entrée et de sortie. Le signal d'entrée excite l'onde acoustique, qui à son tour, va générer des charges que le port convertira en un signal qui constituera la réponse du résonateur SAW [25]. Un résonateur SAW à deux ports est constitué de deux TID ; l'un d'entre eux générant l'onde acoustique de surface, et l'autre servira à sa détection [10]. Cette deuxième configuration (à 2 ports) est le siège d'un couplage capacitif et/ou résistif qui dégrade les performances du résonateur [73]. Seule, la configuration à un (1) port sera considérée dans la suite du travail. Cette configuration permet à elle seule de générer et détecter le signal désiré.

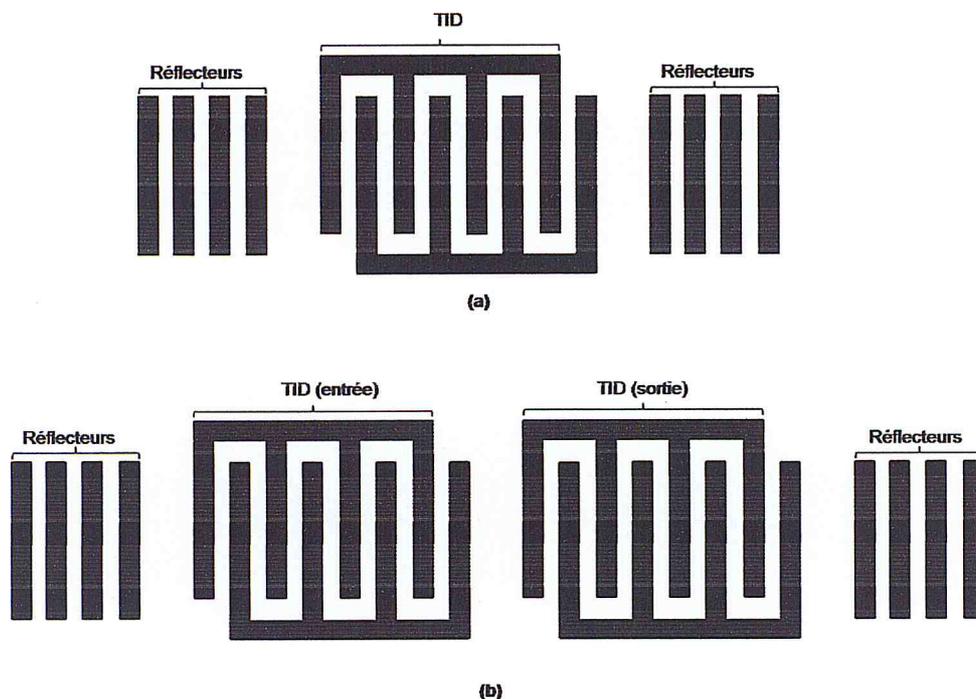


Figure I.4 : Les deux configurations possibles des résonateurs SAW : (a) à un port, (b) à deux ports.

I.10.3 Les réflecteurs

Les réflecteurs (ou absorbeurs) sont des structures métalliques réalisées simultanément avec les IDT, formées par un réseau périodique d'électrodes parallèles entre elles et perpendiculaires à la direction de propagation de l'onde [37],

situées à l'extérieur des deux transducteurs interdigités [23], leur rôle est de réfléchir les ondes vers les transducteurs. Les réflecteurs peuvent être soit électriquement connectés entre eux, ou non, ou encore se trouver dans une configuration mixte [74] (c'est le second cas qui est représenté dans les figures I.4 et I.5). La distance séparant les deux réseaux de réflecteurs est appelée *cavité* (de largeur L_c , voir figure I.5), ce paramètre joue un rôle dans la réponse fréquentielle du dispositif [10]. La distance transducteur-réflecteur (notée D_{TR} , voir la figure I.5) contrôle la fréquence de résonance [29, 75]. L'onde contenue dans cette cavité va créer un phénomène de résonance propre au dispositif [12] ; la partie de l'onde transmise à chaque réseau des réflecteurs subira une évanescence qui dépendra du nombre des réflecteurs (N_R) et de leur réflectivité [23]. La réflexion totale de l'onde ne peut se réaliser que pour un nombre suffisant de réflecteurs. L'énergie mécanique associée à l'onde générée est confinée dans cette cavité résonante [24]. En résumé, les absorbeurs agissent comme des miroirs [76] qui permettent de piéger l'onde générée dans la cavité du résonateur, de manière à minimiser les pertes acoustiques et produire un signal stable et étroit [23,77]. En outre, on appelle *condition de Bragg* le cas où les ondes réfléchies sont toutes en phase et interfèrent de manière constructive ; la résonance du dispositif se trouve alors accentuée [75]. Pour que cette condition soit réalisée dans le résonateur SAW, la période du réseau de réflecteurs (P_R , voir figure I.5) doit être égale au pas du transducteur interdigité ($P = \lambda/2$, voir figure I.1), soit $\lambda = 2P_R$ [39,74]. Dans ce cas là, le résonateur est dit *synchrone* [75]. Dans ce travail, nous faisons abstraction des réflecteurs, mais faisons en sorte que leur effet soit reproduit dans la simulation numérique.

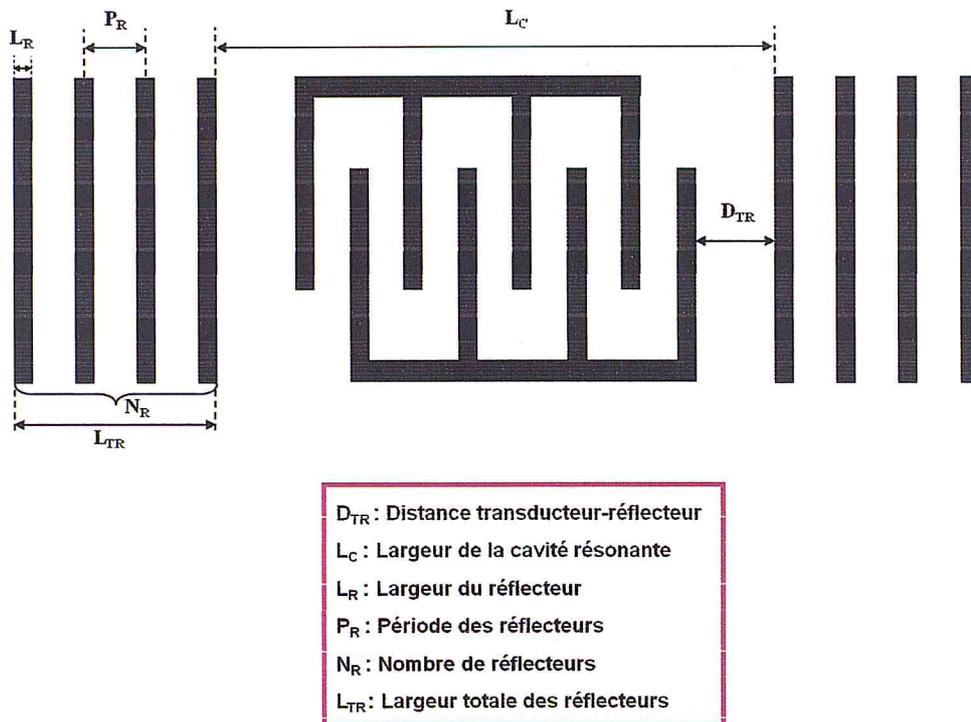


Figure I.5 : Schéma de la vue de dessus d'un transducteur interdigité et des réflecteurs d'un résonateur SAW à 1 port.

I.10.4 Le principe de fonctionnement d'un résonateur SAW

En appliquant une tension électrique aux bornes du transducteur interdigité, les deux électrodes sont alors alternativement chargées positivement ou négativement, créant ainsi un champ électrique entre elles. Les particules appartenant à la surface de la couche piézoélectrique sont déplacées de leurs positions d'équilibre, des ondes de Rayleigh sont alors générées et vont se propager le long de la surface, pour ensuite pénétrer dans la couche sensible. Ces ondes sont collectées au niveau du port où elles sont transformées en un signal électrique. L'énergie associée à ces ondes est confinée dans une zone proche de la surface de la couche piézoélectrique, cette énergie est indépendante du matériau constituant le substrat [12, 37].

I.10.5 La fréquence fondamentale de résonance

La longueur d'onde λ est la distance sur laquelle un cycle spatial de l'onde se complète [78]. La fréquence fondamentale de résonance f_r est également appelée *fréquence synchrone* ou encore *fréquence centrale*. La fréquence de résonance des résonateurs SAW dépend à la fois des constantes élastiques du matériau piézoélectrique [79], de la vitesse de l'onde acoustique (elle-même dépendant de la nature de la couche piézoélectrique et son orientation cristallographique), ainsi que du pas du transducteur interdigité [37].

Pour que les ondes acoustiques puissent interférer constructivement les unes avec les autres, la distance entre les doigts adjacents du transducteur (P) doit être égale à la moitié de la longueur d'onde λ , soit $P = \lambda/2$.

Dans un résonateur SAW, la fréquence de résonance est liée à la longueur d'onde et à la vitesse v de l'onde acoustique qui se propage à la surface de la couche piézoélectrique par le biais de la relation (6) [37, 80] :

$$f_r = \frac{v}{\lambda} \quad (\text{eq.6})$$

I.10.6 L'admittance d'entrée d'un résonateur SAW

La réponse du résonateur SAW peut être obtenue par plusieurs techniques de mesure (vitesse de phase de l'onde, impédance ou admittance, atténuation, phase, etc.). Dans tous les cas, les quantités mesurées devraient être corrélées à la variation de la concentration du gaz [37]. La technique de mesure du décalage fréquentiel d'une quantité donnée est très attractive, puisqu'elle ne nécessite qu'un amplificateur r.f. à bas coût. Elle est très sensible, dans la mesure où les fréquences peuvent être mesurées avec une grande précision (1 Hz ou moins). En effet, à titre d'exemple, à une fréquence d'opération de 100 MHz, une infime variation relative de la vitesse de phase, de l'ordre de 10^{-8} , peut être détectée [44]. Comme la structure faisant objet de notre étude est le résonateur SAW à un port, nous nous intéressons dans ce qui suit à l'admittance électrique d'entrée Y_{11} . Ce paramètre est complexe, l'allure du tracé de sa partie réelle en fonction de la fréquence (voir figure I.6) possède un pic dit *de résonance*, suivi d'un minimum appelé *antirésonance* [33]. La position du pic est donnée par la vitesse de propagation de l'onde acoustique de

surface, la largeur du pic augmente avec les pertes d'énergie, alors que la distance entre les deux fréquences caractéristiques (f_r et f_a) fait augmenter le facteur de couplage électromécanique effectif (voir section I.10.7) du résonateur SAW. Comme la conception du transducteur interdigité peut affecter l'admittance en fonction de la fréquence [23], les courbes d'admittance associées aux résonateurs SAW peuvent renseigner sur les variations aussi bien des propriétés de la couche sensible (dus à l'interaction avec le gaz) que des paramètres géométriques de ces structures [76]. Dans notre étude, nous adoptons comme réponse fréquentielle celle d' Y_{11} .

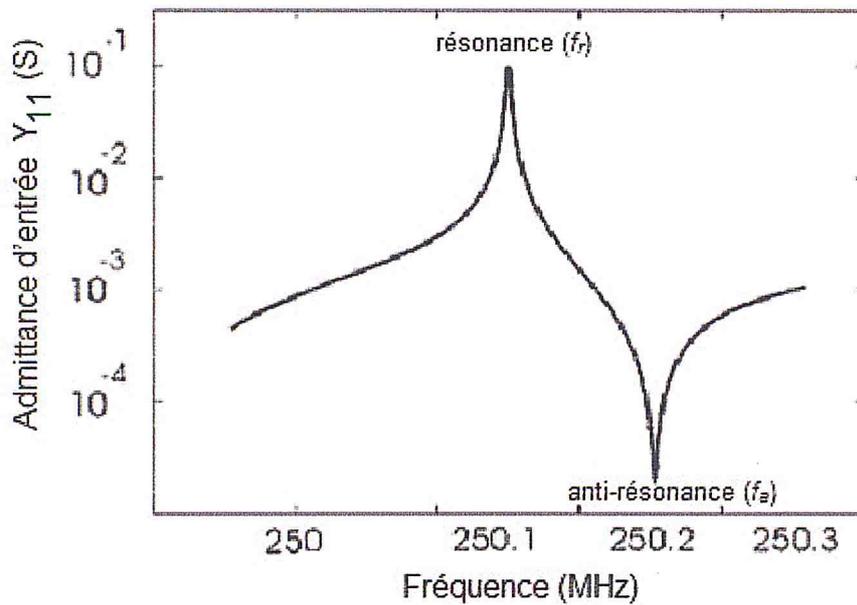


Figure I.6 : Courbe d'admittance d'entrée Y_{11} d'un résonateur SAW à un port [76].

I.10.7 Le facteur de couplage électromécanique effectif

Dans la réponse fréquentielle de l'admittance d'entrée d'un résonateur SAW (voir figure I.6), l'intervalle des fréquences entre la résonance et l'antirésonance est relié à un facteur de mérite des résonateurs piézoélectriques : le facteur de couplage électromécanique effectif (K_{eff}^2). Plus cet intervalle de fréquences sera élevé, plus grande sera la valeur de ce coefficient [33].

Le facteur de couplage effectif K_{eff}^2 d'un résonateur est lié aux fréquences de résonance (f_r) et d'antirésonance (f_a) par l'équation (7) [81] :

$$K_{eff}^2 = \frac{\pi f_r}{2 f_a} \tan\left(\frac{\pi f_a - f_r}{2 f_a}\right) \quad (\text{eq.7})$$

Il est important de rappeler que ce facteur associé à un résonateur est différent du coefficient de couplage (vu dans la section 1.2.4) de la couche piézoélectrique utilisée dans cette même structure. En effet, ce dernier paramètre est propre au matériau, et par conséquent dépendant de ses propriétés, mais n'est pas fonction des paramètres géométriques de la structure [82]. Le facteur de couplage électromécanique effectif du résonateur SAW dépend à la fois du matériau piézoélectrique, des paramètres géométriques des différentes couches constituant la structure du résonateur, ainsi que de la configuration du transducteur interdigité (voir section 1.3.3) [74, 83]. L'efficacité du résonateur à générer et détecter un mode SAW obtenu sous certaines conditions expérimentales est souvent exprimée en fonction de K_{eff}^2 ; un paramètre tiré des caractéristiques associées à la réponse fréquentielle d'une quantité physique donnée (admittance d'entrée Y_{11} dans notre cas) du résonateur SAW [44].

Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons rappelé les différents types de capteurs de gaz SAW, les notions de transduction piézoélectrique (le mécanisme de génération et de détection des ondes élastiques), le transducteur interdigité, l'onde acoustique de surface dite de *Rayleigh*, les gaz étudiés, la couche sensible, et enfin le résonateur SAW ainsi que quelques notions qui lui sont liées.

CHAPITRE II : MODÉLISATION DE LA REPONSE FREQUENTIELLE DU RESONATEUR SAW

II.1 La notion de modélisation

La recherche scientifique est une enquête systématique qui établit des faits et développe la compréhension dans de nombreuses disciplines scientifiques, comme les mathématiques, la physique, la chimie et la biologie [85]. La modélisation peut être définie comme la représentation mathématique d'un problème quelconque, d'un processus, d'une idée ou d'un système [86]. La modélisation des processus de l'ingénierie a attiré l'attention des scientifiques et des ingénieurs depuis de nombreuses décennies et est encore aujourd'hui un sujet d'importance majeure. En effet, la modélisation est essentielle pour comprendre et analyser les différentes étapes des expériences, ou lors de l'analyse des données, du développement des processus ou la conception technologique. L'utilisation des mathématiques pour la résolution des problèmes a pris de l'importance ces trois dernières décennies, principalement en raison des développements informatiques fulgurants [87]. En effet, l'évolution rapide de la puissance de calcul des ordinateurs a facilité la modélisation des systèmes qui peuvent être représentés par des règles logiques ou des relations mathématiques.

Un modèle informatique offre l'avantage de pouvoir être testé, modifié et testé à nouveau [86]. Cependant, il est difficile, et parfois impossible, de développer un modèle mathématique abordant tous les aspects du problème, car la plupart des problèmes du monde réel sont trop complexes. En conséquence, les chercheurs et les spécialistes tentent de formuler soit une version simplifiée du problème, soit de formuler de nombreuses hypothèses et approximations [88]. Comme l'approche de modélisation fournit des solutions au problème simplifié ou approximé, il peut y avoir un écart important entre ces solutions et la solution réaliste du problème [88]. Un modèle est, et sera toujours, une représentation simplifiée de la réalité qu'il est censé décrire, mais tant que les mécanismes essentiels sont inclus, les prévisions de ce modèle peuvent être précises [87]. Toutefois, l'évolution des connaissances du domaine auquel le modèle appartient va irrémédiablement amener sa remise en cause ultérieure, ce qui conduira, ultimement, à l'avènement d'un modèle plus en symbiose avec la réalité. En résumé, une connaissance fondamentale des mathématiques impliquées dans la modélisation, sa base théorique et une bonne maîtrise des logiciels utilisés sont autant d'ingrédients essentiels pour une bonne précision du modèle [85].

II.2 Le mécanisme de perturbation de l'onde acoustique de surface

Lorsque la couche piézoélectrique d'un résonateur SAW est recouverte d'une couche sensible au gaz, l'interaction entre les molécules du gaz et cette couche sensible va « perturber » le chemin de propagation de l'onde acoustique et modifier en conséquence certaines caractéristiques de cette onde. Le décalage fréquentiel de l'admittance électrique d'entrée Y_{11} du résonateur SAW est proportionnel à la masse totale des molécules qui se déposent sur la surface de la couche sensible. Ce décalage dépend également de la nature à la fois des molécules du gaz et de la couche sensible, mais aussi de la température ambiante. La mesure des variations des caractéristiques associées à l'onde de surface (Y_{11} dans notre cas) constitue donc un indicateur sensible des propriétés de la substance présente à la surface active du résonateur SAW [35, 37, 89].

Les mécanismes de perturbation qui ont été modélisés dans la présente étude concernent la masse volumique de la couche sensible (l'effet de masse, voir sections II.5 et II.6) et le gonflement de cette couche (voir section II.6) [90].

II.3 Le notion du coefficient de partitionnement K_p

La réponse d'un capteur à la présence d'un gaz est reflétée par la quantité de gaz sorbée par la couche sensible, or cette quantité dépend de l'interaction du gaz avec le sorbant [91]. En effet, la sorption d'un gaz peut être influencée par différents facteurs : la taille de sa molécule, sa concentration, ainsi que son degré d'affinité pour le matériau constituant la couche avec laquelle il va entrer en contact [51].

Dans les capteurs SAW, la détection est basée sur le phénomène de partitionnement des molécules du gaz entre l'air ambiant entourant le capteur et sa couche active (voir figure II.1). La sorption réversible du gaz par la couche sorbant peut être décrite par un paramètre appelé *coefficient de partitionnement* noté K_p . En effet, ce dernier donne la quantité de gaz sorbée à l'équilibre en reliant la concentration du gaz dans la couche sorbante, C_p , à la concentration du gaz dans l'air, C_v , par la relation (8) [65] :

$$K_p = \frac{C_p}{C_v} \quad (\text{eq.8})$$

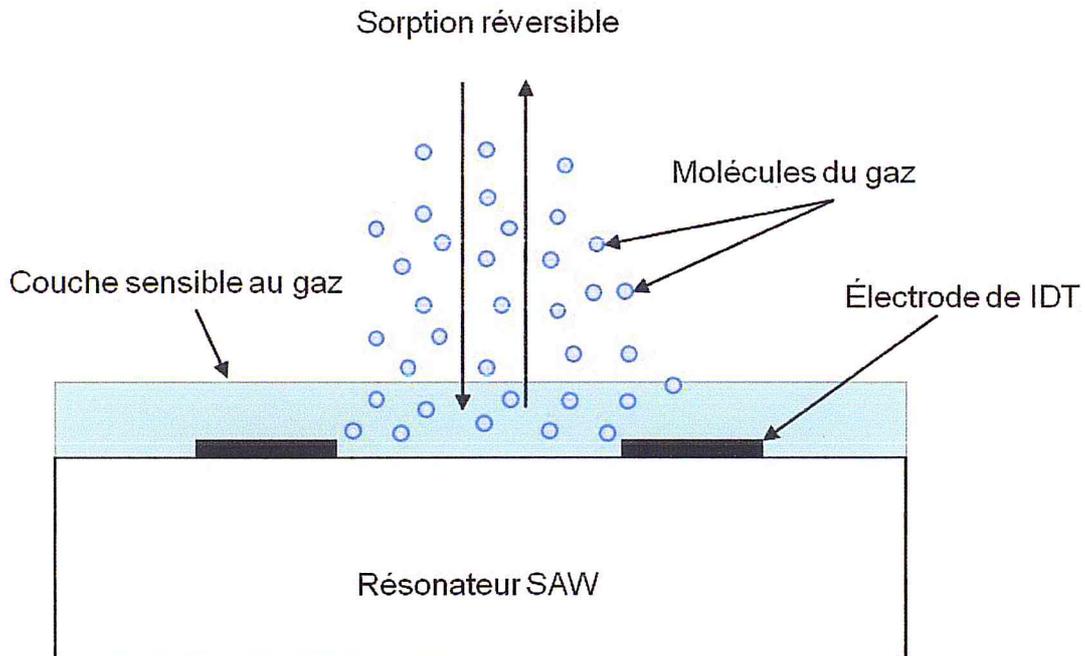


Figure II.1 : Représentation schématique de la sorption réversible des molécules d'un gaz par la couche sensible d'un résonateur.

II.4 Détermination de K_p pour les couples polymère/gaz considérés

Pour déterminer les valeurs des coefficients de partitionnement associés à certains couples gaz/polymères, certains auteurs [92, 93] ont proposé une relation (voir équation 9) liant des constantes propres aux gaz à celles relatives aux polymères considérés.

$$\text{Log}(K_p) = c + rR + sS + aA + bB + lL \quad (\text{eq.9})$$

Les constantes associées aux polymères (c , r , s , a , b et l) sont listées dans le tableau II.1 pour les polymères considérés dans notre travail (PDMS et PIB) [92,93] :

	c	R	s	a	b	l
PDMS	- 0.045	- 0.197	0.493	1.271	0.347	0.856
PIB	- 0.766	- 0.077	0.366	0.18	0	1.016

Tableau II.1 : Constantes (c , r , s , a , b et l) associées au PDMS et au PIB [92, 93].

Les constantes liées aux gaz (R , S , A , B , et L) sont données dans le tableau (II.2) [94,95] :

	DCM	CH ₄	C ₄ H ₁₀
R	0.387	0	0
S	0.57	0	0
A	0.1	0	0
B	0.05	0	0
L	2.019	-0.323	1.615

Tableau II.2 : Constantes (R , S , A , B , et L) associées au CH₄, C₄H₁₀ et DCM [94, 95].

II.4 Détermination de K_p pour les couples polymère/gaz considérés

En remplaçant les valeurs des constantes des polymères et des gaz considérés dans l'équation 9, nous avons pu déterminer les valeurs des coefficients de partitionnement correspondant aux couples gaz/polymère considérés. Ces valeurs sont listées dans le tableau II.3 :

Gaz	CH ₄	C ₄ H ₁₀	DCM
K_p (PIB)	0.0805	7.4962	30.3476
K_p (PDMS)	0.477	21.749	107.77

Tableau II.3 : Coefficients de partitionnement associés aux six couples gaz/polymère considérés.

II.5 Modélisation de l'effet de masse

Dans un premier temps, certains auteurs [66] ont suggéré que le décalage fréquentiel du signal associé aux résonateurs SAW était essentiellement dû à la masse des molécules du gaz qui viennent interagir avec la couche active du

dispositif. On a ainsi appelé ce phénomène *effet de masse*, ou *effet gravimétrique*, qui peut être décrit par la variation de la masse volumique $\Delta\rho$ (voir la relation 10 [96, 97]) de la couche sensible :

$$\rho_{poly} = \rho_{poly_0} + K_p M_{gaz} N_{ppm} P_{air} / RT_{air} \quad (\text{eq.10})$$

Où ρ_{poly_0} et ρ_{poly} sont respectivement la masse volumique du polymère avant et après interaction avec le gaz, K_p est le coefficient de partitionnement du couple gaz/polymère, M_{gaz} est la masse molaire du gaz, N_{ppm} est la concentration du gaz, R est la constante des gaz parfaits, P_{air} et T_{air} sont respectivement la pression et la température de l'air ambiant.

La modélisation du décalage fréquentiel observé dans la réponse des résonateurs SAW devrait contenir, dans certains cas, les effets associés aux changements des propriétés viscoélastiques (notamment le module de Young) [98] des couches sensibles en plus de l'effet de masse. Cet effet viscoélastique est surtout introduit lorsque le module de Young change sensiblement avec la concentration du gaz. Or, nous ne disposons pas d'une telle information concernant nos polymères (PDMS et PIB), nous avons donc négligé cet effet dans notre étude.

Afin d'illustrer l'écart qui peut exister entre la réponse simulée d'un capteur SAW en ne tenant compte que de l'effet de masse et la réponse obtenue expérimentalement, nous avons digitalisé, à titre d'exemple, la figure 5 de Grate et al [42] et la présentons dans la figure II.2. Cette figure compare la réponse (à 25 °C) d'un capteur SAW (ayant du PIB comme couche sensible), à des vapeurs organiques sorbées, avec la réponse simulée de l'effet de masse considéré seul. Les vapeurs en question sont le nitrométhane (NME), le butanol (BTL), le butanone (BTN), le dichloroéthane (DCE), le toluène (TOLN), et l'isooctane (ISOC).

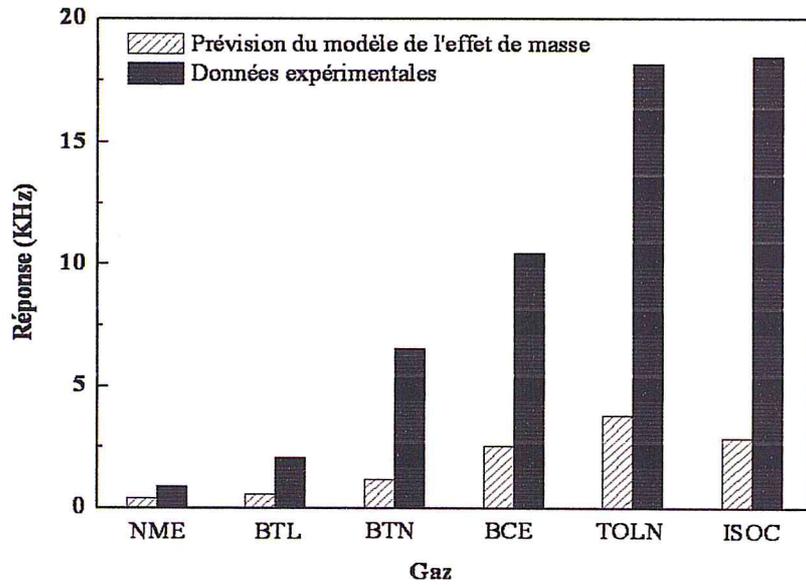


Figure II.2 : Comparaison entre, d'une part, les réponses expérimentales de capteurs SAW, recouverts de PIB, à plusieurs vapeurs organiques, et d'autre part, les réponses simulées en ne tenant compte que de l'effet de masse [42].

II.6 Modélisation de l'effet du gonflement de la couche sensible

Le gonflement de la couche sensible d'un capteur SAW peut être défini comme étant l'expansion de son volume qui survient lorsqu'un gaz donné est sorbé par celle-ci. Cet effet de gonflement est lui aussi responsable d'un décalage fréquentiel de la réponse du capteur, contribuant ainsi à la réponse globale du capteur, et agissant par conséquent sur sa sensibilité [99]. En supposant que la surface de la couche sensible du capteur reste constante lors de l'interaction avec le gaz, seule alors, l'épaisseur (h_{poly}) de cette couche sensible dépend de la concentration du gaz.

Selon le modèle tenant compte de l'effet du gonflement, les variations de la masse volumique et de l'épaisseur de la couche en fonction de la concentration du gaz sont données par les équations [100-102].

$$\rho_{poly} = \frac{\rho_{gaz} (\rho_{poly_0} RT_{air} + K_p P_{air} N_{ppm})}{\rho_{gaz} RT_{air} + K_p P_{air} N_{ppm}} \quad (\text{eq.11.1})$$

$$h_{poly} = h_{poly_0} \left(1 + \frac{K_p P_{air} N_{ppm}}{\rho_{gaz} RT_{air}} \right) \quad (\text{eq.11.2})$$

II.7 Comparaison des deux modèles

Serhane et al [97] ont comparé le modèle qui combine l'effet de masse au gonflement de la couche sensible avec le modèle de l'effet de masse seul. Ils ont noté (voir figure II.3) qu'au-delà d'une certaine valeur de la concentration du gaz DCM, la masse volumique issue du modèle gravimétrique augmentait sensiblement avec la concentration, alors que celle issue du modèle étendu (effets de masse et du gonflement) prévoyait plutôt une diminution de la masse volumique avec la concentration. Cette tendance baissière de l'effet du gonflement s'explique par le fait que la variation relative de la masse volumique du PIB (polymère constituant la couche sensible du capteur) est fonction de la différence entre les variations relatives associées à la masse et au volume ($\Delta\rho/\rho = \Delta m/m - \Delta V/V$ (eq.11.3)). Nous nous limitons dans nos simulations à l'implémentation du modèle étendu présenté dans la section II.6.

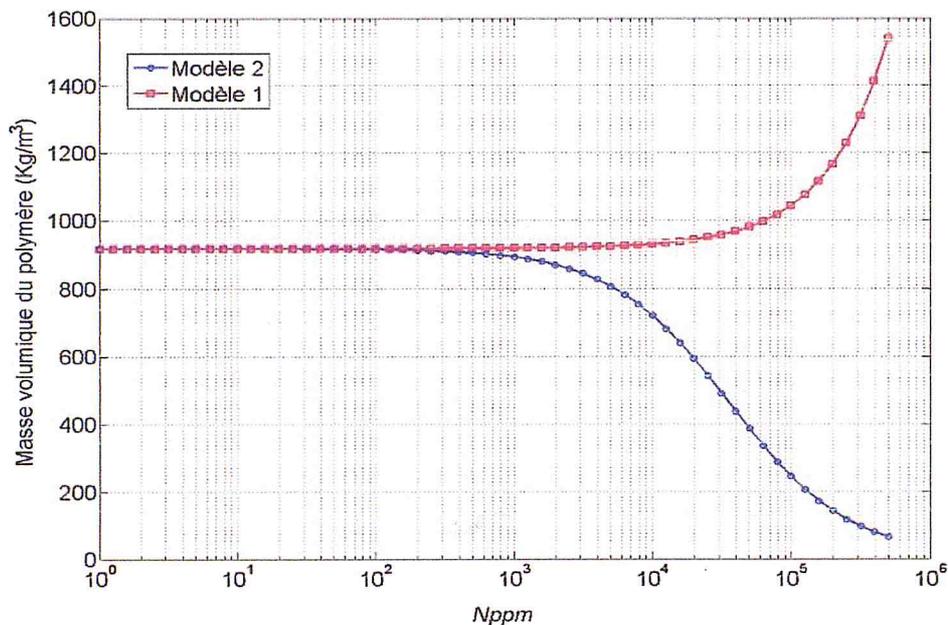


Figure II.3 : Comparaison entre les variations de la masse volumique du polymère PIB constituant la couche sensible d'un capteur SAW prédites selon le modèle de l'effet de masse et le modèle étendu au gonflement de cette couche, en fonction de la concentration du gaz DCM [97].

II.8 Les pertes dans les résonateurs SAW

Les pertes présentes dans les résonateurs SAW sont liées à des phénomènes physiques différents selon la nature des matériaux constituant chaque région de la structure considérée. L'on distingue ainsi quatre (4) types de pertes : mécaniques,

diélectriques, piézoélectriques et électriques (par conduction) [77]. Seules, les pertes mécaniques et diélectriques seront prises en compte dans le cas présent.

Les pertes mécaniques : L'énergie mécanique des ondes élastiques qui se propagent dans un matériau a tendance à se dissiper. Cette perte est quantifiée par un terme appelé *facteur de perte mécanique* noté η introduit dans l'expression de la contrainte T (eq.12) [77] tel que :

$$T = cS + \eta \frac{\partial S}{\partial t} \quad (\text{eq.12})$$

Où c est la rigidité, S la déformation, et t le temps.

En régime harmonique, le facteur η introduit une partie imaginaire à c (voir équation 13.1) [77] tel que :

$$\bar{c} = c + j\omega\eta = c(1 + j\omega\tau) \quad (\text{eq.13.1}) \quad \text{où} \quad \tau = \eta / c \quad (\text{eq.13.2})$$

Les valeurs de η de chaque matériau de la structure (du résonateur SAW) sont montrées dans le tableau II.4. Ces valeurs ont été calculées à partir de la relation 14 [103] :

$$\eta = 1 / Q \quad (\text{eq.14})$$

Où Q représente le facteur de qualité qui a été tiré de [104].

Matériau	Si	SiO ₂	ZnO	Al	Polymère
$\eta \times 10^4$	1.6667	1.8519	5	4.0323	10

Tableau II.4 : Facteurs de pertes mécaniques du Si, SiO₂, ZnO, Al et des deux polymères considérés.

Les pertes diélectriques : Se comportant comme un diélectrique en dehors des fréquences de résonance et d'antirésonance, un matériau piézoélectrique possède un courant de fuite et un temps de relaxation diélectrique caractérisés par le terme

$\tan \delta_e$ qui se rajoute à l'expression de la permittivité diélectrique qui devient alors complexe et s'écrit comme suit :

$$\bar{\varepsilon} = \varepsilon' - j \varepsilon'' = \varepsilon'(1 - j \tan \delta_e) \quad (\text{eq.15.1}) \quad \text{où} \quad \tan \delta_e = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \quad (\text{eq.15.2})$$

Seules les pertes diélectriques dans le ZnO ($\tan \delta_e = 1 \%$ [105]) sont considérées dans la présente étude.

Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons pour objectif de présenter le modèle utilisé pour l'extraction de la réponse fréquentielle du résonateur SAW. A ce propos, nous avons introduit la notion de modélisation, le mécanisme de perturbation de l'onde acoustique de surface, la notion du coefficient de partitionnement K_p et comment le déterminer dans le cas de nos six couples polymère/gaz. Nous avons ensuite présenté le modèle de l'effet de masse combiné au gonflement de la couche sensible et ce pour la prévision du décalage fréquentiel de la réponse du résonateur SAW.

CHAPITRE III : STRUCTURE ETUDIÉE ET ASPECTS DE LA SIMULATION

III.1 La notion de la simulation numérique

La complexité des dispositifs électro-acoustiques et leur faibles dimensions a rendu la simulation numérique indispensable à la conception technologique *MEMS* [106, 107]. La simulation numérique est actuellement intensivement utilisée, d'une part, en raison de la performance de plus en plus accrue des ordinateurs et des stations de calcul, et d'autre part, parce qu'elle constitue un outil extrêmement utile pour l'analyse et la caractérisation du comportement électro-acoustique des structures [108]. La simulation du comportement électro-acoustique du capteur *SAW* aide en effet le concepteur à prédire la réponse de ce dispositif au gaz considéré, et donc à optimiser sa structure en étudiant l'effet de certains paramètres géométriques critiques, ou en jouant sur un autre aspect, comme la configuration des transducteurs interdigités, ou encore en changeant un matériau constituant une région donnée par un autre matériau, et qui aura pour effet d'améliorer un paramètre de sortie associé à cette structure, comme par exemple le facteur de couplage électromécanique effectif ou la sensibilité. Les programmes de simulation numérique développés pour les dispositifs issus de la technologie *MEMS* contiennent un ensemble d'équations différentielles partielles couplées modélisant la physique liée à la structure étudiée et à la nature des sollicitations imposées à celle-ci [106, 108]. La simulation numérique permet donc d'effectuer virtuellement un travail expérimental sur un ordinateur, en utilisant des modèles mathématiques afin d'obtenir des informations sur le comportement d'un système réel sous un certain régime de sollicitation [109]. Si les modèles utilisés peuvent simuler avec un niveau de précision satisfaisant les résultats expérimentaux, les résultats obtenus à partir de telles expériences « sur ordinateur » sont alors les mêmes ou très proches de celles fournies par les expériences réelles effectuées.

En général, la réponse mécanique du capteur *SAW* est causée par une tension électrique appliquée à la borne d'entrée du TID et se manifeste sur le dispositif en tant que changement du niveau des contraintes et du déplacement mécanique [110]. Pour simuler les modèles décrivant la physique des dispositifs étudiés, une discrétisation spatiale comme par exemple celle impliquant la méthode des éléments finis (voir la section suivante) est nécessaire [106].

III.2 La méthode des éléments finis

La méthode des éléments finis assistée par ordinateur est un puissant outil d'analyse numérique qui permet une prévision précise des réponses statique et dynamique d'un système physique multi-domaines soumis à une sollicitation externe. Cette méthode reproduit la géométrie et l'interaction des forces au sein de systèmes complexes dont la formulation analytique est impossible ou extrêmement compliquée. Lorsqu'on analyse un système (c'est-à-dire une structure et son environnement) par la méthode des éléments finis, cela permet d'associer à chaque région de ce système l'ensemble des domaines de la physique impliqués lors de l'interaction : électrostatique, piézoélectrique, thermique, optique, fluide, électromagnétique, etc. (voir figure III.1). De nombreux outils logiciels exploitant la méthode des éléments finis sont disponibles sur le marché, comme ANSYS, Coventor et COMSOL (qui fera l'objet de la section suivante), pour ne mentionner que les outils les plus répandus [10].

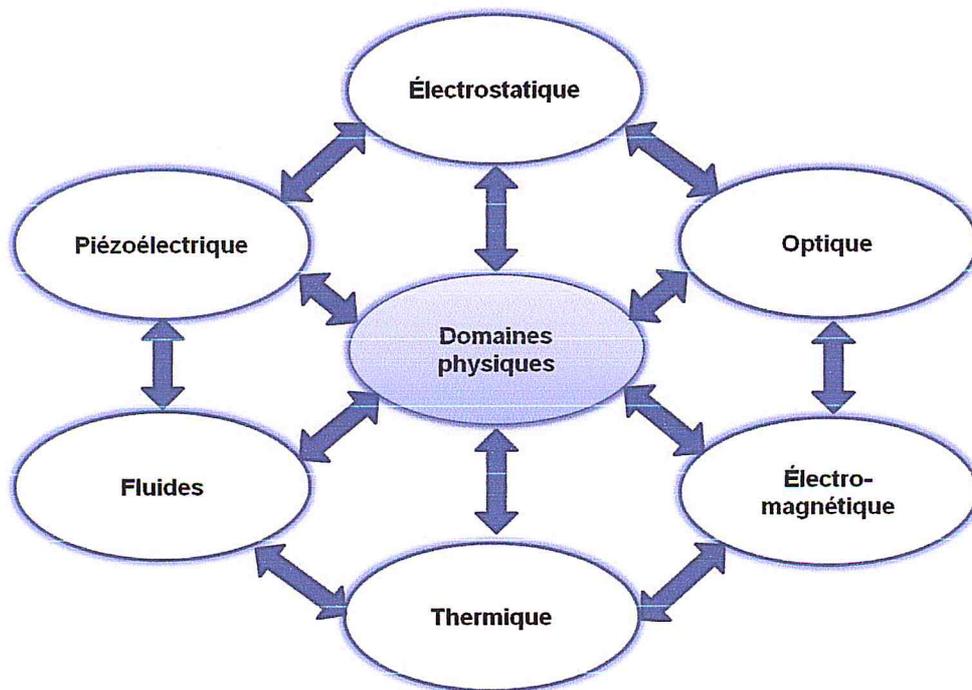


Figure III.1 : Domaines physiques traités lors de l'analyse des *MEMS* par la méthode des éléments finis [10].

Lorsqu'on applique la méthode des éléments finis au cas d'un dispositif *SAW*, le système étudié sera constitué des composantes suivantes : le résonateur lui-même,

l'environnement (l'air), les conditions aux limites (condition de périodicité (voir section III.6) et couches absorbantes parfaitement adaptées (voir section III.7)), la source d'excitation (la tension électrique). La construction du système (dit aussi *modèle*) constituant le résonateur se fait en quatre étapes : la définition de la géométrie et des matériaux de chaque région du dispositif, l'application des conditions aux frontières de la structure, la spécification du type d'analyse (structurelle, modale, ou harmonique comme dans notre cas, ou autre), et enfin le choix du maillage de la structure. L'analyse harmonique étudie la réponse dynamique (fréquentielle) du résonateur à un signal d'excitation, entre les fréquences initiale et finale définies par l'utilisateur. L'analyse harmonique suppose qu'un ou plusieurs modes de vibration avec une amplitude significative se trouvent dans l'intervalle étudié. Ce type d'analyse permet une compréhension de l'amplitude relative des différents modes existants, ainsi que la détection des modes de faible amplitude et qui peuvent donc passer inaperçus par l'utilisateur lors de l'analyse modale [10].

Comme son nom l'indique, *l'élément* constitue la brique élémentaire de la méthode des éléments finis. En effet, la géométrie de la structure étudiée est donnée par un groupe d'éléments, en général des milliers, de la même manière que les briques composent un édifice et leur agencement définit sa forme. Connectés entre eux, ces éléments reçoivent et transmettent au reste des éléments les forces imposées par la source d'excitation externe. Ces systèmes d'équations sont appliqués et résolus au niveau d'un premier groupe d'éléments, les résultats seront stockés dans la mémoire du logiciel pour être ensuite utilisés comme des paramètres d'entrée pour les éléments voisins. Les résultats issus de cette analyse peuvent être des déformations des matériaux, matérialisées par des champs de déplacements mécaniques ou des champs de contraintes, des courants électriques induits, des champs électromagnétiques, des réponses fréquentielles pouvant inclure des phénomènes de résonance, et bien d'autres types de résultats. Au final, tous ces résultats seront superposés pour évaluer la réponse globale du système, dont la précision dépendra de beaucoup d'aspects, comme la qualité et la pertinence du maillage appliqué à chaque zone, la complexité du système étudié, la pertinence à la fois des modèles physiques utilisés et des conditions aux frontières appliquées, l'exactitude des constantes liées aux matériaux, etc. [10].

III.3 L'outil Comsol *Multiphysics*

L'outil COMSOL *Multiphysics* est un progiciel commercial puissant et polyvalent, qui a été développé pour résoudre des systèmes d'équations différentielles partielles tridimensionnelles. COMSOL *Multiphysics* affiche une interface graphique conviviale pour les utilisateurs et plusieurs modules pouvant être utilisés pour modéliser une large gamme de phénomènes physiques impliqués dans diverses applications incluant les dispositifs issus de la technologie *MEMS* [111]. Basé sur la méthode des éléments finis, l'outil COMSOL *Multiphysics* peut facilement résoudre des problèmes complexes qui ne peuvent être résolus par des codes de calculs basés sur d'autres méthodes numériques comme les différences finies [112]. L'histoire de COMSOL remonte à l'époque où ce progiciel était appelé *FEMLAB* développé sur la base de MATLAB, tandis que les versions récentes de COMSOL sont autonomes [113].

L'analyse par la méthode des éléments finis utilisée dans COMSOL *Multiphysics* est un processus impliquant un ensemble d'actions nécessaires dont la séquence est montrée dans la figure III.2 :

- Dans la première étape (**Définitions globales**), nous donnons la liste des paramètres de la simulation.
- Dans la deuxième étape (**Composant**), nous définissons la **géométrie** de la structure, les matériaux utilisés, puis spécifions les détails liés à la **mécanique du solide** (nature des régions : matériau élastique linéaire (polymère, Al, SiO₂), Si), piézoélectrique (ZnO), conditions de périodicité), nous indiquons dans (**électrostatique**) les informations relatives aux aspects électriques (borne d'entrée et borne de masse), la rubrique (**Multiphysique**) est auto-générée en affichant l'effet piézoélectrique, puis le maillage vient achever cette séquence.
- La troisième étape (**Etude**) inclut le balayage paramétrique (la concentration du gaz N_{ppm} dans notre cas), le domaine fréquentiel, la configuration du solveur où les différentes solutions sont stockées, et enfin la configuration de job où les résultats relatifs au balayage paramétrique sont sauvegardés.
- La dernière étape (**Résultats**) contient les différents types de résultats classés sous forme de tableaux, graphiques, ou listes.

Pour générer la commande qui calcule l'admittance d'entrée Y_{11} , l'utilisateur doit cliquer à droite de la case (**Expression**) de la fenêtre **Réglages**, un menu se déroule alors affichant **Modèle** et **Intégré**, dans le sous menu **Modèle**, il faut aller vers, **Component**, puis **Electrostatics**, puis encore **Terminaux**, en enfin cliquer sur **es.Y₁₁ Admittance** (valable dans la version 5.1). Une fois cette commande générée, l'utilisateur doit cliquer sur le bouton **Evaluer** de la fenêtre **Réglages**. L'admittance d'entrée sera affichée dans la deuxième colonne de la fenêtre **Graphique**, la première colonne étant réservée aux fréquences. Pour tracer la quantité évaluée, on doit cliquer sur **Graphique de table**.

Pour générer la commande affichant le déplacement mécanique à une fréquence donnée de l'intervalle de travail, on clique de nouveau sur la case Expression, le menu se déroule à nouveau, il faudrait alors cliquer sur **Modèle**, puis **Component**, **Solid Mechanics**, **Déplacement**, et enfin sur **solid.disp – Déplacement total**. Dans notre version, le déplacement mécanique total a pour commande **solid.disp**. Notons que pour afficher les composantes longitudinale ou transversale, il faut tout simplement remplacer cette dernière commande par u ou v respectivement.

Enfin, il suffit d'exporter les données dans un fichier d'extension.dat afin de pouvoir les traiter dans un outil de choix et en sortir les figures ou quantités désirées (K_{eff}^2 , S ou autre). De même, les figures générées par COMSOL peuvent être sauvegardées dans le format d'affichage souhaité (JPEG, TIF, PNG, etc.).

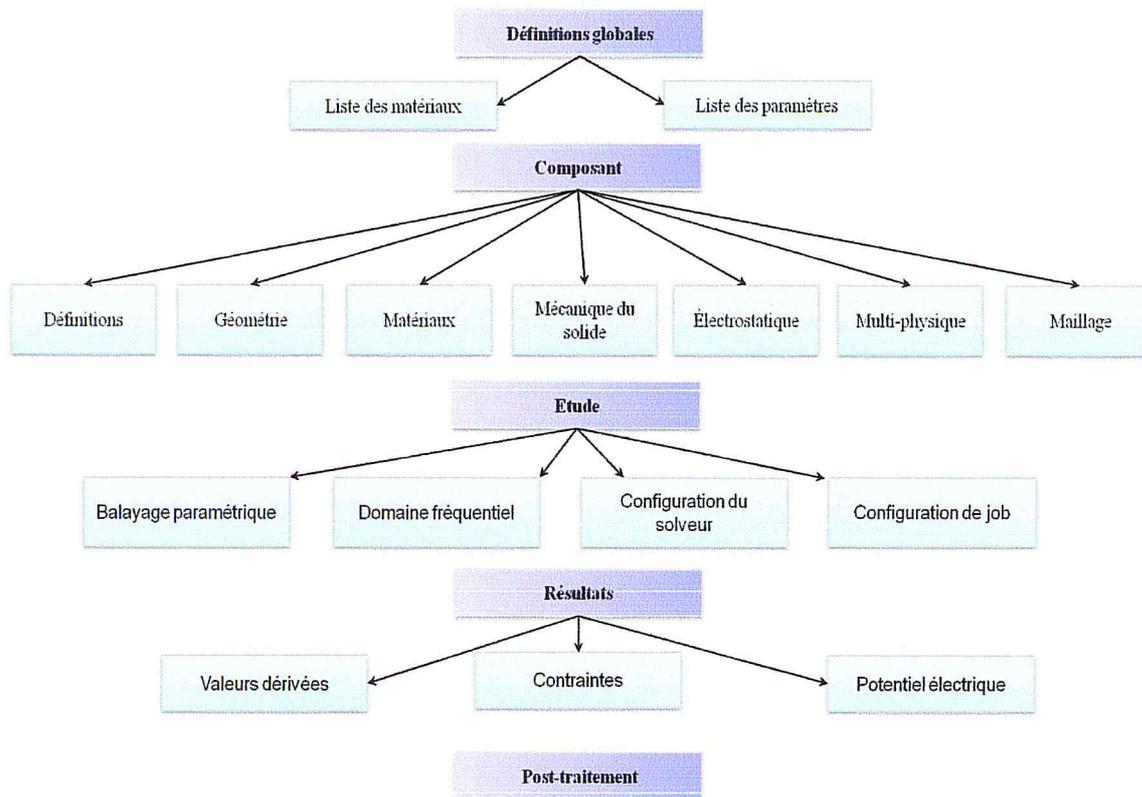


Figure III.2 : Séquence des étapes suivies lors de la simulation avec l’outil COMSOL *Multiphysics*.

III.4 Les équations de la piézoélectricité

Pour générer les ondes acoustiques de surface, nous faisons appel aux effets piézoélectriques direct et inverse. Ces derniers peuvent être décrits par les équations (eq.16) et (eq.17) [83], où la première équation (eq.16) représente la loi d’élasticité (loi de Hooke), T et S sont respectivement les tenseurs des contraintes (forces par unité de surface) et des déformations, D et E sont respectivement le courant de déplacement et le champ électrique, c , e et ε sont respectivement les matrices des constantes de la rigidité mécanique, de la piézoélectricité et de la permittivité. La deuxième relation (eq.17) montre la contribution de la déformation mécanique à la génération de la charge électrique et au courant de déplacement. En conséquence, les déformations mécaniques et les propriétés électriques sont couplées par la combinaison des lois de l’électrostatique et de l’élastodynamique [114], comme montré dans la figure III.3.

$$T = c S - e E \quad (\text{eq.16})$$

$$D = e S + \varepsilon E \quad (\text{eq.17})$$

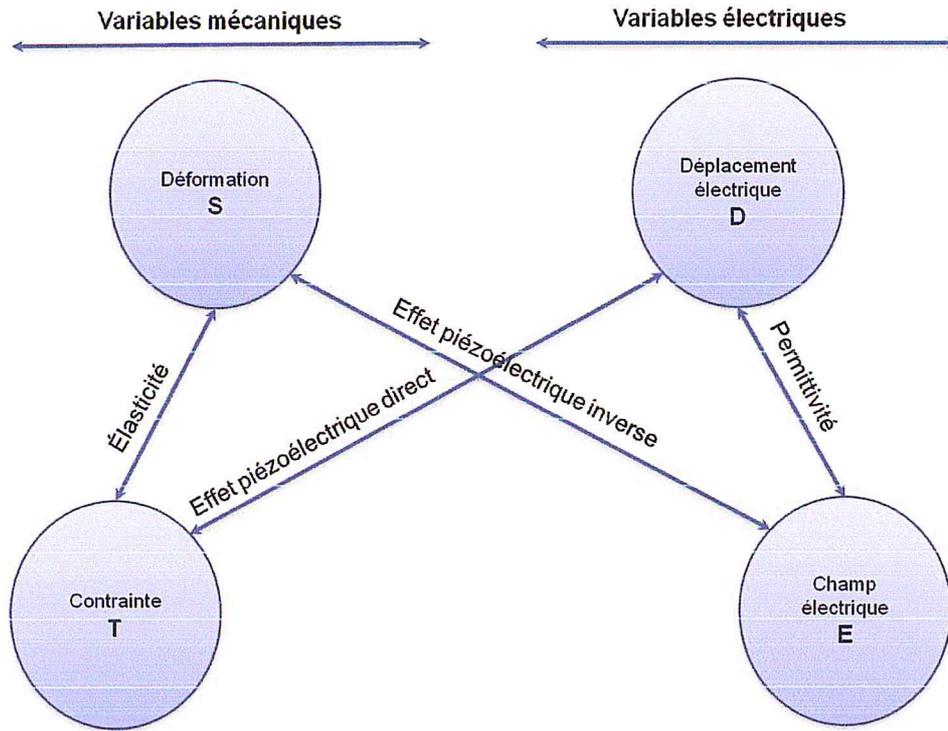


Figure III.3 : Relations entre les variables mécaniques et électriques dans un matériau piézoélectrique. L'effet piézoélectrique direct est la production d'un déplacement électrique par application d'une contrainte mécanique. L'effet piézoélectrique inverse produit une déformation lorsqu'un champ électrique est appliqué. La relation entre la contrainte et la déformation est déterminée par l'élasticité du solide [25, 34].

III.5 L'équation de propagation de l'onde acoustique

L'application d'une sollicitation électrique harmonique au solide piézoélectrique génère des déformations élastiques qui vont se propager en tant qu'ondes mécaniques à travers ce milieu. L'équation régissant la propagation de cette onde dérive de l'équation fondamentale de la dynamique (loi de Newton) et peut s'écrire comme suit (eq.18) [34] :

$$\nabla T = \rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (\text{eq.18})$$

Où nabla (∇) est l'opérateur vectoriel de dérivation de premier ordre, ρ est la masse volumique du matériau piézoélectrique, et u le vecteur champ de déplacement des particules du milieu de propagation.

III.6 Présentation du résonateur SAW à base de la structure ZnO/SiO₂/Si

III.6.1 La structure ZnO/SiO₂/Si à travers la littérature

Puisque le maximum de l'énergie d'une onde acoustique de surface est confiné dans une zone proche de la surface du milieu de propagation (entre une et deux longueurs d'onde d'épaisseur), l'une des méthodes de fabrication des dispositifs SAW consiste à utiliser des structures stratifiées contenant des couches minces piézoélectriques déposées sur des substrats non-piézoélectriques. Ce type de structures utilisant des matériaux possédant des propriétés élastiques variant fortement offre la possibilité d'atteindre des fréquences élevées [115]. Dans ce sens, la structure ZnO/SiO₂/Si est particulièrement intéressante au regard de sa bonne intégrabilité dans la technologie des circuits intégrés, en tant que dispositif acoustique (SAW) fonctionnel [30, 115-119], ce qui n'est pas le cas pour des matériaux piézoélectriques communs (Quartz, niobate de lithium (LiNbO₃) et tantalate de lithium (LiTaO₃)) incompatibles avec cette technologie. La très bonne qualité des couches minces en ZnO polycristallin obtenues [22] constitue une raison supplémentaire, puisque cela permet de tirer le maximum d'avantage des propriétés piézoélectriques de ce matériau.

Dans la littérature technique, on retrouve beaucoup de travaux d'auteurs qui ont fabriqué, caractérisé, optimisé, et testé la réponse (fréquentielle, pertes d'insertion, etc.) de capteurs SAW (résonateurs ou lignes à retard), basés sur ce type de structures (ZnO/SiO₂/Si), destinés à la détection de gaz combustibles (CO, NO, H₂), de gaz réactif (O₂) et d'autres gaz (CH₄, N₂, Ar) [120], mais aussi de biomatériaux [121] ou de composés organiques volatils (MEK (méthyléthylcétone), octane, toluène) [118, 119]. L'optimisation dont il est question peut concerner les paramètres géométriques [116, 117], la configuration des transducteurs interdigités [29, 30, 44, 122], ou le procédé de fabrication [118, 123].

III.6.2 Les différentes régions du résonateur SAW

La structure ZnO/SiO₂/Si constitue en quelque sorte le piédestal sur lequel vient se poser les autres éléments constitutifs de notre résonateur SAW, à savoir le métal (Al) dont est formé le transducteur interdigité et le polymère (PIB ou PDMS) composant la couche sensible au gaz. Les paramètres géométriques et les différentes constantes physiques de tous ces matériaux seront présentés dans la section III.8. Nous donnons maintenant quelques détails concernant chacune de ces régions du résonateur SAW présentement étudié (voir la figure III.4).

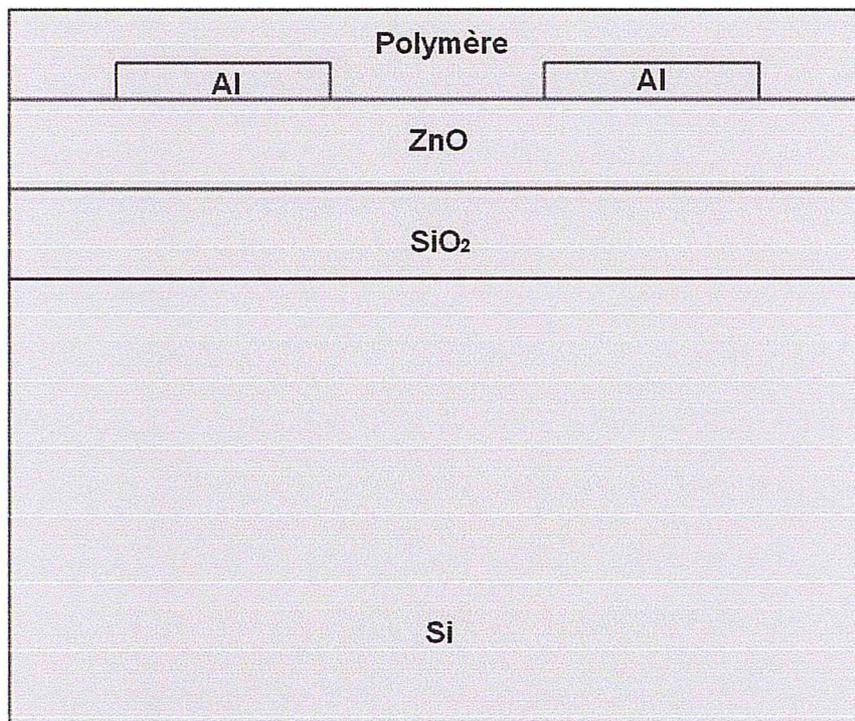


Figure III.4 : Structure globale du résonateur SAW à base de la structure ZnO/SiO₂/Si.

Le substrat de notre résonateur SAW est formé de silicium monocristallin (voir la figure III.4). Le silicium est un matériau non-piézoélectrique, avec des vitesses acoustiques relativement élevées (selon son orientation cristallographique) et des pertes d'insertion non négligeables [22, 30]. Rappelons ici que ce matériau est à la base même de la technologie CMOS (*Complementary Metal Oxide Semiconductor*) utilisée dans les circuits intégrés.

Le dioxyde de silicium (communément appelé *oxyde de silicium*) est un matériau diélectrique [32]. Dans le cas de notre résonateur SAW, le SiO₂ est interposé entre la couche piézoélectrique (en ZnO) et le substrat (en Si) en tant que barrière électriquement isolante [124]. La température du substrat influe énormément sur la vitesse de l'onde acoustique [125]. En effet, une partie de l'énergie de cette onde est convertie en chaleur à cause des pertes ohmiques ou par conversion en ondes acoustiques de volume [126]. Or, il se trouve que le SiO₂ a une faible conductibilité thermique (1.5 W/km seulement) [127]. C'est pourquoi, la couche SiO₂ joue aussi un rôle de barrière thermique, assurant ainsi la stabilité de la réponse fréquentielle. D'autre part, des études expérimentales ont montré que l'ajout du SiO₂ comme couche tampon isolante entre la couche piézoélectrique et le substrat en Si augmentait le facteur de couplage électromécanique effectif (K_{eff}^2) de la structure considérée [28, 115,128]. La couche SiO₂ est donc utilisée afin de servir à la fois de barrière électrique, thermique et augmenter le facteur K_{eff}^2 .

Le choix du ZnO pour la transduction piézoélectrique a été discuté dans la section I.2.4. Rappelons que le ZnO cristallise dans la structure hexagonale de type Wurtzite [129], et que la compatibilité de la technologie de fabrication des couches minces en ZnO piézoélectriques avec celle du silicium offre l'avantage d'une intégration réussie avec la technologie CMOS et le développement de réseaux de capteurs [44, 121].

Le métal formant notre transducteur interdigité est l'aluminium. Ce choix est justifié par les divers aspects détaillés dans la section I.3.4. Les polymères utilisés dans nos simulations sont le PDMS et le PIB présentés dans les sections I.8.1 et I.8.2.

III.6.3 Paramétrage géométrique du résonateur SAW

Pour la simulation numérique de notre résonateur SAW, nous avons procédé en paramétrant la structure dans son intégralité afin de pouvoir modifier aisément les valeurs des paramètres géométriques. Ce Paramétrage est schématisé dans la figure III.5, alors que les valeurs des paramètres géométriques de la structure simulée sont indiquées dans le tableau III.2 de la section III.8. Notons que

l'abréviation DLE désigne la distance latérale entre l'électrode et le bord, alors que le terme EIE désigne l'espacement inter-électrodes.

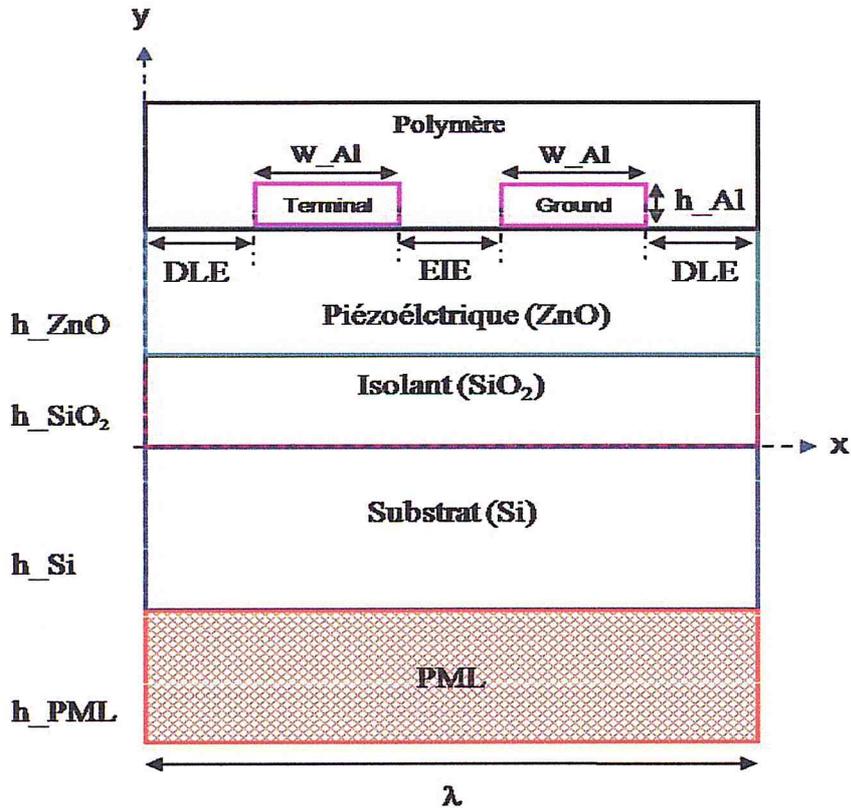


Figure III.5 : Représentation schématique de la structure du résonateur SAW paramétrée. La notion de *PML* « *Perfectly Matched Layer* » sera introduite dans la section III.7.2.

Chaque région de notre résonateur SAW est définie par les coordonnées de deux de ses sommets diamétralement opposés, où un exemple de cette représentation est illustré dans la figure III.6. Les expressions propres à chacune des régions constitutives du résonateur sont données comme suit :

Si	$x_{Si_1} = 0$ $x_{Si_2} = w$	$y_{Si_1} = -h_{Si}$ $y_{Si_2} = 0$
SiO2	$x_{SiO2_1} = 0$ $x_{SiO2_2} = w$	$y_{SiO2_1} = 0$ $y_{SiO2_2} = h_{SiO2}$
ZnO	$x_{ZnO_1} = 0$ $x_{ZnO_2} = w$	$y_{ZnO_1} = h_{SiO2}$ $y_{ZnO_2} = h_{SiO2} + h_{ZnO}$
Poly	$x_{Poly_1} = 0$ $x_{Poly_2} = w$	$y_{Poly_1} = h_{SiO2} + h_{ZnO}$ $y_{Poly_2} = h_{SiO2} + h_{ZnO}$
Al ₁ (Terminal)	$x_{Al_1_1} = DLE$ $x_{Al_1_2} = DLE + w_{Al}$	$y_{Al_1_1} = h_{SiO2} + h_{ZnO}$ $y_{Al_1_2} = h_{SiO2} + h_{ZnO} + h_{Al}$
Al ₂ (Ground)	$x_{Al_2_1} = DLE + w_{Al} + EIE$ $x_{Al_2_2} = x_{Al_2_1} + w_{Al}$	$y_{Al_2_1} = h_{SiO2} + h_{ZnO}$ $y_{Al_2_2} = h_{SiO2} + h_{ZnO} + h_{Al}$
PML	$x_{PML_1} = 0$ $x_{PML_2} = w$	$y_{PML_1} = -(h_{PML} + h_{Si})$ $y_{PML_2} = 0$

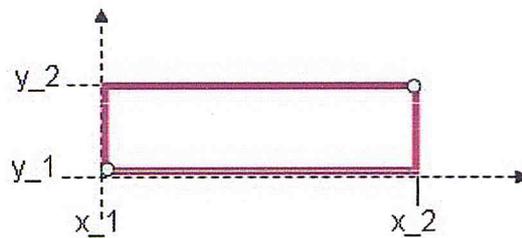


Figure III.6 : Représentation schématique d'une région donnée de la structure.

III.7 Les conditions aux frontières

III.7.1 Modélisation d'une infinité de transducteurs interdigités par la condition de périodicité

Dans la plupart des simulations, on vise à décrire les propriétés d'un système macroscopique qui peut être considéré comme étant infiniment grand relativement à la taille du système dont on veut simuler le comportement avec un temps de calcul raisonnable. On a donc besoin d'un moyen pour imiter le système réel essentiellement infini. Une approche commune consiste à utiliser des conditions de périodicité dans lesquelles le système macroscopique est décrit comme un réseau infini de systèmes finis équivalents. Les objets d'intérêt sont placés dans un volume de taille finie appelé *cellule de simulation*, qui est ensuite reproduit dans l'espace [130].

Le résonateur SAW à un seul port que nous simulons dans COMSOL *Multiphysics* est constitué d'un transducteur interdigité (TID) ayant un grand nombre de doigts. Pour réduire le temps de calcul, nous tirons profit de la nature périodique de la structure du TID pour n'incorporer dans la simulation qu'une seule section de ces électrodes (voir l'insert de la figure III.7). Une condition de périodicité appropriée [131] est toutefois nécessaire pour reproduire les effets engendrés par un tel nombre de doigts. Dans la cellule de base, une onde acoustique de surface provenant de la droite sera réfléchiée par le côté gauche [126]. La géométrie à deux dimensions de cette cellule unité considérée dans la simulation est illustrée dans la figure III.7, la période de cette structure de base est le « pas » du TID. La condition de périodicité est appliquée sur les côtés droit (U_{src} : déplacement mécanique au départ, où « src » désigne le mot source) et gauche (U_{dst} : déplacement à l'arrivée, où « dst » désigne le mot destination) de la cellule unité, le formalisme mathématique qui lui est associé est donné par les équations (éq.19.1) et (éq.19.2) :

$$U_{dst}(u, v, V) = U_{src}(u, v, V) \quad (\text{eq.19.1})$$

$$V_{dst}(u, v, V) = V_{src}(u, v, V) \quad (\text{eq.19.2})$$

Où u et v représentent respectivement les déplacements mécaniques dans les directions U_x et U_z , V est le potentiel électrique appliqué [132, 131].

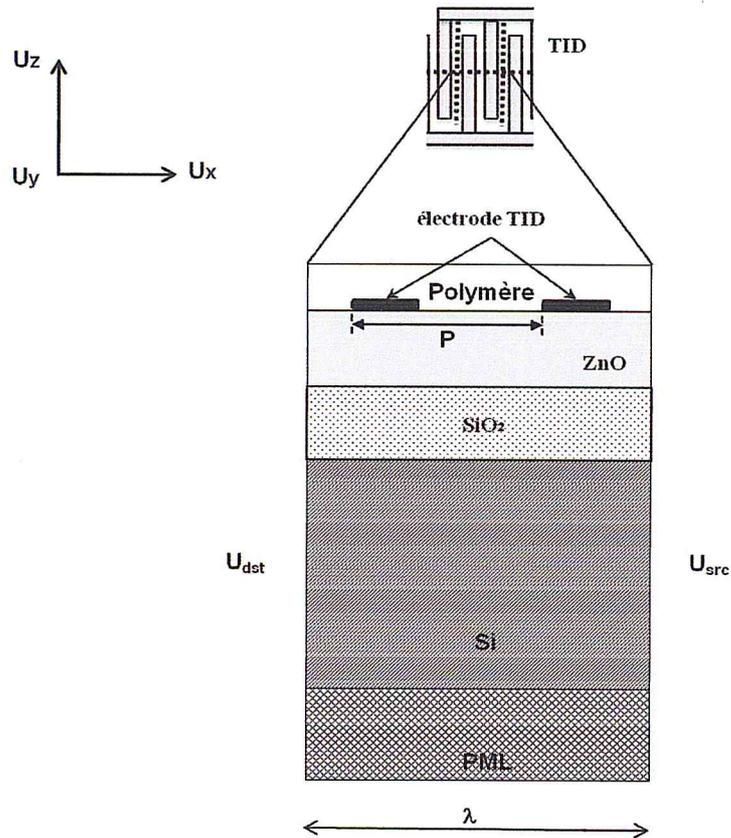


Figure III.7 : Représentation schématique du résonateur SAW simulé avec une section périodique des électrodes du TID.

III.7.2 Modélisation de milieux infiniment grands par les couches absorbantes parfaitement adaptées

L'écriture de l'équation de propagation de l'onde acoustique pose un problème au niveau des nœuds du maillage situés à la frontière de la structure simulée, puisque ces derniers vont générer numériquement des réflexions (dus aux ondes de volume) parasites en raison de la dimension finie de la structure simulée, ces réflexions « polluent » le calcul et conduisent à des résultats erronés. La modélisation des milieux non bornés fait appel à la méthode des couches absorbantes parfaitement adaptées dite aussi *PML* pour «*Perfectly Matched Layers*». Cette méthode très utilisée consiste en l'ajout, autour de la zone d'intérêt du domaine physique, des couches absorbantes dans lesquelles on introduit un coefficient d'absorption. La couche en contact avec le domaine de calcul possède une impédance électrique égale à celle caractérisant ce domaine, et cela afin d'empêcher toute rupture d'impédance elle-même génératrice de réflexions. Les *PML* permettent

alors d'éviter la génération des réflexions parasites entre elles et le domaine physique avec lequel elles sont en contact. Les *PML* sont donc une sorte de matériaux multicouches dont l'impédance de la couche interne (faisant interface avec le domaine physique) est parfaitement adaptée à la zone d'intérêt du domaine physique tout en présentant un terme d'atténuation augmentant à mesure que l'on s'écarte de l'interface couche interne/domaine physique [133]. Dans notre cas, les *PML* ont été introduites dans la partie inférieure de la structure, en contact avec le substrat en silicium (voir figure III.7), et cela afin d'éviter les réflexions des ondes latérales et celle des ondes de volume.

III.8 Les paramètres de la simulation

III.8.1 Les constantes des matériaux

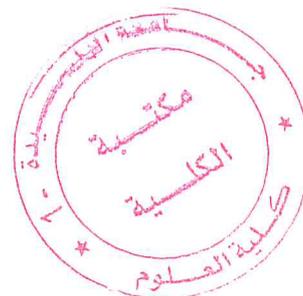
Nous portons dans le tableau III.1 les valeurs des constantes des matériaux (Si, SiO₂, ZnO, Al, PDMS et PIB) utilisées dans la simulation COMSOL *Multiphysics*, les valeurs non référencées sont celles données dans la base de données des matériaux de COMSOL *Multiphysics* :

Paramètre	Symbole	Si	SiO ₂	ZnO	Al	PDMS	PIB
Masse volumique [kg/m ³]	ρ	2330	2200	5680	2700	970 ^[68]	920 ^[68]
Module de Young [Pa]	E	–	70*10 ⁹	–	70*10 ⁹	7.5*10 ⁸	10*10 ⁹
Coefficient de Poisson	ν	–	0.17	–	0.35	0.499	0.48
Constantes élastiques [Pa]	C_{11}	166	–	2.09714*10 ¹¹	–	–	–
	C_{12}	64	–	1.2114*10 ¹¹	–	–	–
	C_{13}	166	–	2.09414*10 ¹¹	–	–	–
	C_{33}	64	–	2.1194*10 ¹¹	–	–	–
	C_{44}	80	–	4.23729*10 ¹⁰	–	–	–
Constantes piézoélectriques [C/m ²]	e_{51}	–	–	-0.480508	–	–	–
	e_{13}	–	–	-0.567005	–	–	–
	e_{33}	–	–	1.32044	–	–	–
Constantes diélectriques	ϵ_{11}	–	4.2	8.5446	–	2.75	2.2
	ϵ_{33}	–	–	10.204	–	–	–

Tableau III.1 : Valeurs des constantes des matériaux utilisées dans la simulation COMSOL *Multiphysics*.

III.8.2 Les paramètres géométriques

Nous donnons dans le tableau III.2 les valeurs des paramètres géométriques de la cellule unité simulée.



Paramètre	Valeur [μm]	Paramètre	Valeur [μm]
$w = \lambda$	20	h_{Al}	0.2
h_{Si}	$2.5 * \lambda$	h_{PML}	λ
h_{SiO_2}	1	W_{Al}	$\lambda/4$
h_{ZnO}	2	EIE	$\lambda/4$
h_{Poly}	2	DLE	$\lambda/8$

Tableau III.2 : Valeurs des paramètres géométriques utilisées dans la simulation COMSOL *Multiphysics*.

Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons défini la notion de simulation numérique, la méthode des éléments finis, l'outil de simulation COMSOL *Multiphysics*, les équations de la piézoélectricité et de la propagation de l'onde acoustique. Nous avons par la suite présenté la structure du résonateur SAW simplifiée, son paramétrage et les conditions aux frontières utilisées (condition de périodicité et les couches absorbantes parfaitement adaptées). Enfin, nous avons donné les constantes des matériaux et les paramètres géométriques considérés dans la simulation.

CHAPITRE IV : RESULTATS ET DISCUSSION

IV.1 Les réponses fréquentielles en absence de gaz

Nous montrons dans les figures IV.1 et IV.2 les réponses fréquentielles (admittance d'entrée Y_{11}) des résonateurs SAW respectivement à base de PDMS et de PIB en absence de gaz. Il est à noter que le phénomène de résonance et d'antirésonance montré dans ces deux figures n'est pas le seul qui est apparu dans la plage fréquentielle de départ utilisée lors de la simulation. Nous avons par la suite relancé le calcul tout en restreignant notre plage fréquentielle au premier mode seulement, ce dernier est dit *mode fondamental* ou *mode de Rayleigh* d'ordre 1 (noté R1), où le chiffre 1 dénote l'ordre associé au mode de Rayleigh [115].

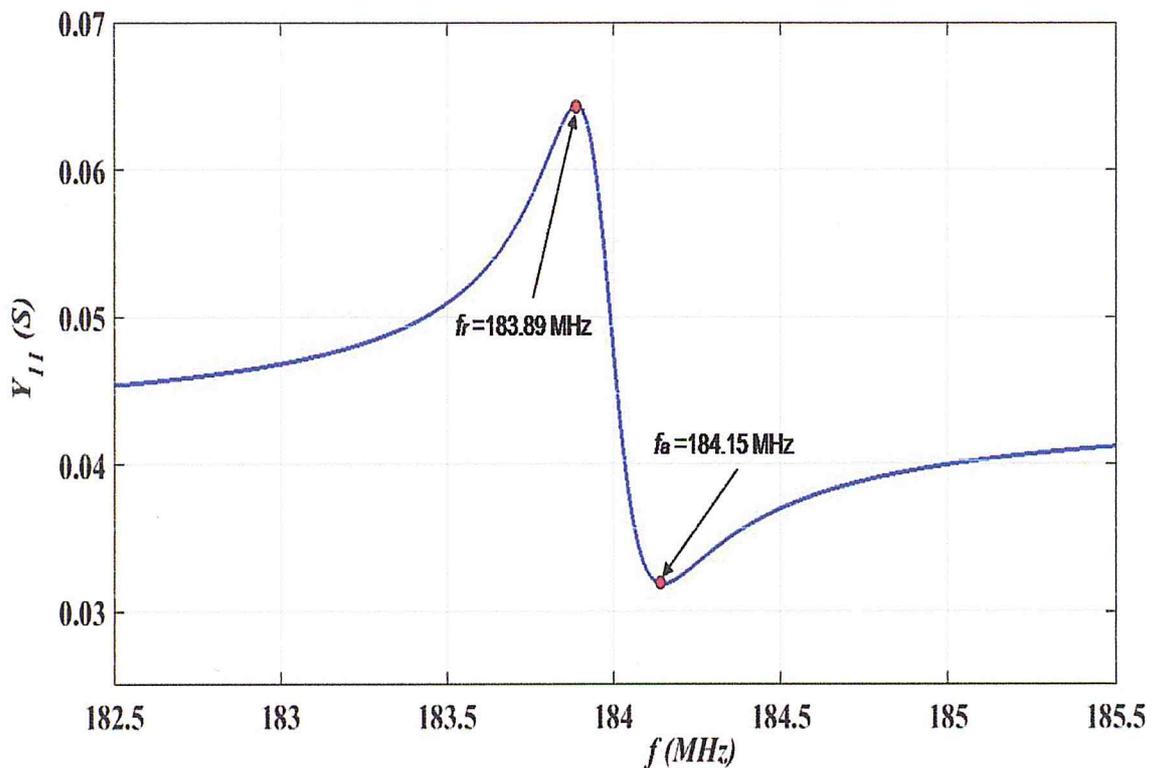


Figure IV.1 : Réponse fréquentielle du résonateur SAW à base de PDMS en absence de gaz.

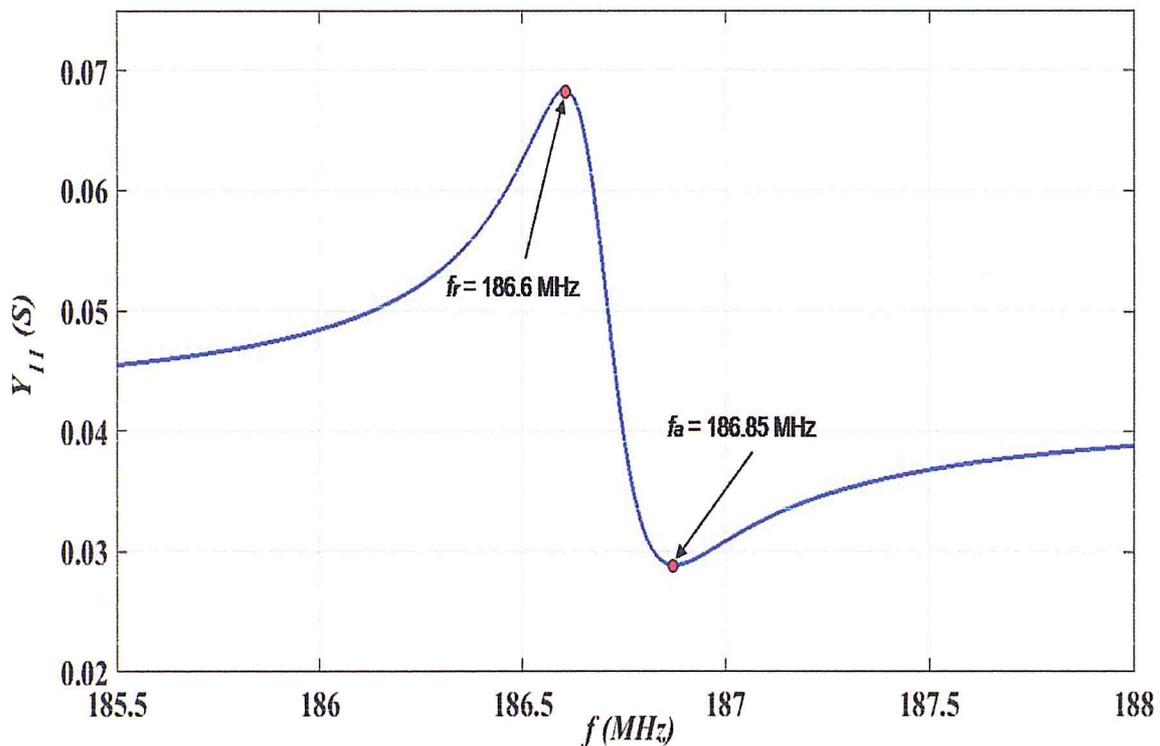


Figure IV.2 : Réponse fréquentielle du résonateur SAW à base de PIB en absence de gaz.

Nous résumons dans le tableau IV.1 les valeurs des fréquences de résonance et d'antirésonance (f_r et f_a) ainsi que celles du facteur de couplage électromécanique effectif K_{eff}^2 (calculé à partir de l'équation (eq.7)) des résonateurs. Nous notons que le phénomène de résonance et d'antirésonance apparaît à des fréquences plus faibles pour le cas du résonateur SAW à base de PDMS, ceci s'explique par le fait que la masse volumique de ce dernier est plus grande que celle du PIB, la couche en PDMS pèserait donc plus que celle en PIB et voit donc le signal du résonateur qui lui est associé plus décalé vers des fréquences plus basse que celui du résonateur à base de PIB. Les valeurs de K_{eff}^2 associées aux deux résonateurs sont proches (~0.35 % en moyenne).

	f_r	f_a	K_{eff}^2
PDMS	183.89	184.15	0.346 %
PIB	186.6	186.85	0.356 %

Tableau IV.1 : Les caractéristiques f_r , f_a et K_{eff}^2 des résonateurs SAW à base de PDMS et de PIB en absence de gaz.

IV.2 Les profils de vibration en absence de gaz

Nous montrons dans la figure IV.3 le profil de vibration du résonateur SAW (à base de PIB) simulé, en termes de déplacement mécanique total obtenu à la fréquence de résonance de 186.6 MHz, un résultat similaire a été retrouvé dans le cas du résonateur SAW à base de PDMS. Les flèches en noir ont été insérées pour indiquer la direction du déplacement mécanique. Le mode vibration obtenu est de type *Rayleigh* qui correspond à des déplacements elliptiques dans le plan sagittal (U_x, U_z). Ce mode fondamental est confiné à la surface du capteur et est évanescent avec la profondeur du milieu de propagation. Ce résultat est semblable à celui obtenu par Muniraj et Sathesh [96] qui ont simulé avec l'outil COMSOL *Multiphysics* la réponse d'un résonateur SAW dédié à la détection du gaz DCM, où la couche sensible au gaz est en PIB et le substrat est en LiNbO_3 .

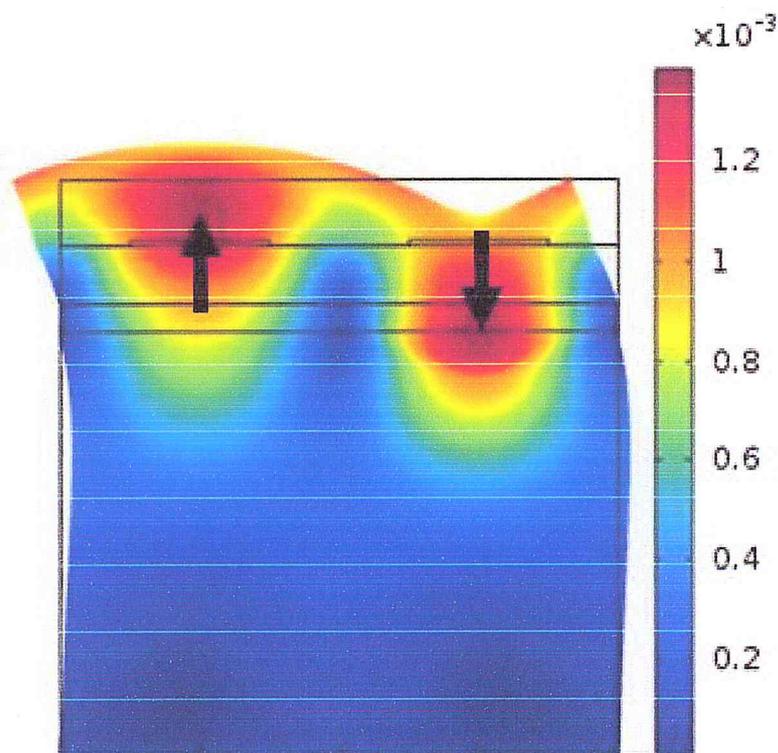


Figure IV.3 : Profil du déplacement mécanique total du résonateur SAW simulé à la fréquence de résonance de 186.6 MHz en absence de gaz.

Nous montrons dans la figure IV.4 le profil du déplacement mécanique des composantes : (a) longitudinale u et (b) transversale v , du mode Rayleigh observé à la fréquence de résonance de 186.6 MHz. Ce résultat est semblable à celui obtenu par Büyükköse et al. [115] qui ont utilisé COMSOL *Multiphysics* pour la simulation

d'un résonateur SAW à base de ZnO/SiO₂/Si. Le choix de la longueur d'onde (20 μm dans notre cas) a fait que l'onde acoustique générée ait une épaisseur de confinement (e_c) qui pénètre jusqu'à la moitié du substrat en silicium. La figure IV.2 a été volontairement tronquée d'en bas afin d'illustrer uniquement la zone d'intérêt. Un simple calcul effectué sur la base de la structure complète permet de dire que l'épaisseur de confinement vaut environ 14.6 μm, soit $0.73 \cdot \lambda$.

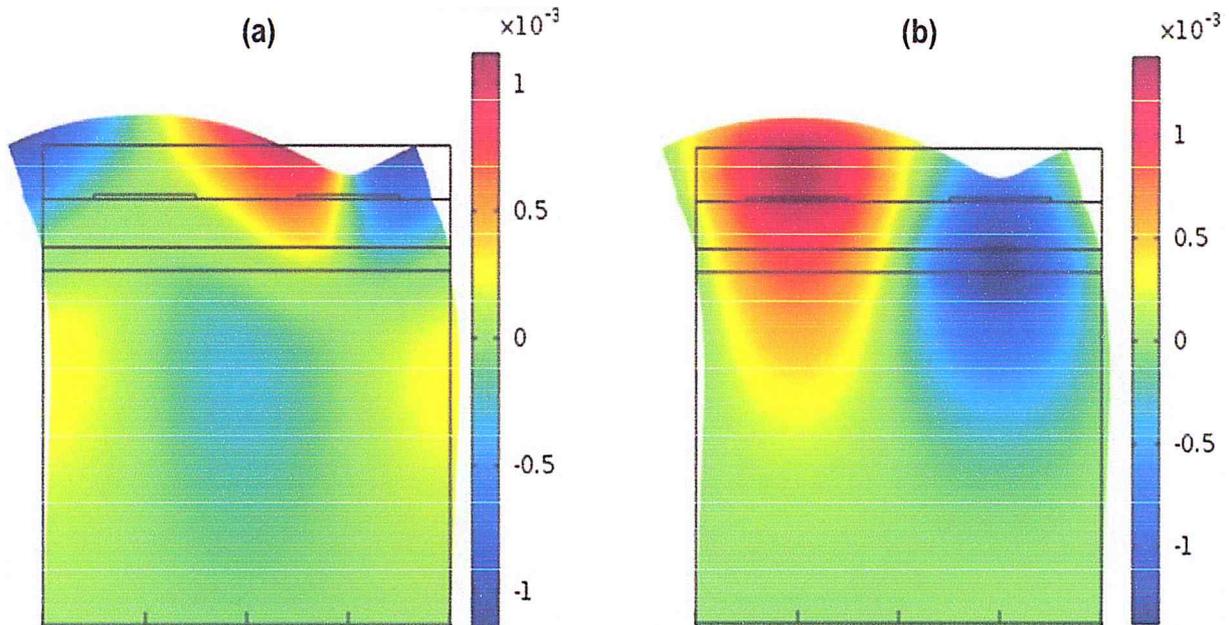


Figure IV.4 : Profil du déplacement mécanique associé aux composantes (a) u et (b) v du mode de Rayleigh observé dans le résonateur SAW simulé à la fréquence de résonance de 186.6 MHz en absence de gaz.

IV.3 Évolution des réponses fréquentielles en présence des gaz

Nous donnons dans les figures IV.5 et IV.6 les réponses fréquentielles des résonateurs SAW respectivement à base de PDMS et de PIB en présence des gaz (méthane, butane et DCM) injectés chacun individuellement des autres. Dans la figure IV.5, tous les spectres montrent un décalage du signal vers les basses fréquences, alors que dans la figure IV.6, le décalage se fait vers les hautes fréquences. Le sens du décalage est dicté par la prépondérance de l'un des deux effets considérés, à savoir l'effet de masse et l'effet du gonflement (eq.11.3). Lorsque l'effet du gonflement l'emporte, comme dans le cas du PDMS, le décalage opère vers la gauche, alors que lorsque l'effet de masse prédomine, le décalage s'effectue vers la droite, comme dans le cas du PIB. Le signal associé à la présence du DCM

commence à se décaler pour des valeurs de N_{ppm} plus petites que celles nécessaires pour faire décaler le signal associé à la présence du butane, ce dernier exhibe un comportement meilleur que celui du méthane. Ceci s'explique par la masse molaire des gaz. En effet, la molécule du DCM est plus lourde que celle du butane, la molécule du méthane étant la plus légère des trois gaz considérés.

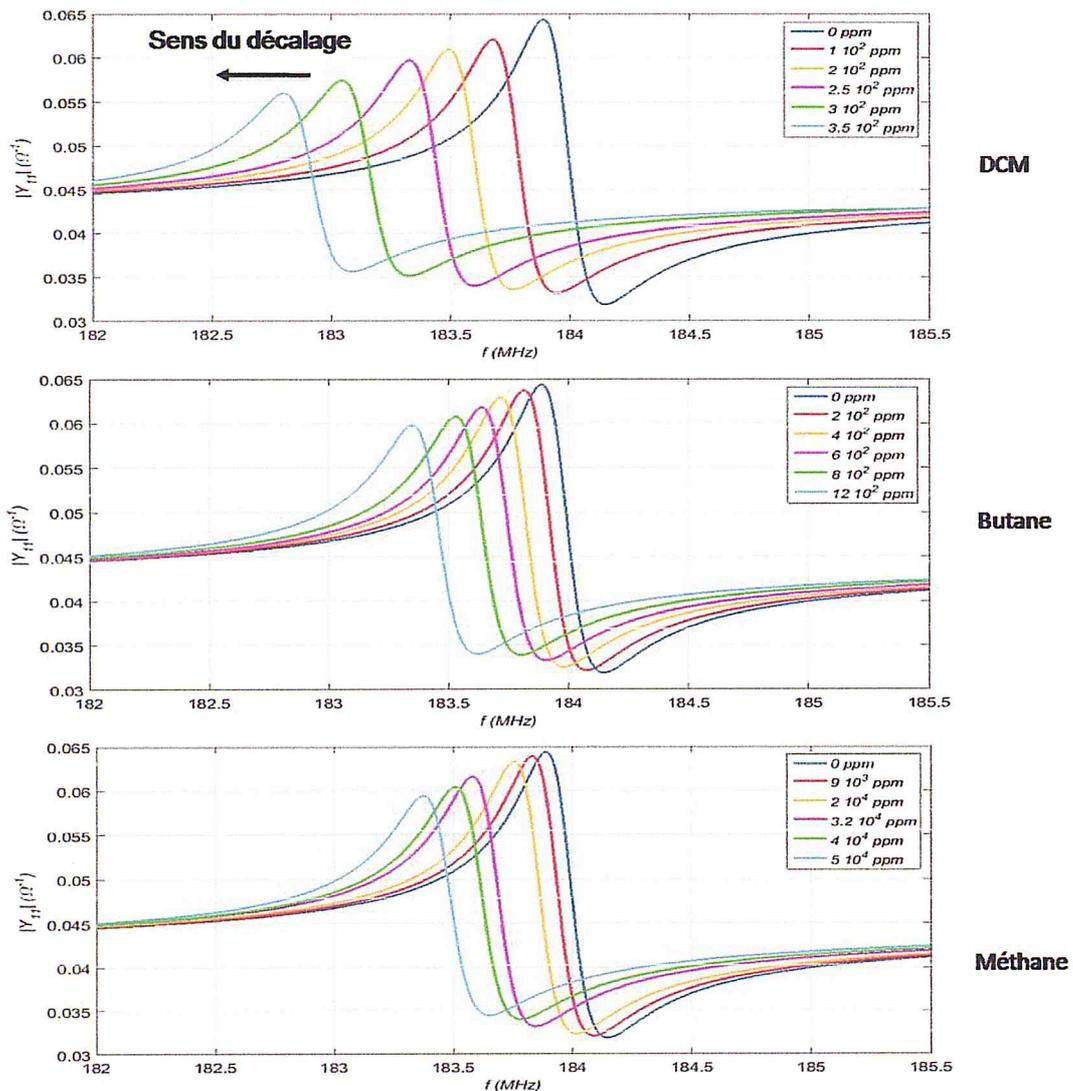


Figure IV.5 : Réponse fréquentielle du résonateur SAW à base de PDMS en présence des gaz.

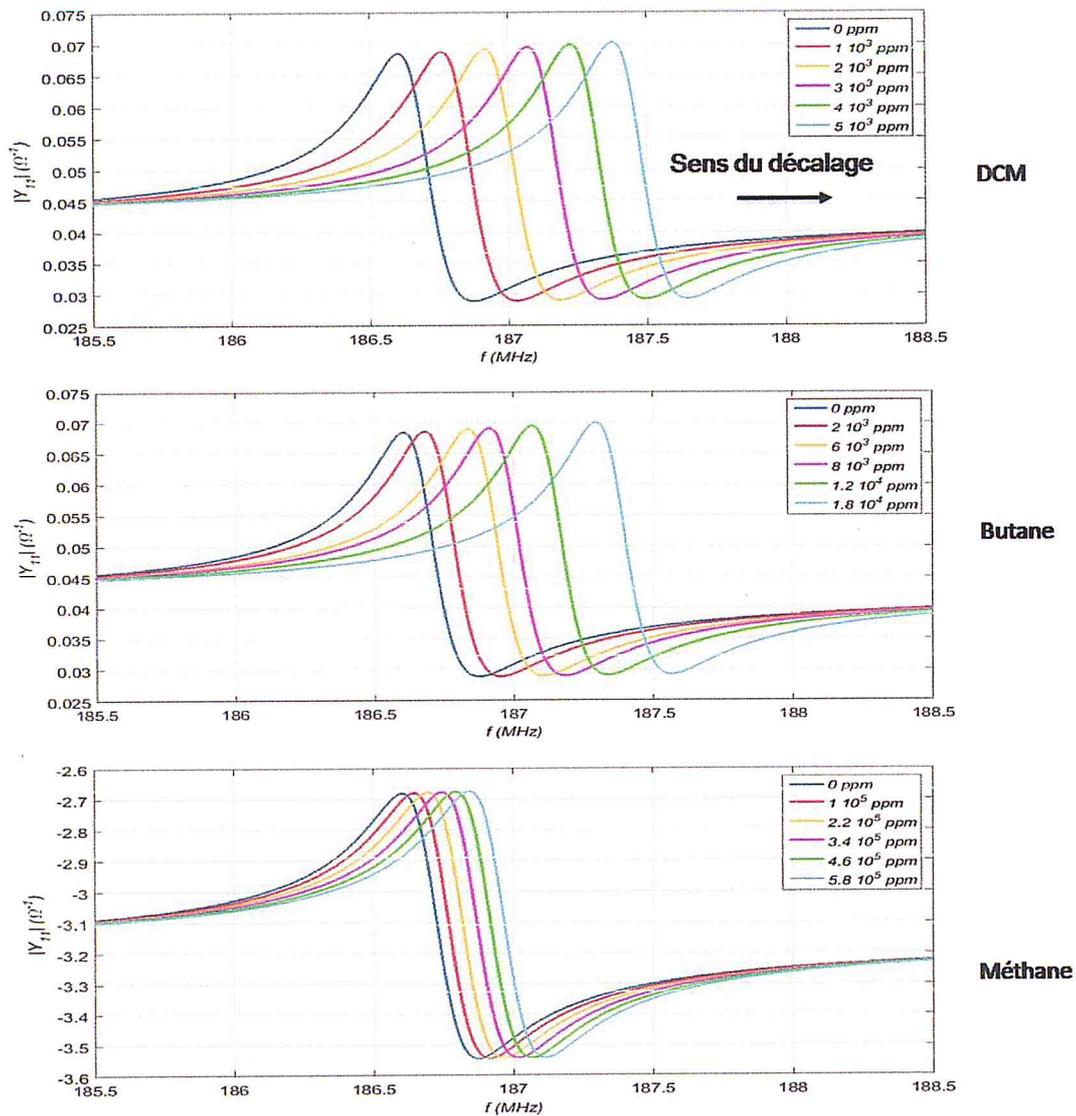


Figure IV.6 : Réponse fréquentielle du résonateur SAW à base de PIB en présence des gaz.

IV.4 Détermination de la sensibilité pour chaque couple gaz/polymère

Nous présentons dans les figures IV.7 et IV.8 les décalages fréquentiels (Δf) des signaux associés respectivement aux résonateurs SAW à base de PDMS et de PIB en fonction de la concentration du gaz (N_{ppm}). Nous avons tracé la droite qui représente le fit linéaire de ces points, la pente de cette droite représente la sensibilité (S) du capteur SAW. Les valeurs de S sont présentées dans le tableau IV.2.

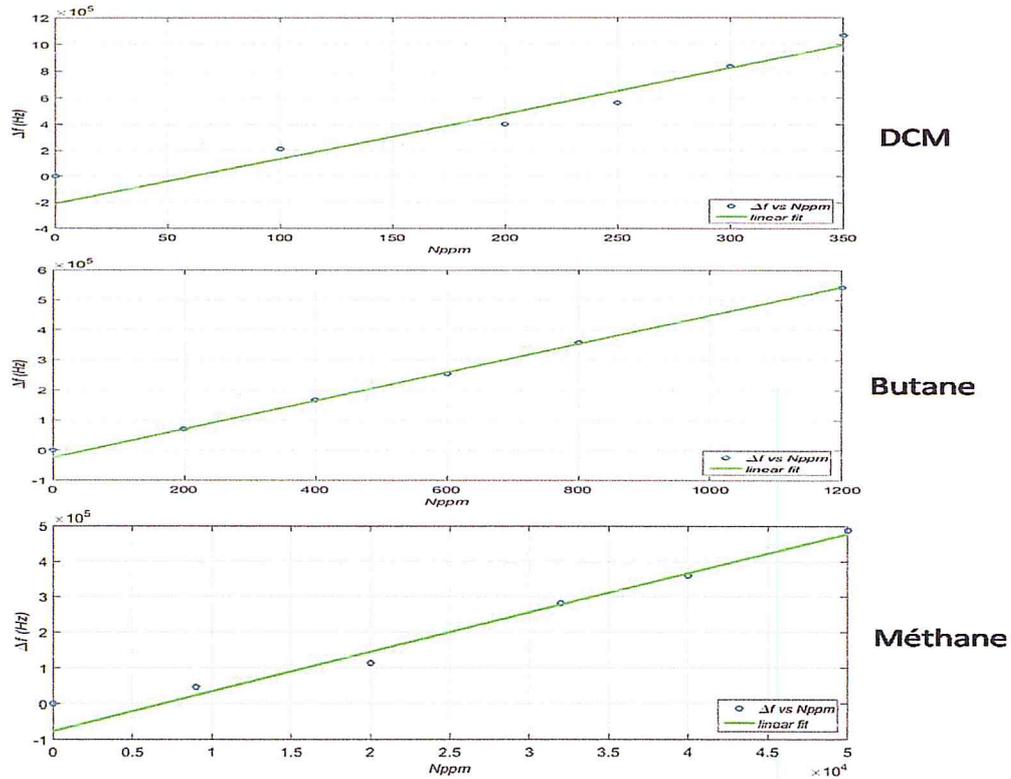


Figure IV.7 : Décalage fréquentiel en fonction de la concentration de chaque gaz considéré pour le cas du résonateur SAW à base de PDMS.

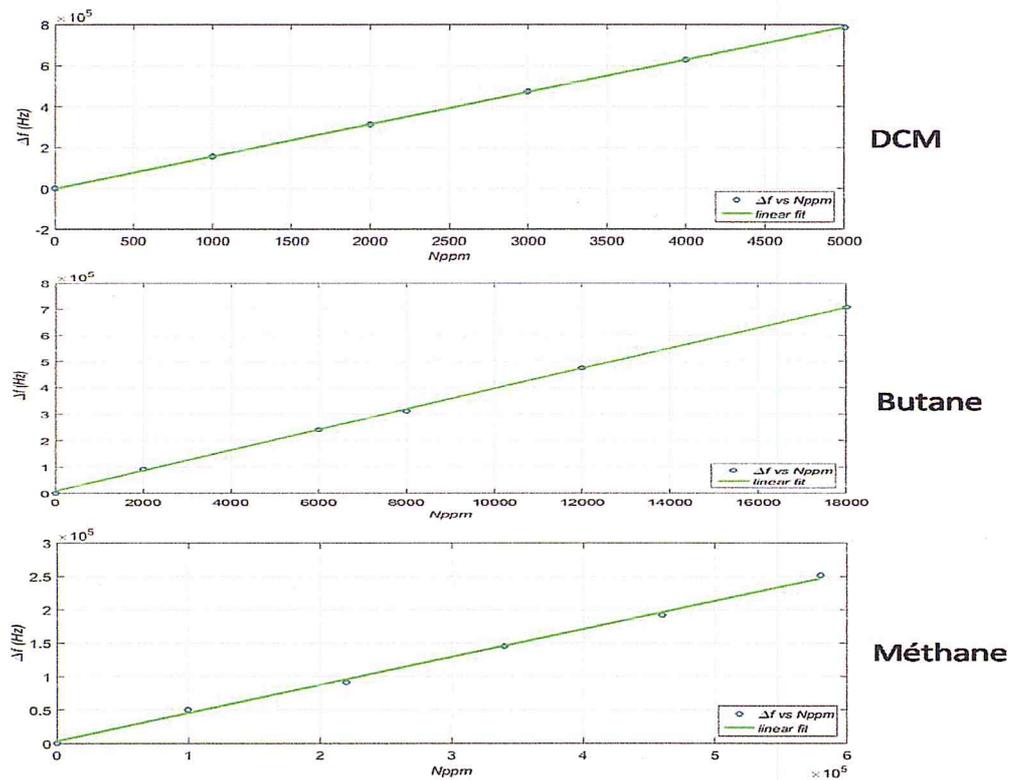


Figure IV.8 : Décalage fréquentiel en fonction de la concentration de chaque gaz considéré pour le cas du résonateur SAW à base de PIB

IV.5 Récapitulatif des sensibilités calculées

Nous résumons dans le tableau IV.2 les valeurs calculées des sensibilités des résonateurs SAW considérés dans ce mémoire ayant pour couche sensible le PIB ou le PDMS. Pour un gaz donné, la sensibilité du résonateur SAW à base de PDMS est toujours plus élevée que celle associée au résonateur à base de PIB. Pour un polymère donné, la sensibilité est d'autant plus élevée que la masse molaire du gaz est importante. Dans notre cas d'étude, le PDMS l'emporte donc sur le PIB en termes de sensibilité du capteur SAW, l'écart se creusant pour les gaz plus lourds.

	Gaz		
	Méthane	Butane	DCM
S_{PDMS} [Hz/ppm]	11.08	473.31	3445.14
S_{PIB} [Hz/ppm]	0.42	38.72	158.00

Tableau IV.2 : Valeurs calculées des sensibilités des résonateurs SAW simulés.

IV.6 Évolution des sensibilités en fonction K_p

Nous représentons dans la figure IV.9 les sensibilités calculées en fonction du coefficient de partitionnement K_p correspondant à chaque couple polymère/gaz considéré. Nous notons que pour chaque polymère pris à part, la sensibilité présente une variation linéaire croissante en fonction de K_p , ceci montre et confirme l'influence de ce paramètre sur la sensibilité du capteur. Nous pouvons donc conclure que le choix du polymère candidat pour constituer la couche sensible à un gaz donné devra se baser sur la valeur la plus élevée du coefficient de partitionnement K_p .

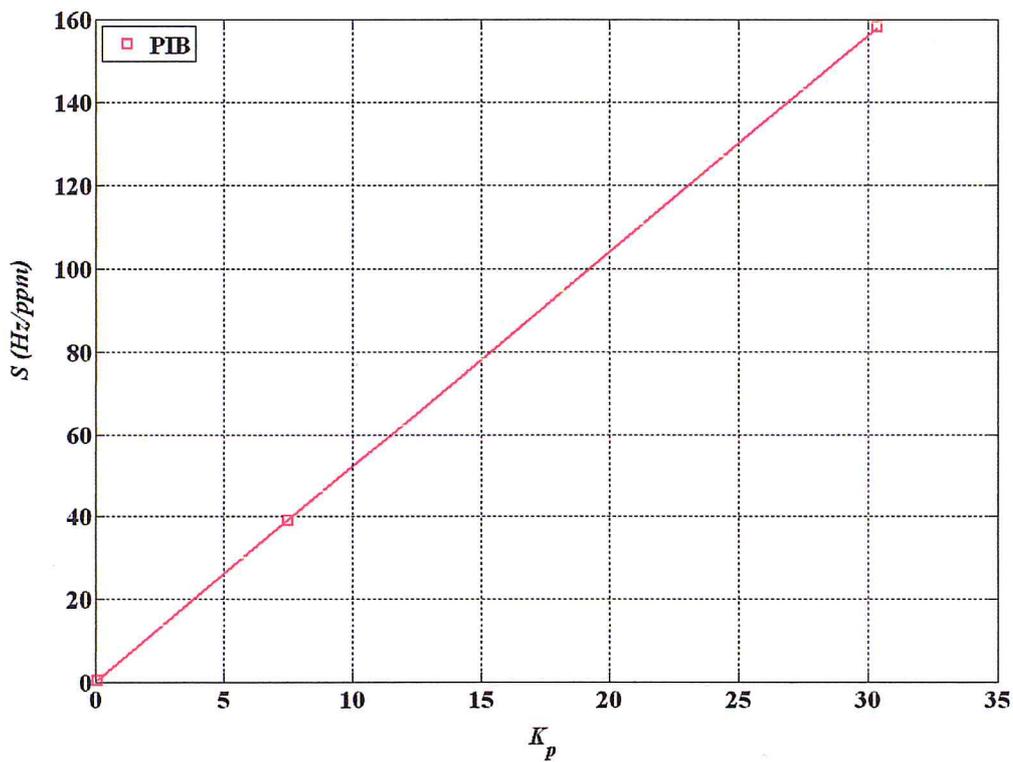
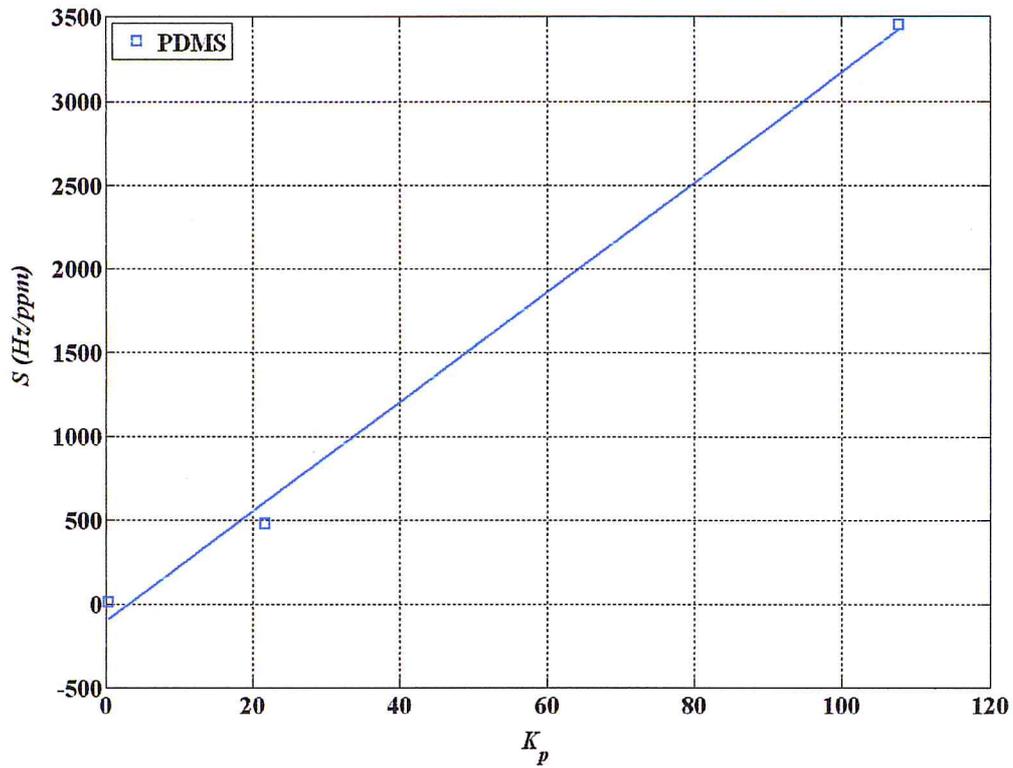


Figure IV.9 : Évolution de la sensibilité de chaque résonateur SAW en fonction du coefficient de psartitionnement K_p .

Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons présenté les différents résultats pour chacun des deux résonateurs SAW les réponses fréquentielles simulées en absence de gaz. Ces réponses ont montré l'apparition du phénomène de résonance et d'antirésonance. Nous avons déterminé les deux fréquences caractéristiques (f_r , f_a) et calculé le facteur de couplage électromécanique effectif k_{eff}^2 de ces deux résonateurs SAW. On a également montré le profil de vibration de l'un des deux résonateurs SAW en termes de déplacement mécanique total et les deux composantes longitudinale et transversale. Le balayage des concentrations des gaz a permis de remonter aux sensibilités associées aux six couples gaz/polymère considérés. Le PDMS a montré une meilleure sensibilité du résonateur SAW que le PIB. Enfin, nous avons pu dégager un critère global pour le choix d'un polymère pour la détection d'un gaz avec la meilleure sensibilité.

CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES

On s'est proposé au début de ce mémoire de comparer les sensibilités (à trois gaz, méthane, butane et DCM, injectés chacun seul) de deux résonateurs SAW identiques sauf en termes de couche sensible (PDMS pour l'un et PIB pour l'autre), avec pour but de déterminer le polymère aboutissant à la meilleure sensibilité. Pour cela, il a d'abord fallu introduire un certain nombre de notions élémentaires du domaine étudié, et cela afin de constituer une source de documentation que l'on espère sera utile pour les futurs étudiants et les chercheurs qui débutent dans cette spécialité. Les gaz étudiés présentent une menace réelle pour la vie des personnes qui sont à leur proximité. La détection précoce de faibles concentrations inférieures aux seuils critiques du danger est plus que nécessaire. A cet effet, nous tentons dans ce travail de contribuer à l'effort du développement technologique des capteurs de gaz en apportant une réponse claire à la question posée dans la problématique.

La démarche méthodologique a consisté à rappeler le mécanisme de génération et de détection des ondes élastiques (transduction piézoélectrique) et le moyen technologique le permettant (le transducteur interdigité), le type d'ondes étudié (onde de Rayleigh), le résonateur SAW et les différents aspects qui lui sont liés. Nous avons par la suite introduit le modèle physique considéré pour la prévision du décalage de la réponse fréquentielle en présence d'un gaz donné. Enfin, nous avons présenté la structure de notre résonateur SAW et les aspects de simulation considérés (Paramétrisation, géométrie, matériaux et conditions aux frontières).

En utilisant le logiciel de simulation numérique COMSOL *Multiphysics* basé sur la méthode des éléments finis, nous avons pu obtenir, pour chacun des deux résonateurs SAW, les réponses fréquentielles simulées (en termes d'admittance électrique d'entrée Y_{11}) en absence de gaz considérés. Ces réponses ont montré l'apparition du phénomène de résonance et antirésonance. Nous avons donc pu déterminer les deux fréquences caractéristiques (f_r et f_a) et calculer le facteur de couplage électromécanique effectif K_{eff}^2 de ces deux résonateurs SAW. Nous avons par ailleurs montré le profil de vibration de l'un des deux résonateurs SAW (à base de PIB) en termes de déplacement mécanique total, ainsi que celui de ces deux composantes u et v . Le suivi de l'évolution des réponses fréquentielles avec les concentrations des gaz a permis de relier la prédominance de l'un ou de l'autre des deux effets physiques (effet de masse ou gonflement de la couche sensible) au sens du décalage du signal. Ce balayage des concentrations des gaz a permis de

remonter aux sensibilités associées aux six couples gaz/polymère considérés. Le PDMS a montré une meilleure sensibilité du résonateur SAW comparativement au cas du PIB. Nous avons conclu que le choix d'un polymère parmi d'autres pour la détection d'un gaz donné devait se faire sur la base du coefficient de partitionnement le plus élevé. Toutefois, il serait intéressant de se pencher sur la possibilité d'introduire un modèle qui tient compte des changements de certaines propriétés viscoélastiques de la couche sensible qui varient lors de l'interaction avec le gaz.

En perspectives, on se propose d'optimiser les paramètres géométriques de la structure afin d'améliorer ses performances, mais aussi, d'étendre notre étude à d'autres polymères, d'étudier l'effet d'un autre matériau piézoélectrique et le comparer avec le ZnO, et enfin, de voir l'influence des autres configurations des transducteurs interdigités sur une des caractéristiques de notre résonateur SAW à un port.

**REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES**

- [1] J. Curie, P. Curie Contractions et dilatations produites par des tensions dans les cristaux hémihédres à faces inclinées. C. R. Acad. Sci. Gen. 93 (1880) 1137-1140.
- [2] L. Rayleigh, On waves propagated along the plane surface of an elastic solid. Proc. Lond. Mathemat. Soc., 1-17 (1885) 4-11.
- [3] C.H. Sherman, J.L. Butler, Transducers and Arrays for Underwater Sound, The Underwater Acoustics Series, Springer, New York, 2007.
- [4] R.M. White, F.W. Voltmer, Appl. Phys. Lett., 7 (1965) 314-16.
- [5] H. Wohltjen, R. Dessy, Surface Acoustic Wave Probe for Chemical Analysis. I. Introduction and Instrument Description, Analytical Chemistry, 51 (1979) 1458-1464.
- [6] G. Korotcenkov, Handbook of Gas Sensor Materials: Properties, Advantages and Shortcomings for Applications Volume 1: Conventional Approaches, Springer, New York, 2013.
- [7] S. Nihtianov, A. Luque, Smart sensors and MEMS Intelligent devices and microsystems for industrial applications, Woodhead Publishing Series in Electronic and Optical Materials: Number 51, Woodhead Publishing Limited, Cambridge, 2014.
- [8] J.G. Korvink, O. Paul, MEMS: A Practical Guide to Design, Analysis, and Applications, Springer, William Andrew Publishing, Norwich, 2006.
- [9] S. Beeby, G. Ensell, M. Kraft, N. White, MEMS Mechanical Sensors, Artech House, Norwood, 2004.
- [10] H. Campanella, Acoustic Wave and Electromechanical Resonators Concept to Key Applications, Artech House, Norwood, 2010.
- [11] N. Jalili, Piezoelectric-Based Vibration Control, From Macro to Micro/Nano Scale Systems, Springer, Boston, 2010.
- [12] C.D. Kohl, T. Wagner, Gas Sensing Fundamentals, Springer Series on Chemical Sensors and Biosensors, G. Urban, Volume 15, Springer Verlag, Berlin, 2014.
- [13] S. Schmid, L.G. Villanueva, M.L. Roukes, Fundamentals of Nanomechanical Resonators, Springer International Publishing, Switzerland, 2016.

- [14] K. Iniewski, Biological and Medical Sensor Technologies, CRC Press, Boca Raton, 2012.
- [15] K. Kirk Shung, Diagnostic Ultrasound Imaging and Blood Flow Measurements, Taylor & Francis Group, Boca Raton, 2006.
- [16] C.F. Klingshirn, B.K. Meyer, A. Waag, A. Hoffmann, J. Geurts, Zinc Oxide : From Fundamental Properties Towards Novel Applications, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 2010.
- [17] M. Golio, J. Golio, The RF and microwave handbook, second edition, CRC Press, Boca Raton, 2008.
- [18] M. Brissaud, Matériaux piézoélectriques: caractérisation, modélisation et vibration, Première édition, Presses polytechniques et universitaires romandes, Lausanne, 2007.
- [19] V. Choudhary, K. Iniewski, MEMS: Fundamental technology and applications (Series: Devices, Circuits, and Systems), CRC Press, Boca Raton, 2013.
- [20] R. Ghodssi, P. Lin, Walsin Lihwa Corporation, MEMS Materials and Processes Handbook, in MEMS Reference Shelf Series, Editors: S.D. Senturia, A.J. Ricco, R.T. Howe, Springer, New York, 2011.
- [21] R.S. Naik, J.J. Lutsky, R. Reif, C.G. Sodini, Electromechanical Coupling Constant Extraction of Thin-Film Piezoelectric Materials using a Bulk Acoustic Wave Resonator, IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control, 45 (1998) 257-263.
- [22] C. Jagadish, S.J. Pearton, Zinc oxide bulk, Thin films and nanostructures: processing, properties and applications, Elsevier, Amsterdam, 2006.
- [23] N.A. Ramli, A.N. Nordin, Design and Modeling of MEMS SAW Resonator on Lithium Niobate, 4th International Conference on Mechatronics (ICOM), 17-19 May 2011, Kuala Lumpur, Malaysia.
- [24] H.M. Lee, D.Y. Han, H. Ahn, K. Kuk Univ. 93-1, M. dong, K.gu, Design and Fabrication of SAW Gas Sensor with Resonator Structure, Proceedings of the 5th

International Conference on Properties and Applications of Dielectric Materials May 25-30, Seoul, Korea,(1997) 1058-1061.

[25] D.S. Ballantine Jr., R.M. White, S.J. Martin et al, Acoustic Wave Sensors : Theory, Design, and Physico-Chemical Applications, Academic Press, San Diego, 1997.

[26] J.W. Gardner, V.K. Varadan, O.O. Awadelkarim, Microsensors, MEMS, and Smart Devices, Willey, Chichester, 2002.

[27] J.D.N. Cheeke, Fundamentals and Applications of Ultrasonic Waves, CRC Press, Boca Raton, 2002.

[28] W.-C. Shih, M.-S. Wu, M. Shimizu, T.Shiosaki, The effect of an SiO₂ buffer layer on the saw properties of zno/sio₂/gaas structure, IEEE Transactions On Ultrasonics, Ferroelectrics, And Frequency Control, 40 (1993) 642-647.

[29] K-Y. Hashimoto, Surface Acoustic Wave Devices in Telecommunications Modelling and Simulation, Springer-Verlag , Berlin Heidelberg , 2000.

[30] C.S. Tsai, Guided-Wave Acousto-Optics: Interactions, Devices, and Applications, Springer Series in Electronics and Photonics, Springer-Verlag, Heidelberg, 1990.

[31] R.C. Jaeger, Introduction to Microelectronic Fabrication, 2nd Edition, Modular Series on Solid State Devices, Volume 5, W.G. Neudeck and R.F. Pierret Editors, Prentice Hall, Upper Saddle River, 2002.

[32] P. Van Zant, Microchip Fabrication, Sixth Edition: A Practical Guide to Semiconductor Processing, McGraw Hill Professional, New York, (2013).

[33] J. Fan, Analyse et simulation de résonateurs piézoélectriques pour des applications de filtrage, Thèse de Doctorat, Université de Limoges (France), 2009.

[34] A. Janshoff, H.-J. Galla, C. Steinem, Piezoelectric mass-sensing devices as biosensors - An alternative to optical biosensors?, Angew. Chem. Int. Ed. Engl., 39 (2000) 4004-4032.

[35] J.W. Grate, S.J. Martin, R.M. White, Analytical chemistry, vol. 65, no. 21, (1993) 940-948 A, Part II.

- [36] V.K. Varadan, K.J. Vinoy, S. Gopalakrishnan, Smart Material Systems and MEMS: Design and Development Methodologies, John Wiley & Sons, England, 2006.
- [37] E. Comini, I.G. Faglia, I.G. Sberveglieri, Solid State Gas Sensing, Springer, New York, 2009.
- [38] M.V. Brook, Ultrasonic Inspection Technology Development and Search Unit Design Examples of Practical Applications, Wiley, New Jersey, (2012).
- [39] A.K. Namdeo, H.B. Nemade, Simulation on Effects of Electrical Loading due to Interdigital Transducers in Surface Acoustic Wave Resonator, Procedia Engineering, 64 (2013) 322-330.
- [40] . 2001 ، لبنان ، مكتبة لبنان ناشرون، موسوعة كوكب الأرض الشاملة [40]
- [41] K. Sen, N.J. Ashbolt, Environmental Microbiology: Current Technology and Water Applications, Caister Academic Press, Norfolk (UK), 2011.
- [42] J.W. Grate, S.J. Martin, R.M. White, Analytical chemistry A, 65 (1993) 987-996, Part II.
- [43] Y.Q. Fu, et .al, Advances in piezoelectric thin films for acoustic biosensors, acoustofluidics and lab-on-chip applications, Progress in Materials Science, 89 (2017) 31-91.
- [44] G. Sberveglieri, Gas Sensors: Principles, Operation and Developments, Springer, Dordrecht, 1992.
- [45] H. Helvajian, Microengineering aerospace systems, The Aerospace Press, California, 1999.
- [46] M. Aliofkhazraei, N. Ali, W.I. Milne, C.S. Ozkan, S. Mitura, J.L. Gervasoni, Graphene Science Handbook, Size-Dependent Properties, CRC Press, Boca Raton, 2016.
- [47] R.D.S. Yadava, Enhancing mass sensitivity of SAW delay line sensors by chirping transducers, Sensors and Actuators B, 114 (2006) 127-131.
- [48] M.K. Ram, V.R. Bhethanabotla, Sensors for Chemical and Biological Applications, CRC Press, Boca Raton, 2010.

- [49] J. Fraden, Handbook of Modern Sensors, Physics, Designs, and Applications, Fifth Edition, Springer, Heidelberg, 2016.
- [50] N.P. Cheremisinoff, Handbook of Industrial Toxicology and Hazardous Materials, Marcel Dekker, New York, 1999.
- [51] L. Rossant, Les intoxications de l'enfant, Editions Que sais-je ? Presses Universitaires de France, Vendôme, 1977.
- [52] H. Salem, S.A. Katz, Inhalation Toxicology, Third Edition, CRC Press, Boca Raton, 2006.
- [53] P.J. Baxter, T.-C. Aw, A. Cockcroft, P. Durrington, J.M. Harrington, Hunter's diseases of occupations, Tenth edition, Hodder & Stoughton Limited, London, 2010.
- [54] J.O. Dennis, M.K. Saidin, M.M. Abd Karim, M.R. Sahar, Characterization of tin (iv) oxide based semiconductor elements for electronic detection of methane, Proceedings ICSE, 2000.
- [55] R.M. Kamens, A.C. Stern, Methane in Air Quality and Automobile Exhaust Emission Standards, Journal of the Air Pollution Control Association, 27 (1973) 592-596.
- [56] Committee on Toxicology, Board on Toxicology and Environmental Health Hazards, Commission on Life Sciences, Division on Earth and Life Studies, National Research Council, Emergency and continuous exposure limits for selected airborne contaminants, National Academy Press, Washington D.C, 1984.
- [57] G. Eranna, Metal oxide nanostructures as gas sensing devices, CRC Press, Taylor & Francis Group, Boca Raton, 2012.
- [58] J. Barroso, J.M. Solis, J. Ballester, A. Pina, Evaluation of methane emissions from polyethylene gas distribution systems at medium pressure, Journal of Natural Gas Science and Engineering, 1 (2009) 144-153.
- [59] P. Jacquinet, B. Müller, B. Wehrli, P.C. Hauser, Determination of methane and other small hydrocarbons with a platinum - Nafion electrode by stripping voltammetry, Analytica Chimica Acta, 432 (2001) 1-10.

- [60] D.K. Molina, Handbook of Forensic Toxicology for Medical Examiners, Taylor and Francis Group, Boca Raton, 2010.
- [61] Q.A. Acton, Advances in Bacteria Research and Treatment: 2012 Edition, Shloarly editions, Atlanta, 2012.
- [62] H. Karimi et al, Modeling of sensing layer of surface acoustic wave-based gas sensors, Chapter 9 in M.T. Ahmadi, R. Ismail, S. Anwar editors, Handbook of Research on Nanoelectronic Sensor Modeling and Applications, IGI Global, Series: Advances in computer and electrical engineering, Hershey, 2017.
- [63] J.M. Stellman, Encyclopaedia of Occupational Health and Safety: Guides, indexes, directory, Fourth edition, Volume IV, International Labour Organization, Geneva, 1998.
- [64] R.T. Enander, Hazardous Waste Tracking and Cost Accounting Practice, 1996.
- [65] Committee on Spacecraft Exposure Guidelines Committee on Toxicology Board on Environmental Studies and Toxicology Division on Earth and Life Studies, Spacecraft Maximum Allowable Concentrations for Selected Airborne Contaminants, Volume 5, Washington, 2008.
- [66] J.W. Grate, M. Klusty, R.A. McGill, M.H. Abraham, G. Whiting, J. Andonian-Haftvan, The Predominant Role of Swelling-Induced Modulus Changes of the Sorbent Phase in Determining the Responses of Polymer-Coated Surface Acoustic Wave Vapor Sensors, Anal. Chem., 64 (1992) 610-624.
- [67] J.R. Stetter, W.R. Penrose Artificial Chemical Sensing: Olfaction and the Electronic Nose (ISOEN 2001).
- [68] B.-S. Joo, J.-S. Huh, D.-D. Lee, Fabrication of polymer SAW sensor array to classify chemical warfare agents, Sensors and Actuators B, 121 (2007) 47-53.
- [69] W.N. Sharpe Jr., Springer Handbook of Experimental Solid Mechanics, Springer, Baltimore, 2008.
- [70] R.D. Raharjo, B.D. Freeman, D.R. Paul, G.C. Sarti, E.S. Sanders, Pure and mixed gas CH₄ and n-C₄H₁₀ permeability and diffusivity in poly(dimethylsiloxane), Journal of Membrane Science, 306 (2007) 75-92.

- [71] S.Y. Yurish, Sensors and Biosensors, MEMS Technologies and Its Applications, Advances in Sensors: Review, , Vol. 2, International Frequency Sensor Association (IFSA) Publishing, Concha Books, 2014.
- [72] A. D'amico, E. Verona, SAW Sensors, Sensors and Actuators, 17 (1989) 55-66.
- [73] M. Elwenspoek, R.J. Wiegerink, Microtechnology and MEMS, Springer-Verlag Berlin, Heidelberg, 2001.
- [74] W. Heywang, K. Lubitz, W. Wersing, Piezoelectricity Evolution and Future of a Technology, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 2008.
- [75] K. Nakamura, Ultrasonic transducers : Materials and design for sensors, actuators and medical applications, Woodhead Publishing Series in Electronic and Optical Materials: Number 29, 2012.
- [76] K. Wetzig, C.M. Schneider, Metal Based Thin Films for Electronics, Wiley-VCH, Dresden, 2003.
- [77] S. Giraud, Étude, conception et réalisation de résonateurs piézoélectriques pour des applications hautes fréquences, Thèse de Doctorat, Université de Limoges, 2007.
- [78] S.C. Mukhopadhyay, R.Y.M. Huang, Sensors Advancements in Modeling, Design Issues, Fabrication and Pratical Applications, volume 21, Springer, Verlag, 2008.
- [79] G. Harsanyi, Sensors in Biomedical Applications: Fundamentals, Technology and Applications, CRC Press LLC, Boca Raton, 2000.
- [80] G.A. Borrero, J.P. Bravo, S.F. Mora, S. Velásquez, F.E. Segura-Quijano, Sensors and Actuators A, 203 -214 (2013).
- [81] D. Royer, E. Dieulesaint, Elastic waves in solids I : Free and guided propagation, Springer, Northampton, 1996.
- [82] H. Bhugra, Piezoelectric MEMS Resonators, in Microsystems and Nanosystems Series, Editors : R.T. Howe, A.J. Ricco, Springer, 2017.

- [83] K-Y. Hashimoto, RF Bulk Acoustic Wave Filters for Communications, Artech House, Norwood, 2009.
- [85] T.G. Dobre, J.G. Sanchez Marcano, Chemical Engineering Modelling, Simulation and Similitude, WILEY-VCH Verlag, Weinheim, 2007.
- [86] A. Martin, L. Smart, D. Yeomans, Information Technology in the Teaching of History: International Perspectives, Harwood academic publishers, The Netherlands, 1997.
- [87] A. Rasmuson, B. Andersson, L. Olsson, R. Andersson, Mathematical Modeling in Chemical Engineering Cambridge University Press, New York, 2014.
- [88] R.A. Sarker, C.S. Newton, Optimization Modelling : A Practical Approach, CRC Press, Boca Raton, 2008.
- [89] J. Yinon, Forensic and Environmental Detection of Explosives, Wiley, England, 1999.
- [90] M. Penza, P. Aversa, G. Cassano, W. Wlodarski, K. Kalantar-Zadeh, Layered SAW gas sensor with single-walled carbon nanotube-based nanocomposite coating, Sensors and Actuators B, 127 (2007) 168-178.
- [91] T. Alizadeh, S. Zeynali, Electronic nose based on the polymer coated SAW sensors array for the warfare agent simulants classification, Sensors and Actuators B 129 (2008) 412-423.
- [92] M.H. Abraham, J. Andonian-Haftvan, G. Whiting, A. Leo, R.W. Taft, Hydrogen-Bonding. Part 34. The Factors that Influence the Solubility Of Gases And Vapors In Water At 298-K, and a New Method For Its Determination, J. Chem. Soc., Perkins Trans. 2 (1994) 1777-1791.
- [93] J.W. Grate, S.J. Patrash, M.H. Abraham, Method for estimating polymercoated acoustic wave vapor sensor responses, Analytical Chemistry, 67 (1995) 2162-2169.
- [94] C.K. Ho, E.R. Lindgren, K.S. Rawlinson, L.K. McGrath, J.L. Wright, Development of a Surface Acoustic Wave Sensor for In-Situ Monitoring of Volatile Organic Compounds, Sensors, 3 (2003) 236-247.

- [95] L. Sprunger, A. Proctor, W.E. Acree Jr., M.H. Abraham, Characterization of the sorption of gaseous and organic solutes onto polydimethyl siloxane solid-phase microextraction surfaces using the Abraham model, *Journal of Chromatography A*, 1175 (2007) 162-173.
- [96] N.J.R. Muniraj, K. Sathesh, 3D Modeling of a surface acoustic wave based sensor, N.J.R.Muniraj et al, *Elixir Adv, Eng. Info*, 40 (2011) 5138-5140.
- [97] R. Serhane, F. Hadj Larbi, A. Smatti, FEM Modeling of Sensitive Layer Swelling Effect on Microbalance Gas Sensor Based on TFBAR Resonator, *Journal of Materials Sciences and Applications*, 1 (2015) 161-167.
- [98] R. Lucklum, C. Behling, P. Hauptmann, Role of Mass Accumulation and Viscoelastic Film Properties for the Response of Acoustic-Wave-Based Chemical Sensors, *Anal. Chem.*, 71 (1999) 2488-2496.
- [99] J.W. Grate, S.N. Kaganove, V.R. Bhethanabotla, Examination of mass and modulus contributions to thickness shear mode and surface acoustic wave vapour sensor responses using partition coefficients, *Faraday Discuss.*, 1997, 107, 259-283.
- [100] S.J. Martin, G.C. Frye, S.D. Senturla, Dynamics and Response of Polymer-Coated Surface Acoustic Wave Devices: Effect of Viscoelastic Properties and Film Resonance, *Anal. Chem.*, 66 (1994) 2201-2219.
- [101] J. Kondoh, S. Shiokawa, M. Rapp, S. Stier, Simulation of viscoelastic effects of polymer coatings on surface acoustic wave gas sensor under consideration of film thickness, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 37 (1998) 2842-2848.
- [102] Y.-G. Zhao, M. Liu, D.-M. Li, J.-J. Li, J.-B. Niu, FEM modeling of SAW organic vapor sensors, *Sensors and Actuators A*, 154 (2009) 30-34.
- [103] Comsol Multiphysics®, MEMS User module user guide, version 4.3a, 2012.
- [104] C. Quingming, Fabrication and Characterization of ALN thin Film Bulk Acoustic Wave Resonator, Thèse de Doctorat, Pittsburgh, (2006).
- [105] A.S. Lanje, S.J. Sharma, R.S. Ningthoujam, J.-S. Ahn, R.B. Pode, Low temperature dielectric studies of zinc oxide (ZnO) nanoparticles prepared by precipitation method, *Advanced Powder Technology* 24 (2013) 331-335.



- [106] T. Bechtold, G. Schrag, L. Feng, System-level Modeling of MEMS, Wiley-VCH Verlag, Weinheim, 2013.
- [107] O. Brand, I. Dufour, S.M. Heinrich, F. Josse, Resonant MEMS Fundamentals, Implementation and Application, Wiley-VCH Verlag, Weinheim, 2015.
- [108] W.F. Ramirez, Computational Methods in Process Simulation, Second Edition, Butterworth-Heinemann, Oxford, 1997.
- [109] K.H. Elmer, The complex behavior of traveling waves and mechanical methods, Proceedings of the 4th International Conference Structural dynamics (EURODYNES), H. Grundmann & G.I. Schuëller eds., Munich, 2002.
- [110] H.J. De Los Santos, Introduction to Microelectromechanical Microwave Systems, Second Edition, Artech House, Norwood, 2004.
- [111] R.W. Pryor, Multiphysics modeling using COMSOL : a first principles approach, Jones and Bartlett Publishers, Sudbury, 2011.
- [112] D.P. Starinshak, N.D. Smith, J.D. Wilson, Using COMSOL Multiphysics Software to Model Anisotropic Dielectric and Metamaterial Effects in Folded-Waveguide Traveling-Wave Tube Slow-Wave Circuits, NASA/TM-2008-215267.
- [113] M. Tabatabaian, COMSOL® for engineers, Mercury learning and information, David Pallai Publisher, 2014.
- [114] A. Di Bucchianico, R.M.M. Mattheij, M.A. Peletier, Progress in Industrial Mathematics at ECMI 2004, Springer, Berlin Heidelberg, 2006.
- [115] S. Büyükköse, B. Vratzov, D. Ataç, J. van der Veen, P.V. Santos, W.G. van der Wiel, Ultrahigh-frequency surface acoustic wave transducers on ZnO/SiO₂/Si using nanoimprint lithography,
- [116] Z. Zhang, Z. Wen, C. Wang, Investigation of surface acoustic waves propagation in ZnO-SiO₂-Si multilayer, Ultrasonics, 53 (2013) 363-368.
- [117] A.H. Weber, G. Weiss, S. Hunklinger, Comparison of Rayleigh and Sezawa wave modes in ZnO-SiO₂-Si structures, Ultrasonics Symposium, (1991) 363-366.

- [118] M.C. Horrillo, M.J. Fernández, J.L. Fontecha, I. Sayago, M. García, M. Aleixandre, J. Gutiérrez, I. Gracia b, C. Cané, Optimization of SAW sensors with a structure ZnO-SiO₂-Si to detect volatile organic compounds, *Sensors and Actuators B*, 118 (2006) 356-361.
- [119] M.J. Fernández, J.L. Fontecha, I. Sayago, M. Aleixandre, J. Lozano, J. Gutiérrez, I. Gracia, C. Cané, M.C. Horrillo, Discrimination of volatile compounds through an electronic nose based on ZnO SAW sensors, *Sensors and Actuators, B* 127 (2007) 277-283.
- [120] V.I. Anisimkin, M. Penza, A. Valentini, F. Quaranta, L. Vasanelli, Detection of combustible gases by means of a ZnO-on-Si surface acoustic wave (SAW) delay line, *Sensors and Actuators B*, 23 (1995) 197-201.
- [121] S. Krishnamoorthy, A.A. Iliadis, Development of high frequency ZnO/SiO₂/Si Love mode surface acoustic wave devices, *Solid-State Electronics*, 50 (2006) 1113-1118.
- [122] G.F. Iriarte, *AlN Thin Film Electroacoustic Devices*, Kopieringshuset, Uppsala, 2003.
- [123] J.B. Lee, M.-H. Lee, C.-K. Park, J.-S. Park, Effects of lattice mismatches in ZnO substrate structures on the orientations of ZnO films and characteristics of SAW devices, *Thin Solid Films*, 447-448 (2004) 296-301.
- [124] S. Urabe, Voltage controlled monolithic SAW phase shifter and its application to frequency variable oscillator, *IEEE Transactions on Sonics and Ultrasonics*, SU-29 (1982) 255-261.
- [125] L. Bo, C. Xiao, C. Hualin et al., Surface acoustic wave devices for sensor applications, *Journal of Semiconductors*, 37 (2016) 021001-1-9.
- [126] M. Hofer, N. Finger, G. Kovacs, J. Schöberl, S. Zaglmayr, U. Langer, R. Lerch, Finite-Element Simulation of Wave Propagation in Periodic Piezoelectric SAW Structures, *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, 53 (2006) 1192-1201.
- [127] J. Raeichel, V. Vuletić, *Atom chips*, WILEY-VCH Verlag, Weinheim, 2011.

- [128] R. Srivastava, A. Mansingh, Surface acoustic wave transduction in the ZnO-SiO₂-Si structure, J. Phys. D: Appl. Phys., 21 (1988) 1535-1536.
- [129] R. Eason, Pulsed laser deposition of thin films, Applications-led growth of functional materials, Wiley-interscience, Hoboken, 2007.
- [130] R. Lesar, Introduction to Computational Materials Science, Cambridge University Press, Cambridge, 2013.
- [131] A.K. Namdeo, H.B. Nemade, Extraction of Electrical Equivalent Circuit of One Port SAW Resonator using FEM based Simulation, Proceedings of the 2015 COMSOL Conference in Pune.
- [132] R. Krishnan, H.B. Nemade, R. Paily, Simulation of One-Port SAW Resonator using COMSOL Multiphysics, Proceedings of the COMSOL Users Conference, Bangalore, 2006.
- [133] B. Jacquier, Nano-optique du solide (Traité EGEM, série optoélectronique), Lavoisier, 2012.

