



**HAL**  
open science

# Développement d'un système ultrasonore de détection d'une signature olfactive

Charles Boutonnet

► **To cite this version:**

Charles Boutonnet. Développement d'un système ultrasonore de détection d'une signature olfactive. Médecine humaine et pathologie. Université Grenoble Alpes [2020-..], 2023. Français. NNT : 2023GRALS009 . tel-04166196

**HAL Id: tel-04166196**

**<https://theses.hal.science/tel-04166196v1>**

Submitted on 19 Jul 2023

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

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

THÈSE

Pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ GRENOBLE ALPES**

École doctorale : ISCE - Ingénierie pour la Santé la Cognition et l'Environnement

Spécialité : BIS - Biotechnologie, instrumentation, signal et imagerie pour la biologie, la médecine et l'environnement

Unité de recherche : Laboratoire d'Electronique et de Technologie de l'Information (LETI - CEA)

**Développement d'un système ultrasonore de détection d'une signature olfactive**

**Development of an ultrasonic system for olfactive signatures detection**

Présentée par :

**Charles BOUTONNET**

**Direction de thèse :**

**Thierry LIVACHE**  
DIRECTEUR DE RECHERCHE, CEA

Directeur de thèse

**Bruno FAIN**  
DOCTEUR EN SCIENCES, Ingénieur CEA

Co-encadrant de thèse

**Cyril HERRIER**  
DOCTEUR EN SCIENCES, Ingénieur Aryballe

Co-encadrant de thèse

**Rapporteurs :**

**Thérèse LEBLOIS**  
PROFESSEURE DES UNIVERSITES, Université Bourgogne Franche-Comté

**Abdelkader SOUFI**  
PROFESSEUR, INSA Lyon

**Thèse soutenue publiquement le 10 mai 2023 devant le jury composé de :**

**Thérèse LEBLOIS**  
PROFESSEURE DES UNIVERSITES, Université Bourgogne Franche-Comté

Rapporteuse

**Abdelkader SOUFI**  
PROFESSEUR, INSA Lyon

Rapporteur

**Panagiota MORFOULI**  
PROFESSEURE DES UNIVERSITES, Grenoble INP

Examinatrice - Présidente du jury

**Eric COLINET**  
DOCTEUR EN SCIENCES, HdR, Apex Analytics

Examineur

**Thierry LIVACHE**  
DIRECTEUR DE RECHERCHE, CEA

Directeur de thèse

**Rose-Marie SAUVAGE**  
DOCTEUR EN SCIENCES, Responsable Innovation DGA

Invitée

**Bruno FAIN**  
DOCTEUR EN SCIENCES, Ingénieur CEA

Invité

**Cyril HERRIER**  
DOCTEUR EN SCIENCES, Ingénieur Aryballe

Invité





# Remerciements

L'ensemble du travail réalisé lors de cette thèse a été rendu possible grâce à la mise en place de projets, de laboratoires et de ce sujet de thèse, par mon directeur de thèse Thierry Livache, et par mes encadrants Bruno Fain, pour le CEA, et Cyril Herrier, pour Aryballe. Je vous remercie sincèrement de l'opportunité que vous m'avez offerte, du travail de recherche amont et annexe sur ce sujet que vous avez produit qui donne du sens au mien, et surtout à l'expertise, à l'aide et au soutien que vous m'avez apporté durant cette thèse.

Je remercie les membres du jury pour leur implication. En premier lieu Pr. Thérèse Leblois, et Pr. Abdelkader Souifi, merci pour le temps que vous avez consacré à l'étude critique de l'ensemble de ce document ; Merci également Pr. Panagiota Morfouli et Dr. Éric Colinet pour l'examen de mes travaux et pour vos commentaires ; Enfin, merci Dr. Rose-Marie Sauvage, pour votre suivi et votre investissement dans ce sujet dès sa création et jusqu'à ma soutenance.

J'ai eu la chance de profiter d'un environnement de travail exceptionnel au laboratoire capteurs et actionneurs du CEA-Leti, dirigé par Mikael Colin. Je tiens à remercier en particulier Jean-Claude Bastien pour ton expertise sur les procédés, Denis Dezest pour ton expertise en conception, Thierry Flahaut et Nadine David pour la réalisation de mes dispositifs, et Estelle Brague pour ton support au quotidien ; J'ai également eu la chance de m'appuyer sur la compétence du laboratoire de caractérisation, sous la direction de Caroline Coutier, où j'adresse mes remerciements particuliers à François Blard et Antoine Hamelin, pour leur aide au fonctionnement du banc et pour les nombreuses mesures réalisées.

J'ai eu la chance de travailler en collaboration avec l'entreprise Asygn pour la réalisation de systèmes électroniques, et je remercie leurs experts Adrien Vialletelle et Christophe Le Blanc. De même, j'ai pu travailler avec Aryballe, où je remercie Cassiana Andrei pour son savoir-faire sur la chimie.

Une pensée affectueuse pour les amis que je me suis fait durant cette période, que l'on peut faire débiter lors du stage aux côtés de Yann, Lucie et Nico, puis au « 40 », avec les doctorants Antoine, Ayoub, Romain, Hugo, Franklin, les alternants Lucas, Lola, Elisa, Baptiste, Timothée, Emma et Benjamin, les stagiaires Caïque, Joey, Hugo, Jules et Rémi, sans oublier Alice. Vous êtes ici cités avec le statut que vous aviez lorsque nous nous sommes rencontrés pour que vous vous rendiez compte du chemin parcouru par chacun, et dans un ordre destiné à susciter une longue discussion en pause-café.

Je conclus avec un mot de tendresse pour Floriane, qui m'a soutenu pendant ces 3 ans et particulièrement ces derniers mois, d'affection pour mon père, qui m'a toujours incité à étudier, et par une pensée en souvenir de mon grand-père, technicien, qui m'a fait découvrir les sciences.



# Présentation

Les travaux décrits dans ce document ont été réalisés dans l'objectif de développer un système réalisant les fonctions de nez électronique, basé sur une technologie de capteurs ultrasonores nommée CMUT (Capacitive Micromachined Ultrasonic Transducer).

Le document est composé de cinq chapitres principaux, précédés par cette introduction et un sommaire général, et suivis par des pages d'annexes.

Le premier chapitre est une introduction générale aux technologies étudiées et discutées dans les travaux présentés subséquemment. Tout d'abord, à quelle fonction destine-t-on un appareil que l'on désigne par « nez électronique », puis ce qu'est un CMUT, et enfin quels sont les objectifs concrets de cette thèse respectivement aux enjeux de la croisée de cette application et de cette technologie.

Le second chapitre détaille la conception de la puce micro-électronique qui prendra place au sein du nez électronique en tant que partie sensible. Dans un premier temps est détaillé le procédé de fabrication, puis la modélisation et le design d'une membrane élémentaire puis de la puce complète. Cette première partie qui définit un cahier des charges de fabrication est ensuite confrontée à des caractérisations des dispositifs fabriqués.

Le troisième chapitre décrit les différentes parties qui composent le système global réalisant la fonction de nez électronique, dont la puce micro-électronique en tant que module de détection des composés. Les trois bancs d'expériences conçus et utilisés sont présentés.

Les résultats obtenus par le banc de caractérisation monovoie fait l'objet du chapitre 4. Il correspond à une mise au point de la ligne fluide et électronique pour caractériser les puces comme capteurs de gaz.

Les résultats obtenus sur les bancs multivoies font l'objet du chapitre 5. Les résultats multivoies permettent la réalisation de signatures olfactive, qui sont des mesures associées aux odeurs. Ce chapitre se conclut par un résumé des performances du système fabriqué en tant que nez électronique et par les perspectives de construction d'un nez électronique miniaturisable et commercialisable.

Le texte est intégralement en français et toutes les figures sont en anglais.

Les références sont organisées par chapitre, une bibliographie des éléments cités est présente à la fin de chacun. Dans le cas d'une lecture non continue, un en-tête indique le présent chapitre sur chaque page, il peut être particulièrement pratique pour les recherches de références. Une table des matières générale est présente à la suite de cette présentation. Une table des matières du chapitre est présente en ouverture de chaque chapitre. Les renvois depuis les tables et depuis le texte vers les parties, sous-parties, figures, tableaux et équations correspondants sont fonctionnels dans une version de fichier qui les supporte.

Le texte utilise plusieurs abréviations qui sont généralement introduites lors du premier usage de l'expression. Il arrive que le terme utilisé dans le monde scientifique soit le terme anglais, et même qu'une figure en anglais utilise l'abréviation anglaise quand le texte utilise l'expression française. C'est pourquoi les abréviations sont expliquées et traduites le cas échéant dans la table des abréviations.

## Table des abréviations / Traductions

<b>Abréviation</b>	<b>Signification Français / Anglais</b>
%RH	Pourcentage d'humidité relative / <i>Relative humidity</i>
ADC	Convertisseur Analogique Digital / <i>Analog to Digital Converter</i>
AlSi	Aluminium-Silicium
Arb. Unit	Unité arbitraire / <i>Arbitrary Unit</i>
ASIC	Circuit intégré dédié à une application spécifique <i>Application-Specific Integrated Circuit</i>
Au	Or
avg	Moyenne / <i>Average</i>
BAW	Onde Acoustique de Volume / <i>Bulk Acoustic Wave</i>
BvD	Butterworth Van-Dyke
CMUT	Transducteur Capacitif Micro-usiné Ultrasonique <i>Capacitive Micromachined Ultrasonic Transducer</i>
VOC / COV	Composé Organique Volatil / <i>Volatile Organic Compound</i>
DDS	<i>Direct Digital Synthesis</i>
DMSO	Diméthylsulfoxyde
DPOD	Appareil de lecture conçu par ASYGN
Elt	Élément
ESA1	Première génération de puces CMUTs utilisée dans ces travaux
ESA2	Seconde génération de puces CMUTs utilisée dans ces travaux
FBAR	Résonateur Acoustique de Volume à Couche mince <i>Film Bulk Acoustic Resonator</i>
MEB	Microscope électronique à balayage
MEMS	Micro-Capteur Electromécanique / <i>Micro-Electro Mechanical Sensor</i>
MZI	Interféromètre Mach-Zehnder / <i>Mach-Zehnder Interferometer</i>
NEMS	Nano-Capteur Electromécanique / <i>Nano-Electro Mechanical Sensor</i>
Num.	Numérique
PCA / ACP	Analyse en composantes principales / <i>Principal Component Analysis</i>
PCB	Circuit Imprimé / <i>Printed Circuit Board</i>
PID	Détecteur à Photo-ionisation / <i>Photo-Ionization Detector</i>
PLL	Asservissement en phase / <i>Phase-locked loop</i>
PMUT	Transducteur Piézoélectrique Micro-usiné Ultrasonique <i>Piezoelectric Micromachined Ultrasonic Transducer</i>
ppmv/ppbv	Partie par million volumique/Partie par milliard volumique
PTFE	Polytétrafluoroéthylène
QCM	Microbalance à quartz / <i>Quartz Crystal Micro-Balance</i>
RTD	Détecteur de température résistif / <i>Resistance Temperature Detector</i>
SAW	Onde acoustique de surface / <i>Surface Acoustic Wave</i>
SDOK	<i>Standard Design Olfaction Kit</i>
Si	Silicium
SiN	Nitride de Silicium
SiO <sub>2</sub>	Dioxyde de Silicium
SNR / RSB	Rapport Signal sur Bruit / <i>Signal to Noise Ratio</i>
SOI	<i>Silicon-On-Insulator</i>
SPRi	Imagerie de Résonance de Plasmon de Surface <i>Surface Plasmon Resonance Imaging</i>

Les symboles mathématiques utilisés sont reliés à la grandeur à laquelle ils font référence dans la table des symboles mathématiques.

## Table des symboles mathématiques

<b>Symbole</b>	<b>Grandeur associée</b>
$V$	Tension
$f$	Fréquence
$k$	Raideur
$Q$	Facteur de qualité
$m$ ou $M$	Masse
$x$	Déplacement
$L$	Inductance
$R$	Résistance
$C$	Capacité
$c$	Amortissement
$Z / Y$	Impédance / Admittance
$\omega$	Pulsation
$D$	Rigidité flexurale
$\mu$ ou $\rho$	Densité massique surfacique
$t$	Epaisseur
$\Phi$ ou $\varphi$	Phase
$p$	Pression



# Table des matières complète

<b>PRESENTATION</b>	<b>I</b>
<b>TABLE DES ABREVIATIONS / TRADUCTIONS</b>	<b>II</b>
<b>TABLE DES SYMBOLES MATHEMATIQUES</b>	<b>III</b>
<b>TABLE DES MATIERES COMPLETE</b>	<b>IV</b>
<b>CHAPITRE 1 : INTRODUCTION</b>	<b>1</b>
<b>1 NEZ ELECTRONIQUE</b>	<b>3</b>
1.1 RAPPELS SUR L'OLFACTION BIOLOGIQUE	3
1.2 PRINCIPE DU NEZ ELECTRONIQUE	5
1.3 SOLUTIONS COMMERCIALES	8
1.4 TECHNOLOGIES DE CAPTEURS GAZ UTILISEES DANS LA LITTERATURE	9
1.4.1 IMAGERIE DE RESONANCE PLASMONIQUE DE SURFACE (SPRI)	9
1.4.2 INTERFEROMETRE MACH-ZEHNDER (MZI)	10
1.4.3 RESONATEURS A ONDES ACOUSTIQUES DE SURFACE (SAW)	11
1.4.4 MICROBALANCES A CRISTAL DE QUARTZ (QCM)	12
1.4.5 RESONATEURS A ONDES ACOUSTIQUES DE VOLUME A COUCHE MINCE (FBAR)	13
1.4.6 CANTILEVERS MICROELECTRONIQUES ET NANO ELECTROMECHANIQUES (NEMS)	14
1.4.7 TRANSDUCTEUR ULTRASONIQUE MICRO-USINE CAPACITIF (CMUT)	15
1.4.8 CHOIX DU CMUT VIS-A-VIS DES AUTRES TECHNOLOGIES	16
<b>2 CMUT</b>	<b>17</b>
2.1 HISTORIQUE ET APPLICATIONS	17
2.2 DESCRIPTION DE L'OBJET PHYSIQUE ET PROCEDES DE FABRICATION	18
2.2.1 PROCEDE PAR LIBERATION SACRIFICIELLE	19
2.2.2 PROCEDE PAR REPORT DE WAFER	20
2.3 D'UNE MEMBRANE CMUT ELEMENTAIRE A UNE PUCE DEDIEE AU NEZ ELECTRONIQUE	20
2.3.1 MESURE GRAVIMETRIQUE PAR UN CMUT UNITAIRE	20
2.3.2 UN ELEMENT : UNE MATRICE DE MEMBRANES IDENTIQUES	22
2.3.3 UNE PUCE : UNE MATRICE D'ELEMENTS DIFFERENTS	22
2.4 ELECTRONIQUE D'ACTIONNEMENT ET DE LECTURE DANS LA LITTERATURE	23
2.4.1 BOUCLE D'ASSERVISSEMENT EN PHASE (PLL)	24
2.4.2 BOUCLES AUTO-OSCILLANTES	24
<b>3 OBJECTIFS ET AXES DE DIFFERENCIATION</b>	<b>25</b>
<b>CHAPITRE 2 : CONCEPTION DES PUCES CMUT</b>	<b>33</b>

<b>1</b>	<b>PROCEDE DE FABRICATION ET LIMITES</b>	<b>36</b>
<b>1.1</b>	<b>CREATION DES WAFERS CAVITES</b>	<b>37</b>
<b>1.2</b>	<b>CREATION DES MEMBRANES PAR REPORT</b>	<b>38</b>
<b>1.3</b>	<b>FINITIONS</b>	<b>39</b>
<b>1.4</b>	<b>PROCEDE SHORTLOOP</b>	<b>41</b>
<b>1.5</b>	<b>SYNTHESE DES DIFFERENTS DISPOSITIFS FABRIQUES</b>	<b>42</b>
<b>2</b>	<b>MODELISATION</b>	<b>43</b>
<b>2.1</b>	<b>MODELISATION ANALYTIQUE</b>	<b>43</b>
2.1.1	COMPORTEMENT MECANIQUE	43
2.1.2	COMPORTEMENT ELECTROMECHANIQUE	44
2.1.3	POUR UN ELEMENT DE N MEMBRANES	46
2.1.4	LIMITES DU MODELE : DISPERSION DES MEMBRANES	47
2.1.5	IMPACT DE LA COUCHE D'OR	49
<b>2.2</b>	<b>SIMULATION ELEMENTS FINIS</b>	<b>50</b>
2.2.1	MISE EN PLACE	50
2.2.2	SIMULATION MECANIQUE DU SOLIDE	51
2.2.3	SIMULATION ELECTROSTATIQUE	53
<b>3</b>	<b>DESIGN ET LAYOUT D'UNE PUCE</b>	<b>55</b>
<b>3.1</b>	<b>CONTRAINTES LIEES AUX OBJECTIFS</b>	<b>55</b>
3.1.1	CONTRAINTES LIEES A LA FABRICATION	55
3.1.2	CONTRAINTES LIEES AUX CARACTERISATIONS SOUS POINTES	56
3.1.3	CONTRAINTES LIEES A LA FONCTIONNALISATION	57
3.1.4	CONTRAINTES LIEES A L'ELECTRONIQUE DE LECTURE	58
<b>3.2</b>	<b>DESIGN D'UN ELEMENT</b>	<b>59</b>
3.2.1	MEMBRANE CMUT ELEMENTAIRE	59
3.2.2	CONSTRUCTION D'UN ELEMENT	59
<b>3.3</b>	<b>DESIGN D'UNE PUCE</b>	<b>62</b>
<b>4</b>	<b>SUIVI DE FABRICATION</b>	<b>64</b>
<b>4.1</b>	<b>EPAISSEUR DES MEMBRANES</b>	<b>64</b>
<b>4.2</b>	<b>PROFONDEUR DES CAVITES</b>	<b>65</b>
<b>4.3</b>	<b>DEFLEXION DUE A LA PRESSION</b>	<b>67</b>
<b>4.4</b>	<b>PLANEITE ET COLLAGE</b>	<b>68</b>
<b>5</b>	<b>CARACTERISATION ELECTRIQUE ET COMPARAISON AVEC LES ATTENTES</b>	<b>69</b>
<b>5.1</b>	<b>BANC DE MESURE</b>	<b>69</b>
<b>5.2</b>	<b>RESULTATS</b>	<b>69</b>
5.2.1	INFLUENCE DE LA TENSION DE POLARISATION	69
5.2.2	INFLUENCE DU NOMBRE DE MEMBRANES EN PARALLELE	70

## Présentation

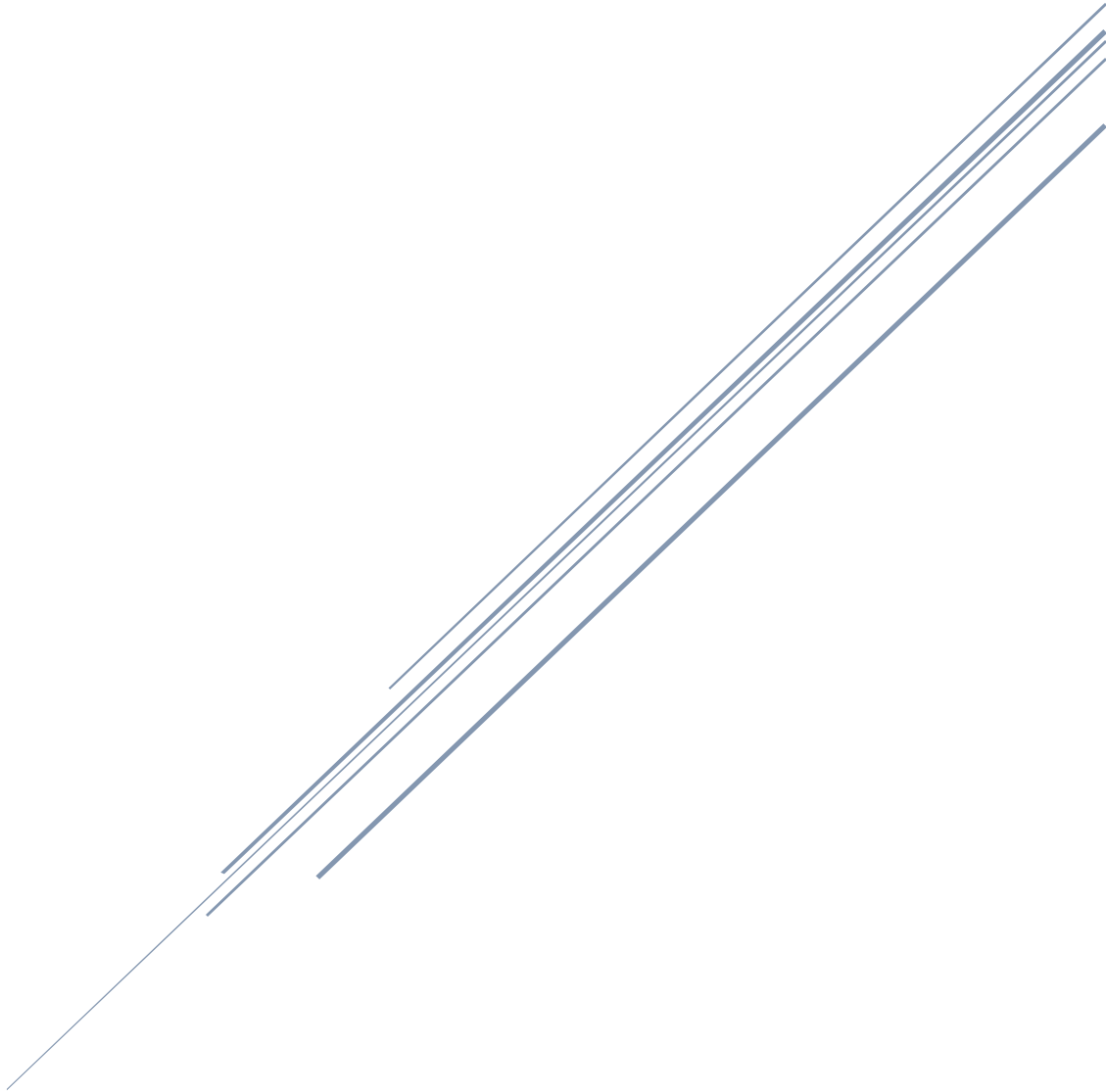
5.2.3	DISPERSION DES FREQUENCES ENTRE MEMBRANES AU SEIN D'UN ELEMENT	71
5.2.4	DISPERSION DES FREQUENCES ENTRE ELEMENTS AU SEIN D'UNE PUCE	72
5.2.5	FREQUENCE DES MEMBRANES DU BORD DU RESEAU	74
5.2.6	DEFLEXION AVEC TENSION DE POLARISATION	75
<b>5.3</b>	<b>CALCUL DES PARAMETRES DU MODELE ANALYTIQUE</b>	<b>75</b>
5.3.1	INFLUENCE DE LA TENSION DE POLARISATION	75
5.3.2	INFLUENCE DU NOMBRE DE MEMBRANES EN PARALLELE	76
5.3.3	FREQUENCE DE RESONANCE DES DIFFERENTS DISPOSITIFS	77
<b>6</b>	<b>RETOUR SUR LES SIMULATIONS</b>	<b>80</b>
<b>6.1</b>	<b>FREQUENCE DE RESONANCE A 0V</b>	<b>81</b>
<b>6.2</b>	<b>DEFLEXIONS INITIALES A 0V ET A 50V</b>	<b>82</b>
<b>6.3</b>	<b>FREQUENCE DE RESONANCE AVEC TENSION DE POLARISATION</b>	<b>82</b>
<b>6.4</b>	<b>TENSION DE PULL-IN</b>	<b>84</b>
<b>6.5</b>	<b>IMPACT DU DEPOT D'OR</b>	<b>84</b>
<b>6.6</b>	<b>CONCLUSION</b>	<b>85</b>
	<b><i>CHAPITRE 3 : CONSTITUTION D'UN NEZ ELECTRONIQUE</i></b>	<b><i>89</i></b>
<b>1</b>	<b>ELEMENTS CONSTITUTIFS DU SYSTEME</b>	<b>91</b>
<b>2</b>	<b>VERSIONS DE PUCES UTILISEES</b>	<b>92</b>
<b>2.1</b>	<b>ESA1</b>	<b>92</b>
<b>2.2</b>	<b>ESA1V2</b>	<b>92</b>
<b>2.3</b>	<b>ESA2</b>	<b>93</b>
<b>3</b>	<b>ELECTRONIQUES D'ACTIONNEMENT ET DE LECTURE</b>	<b>94</b>
<b>3.1</b>	<b>CARTES « MEZZANINES »</b>	<b>94</b>
<b>3.2</b>	<b>ARCHITECTURE PHASE LOCK-LOOP</b>	<b>95</b>
3.2.1	BOUCLE OUVERTE	95
3.2.2	BOUCLE FERMEE	95
<b>3.3</b>	<b>ARCHITECTURE AUTO-OSCILLANTE DISCRETE</b>	<b>99</b>
<b>3.4</b>	<b>ELECTRONIQUE INTEGREE</b>	<b>102</b>
<b>4</b>	<b>FONCTIONNALISATION DES PUCES</b>	<b>103</b>
<b>4.1</b>	<b>OBJECTIF</b>	<b>103</b>
<b>4.2</b>	<b>METHODES</b>	<b>105</b>
<b>4.3</b>	<b>FONCTIONNALISATIONS REALISEES</b>	<b>107</b>
4.3.1	ESA1	108
4.3.2	ESA1V2	109
4.3.3	ESA2	110

<b>5</b>	<b><u>LIGNE FLUIDIQUE</u></b>	<b>111</b>
<b>6</b>	<b><u>SYSTEMES MIS EN ŒUVRE</u></b>	<b>114</b>
<b>6.1</b>	<b>SYSTEME DE CARACTERISATION MONOVOIE</b>	<b>114</b>
<b>6.2</b>	<b>PREMIERE VERSION DE SYSTEME MULTIVOIES</b>	<b>115</b>
<b>6.3</b>	<b>DEUXIEME VERSION D'ELECTRONIQUE MULTIVOIES</b>	<b>117</b>
<b>7</b>	<b><u>CONCLUSION</u></b>	<b>119</b>
	<b><i>CHAPITRE 4 : EXPERIENCES MONOVOIES</i></b>	<b>121</b>
<b>1</b>	<b><u>SYNTHESE DES PARAMETRES D'INTERET</u></b>	<b>123</b>
<b>2</b>	<b><u>MISE AU POINT DU BANC D'EXPERIENCE</u></b>	<b>124</b>
<b>2.1</b>	<b>FLUIDIQUE</b>	<b>125</b>
2.1.1	EQUILIBRAGE DES VOIES	125
2.1.2	INFLUENCE DE LA POMPE	126
<b>2.2</b>	<b>TRAITEMENT DES DONNEES</b>	<b>128</b>
<b>2.3</b>	<b>CONTROLE DE L'INFLUENCE DE L'HUMIDITE</b>	<b>130</b>
<b>2.4</b>	<b>TENSIONS D'ACTIONNEMENT</b>	<b>131</b>
2.4.1	GAMME DE $V_{AC}$	131
2.4.2	GAMME DE $V_{DC}$	133
<b>3</b>	<b><u>IMPACT DES CONDITIONS AMBIANTES</u></b>	<b>136</b>
<b>3.1</b>	<b>SENSIBILITE A L'HUMIDITE</b>	<b>136</b>
<b>3.2</b>	<b>SENSIBILITE A LA PRESSION</b>	<b>137</b>
<b>4</b>	<b><u>CARACTERISATIONS</u></b>	<b>138</b>
<b>4.1</b>	<b>SENSIBILITE A DIFFERENTS COMPOSES</b>	<b>139</b>
<b>4.2</b>	<b>SENSIBILITE A DIFFERENTS COMPOSES EN FONCTION DE LA PRESSION</b>	<b>142</b>
<b>4.3</b>	<b>TEMPS DE REPONSE</b>	<b>143</b>
<b>5</b>	<b><u>CONCLUSION</u></b>	<b>144</b>
	<b><i>CHAPITRE 5 : EXPERIENCES MULTIVOIES</i></b>	<b>147</b>
<b>1.</b>	<b><u>CONTEXTE DES MESURES MULTIVOIES</u></b>	<b>149</b>
<b>2.</b>	<b><u>EXPERIENCES</u></b>	<b>149</b>

## Présentation

<b>2.1</b>	<b>ELECTRONIQUE DPOD</b>	<b>149</b>
<b>2.2</b>	<b>ELECTRONIQUE DISCRETE</b>	<b>152</b>
2.2.1	MESURES EN BOUCLE OUVERTE	152
2.2.2	LIMITES	156
2.2.3	MESURES A 4 VOIES	157
2.2.4	EXPERIENCES 4 VOIES, RESULTATS ET ANALYSE	160
<b>2.3</b>	<b>ELECTRONIQUE AVEC ASIC</b>	<b>163</b>
2.3.1	MESURES EN BOUCLE OUVERTE	163
2.3.2	MESURE 4 VOIES	165
<b>2.4</b>	<b>ETUDE SUR LA DISPERSION ENTRE ELEMENTS</b>	<b>166</b>
<b>3.</b>	<b>MODELISATIONS</b>	<b>170</b>
<b>3.1</b>	<b>MODELES ELECTRONIQUES</b>	<b>170</b>
<b>3.2</b>	<b>AMELIORATION DU DESIGN DES ELEMENTS D'APRES LE MODELE ANALYTIQUE</b>	<b>174</b>
<b>4.</b>	<b>CONCLUSION SUR LES MESURES MULTIVOIES</b>	<b>177</b>
<b>CHAPITRE 6 : CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES</b>		<b>179</b>
<b>1</b>	<b>METHODE DE CONCEPTION DU SYSTEME ELECTRONIQUE ET MICRO-ELECTRONIQUE</b>	<b>181</b>
<b>2</b>	<b>PERFORMANCES EN CAPTEUR DE GAZ ET EN NEZ ELECTRONIQUE</b>	<b>182</b>
<b>3</b>	<b>POTENTIEL DE MINIATURISATION DU SYSTEME COMPLET</b>	<b>183</b>
<b>4</b>	<b>VARIANTES TECHNOLOGIQUES ENVISAGEES</b>	<b>187</b>
<b>5</b>	<b>CONCLUSION GENERALE</b>	<b>187</b>
<b>ANNEXES</b>		<b>IX</b>
<b>ANNEXE 1 – MODELE ELECTRIQUE EQUIVALENT D'UNE MEMBRANE PUIS D'UN ELEMENT</b>		<b>X</b>
<b>1.</b>	<b>COMPORTEMENT MECANIQUE ; MODELE PISTON</b>	<b>X</b>
<b>2.</b>	<b>COMPORTEMENT ELECTROMECHANIQUE</b>	<b>XIII</b>
<b>3.</b>	<b>GENERALISATION A UN ELEMENT COMPOSE DE N MEMBRANES</b>	<b>XVI</b>
<b>4.</b>	<b>ADAPTER UN MODELE AUX MESURES</b>	<b>XVIII</b>
<b>ANNEXE 2 : MODELE PLAQUE ET AJOUT D'UNE COUCHE D'OR – CALCULS</b>		<b>XX</b>
<b>ANNEXE 3 : DEVIATION D'ALLAN</b>		<b>XXII</b>

# CHAPITRE 1 : INTRODUCTION



Pour introduire cette thèse décrivant la réalisation d'un nez électronique basé sur la technologie de capteurs ultrasonores CMUT, ce premier chapitre présente les bases de ces deux facettes du travail : ce qu'est un nez électronique, et ce qu'est un CMUT.

La première partie présentera l'olfaction biologique ainsi que le paradigme dans lequel s'inscrit le nez électronique conçu dans les travaux présentés ici, avant de passer en revue les systèmes existants, commerciaux puis académiques.

La deuxième partie présentera le CMUT, transducteur mécanique capacitif, en commençant par l'historique de la technologie et ses applications. Ensuite, les procédés de fabrication des dispositifs seront évoqués, puis comment l'on passe d'un élément micrométrique à une puce complète dédiée à la détection d'odeurs, et enfin comment cette puce peut être actionnée et lue par un système électronique.

# Table des matières

<b>1</b>	<b>NEZ ELECTRONIQUE</b>	<b>3</b>
<b>1.1</b>	<b>RAPPELS SUR L'OLFACTION BIOLOGIQUE</b>	<b>3</b>
<b>1.2</b>	<b>PRINCIPE DU NEZ ELECTRONIQUE</b>	<b>5</b>
<b>1.3</b>	<b>SOLUTIONS COMMERCIALES</b>	<b>8</b>
<b>1.4</b>	<b>TECHNOLOGIES DE CAPTEURS GAZ UTILISEES DANS LA LITTERATURE</b>	<b>9</b>
1.4.1	IMAGERIE DE RESONANCE PLASMONIQUE DE SURFACE (SPRI)	9
1.4.2	INTERFEROMETRE MACH-ZEHNDER (MZI)	10
1.4.3	RESONATEURS A ONDES ACOUSTIQUES DE SURFACE (SAW)	11
1.4.4	MICROBALANCES A CRISTAL DE QUARTZ (QCM)	12
1.4.5	RESONATEURS A ONDES ACOUSTIQUES DE MASSE A COUCHE MINCE (FBAR)	13
1.4.6	CANTILEVERS MICROELECTRONIQUES ET NANO ELECTROMECHANIQUES (NEMS)	14
1.4.7	TRANSDUCTEUR ULTRASONIQUE MICRO-USINE CAPACITIF (CMUT)	15
1.4.8	CHOIX DU CMUT VIS-A-VIS DES AUTRES TECHNOLOGIES	16
<b>2</b>	<b>CMUT</b>	<b>17</b>
<b>2.1</b>	<b>HISTORIQUE ET APPLICATIONS</b>	<b>17</b>
<b>2.2</b>	<b>DESCRIPTION DE L'OBJET PHYSIQUE ET PROCEDES DE FABRICATION</b>	<b>18</b>
2.2.1	PROCEDE PAR LIBERATION SACRIFICIELLE	19
2.2.2	PROCEDE PAR REPORT DE WAFER	20
<b>2.3</b>	<b>D'UNE MEMBRANE CMUT ELEMENTAIRE A UNE PUCE DEDIEE AU NEZ ELECTRONIQUE</b>	<b>20</b>
2.3.1	MESURE GRAVIMETRIQUE PAR UN CMUT UNITAIRE	20
2.3.2	UN ELEMENT : UNE MATRICE DE MEMBRANES IDENTIQUES	22
2.3.3	UNE PUCE : UNE MATRICE D'ELEMENTS DIFFERENTS	22
<b>2.4</b>	<b>ELECTRONIQUE D'ACTIONNEMENT ET DE LECTURE DANS LA LITTERATURE</b>	<b>23</b>
2.4.1	BOUCLE D'ASSERVISSEMENT EN PHASE (PLL)	24
2.4.2	BOUCLES AUTO-OSCILLANTES	24
<b>3</b>	<b>OBJECTIFS ET AXES DE DIFFERENCIATION</b>	<b>25</b>

# 1 Nez électronique

## 1.1 Rappels sur l'olfaction biologique

Le préliminaire à la compréhension du fonctionnement du système développé dans cette thèse est une explication du sens que nous cherchons à émuler : l'olfaction. L'olfaction désigne la capacité à percevoir des odeurs. Par odeurs, on entend principalement composés organiques volatils (COVs), c'est-à-dire des molécules présentes au moins en partie sous phase gazeuse dans des conditions usuelles, qui peuvent être perçues par l'olfaction humaine. Selon une définition plus stricte, les COVs sont des composés chimiques qui contiennent des liaisons carbone-carbone ou carbone-hydrogène, dont la pression de vapeur saturante est d'au moins 10 Pa à 20°C. Les COVs regroupent beaucoup de molécules aux provenances et aux usages distincts : des parfums, naturels produits par les végétaux ou issus de processus de dégradation, des composés synthétiques, des produits de l'industrie, des polluants, ou encore des phéromones. Un composé odorant non organique est le sulfure d'hydrogène ( $H_2S$ ), que l'on peut donc considérer comme une odeur sans qu'il soit un COV. Il est également à préciser que certains COVs ne sont pas détectable par l'olfaction humaine.

Ce sens est présent dans la nature chez un grand nombre d'animaux car il permet d'interagir avec l'environnement de manière vitale. L'analyse des substances chimiques volatiles permet de rechercher de la nourriture ou d'éviter de manger certains aliments avariés, d'influencer les interactions sociales ou d'avertir d'un danger. C'est un sens complexe qui ne repose pas sur la mesure d'une grandeur physique, comme peut l'être l'ouïe avec la mesure de fréquences d'ondes sonores ou la vision avec les fréquences des rayonnements lumineux. Il s'appuie sur les interactions chimiques pour récupérer l'information, et sur les capacités cognitives, en particulier la mémoire, pour la traiter. Le lien entre la détection d'un COV et la perception d'une odeur prend en compte des composantes liées à la contextualisation du stimulus.

Avant la perception de l'odeur, le cheminement d'une molécule volatile dans l'air ambiant débute par un flux. Chez l'humain (Figure 1) c'est généralement la respiration qui va causer ce flux et aspirer la molécule d'intérêt au sein de l'organe sensoriel : le nez. Dans cette chambre olfactive dédiée, la partie de la muqueuse, surface interne du nez, qui échange avec l'air, s'appelle l'épithélium. Elle contient des dizaines de millions de cellules olfactives, sur lesquelles les molécules se lient et interagissent chimiquement. Les neurones olfactifs portent les récepteurs olfactifs. Chacun d'entre eux va réagir selon son affinité chimique particulière avec la molécule en contact et se dépolariser ou se repolariser de manière à transmettre un signal électrique par le neurone olfactif. Chacun des neurones olfactifs est relié au bulbe olfactif, qui reçoit donc une multitude de signaux provenant d'une conséquente matrice de neurones olfactifs. Toute cette information est ensuite traitée par le bulbe olfactif qui va créer une matrice simplifiée des données acquises et la transmettre au cerveau, où la perception et l'identification d'une odeur précise se fera en puisant dans l'amygdale et l'hippocampe, zones impliquées respectivement dans les émotions et la mémoire.



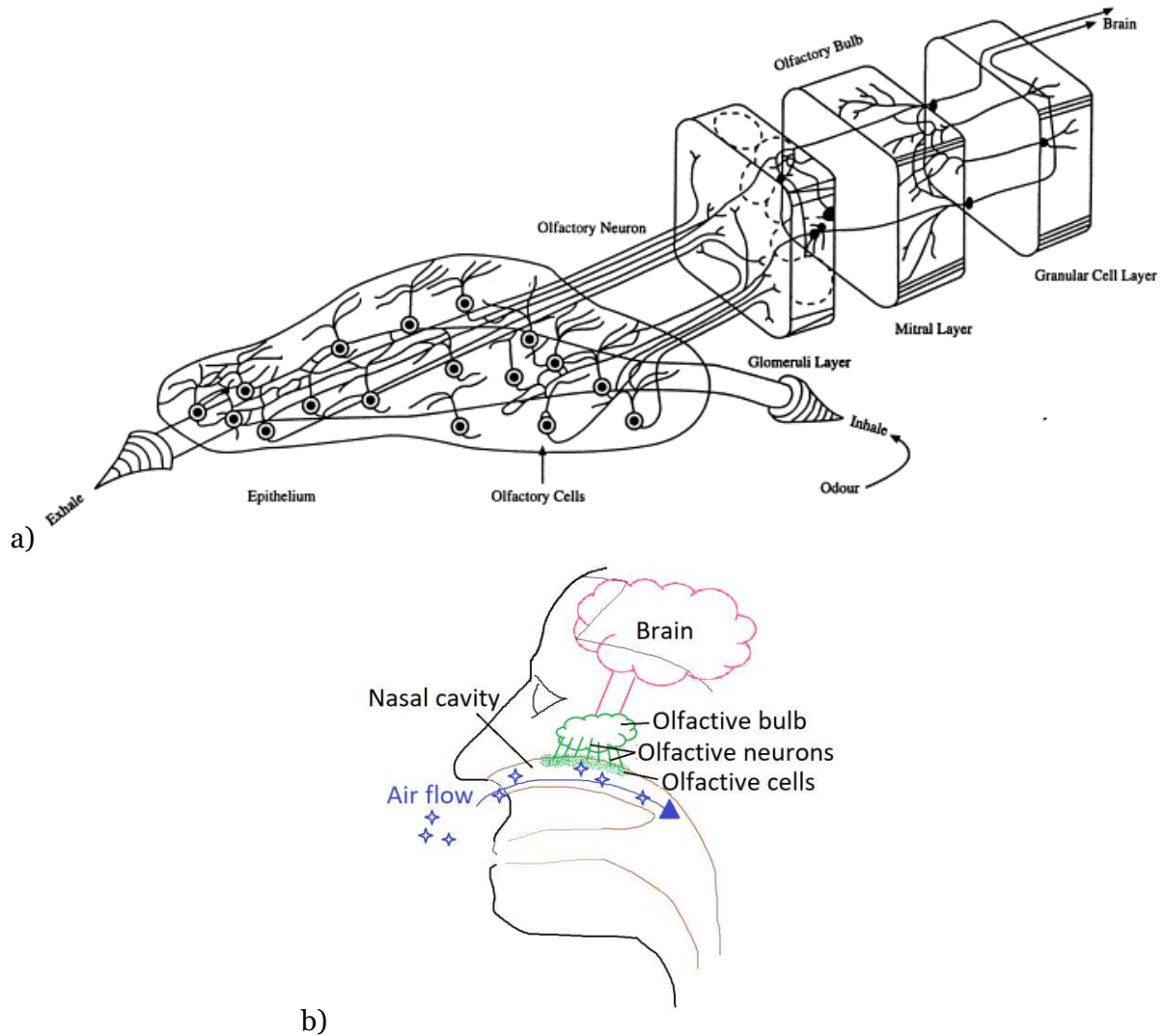


Figure 1 : a) Représentation schématique des cellules participant à l'olfaction [1]  
 b) Schéma des organes traitant le flux d'air lors de la perception d'une odeur

L'olfaction est conçue pour donner une réponse à toutes les odeurs que le sujet pourrait rencontrer, même des molécules auxquelles aucun être vivant n'aurait été confronté auparavant, pour cela les cellules olfactives doivent réagir selon des interactions non spécifiques. Ainsi, chacun des récepteurs possède une affinité de liaison avec chaque molécule. Cette affinité se situe sur une échelle continue, allant d'une interaction nulle, à une liaison systématique. Une même cellule envoie donc un signal de réaction différent pour toutes les molécules. Ce signal peut être similaire pour des molécules différentes lorsque l'on prend en compte la réponse d'une unique cellule. C'est alors que leur multitude entre en jeu, la simultanéité de leur réponse forme une signature qui prend la forme d'un vecteur concaténant l'ensemble des réponses. Ainsi, l'information issue d'une unique cellule ne représente plus qu'une dimension parmi les nombreuses qui composent la signature olfactive, et quand bien même cette réponse unitaire serait comparable pour deux molécules différentes, les signatures olfactives complètes ont toutes les chances de différer (Figure 2). On comprend donc qu'un grand nombre de capteurs non spécifiques, aux affinités différentes les uns des autres, permet la plus grande finesse dans l'analyse des substances volatiles. Chez l'homme on compte environ 400 récepteurs différents. La description des procédés de l'olfaction reste assez récente et a valu le prix Nobel à Axel et Buck en 2004 [2].

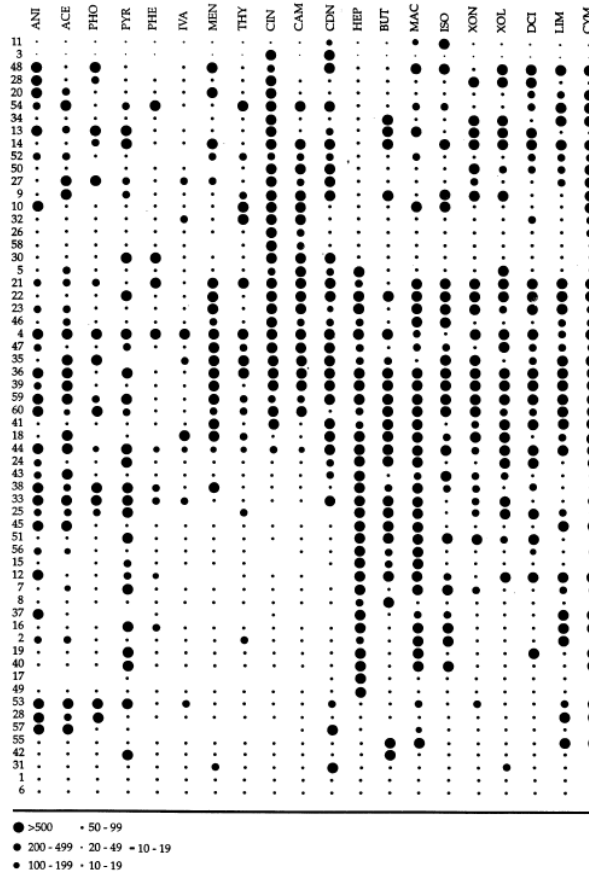


Figure 2 : Représentation de l'activité de certains récepteurs suite à une stimulation par des composés choisis [3]

Un nez électronique est un appareil technologique présentant une fonction analogue au nez biologique, dans toute sa polyvalence.

## 1.2 Principe du nez électronique

Un nez électronique est un appareil qui est capable d'identifier des COVs. Le rôle du nez électronique est de réagir lors de l'exposition à un COV, en créant une signature olfactive, caractéristique et identifiable à ce composé précis, qui soit similaire à celles obtenues lors de répétitions de l'expérience. Cette signature sert à identifier des COVs, par exemple en la comparant à une base de données préétablie, ou à discriminer une odeur par rapport à une référence ou lors de mesures successives (Figure 3). Un traitement de données plus avancé sur les signatures obtenues peut permettre de quantifier la proximité ou la dissemblance entre deux composés, ou encore l'influence de certains paramètres, comme l'environnement ou le vieillissement, sur la qualité ou la particularité d'une odeur. Par exemple, on peut visualiser comment la signature d'une essence de parfumerie se modifie au cours du temps.

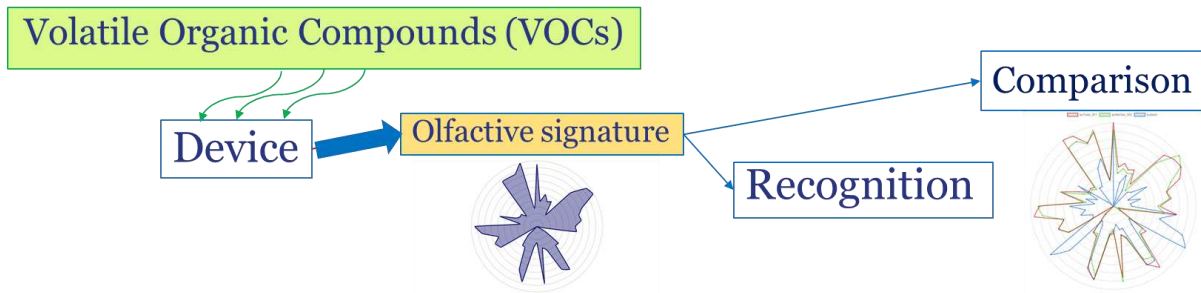


Figure 3 : Schéma fonctionnel de l'olfaction électronique

La construction du système technologique repose sur le biomimétisme vis-à-vis de l'olfaction biologique. La première étape de la conception du nez électronique consiste à choisir une technologie qui va jouer le rôle de capteur, la partie qui interagit avec les COV et produit un signal de détection élémentaire. Ce capteur unitaire est ensuite multiplié afin de créer une matrice de capteurs, qui produira un vecteur de réponses, la signature olfactive (Figure 4). Il faut ensuite modifier les propriétés chimiques des capteurs dans le but de moduler leur affinité avec les molécules. Pour une richesse de réponses face à un grand nombre de COV, et pour la nécessité d'une réversibilité des interactions, il est nécessaire d'utiliser des interactions non spécifiques. Une fonctionnalisation chimique vient modifier les propriétés chimiques de la surface des capteurs, elle consiste en général en l'ajout d'une couche d'interaction. Cette couche peut être réalisée par dépôt ou par croissance, elle peut consister par exemple en l'ajout d'un polymère ou d'une couche fine de peptides pour modifier les propriétés d'absorption ou d'adsorption des molécules de la surface du capteur. Les polymères, les oxydes métalliques et les peptides sont aujourd'hui les fonctionnalisations disponibles commercialement [4].

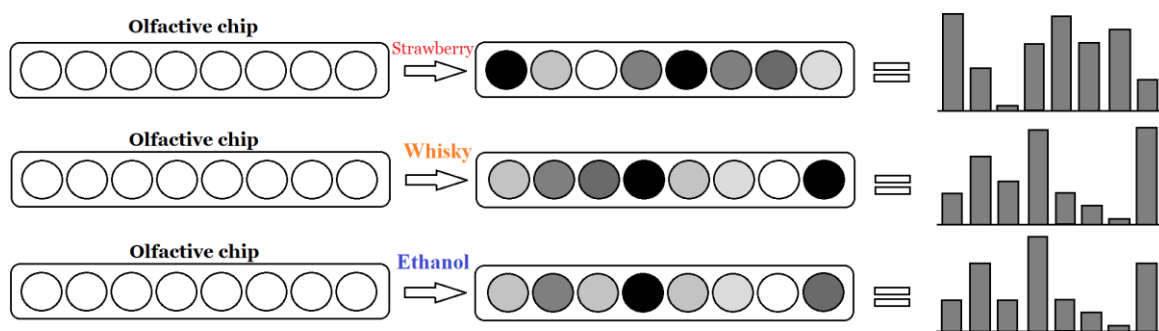


Figure 4 : Signal généré par la matrice de capteurs et signature olfactive correspondante pour 3 COV.

L'application première d'un nez électronique est de standardiser la mesure d'odeurs. Les applications majeures sont en rapport avec le contrôle qualité des produits odorants, y compris lors de l'évaluation de produits industriels potentiellement nocifs. On voit ici un aspect relatif à la protection de l'humain : l'appareil cherche à remplacer le nez humain, en particulier en évitant de placer des opérateurs humains à des postes indésirables. On peut citer des métiers de l'industrie chimique ou des cosmétiques, où les tests peuvent être à la fois nocifs à la santé physique et déplaisants sur le long terme. Les contrôles qualités de nombreux autres types d'industries bénéficieraient de mesures d'odeurs, par exemple les odeurs de plastique ou de cuir dans les automobiles. Des quantités de marchés peuvent également s'ouvrir et élargissant la détection d'odeurs à des domaines qui n'en ont pas la possibilité actuellement ; on peut considérablement améliorer les conditions de vie de la population en mesurant toutes sortes d'odeurs dérangeantes. La détection d'odeurs de transpiration, de cigarette ou de nourriture est pertinente dans l'ensemble des lieux partagés, les salles de réunion ou bureaux, les salles de concerts, jusqu'aux transports en communs et voitures partagées. Enfin, des domaines

innovants peuvent exploiter le nez électronique pour ouvrir des opportunités nouvelles : la recherche « "electronic nose" OR "e-nose" » sur le moteur de recherche de brevets Orbit donne aujourd'hui 1827 résultats, montrant l'étendue des cas d'usages inventés. A mettre en comparaison avec la quasi-absence de dispositifs commercialisés, se heurtant à la proposition technologique insuffisante pour porter ces applications aujourd'hui.

On peut comparer l'utilisation d'un nez électronique avec celle d'un capteur plus basique comme le sont par exemple les capteurs spécifiques. Ces derniers peuvent être peu coûteux : des capteurs de CO<sub>2</sub> ou d'humidité commerciaux coûtent quelques euros à quelques dizaines d'euros, mais leur champ d'application est restreint à l'unique composé pour lesquels ils ont été conçus. Certaines plateformes multi-capteurs peuvent permettre d'identifier différents composés d'intérêts, mais cette approche classique est limitée par l'usage d'interactions spécifiques. La singularité du nez électronique réside dans l'usage de capteurs non-spécifiques, qui lui donnent la capacité particulière d'« apprendre » des odeurs inconnues, c'est-à-dire de réagir, et de créer une signature olfactive spécifique et répétable, à un composé auquel il n'a jamais été exposé, et qui n'a pas été spécifiquement prévu de détecter dès la conception.

En ce sens, il est pertinent de comparer les performances d'un nez électronique à des appareils de chimie analytique. Si le nez électronique ne prétend pas atteindre le niveau d'analyse proposé par des spectromètres de masse, ou des colonnes de chromatographie en phase gazeuse, il peut proposer une alternative à ceux-ci pertinente sur bien des points qui permettraient de le positionner comme une proposition judicieuse pour de nombreux marchés. Tout d'abord, au niveau du coût financier. Un nez électronique, s'il peut exister aujourd'hui sous forme commerciale pour quelques milliers d'euros, a le potentiel, et c'est une des ambitions de cette thèse, de réduire ce coût de plusieurs ordres de grandeurs par le développement d'un système basé sur une technologie intégrable, industrialisable et miniaturisable au-delà des appareils actuels. Concernant les appareils de chimie analytique, utilisés et optimisés depuis plusieurs dizaines d'années, on constate que la réduction de coût et de taille se fait aujourd'hui au détriment des performances. On peut donc supposer que le prix de ces appareils, se situant entre plusieurs milliers et plusieurs centaines de milliers d'euros, n'a aujourd'hui que peu de potentiel de diminution. Des projets de miniaturisation d'appareils de chimie analytique existent [5] mais ne prétendent pas posséder le niveau de performance des appareils plus coûteux. Le coût peut également s'entendre au-delà du prix d'achat. Les nez électroniques peuvent se présenter sous la forme d'un objet qui tient dans la main, et peuvent être utilisés par des opérateurs non qualifiés ou peu formés à l'utilisation de cet appareil. On peut également les utiliser en fonctionnement permanent avec automatisation du traitement des données. Cela vient de cet autre avantage qu'à le nez électronique sur la chimie analytique, qui est que les mesures peuvent se réaliser sur l'air ambiant sans préparation spécifique, ou sur des échantillons choisis, de manière non-destructive, et en temps réel.

Le premier exemple de nez électronique dans la littérature a été présenté par Persaud et Dodd en 1982 [6]. Les transducteurs utilisés étaient 3 capteurs commerciaux de détection de gaz différents, qui détectaient chacun préférentiellement, mais non-exclusivement, les vapeurs d'essence, le monoxyde de carbone et les alcools. Le signal lu était une variation de tension proportionnelle au logarithme de la concentration en composé. Le nez présenté était capable de détecter un grand nombre de COVs et de donner des réponses répétables sur de longues périodes de temps. Il suscita un intérêt suffisant pour motiver la recherche à utiliser un grand nombre de technologies pour réaliser des nez électroniques aux capacités diverses et aux performances grandissantes.

Un aperçu des principales technologies utilisées dans la littérature est présent en partie 1.4, la prochaine partie présente les solutions commerciales notables.

## 1.3 Solutions commerciales

Il existe déjà des entreprises qui proposent commercialement des appareils qu'ils nomment nez électronique, et dont le fonctionnement est comparable au système décrit précédemment. Les informations décrites ici sont restreintes au contenu librement accessible, notamment sur les sites internet respectifs des entreprises. Ceux-ci sont à destination commerciale et peuvent présenter des informations limitées ou irrégulières du point de vue scientifique.

La plus ancienne entreprise représentative de ce domaine est Alpha-MOS, fondée en 1992, qui commercialise plusieurs produits ayant pour but de proposer différentes analyses sensorielles : analyse de goût, analyse visuelle, et notamment analyse olfactive par trois générations de « nez électroniques », datant de 2005, de 2011 et de 2018. Ce dernier est basé sur la chromatographie en phase gazeuse et la spectrométrie de masse. Il est apparemment capable de quantifier les molécules chimiques présentes dans l'échantillon, en particulier les composés odorants. Il nécessite l'utilisation de pré-concentrateurs pour obtenir des limites de détection suffisantes. L'utilisation ne se déroule donc pas en temps réel, mais dans des conditions de chimie analytique, éloignées de la solution simple et rapide envisagée ici. Le site internet indique la possibilité de traiter jusqu'à 200 échantillons par jour.

Plus proche du système visé par ces travaux, Rubix a été fondé par un ancien directeur d'Alpha-MOS, et propose un nez électronique compact. Il semble faire la taille d'un petit ordinateur et réalise ses analyses en temps réel et en air ambiant. Il crée des réponses en comparant ses mesures à une base de données préétablie, en ligne. La reconnaissance des perceptions est appuyée par des mesures simultanées de différents capteurs en addition de la détection de gaz : des capteurs d'humidité, de pression, de CO<sub>2</sub> ou encore de sons.

Conçus selon le paradigme développé en introduction, Aryballe a commercialisé deux générations nez électroniques. La technologie historique, datant de la fondation en 2014 est basée sur l'imagerie de résonance plasmonique. Elle a été récemment remplacée par la technologie de l'interférométrie Mach-Zehnder. La particularité de leur détection réside dans l'utilisation d'une biofonctionnalisation des surfaces régissant les interactions du capteur avec les COVs. Les produits d'Aryballe sont destinés à un usage en environnement ambiant et visent les laboratoires publics ou privés pour réaliser des études scientifiques, de la R&D, et du contrôle qualité. Les marchés visés sont par exemple l'automobile, l'industrie alimentaire, l'industrie du parfum ou les entreprises de ventes de produits manufacturés. Selon les applications, l'usage d'échantillons mis en flacon ou l'utilisation de concentrateurs est possible.

Les limitations actuelles des nez électroniques commerciaux sont multiples. En premier lieu, un manque de performance générale nécessite dans bien des cas la préparation des échantillons ou l'utilisation de concentrateurs, car les limites de détection du nez humain ne sont pas atteintes dans l'air ambiant. Le nez électronique souffre ici de son appellation et de la comparaison avec le nez humain. Ce dernier possède des limites de détection particulièrement basses pour certains COVs, notamment ceux contenant des composés sulfurés comme le biodiesel dont les seuils de détection olfactive peuvent être inférieurs à 1 ppbv [7] ou encore la fumée de cigarette, qui contient des composés complexes dont le seuil est de 1 ppmv. Ce sont des limites de détection très faibles pour des appareils technologiques fonctionnant dans un environnement non-contrôlé, qui performant aujourd'hui en deçà du nez humain. Un autre défi à relever pour le nez électronique commercial est la simplicité visée : à la fois en termes de taille, que d'utilisation sans opérateur dédié et formé. L'état de l'art présente des technologies qui peuvent être mises en place pour réaliser des nez électroniques performants mais qui ont rarement atteint le stade commercial.

## 1.4 Technologies de capteurs gaz utilisées dans la littérature

Cette sous-partie décrit des technologies utilisées dans la littérature en tant que capteur de molécules en milieu gazeux et dont l'usage pourrait répondre aux principaux enjeux de la réalisation d'un nez électronique. A savoir, la possibilité de créer un système multiéléments, où le capteur unitaire peut être multiplié sur une même puce, la possibilité pour une telle puce d'être intégrée dans un système macroscopique réalisant les fonctions nécessaires au fonctionnement du nez électronique et dont le signal peut être lu et les données traitées. Enfin, les capteurs doivent pouvoir être fonctionnalisés et que cela impacte leur réponse finement, de manière à réaliser de la détection non spécifique.

Pour chaque technologie, sont expliqués le principe technique de détection, un historique ou des cas d'usage actuels le cas échéant, et les principaux avantages et inconvénients dans le cadre de l'utilisation visée ici. Par exemple, une caractéristique qui sera globalement recherchée est une fréquence de fonctionnement élevée, car reliée pour les oscillateurs à des sensibilités élevées et des limites de détection basses. Une dernière partie vient synthétiser les limites de chaque technologie et justifier le choix de l'une d'entre elles comme bloc de base du nez électronique développé dans ce travail.

On exclut de cette partie des technologies de capteurs gaz reconnues, qui peuvent par ailleurs être fonctionnalisées [8], mais qui n'ont pas été utilisées à notre connaissance dans des systèmes proches de la fonction d'un nez électronique. Les deux premières sous-parties présentent des technologies optiques, les suivantes des approches mécaniques.

### 1.4.1 Imagerie de Résonance Plasmonique de Surface (SPRi)

La SPRi est une technique qui sonde une surface, pour y détecter des changements d'indices optique locaux, que l'on peut relier à des phénomènes chimiques tels que l'adsorption d'une molécule sur la surface.

La technique consiste en l'illumination, au travers d'un prisme, d'une surface par une onde polarisée selon un angle d'incidence qui correspond à une résonance. Cela entraîne la propagation d'une onde de plasmon de surface à l'interface entre la couche métallique de surface, généralement en or, et l'air libre au-dessus de la surface. Cette onde diminue l'intensité de la lumière réfléchiée en direction d'une caméra à travers le prisme. Lors d'un phénomène en surface, par exemple l'adsorption d'une molécule sur des peptides greffés à l'or de surface, l'onde de plasmon est modifiée. L'angle de résonance idéal varie tandis que l'angle d'illumination de la surface est fixe. Ce changement d'intensité, du à un changement de réflectivité est mesurée par une caméra (Figure 5).

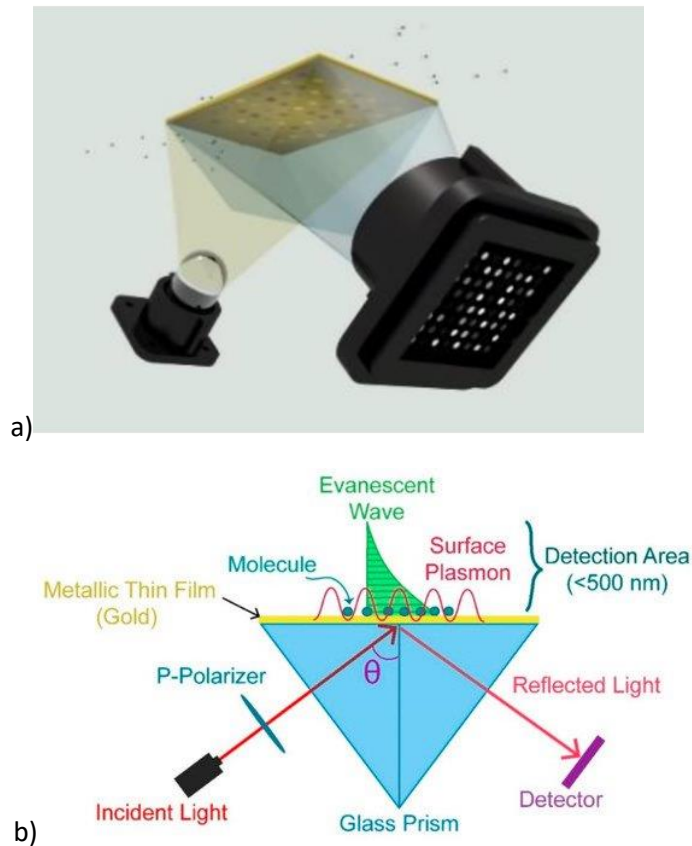


Figure 5 : a) Illustration d'un système basé sur la SPRi [9]  
 b) Principe physique de la lecture optique [10]

Le système complet basé sur la SPRi contient une diode monochromatique, une caméra et un prisme de verre. L'agencement de ces trois éléments représente un volume qui atteint vite une limite de miniaturisation, explorée par Aryballe jusqu'en 2019 et jugée insuffisante. De plus, le bon fonctionnement repose sur un alignement très précis et une calibration des appareils et des angles sensibles à tout mouvement de l'appareil. Cet aspect est limitant pour une application qui se veut portable et fiable. Les performances d'un appareil SPRi discrimination de COV peuvent être trouvées dans [11].

### 1.4.2 Interféromètre Mach-Zehnder (MZI)

Cette méthode optique est basée sur la détection d'interférences entre deux signaux lumineux. Un guide d'onde, initialement unique, est séparé en deux chemins dont l'un servira de capteur et l'autre de référence, avant d'être à nouveau réunis. En entrée du guide d'onde est placé un laser et en sortie la lumière est mesurée par une caméra. Les molécules présentes dans la zone sensibles entraînent une variation d'indice local, qui ralentit l'onde et induit un déphasage entre les deux signaux mesurés par la caméra (Figure 6).

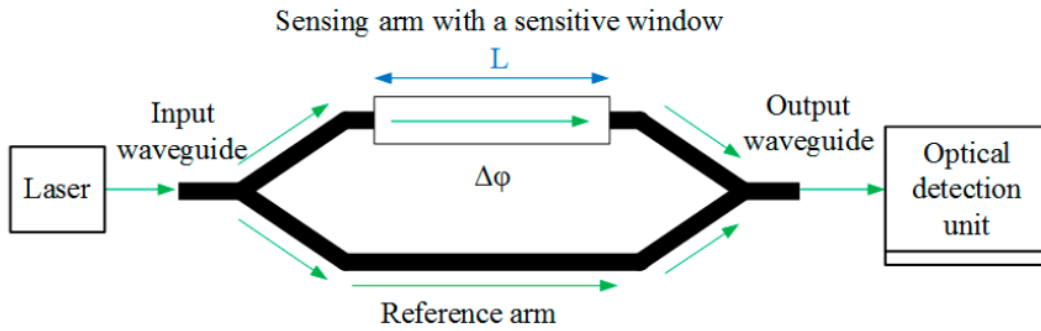


Figure 6 : Schéma de principe de l'interféromètre [12].

Les interactions entre les composés volatils et le bras de mesure peuvent être modulées par une fonctionnalisation. Toutefois le dépôt d'une fonctionnalisation liquide sur un guide d'onde nécessite des agencements géométriques qui le permettent ou des traitements de surface localisés pour, par exemple, ne pas entrer en contact avec le bras de référence.

La longueur du guide d'onde, et particulièrement de la zone d'interaction, impacte l'intensité du changement provoqué sur l'onde lumineuse. Miniaturiser le guide d'onde se fait donc au détriment du signal, jusqu'à une limite où les molécules étudiées sont trop peu nombreuses pour produire un effet détectable sur l'onde lumineuse.

Un démonstrateur multiplexant 64 capteurs possédant une couche de fonctionnalisation peptidique a été réalisé au CEA-Leti en collaboration avec Aryballe et fait l'objet de la publication suivante [13].

### 1.4.3 Résonateurs à ondes acoustiques de surface (SAW)

Les premiers exemples de capteurs utilisant les SAW remontent aux années 80 avec l'ambition de surveiller les gaz présents dans l'environnement [14], [15]. Les capteurs SAW sont basés sur un matériau piézo-électrique, auquel est appliquée une tension alternative, ce qui génère en surface une onde de Rayleigh. Cette onde se propage selon une direction parallèle à la surface avec une composante longitudinale ainsi qu'une composante perpendiculaire, qui seront couplées au matériau de surface (Figure 7). En suivant les évolutions de ce couplage, à la suite d'une transduction inverse de l'onde vers un signal électrique, on peut obtenir de l'information sur des variations de paramètres d'intérêt très localisées à la surface, par exemple un dépôt de masse. En utilisant un matériau de surface ayant des propriétés chimiques pertinentes, il est ainsi possible de créer un biocapteur.

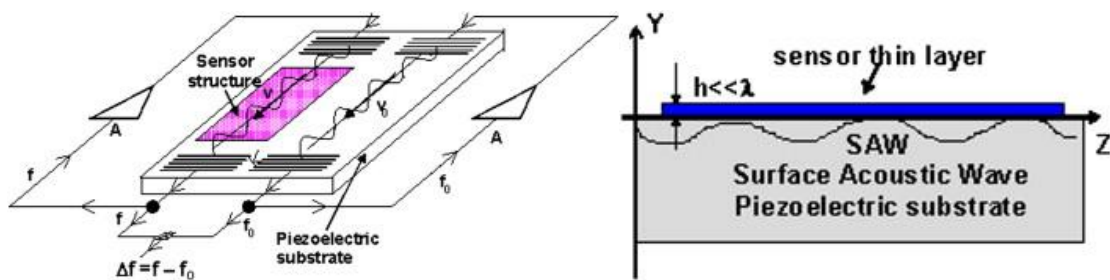


Figure 7 : Schéma de la propagation des ondes de surface sur un capteur SAW [16]



Le comportement du capteur, notamment sa fréquence de résonance, dépend de caractéristiques comme la géométrie des électrodes, ou les matériaux piézo-électriques choisis. Les tailles d'électrodes minimales, inférieures au micron [17], sont obtenues par des procédés de fabrications complexes tels que la lithographie par canon à électron ou la lithographie de nanoimpression.

Les capteurs SAW ont généralement une taille typique de l'ordre de 1 à 10 millimètres et une fréquence de résonance entre 100 et 500 MHz pour ceux utilisés comme capteurs chimiques. Cette fréquence est relativement élevée par rapport à d'autres technologies pour des applications comparables. Technologiquement, il est possible de fabriquer des SAW capables d'atteindre une fréquence de 10 GHz, ils sont toutefois limités à d'autres domaines d'applications comme la mesure de pression [18]. On peut également noter que leur efficacité décroît quand leur fréquence de résonance augmente.

Les principaux avantages de ce type de capteur sont sa fabrication simple, la possibilité d'intégration et un design relativement compact qui lui ont permis d'être aujourd'hui répandu commercialement dans le domaine de l'analyse en phase gaz. C'est donc une technologie mature industriellement.

#### 1.4.4 Microbalances Cristal à Quartz (QCM)

Les QCM font partie des capteurs Bulk Acoustic Wave (BAW), c'est-à-dire que l'onde acoustique se propage dans le volume du cristal. Le capteur est constitué d'un wafer de quartz d'une épaisseur située entre 100  $\mu\text{m}$  et 300  $\mu\text{m}$  [19], découpé de manière à créer des électrodes circulaires symétriques, selon un angle créant un mode de vibration du cristal perpendiculaire à l'épaisseur du cristal et dont l'amplitude est maximale à la surface (Figure 8). Cette déformation en cisaillement apparaît lorsqu'une tension est appliquée aux électrodes. Ce mode de propagation des ondes les rend très sensibles aux perturbations de surface, et ne dissipe que peu d'énergie, il est donc adéquat en milieu liquide. Ces capteurs sont utilisés historiquement avec pour couche d'adsorption des revêtements polymères.

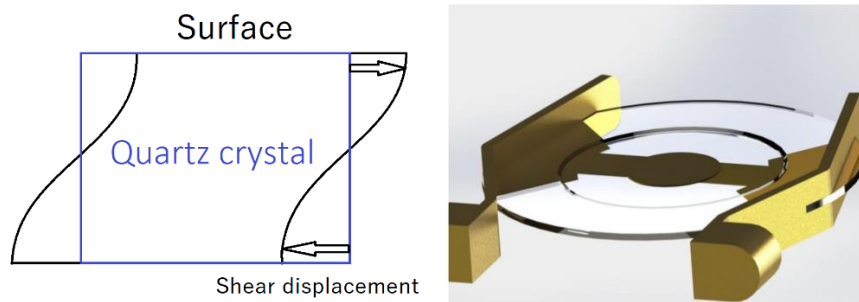


Figure 8 : principe de mouvement TSM et dispositif type [20].

Les QCM ont généralement une fréquence de résonance qui se situe entre 5 et 20 MHz et des dimensions d'environ 100 mm<sup>2</sup> [4]. La fréquence dépend de l'épaisseur de la couche piézo-électrique, rendre le QCM plus fin augmente son facteur de qualité et améliore sa conductivité électrique. Néanmoins, en deçà d'une certaine épaisseur, le dispositif devient trop fragile, il est donc difficile d'atteindre des fréquences élevées. A l'exception de dispositifs plus complexes, les HFF-QCM [21].

Les principaux avantages de ce capteur sont son coût de fabrication bas, son fonctionnement en milieu gaz comme liquide, et une faible dépendance aux variations de température.

Ses principaux inconvénients sont une sensibilité assez faible et une forte consommation électrique. La taille du dispositif est également trop importante pour les applications miniatures.

### 1.4.5 Résonateurs à Ondes Acoustiques de Masse à Couche Mince (FBAR)

Tout comme les QCM, les Résonateurs à Ondes Acoustiques de Masse à Couche Mince ou Film Bulk Acoustic Resonators (FBAR) font partie des capteurs BAW. Leur développement est plus récent dans le milieu des capteurs biochimiques. Le principe mécanique est similaire à celui des capteurs QCM mais pour des dimensions plus faibles. Ainsi la masse en mouvement réduite permet d'atteindre des fréquences plus élevées. Ils peuvent également fonctionner en milieu liquide comme en milieu gaz.

Un FBAR est constitué d'une fine couche de matériau piézo-électrique, isolée du substrat, prise en sandwich entre deux électrodes métalliques (Figure 9). L'application d'une tension alternative sur les électrodes va générer une onde stationnaire dont la fréquence dépendra de la géométrie de la couche piézo-électrique. Les dispositifs FBAR peuvent résonner selon un mode longitudinal, à fort amortissement et utilisé préférentiellement en phase gaz, ou selon un mode de cisaillement, à faible amortissement et donc plus adapté à un usage en milieu liquide. Le mode de résonance est lié à l'orientation du cristal.

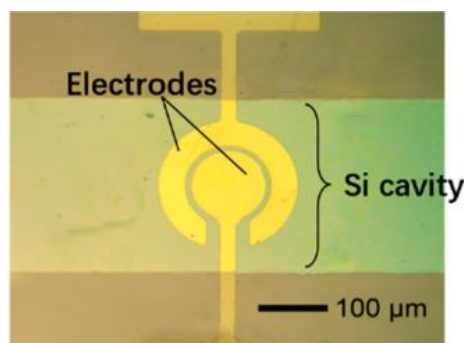


Figure 9 : Dispositif FBAR [22]

Des épaisseurs de couche piézo-électrique de l'ordre du micron voire en dessous permettent au capteur d'atteindre des fréquences de 100 MHz à 10 GHz, bien supérieures aux capteurs comparables, SAW et QCM. Cela permet d'obtenir une sensibilité beaucoup plus élevée, donc également une limite de détection plus faible.

Certaines méthodes de fabrication peuvent présenter un coût élevé, dû à des techniques précises et coûteuses comme la lithographie à faisceau d'électron. Néanmoins, ces capteurs se sont démocratisés à la suite d'un essor commercial dans les équipements de téléphonie mobile.

On trouve des remarques quant à une éventuelle influence négative des fréquences de vibration élevées du substrat qui supporterait une fonctionnalisation biochimique [23].

### 1.4.6 Cantilevers microélectroniques et Nano Electromécaniques (NEMS)

Les cantilevers sont des poutres encastrées à une extrémité dont l'autre extrémité est libre d'avoir un mouvement vertical d'oscillation (Figure 10).

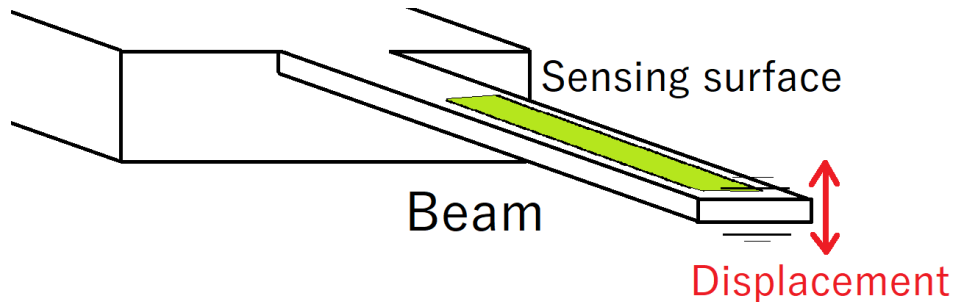


Figure 10 : Schéma d'un cantilever NEMS

Les dispositifs micrométriques peuvent être fabriqués par des bi-couches piézo-électriques [24] ou des poutres piézo-résistives [25]. Leur principe de mesure se base sur le suivi de la fréquence d'oscillation. Une grande variabilité dans les géométries est possible, on trouve un exemple de sensibilité de 0,03 Hz/ppmv au méthanol [24] pour une fréquence d'oscillation de 27 kHz, comme une sensibilité de 28 kHz/fg pour une fréquence d'oscillation de 450 MHz [26]. Des limites de détection de l'ordre du ppmv [27] et des temps de réponses de l'ordre de la seconde lors de l'exposition à un COV sont rapportés [28].

Les NEMS sont des oscillateurs de dimension inférieure à tous les autres systèmes mécaniques présentés ici. Ils possèdent une taille caractéristique de l'ordre du micron en longueur, et de la centaine de nanomètres en largeur et en épaisseur [29], [30], quand les systèmes micrométriques ont au maximum une seule dimension inférieure au micron. Ils peuvent résonner à des fréquences de 10 MHz à 1 GHz. Les systèmes NEMS sont extrêmement légers, ce qui leur permet de mesurer des masses jusqu'à l'attogramme ( $10^{-21}$  kg) [29], contre des limites de détection en masse absolue de l'ordre du picogramme ou du nanogramme pour des dispositifs micrométriques. Ils sont pertinents pour détecter des virus ou des molécules individuelles. Ils peuvent réaliser des mesures discrètes de molécules envoyées une après l'autre.

Leur fabrication peut être couteuse et complexe. Des techniques avancées sont généralement utilisées et il est nécessaire d'avoir recours à une couche sacrificielle lors de leur fabrication. La génération d'un signal important passe par l'allongement de la poutre, ce qui peut entraîner des problèmes de friction rendant inopérant les dispositifs [31].

La géométrie des cantilevers nécessite de réaliser des fonctionnalisations précises pour localiser le dépôt sur la poutre, sans détériorer ses propriétés mécaniques. Les dimensions classiques des  $\mu$ -cantilevers font qu'ils sont fonctionnalisables individuellement en phase liquide. Pour les dispositifs nanométriques, un dépôt liquide serait de taille supérieure au cantilever, il viendrait s'attacher et sécher de manière non uniforme entre le cantilever et le fond de la cavité, ce qui priverait la poutre de sa mobilité. Cela ne permet pas d'envisager des solutions ayant recours à une fonctionnalisation en phase liquide. Les NEMS peuvent être fonctionnalisés en phase gazeuse, ils possèdent alors tous la même fonctionnalisation.

Les dispositifs microélectroniques peuvent être disposés en matrice, et actionnés et lus électroniquement. Pour les NEMS, il est possible de lire l'information de manière optique ou opto-mécanique [32], néanmoins le banc d'expérimentation devient volumineux et l'utilisation se limite à des applications type spectrométrie de masse. Il est possible de lire le signal purement électriquement, notamment par des boucles d'asservissement en phase (voir 2.4.1.) Dans ce cas, une boucle électronique par élément suivi est nécessaire, rendant certaines méthodes de lectures comme les boucles auto-oscillantes peu pertinentes au vu des dimensions de l'électronique de lecture comparativement à celles des circuits NEMS [30].

Parmi les limites de ces capteurs, on peut citer leur forte sensibilité aux conditions environnementales comme la température et l'humidité [33], ou la dépendance de la sensibilité à la position du dépôt, donc de la fonctionnalisation, sur la poutre pour les concentrations très faibles.

### 1.4.7 Transducteur ultrasonique micro-usiné capacitif (CMUT)

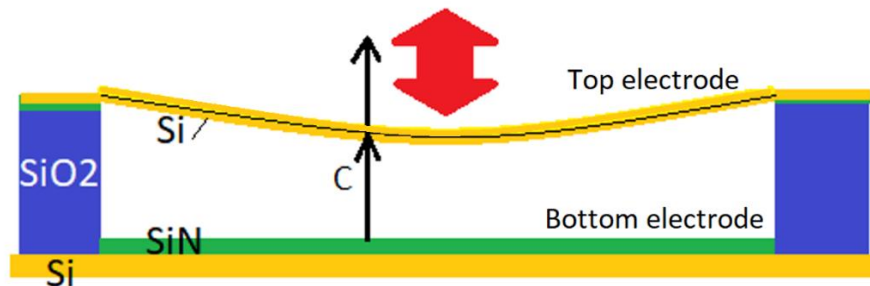


Figure 11 : Représentation schématique d'un CMUT vu en coupe

La technologie Capacitive Micromachined Ultrasonic Transducer (CMUT) repose sur le transducteur unitaire illustré par la Figure 11. Il est constitué d'une membrane suspendue au-dessus d'une cavité dont les bords sont ancrés à des piliers. La membrane et le fond de la cavité jouent le rôle d'électrodes ; lorsque celles-ci sont soumises à une tension alternative, l'effet capacitif entre ces deux plans va mettre en mouvement la membrane. Pour les CMUTs utilisés dans le domaine des capteurs de molécules, la mesure repose sur une mesure de fréquence. En particulier pour les mesures gravimétriques : la membrane possède une fréquence de résonance, dépendant de ses caractéristiques physiques, notamment sa masse. Un suivi de la fréquence de résonance peut contenir l'information d'un phénomène physique venu modifier ces caractéristiques, par exemple une masse additionnelle adsorbée en surface. La surface extérieure est plane et peut-être fonctionnalisée pour faire du CMUT un biocapteur.

Les membranes CMUT ont une épaisseur généralement de l'ordre du micron, pouvant aller de 100 nm [34] à 40  $\mu\text{m}$  [35] et des fréquences de résonances généralement de quelques dizaines de mégahertz, allant de 50 kHz [35] à 50 MHz [36], [37]. Les dimensions latérales sont corrélées aux fréquences de résonance et vont de 5  $\mu\text{m}$  à 4 mm. Aujourd'hui, plusieurs groupes de travail basent leurs travaux sur la reconnaissance de composés en milieu gazeux sur les CMUT. Pour ceux travaillant ayant publié plusieurs articles sur le sujet, on peut citer l'université de Caroline du Nord [38]–[42], Stanford [37], [43]–[45] ou l'Institut de Sciences et Technologies de Corée [46], [47].

Les spécificités du CMUT entrent en cohérence avec les objectifs poursuivis ici, c'est donc cette technologie qui sert de base aux travaux présentés dans ce document. Le CMUT est détaillé en partie 2 et ses avantages et inconvénients, en particulier vis-à-vis des autres technologies de capteurs gaz présentées dans cette revue, sont développés dans la sous-partie suivante.

## 1.4.8 Choix du CMUT vis-à-vis des autres technologies

Le CMUT est adapté à la conception d'un nez électronique et aux contraintes particulières des mesures en environnement naturel. Les limites des autres technologies présentées sont résumées dans le Tableau 1.

Technologie	Principale limite
SPRI	Miniaturisation des capteurs et du système électronique caméra/diode
MZI	Miniaturisation du système électronique caméra/laser, sensibilité inverse à la taille
SAW	Miniaturisation des capteurs
QCM	Miniaturisation des capteurs ; Sensibilité faible
FBAR	Maturité en détection de gaz
$\mu$ -cantilevers	Sensibilité aux conditions environnementales, fragilité mécanique
NEMS	Fonctionnalisation différenciée, utilisation avec des composés, fragilité mécanique
CMUT	<i>Bon compromis</i>

Tableau 1 : Résumé qualitatif des principales limites dans l'utilisation comme nez électronique pour les différentes technologies de capteur gaz.

En termes de performances, la limite de détection de composés volatils des CMUTs rapportée dans la littérature est de l'ordre du ppmv, comme la plupart des technologies présentées ici, détecteurs optiques ou certains SAW [48], et peut descendre pour certaines molécules jusqu'à 10 ppbv [37], quand les QCM peinent à détecter en deçà de 100 ppmv [48]. La consommation des CMUT est par ailleurs plus faible qu'un QCM.

La géométrie du CMUT est un grand avantage en termes de fonctionnalisation car la surface d'échange avec l'air d'intérêt est plane. Des méthodes rapides et peu coûteuses comme l'impression par projection de goutte peuvent être facilement mises en place. Cet avantage est partagé avec la plupart des SAW et BAW. Les capteurs sont bien plus difficiles à fonctionnaliser quand ils prennent la forme de guides d'ondes ou de cantilevers.

Le temps de réponse, c'est-à-dire la durée entre l'instant de contact du composé avec le capteur et l'instant où le signal atteint un seuil d'intensité significative, et le temps de rétablissement, c'est-à-dire la durée entre l'instant de fin d'injection du composé et le retour du signal à une valeur nulle, sont limités pour le CMUT à l'interaction chimique en surface. Les molécules peuvent prendre jusqu'à plusieurs minutes à atteindre une quantité maximale stable en surface mais la vitesse de lecture du CMUT est bien plus faible, de l'ordre du taux de rafraîchissement de l'électronique, potentiellement en kHz. Le CMUT est donc tout à fait adapté à une lecture en temps réel et donne une représentation des interactions en simultané des injections et des réactions chimiques. Les surfaces planes des CMUT montrent d'ailleurs un renouvellement rapide [37], et ne nécessitant pas obligatoirement de gaz particulier ou le chauffage des dispositifs.

La fabrication des CMUTs, selon les technologies développées en 2.2, utilise des technologies matures industriellement et proposées par des fondeurs. Le procédé de fabrication présente un rendement élevé. Pour ces raisons, le CMUT se démarque de technologies comme les chemiresistors en graphène ou en nanotubes de carbones [49].

La saturation de la réponse du CMUT arrive à des concentrations élevées, au-delà de la plage utile pour un nez électronique.

Le CMUT se distingue par ses possibilités de miniaturisation, à la fois de la partie capteur seule, mais aussi du système complet une fois la puce intégrée. En effet, l'actionnement ainsi que la lecture sont purement électroniques et peuvent se réaliser sur PCB ou ASIC avec une

source d'énergie faible [38], [40]. Cela le distingue des technologies nécessitant l'excitation par un laser ou la lecture par une caméra comme c'est le cas pour les MZI ou la SPRI. Une intégration au niveau wafer de ces composants est possible mais se ferait à un coût important, dont la pertinence serait à évaluer au vu des marchés visés ici.

Pour ce qui est de la partie capteur seule, un capteur individuel est composé de plusieurs membranes individuelles d'une taille de quelques microns. Si les capteurs actuels sont composés de milliers de membranes individuelles, il est envisageable de diviser ce nombre par 10 à 100 et obtenir des capteurs individuels de 100 microns de côté, contre plusieurs millimètres pour les SAW ou QCM par exemple. Nombre de technologies sont intrinsèquement limitées dans leur potentiel de réduire leurs dimensions, par exemple pour les MZI, la fibre optique doit avoir une longueur minimale afin d'obtenir un niveau suffisant d'absorbance, ou bien les SAW ont une empreinte importante lorsque leurs motifs sont répétés pour les disposer selon une matrice de capteurs. C'est par cette miniaturisation extrême que des objectifs inédits peuvent être envisagés, comme la prothèse intranasale, qui est l'objectif du projet européen ROSE, au sein duquel collaborent notamment le CEA-Leti et Aryballe.

## 2 CMUT

### 2.1 Historique et applications

Le premier CMUT décrit dans la littérature date de 1994 par Haller *et al* [50] [51] (Figure 12). Ils sont alors présentés comme une alternative aux transducteurs piézoélectriques. Dès cette première publication, ils montrent des performances comparables à l'existant piézoélectrique en perte acoustique et présentent déjà des avantages qui en feront des concurrents pertinents pour l'avenir, comme leur faible sensibilité à la température et une large bande passante. Le premier CMUT présenté résonne à 1.9 MHz et est fabriqué par la méthode de la couche sacrificielle.



Figure 1. Schematic of nitride membrane attracted to substrate by an electrostatic force.

Figure 12 : Premier CMUT de 1994 [50]

Les différences entre le CMUT et le PMUT (Piezoelectric Micromachined Ultrasonic Transducer), technologie antérieure au CMUT de 11 ans [52], sont, pour le CMUT, sa large bande passante, une taille inférieure donc des fréquences de fonctionnement plus élevées, certains procédés de fabrication simplifiés, et l'absence de couche d'adaptation d'impédance acoustique [53].

Le CMUT est une technologie qui peut être utilisée comme actionneur, ou en tant que capteur et cela dans des milieux liquides [54] comme dans des milieu gaz. Pour fonctionner en mode actionneur, la source d'énergie est une tension imposée au dispositif, qui met en mouvement résonant la membrane de manière à émettre une onde acoustique. En mode capteur, c'est lorsqu'un phénomène extérieur impacte la membrane, que le signal électrique lu aux bornes des électrodes est modifié et qualifie l'évènement.

En tant qu'actionneur il permet originellement de transmettre des signaux acoustiques [55], se basant alors sur les dispositifs les plus grands et les plus basses-fréquences présents dans la littérature [35], mais il offre également des possibilités d'actionnement mécanique [56]. En tant que capteur, après avoir été majoritairement utilisé pour de la détection acoustique [57], [58], on peut trouver des exemples d'usage comme capteur de pression [59] ou d'humidité [60].

L'exemple le plus représentatif du potentiel d'industrialisation du CMUT est le domaine de l'imagerie médicale, pour laquelle la technologie CMUT est aujourd'hui mature et commercialisée. Des premières preuves de concept de sondes échographiques sont réalisées au début des années 2000 [61], [62], puis des systèmes réalisant de l'imagerie intravasculaire.

Dans le domaine de la détection de gaz, des exemples de capteurs basés sur la mesure gravimétrique permise par les CMUTs existent dès 2007, détectant notamment des alcools [45], [63] puis des gaz d'intérêt militaire comme le diméthylmethylphosphonate (DMMP) [64] atteignant des limites de détection de l'ordre du ppbv pour ces composés particuliers [65]. La détection spécifique de gaz s'étend à des applications grand public comme la détection de CO<sub>2</sub> aux alentours de 100 ppm [66] et plus généralement de gaz à effet de serre [67], mais l'application de la technologie CMUT qui va concerner les travaux développés ici est son utilisation comme capteur non-spécifique, basé sur la lecture simultanée de plusieurs éléments, qui permet de réaliser des nez électroniques, dont le premiers exemple représentatif pourrait être celui présenté par Stanford en 2017 [43].

## 2.2 Description de l'objet physique et procédés de fabrication

Un CMUT est un transducteur micro-usiné dans du silicium. Il est constitué d'une fine membrane en silicium, ou en nitrure de silicium, qui jouera le rôle d'électrode supérieure, suspendue grâce à des piliers par rapport à un substrat en silicium qui joue le rôle d'électrode inférieure. Sous la membrane, se trouve donc une cavité, souvent scellée sous vide, et dont le fond est recouvert d'un isolant.

Pour la mécanique, en milieu gaz, la membrane mesure généralement quelques centaines de nanomètres d'épaisseur pour quelques microns à quelques dizaines de microns de côté. La cavité peut être scellée sous vide, le vide de la cavité créant alors une déflexion statique de la membrane vers le fond de la cavité. La cavité mesure généralement quelques centaines de nanomètres de hauteur (Figure 13).

D'un point de vue électrique, l'isolant empêche la membrane d'entrer en contact avec le substrat, ce qui provoquerait un court-circuit. Une tension alternative est appliquée entre les deux électrodes. A celle-ci s'ajoute une tension continue, dite de polarisation, de quelques dizaines de volts, ayant pour but de linéariser l'effet de la tension alternative sur la force électrostatique, permettant d'avoir une membrane qui oscille à la fréquence d'excitation. Cette tension continue engendre une déflexion statique supplémentaire de la membrane vers le fond de la cavité [68]. La tension de polarisation doit être inférieure à une tension dite de « pull-in » à laquelle la membrane est plaquée au fond de la cavité, empêchant tout mouvement oscillant. Le pull-in est réversible sitôt que la tension repasse en dessous d'un seuil, le « pull-out ».

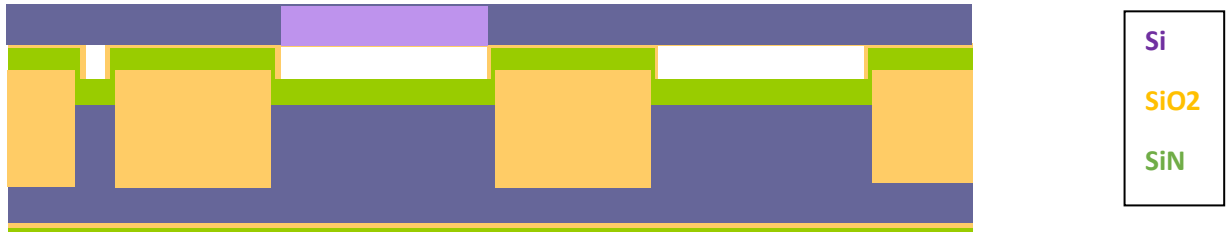


Figure 13 : Schéma représentant en coupe la membrane CMUT élémentaire (violette) suspendue au sein d'une portion du wafer complet, dimensions relatives non respectées.

## 2.2.1 Procédé par libération sacrificielle

Historiquement, la première méthode utilisée pour la fabrication de CMUTs est la libération sacrificielle (Figure 14). Elle consiste en l'utilisation d'un matériau temporaire, destiné à être ensuite éliminé par gravure. Ce matériau sert de support momentané à la membrane suspendue, puis sa gravure crée la cavité qui permet le mouvement vertical de la membrane. Les trous qui permettent la gravure sont ensuite rebouchés et cela peut se réaliser tout en scellant la cavité sous vide.

L'utilisation de cette méthode nécessite d'utiliser uniquement des étapes de fabrications qui ne détérioreront pas les membranes, qui sont des microstructures suspendues fines et fragiles, après la libération de celles-ci. Cette méthode est moins coûteuse que celle du report de wafer présentée plus loin, et nécessite des températures maximales moins élevées. En revanche, l'étape de gravure engendre une uniformité plus faible entre les différents dispositifs, notamment au niveau de la hauteur de la cavité et de l'épaisseur de la membrane.

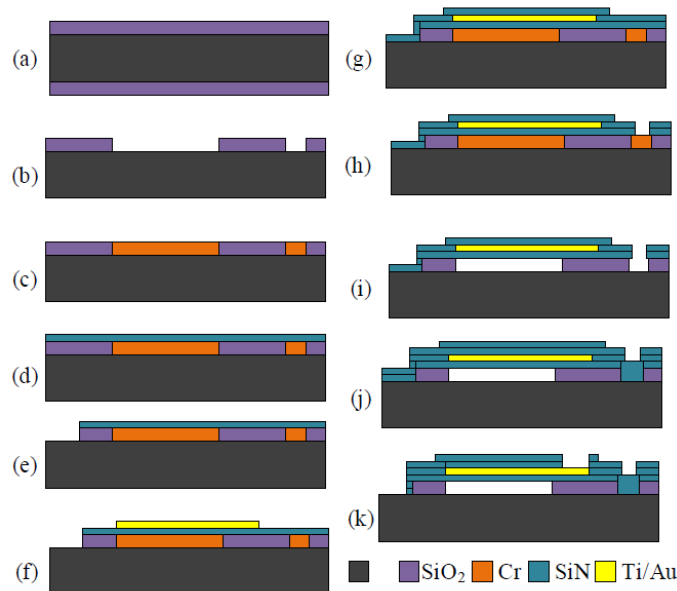


Figure 14 : Procédé typique de fabrication CMUT par couche sacrificielle : (a) oxydation thermique, (b) formation des cavités, (c) dépôt de la couche sacrificielle (Cr), (d) formation de la membrane par dépôt de nitrure de silicium, (e) ouverture de l'électrode masse, (f) formation de l'électrode supérieure, (g) passivation SiN, (h) formation des trous de gravure, (i) gravure de la couche sacrificielle, (j) fermeture des trous de gravure avec SiN, (k) mise à nu électrodes. [69]



## 2.2.2 Procédé par report de wafer

La méthode de fabrication la plus utilisée aujourd'hui est celle du report de wafer (Figure 15). Elle consiste en l'utilisation de deux wafers : un premier dans lequel est gravé la cavité par lithographie, et un wafer silicon-on-insulator (SOI) qui est reporté sur le wafer micro-usiné, pour former les membranes suspendues. Le SOI présente l'avantage d'être composé de silicium monocristallin très homogène. La liaison entre les wafers est assurée par collage et recuit haute température, typiquement à plus de 1000°C.

Cette méthode a pour avantage de créer des dispositifs très uniformes, en particulier pour l'épaisseur de la membrane, qui est imposée par la couche SOI reportée. Cependant, il est plus coûteux de réaliser le report de wafer car cette technique nécessite un SOI en plus du wafer micro-usiné. De plus, le report est très sensible aux conditions d'environnement et nécessite une rugosité très faible et une préparation de surface dédiée. C'est cette méthode de fabrication qui a été choisie pour les travaux présentés dans ce document. Une description détaillée des différents procédés utilisés est faite dans le chapitre 2 - Procédé.

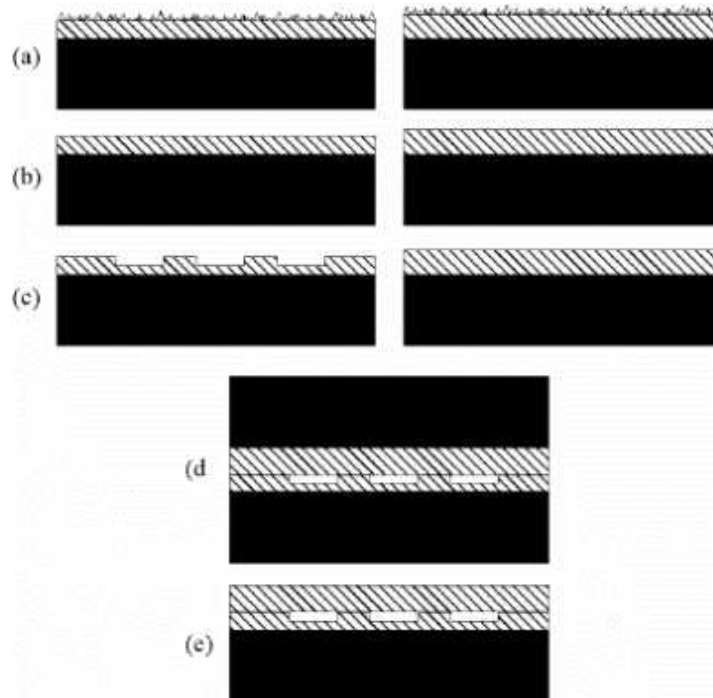


Figure 15 : Procédé typique de fabrication CMUT par report de wafer : (a) wafer cavités à l'état initial, (b) polissage des surfaces, (c) gravure des cavités, (d) report de wafer pour former la membrane, (e) gravure du wafer membrane [70]

## 2.3 D'une membrane CMUT élémentaire à une puce dédiée au nez électronique

### 2.3.1 Mesure gravimétrique par un CMUT unitaire

Le CMUT permet de réaliser des mesures gravimétriques. La membrane est mise en mouvement par un actionnement électrique et le mouvement dépend des caractéristiques mécaniques de la membrane suspendue. En particulier, il existe une fréquence de résonance dont la valeur peut être reliée à la masse en mouvement. Ainsi en connaissant la fréquence de résonance à tout instant, il est possible de détecter une variation de masse de la membrane, c'est-à-dire l'adsorption ou la désorption de molécules en surface (Figure 16). C'est le rôle de l'électronique, décrite en 2.4. : actionner la membrane et connaître en temps réel la fréquence de résonance.

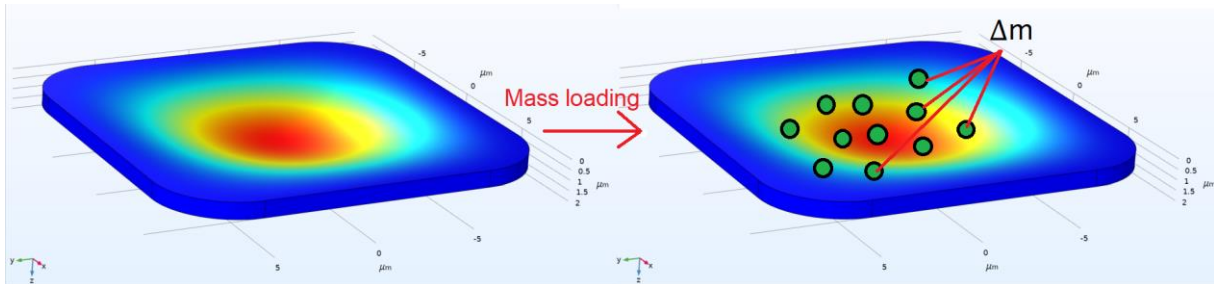


Figure 16 : Masse additionnelle ( $\Delta m$ ) causée par l'adsorption d'un grand nombre de molécules et induisant une variation de fréquence

Dans le cas d'une mesure gravimétrique, la grandeur mesurée est la fréquence d'oscillation de la membrane, et la mesurande est la masse additionnelle adsorbée sur la membrane (Figure 17). On fait l'hypothèse pour les masses additionnelles qu'elles sont réparties uniformément sur la surface de la membrane. Nous vérifierons cette hypothèse dans le chapitre 4.

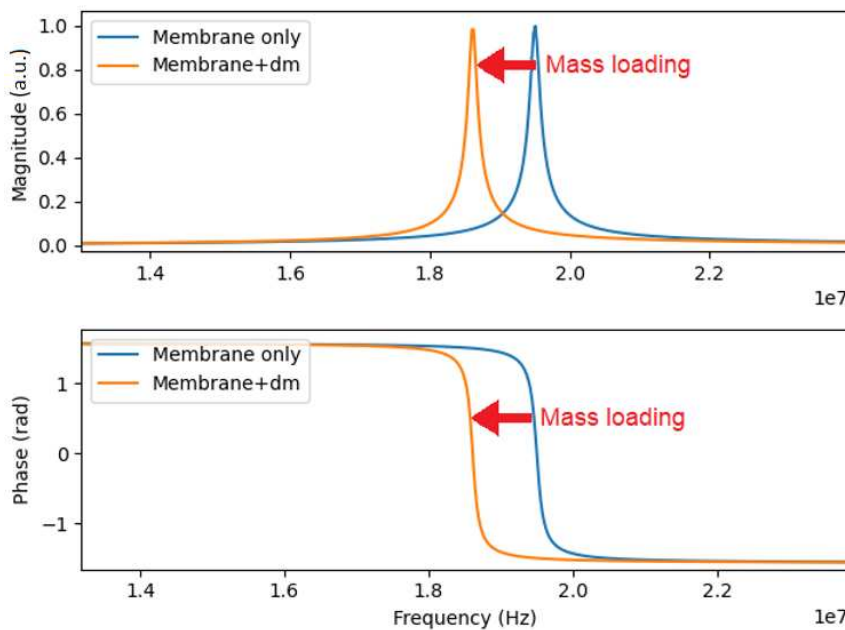


Figure 17 : Simulation de la réponse fréquentielle d'un CMUT suite à une petite masse additionnelle ( $dm$ ). : diminution de la fréquence de résonance.

La construction d'une puce pour nez électronique se base sur deux niveaux de matricage à partir d'une membrane CMUT élémentaire (1) puis d'un élément, lui-même réseau de membranes (A). Ces deux niveaux ont une fonction fondamentalement différente et doivent être distingués. Le premier niveau (Figure 18-1) correspond à une redondance physique de membranes CMUT élémentaires identiques, mises en parallèles, avec leurs électrodes mises en commun, pour générer un signal important détectable par l'électronique. Le second niveau

(Figure 18-2) correspond à la création d'une matrice d'éléments, tous mécaniquement identiques en fin de fabrication, mais destinés à être différenciés de manière chimique pour former une puce répondant aux attentes. Chacun de ces éléments devra être lu indépendamment.

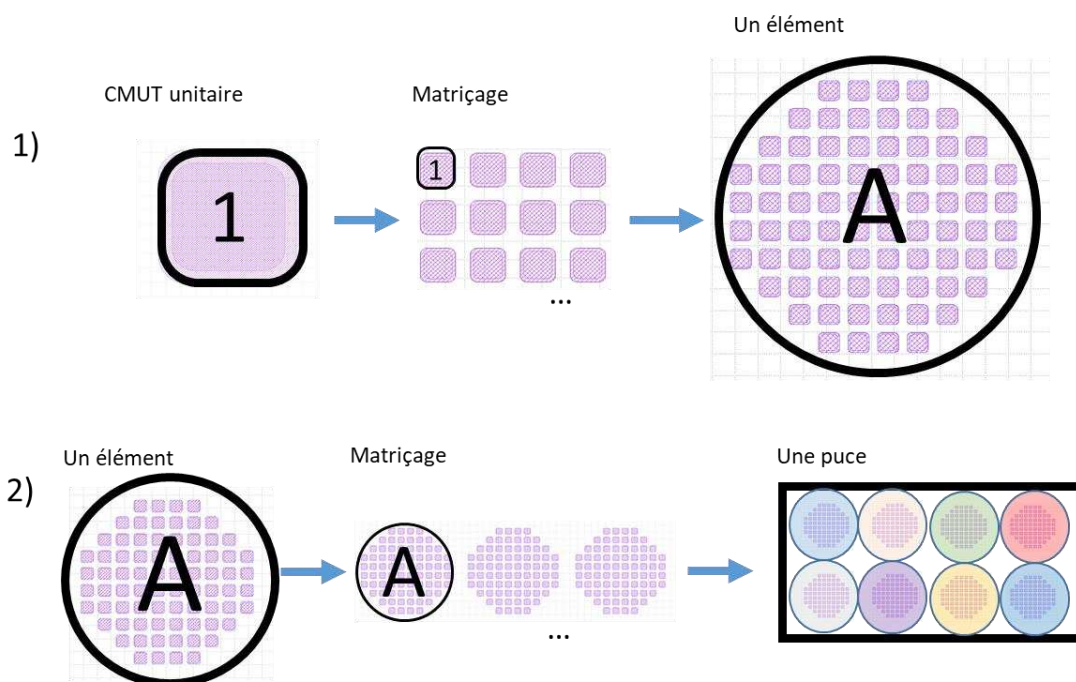


Figure 18 : Deux étapes de matriçage

- 1) Un élément composé de 76 membranes CMUT élémentaires identiques
- 2) Une puce comportant 8 éléments fonctionnalisés chimiquement différemment

### 2.3.2 Un élément : une matrice de membranes identiques

Une membrane CMUT individuelle génère un signal électrique faible qu'il est difficile de détecter par l'électronique. Il est donc nécessaire d'augmenter le signal généré par les membranes. Afin de répondre à cet enjeu, il est possible de paralléliser un grand nombre de membranes individuelles pour former une matrice, en les reliant entre elles par la mise en commun de leurs électrodes. La réponse totale ainsi obtenue présente un signal suffisant pour être lu tout en étant le reflet du signal d'intérêt : la variation moyenne de fréquence de résonance. Toutefois, les membranes élémentaires présentent une certaine dispersion technologique, ce qui entraîne un facteur de qualité plus faible pour l'élément que pour une membrane élémentaire. Une modélisation des effets de la parallélisation se trouve dans le chapitre 2.

### 2.3.3 Une puce : une matrice d'éléments différents

Comme expliqué en introduction, la génération d'une signature olfactive, qui prend la forme d'un vecteur multidimensionnel, est basée sur la multiplicité des capteurs, la réponse de chaque capteur étant une dimension de la signature (Figure 4). La matrice de membranes

identiques, appelée « élément » joue le rôle du capteur unitaire. Une puce servant de base au nez électronique est composée de plusieurs éléments (Figure 19).

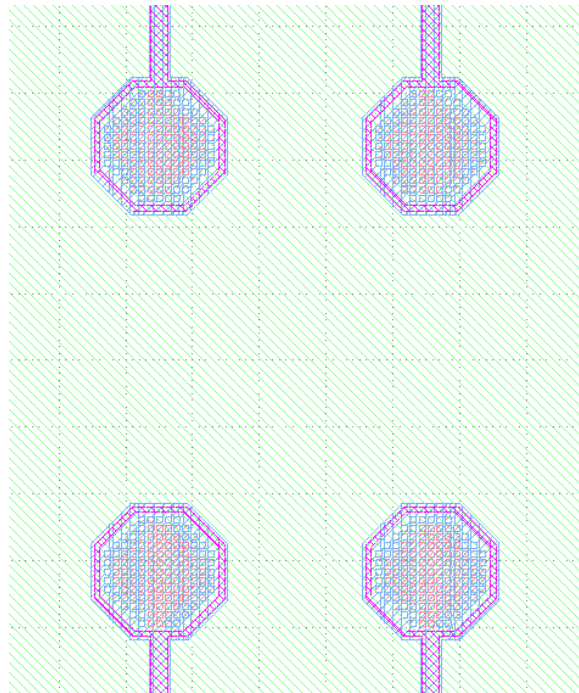


Figure 19 : Juxtaposition de plusieurs éléments sur une même puce. Ici 4 éléments de 138 membranes chacun.

Dans un premier temps, cette puce sera fabriquée de manière à être composée du nombre d'éléments choisi, tous intrinsèquement identiques dans la mesure permise par le procédé. Ensuite, l'enjeu est de transformer ces éléments en capteurs chimiques aux affinités différentes pour différents COVs.

C'est le rôle que remplit la fonctionnalisation chimique, les éléments doivent donc être adaptés à la méthode de dépôt de couche d'interaction chimique choisie. Cela impactera les matériaux utilisés, et la géométrie d'un capteur comme de la puce. Sont développés dans le chapitre 2 : le procédé et les matériaux choisis en partie 1. et le layout précis en partie 3. Les méthodes et stratégies de fonctionnalisation utilisées sont décrites dans le chapitre 3, partie 3.

## 2.4 Electronique d'actionnement et de lecture dans la littérature

Le CMUT est un transducteur dont l'excitation et la lecture sont électroniques. Pour construire un nez électronique complet il est nécessaire d'intégrer une partie électronique capable de remplir ces deux rôles.

Le but de l'électronique est d'exciter la membrane de manière à la mettre en mouvement, ainsi que de suivre en continu la fréquence de résonance de la membrane. Par l'ajout d'une tension continue qui linéarise le comportement de la membrane, la fréquence de résonance est la même que celle de la tension alternative d'excitation, cela signifie que la fréquence envoyée est la même que celle que l'on cherche à lire. Cela permet d'ajuster l'excitation en temps réel pour toujours la situer à la fréquence de résonance du CMUT. La littérature présente les méthodes suivantes.

### 2.4.1 Boucle d'asservissement en phase (PLL)

Le principe des circuits « phased-locked loop » est un asservissement en phase. L'architecture est composée d'un oscillateur pouvant générer des fréquences variables en fonction de la consigne, d'un comparateur qui mesure le signal envoyé et celui correspondant au comportement du CMUT, et d'une boucle de rétroaction permettant de faire correspondre l'excitation à la fréquence de résonance lue (Figure 20).

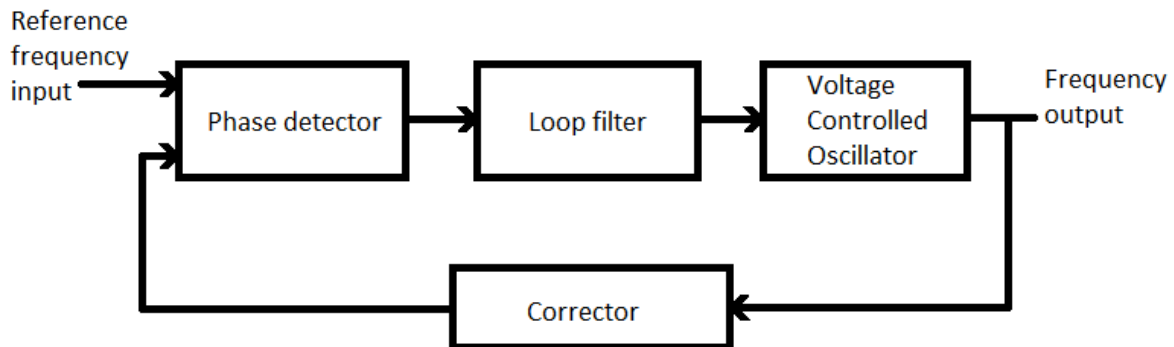


Figure 20 : Schéma de principe d'une PLL, inspiré de [71]

On trouve des PLL utilisées pour lire des MEMS capacitifs [72]–[74], comme le CMUT étudié ici. Parmi les capteurs de gaz, on peut trouver des PLL utilisées par exemple pour lire des NEMS [30] ou des CMUTs [34], [39], [75].

### 2.4.2 Boucles auto-oscillantes

Le principe de l'auto-oscillation est de générer un signal à une fréquence qui n'est pas commandée par une consigne extérieure, mais dépendant du système que l'oscillateur met en mouvement. L'auto-oscillation survient par rétroaction positive, comme un amortissement négatif. En électronique, on appelle un circuit à boucle auto-oscillante un circuit qui génère un signal périodique à partir d'une l'alimentation constante. On peut citer comme exemple simple l'oscillateur de Wien, composé d'un amplificateur non inverseur et d'un passe bande, formant un système instable, qui génère les oscillations à partir des bruits des composants électroniques. Ce bruit est amplifié, puis possède une fréquence qui lui permet d'échapper au filtre, avant d'être à nouveau au début du cycle par rétroaction, créant un signal périodique s'amplifiant dans la limite de la tension d'alimentation aux fréquences échappant au filtre.

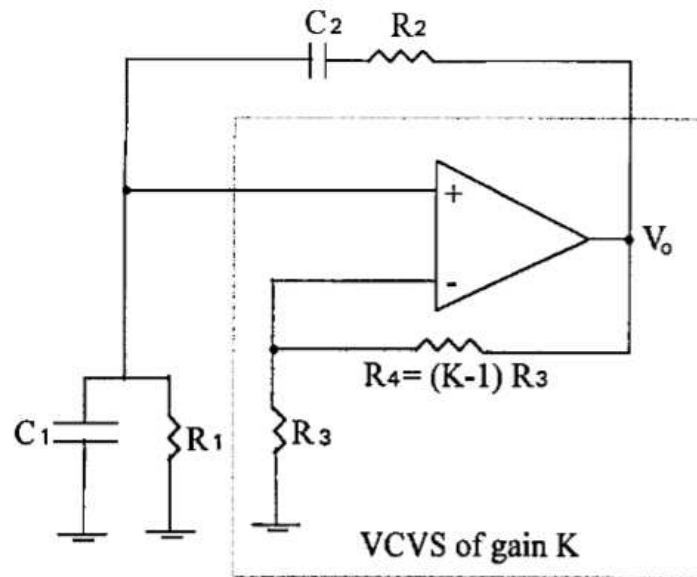


Figure 21 : Schéma électrique d'un oscillateur de Wien [76]

Pour connaître la fréquence d'oscillation du circuit, il faut le brancher à un compteur de fréquence.

C'est cette méthode qui est utilisée dans les systèmes développés dans plusieurs nez électroniques basés sur du CMUT. [38], [42], [47], [77], [78]. On peut noter dans la littérature une tendance à actionner et lire chaque élément successivement, à l'aide de tensions de polarisation variables. Cette méthode diminue l'échantillonnage des mesures lorsque le nombre d'éléments augmente.

### 3 Objectifs et axes de différenciation

Cette thèse présente la réalisation d'un système créant dans son ensemble un nez électronique, avec pour technologie de capteurs les CMUTs. L'ambition est de démontrer une preuve de concept pour proposer une solution qui soit industrialisable, miniaturisable, pratique d'utilisation pour être commercialement viable, et présentant des performances à l'état de l'art de la littérature scientifique sur les nez électroniques. Les recherches médicales qui pourraient s'appuyer sur de tels travaux sur les nez électroniques, comme des solutions médicales pour aider des patients souffrant d'anosmie (projet ROSE au CEA-Leti, prothèse olfactive intégrée dans la narine d'un patient anosmique) se baseront sur un système miniature, fiable et performant en temps réel dans des conditions usuelles d'environnement humain. C'est pourquoi ces travaux répondent aux contraintes spécifiques que sont la miniaturisation de l'appareil, une intégration électronique, et une expérimentation en air humide, donnant la priorité à la conception d'un système utile sur la recherche de performance en laboratoire.

Des articles scientifiques, provenant notamment des groupes de recherche de Stanford, de North Carolina University ou de Korea Advanced Institute of Science and Technology, ont déjà réalisé des preuves de concept de nez électroniques [37]–[47] et présenté des résultats montrant la capacité de leur appareil à différencier plusieurs composés lors de mesures répétées. A titre d'exemple de résultat de nez électronique, la Figure 22 est une représentation 2D maximisant les différences entre les mesures effectuées pour différents composés. On y voit une séparation des composés [46].

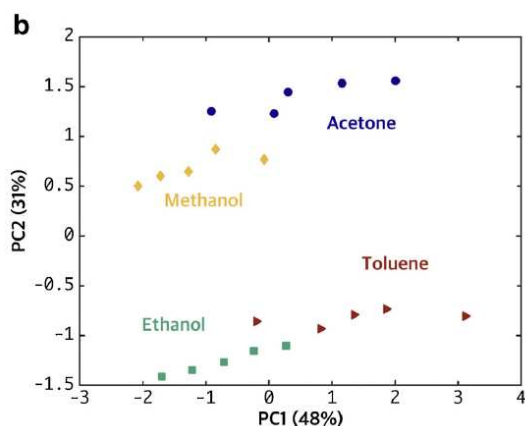


Figure 22 : Analyse en composantes principales 2D représentant la réponse d'une puce à 4 capteurs lors de passages successifs de 4 COVs [46].

Les technologies de fabrication de CMUT au CEA ont montré la possibilité d'utiliser des membranes plus fines, donc plus légères que l'ensemble des travaux présents dans la littérature sur la détection de gaz par CMUT, donnant des possibilités de performances supérieures.

Enfin ce travail se base sur l'expertise d'Aryballe en chimie, en analyse de gaz ainsi qu'en traitement de données [79], [80]. C'est un gage de performance pour les signatures olfactives et les déductions qui en découlent à technologie équivalente. De plus la fonctionnalisation est particulière puisque le procédé de mesure est basé sur l'adsorption des COV sur une monocouche 2D de peptides, contrairement à la majeure partie des travaux de la littérature scientifique qui utilisent l'absorption au sein d'une épaisseur de dépôt polymère, qui nécessite un temps de migration à travers le volume. Les détails de la fonctionnalisation utilisée seront développés dans le chapitre 3, partie 3. L'idée clé est que la détection par interaction peptidique pourrait permettre des temps de réponse de l'ordre de la seconde [80].

L'objectif de réalisation pour ces travaux est de mettre au point un système complet, capable de générer une signature olfactive, propre à un composé, lorsqu'il est exposé à celui-ci. Cette signature doit le distinguer des autres composés et être répétable. La partie capteur doit être composée d'une puce comportant au moins 4 éléments, présentant des comportements chimiques différents grâce à 4 fonctionnalisations peptidiques. Une partie électronique doit actionner les CMUTs ainsi que lire les fréquences de résonance des éléments en temps réel. Une partie fluide aura pour rôle l'injection d'un COV connu au préalable. Elle devra comporter des capteurs en ligne pour quantifier le flux au plus proche des capteurs lors d'une première phase essentielle de caractérisation.

Au niveau des performances, le système doit permettre de détecter le passage d'un COV dans des conditions ambiantes réalistes de pression, température et concentration du composé. L'électronique doit donc présenter un bruit permettant des limites de détection du passage d'un composé du même ordre que les capteurs existants. La lecture doit fournir des données avec un échantillonnage supérieur au Hertz, pour rendre compte de la cinétique chimique en surface.

# Bibliographie

- [1] T. C. Pearce, « Computational parallels between the biological olfactory pathway and its analogue 'The Electronic Nose': », *Biosystems*, vol. 41, n° 1, p. 43-67, janv. 1997, doi: 10.1016/S0303-2647(96)01661-9.
- [2] « Prix Nobel de Médecine 2004 : Richard Axel et Linda B. Buck », *Erudit*, 5 janvier 2005. <https://www.erudit.org/fr/revues/ms/2004-v20-n11-ms836/009708ar/>
- [3] G. Sicard et A. Holley, « Receptor cell responses to odorants: Similarities and differences among odorants », *Brain Res.*, vol. 292, n° 2, p. 283-296, févr. 1984, doi: 10.1016/0006-8993(84)90764-9.
- [4] C. K. McGinn, Z. A. Lamport, et I. Kymissis, « Review of Gravimetric Sensing of Volatile Organic Compounds », *ACS Sens.*, vol. 5, n° 6, p. 1514-1534, juin 2020, doi: 10.1021/acssensors.0c00333.
- [5] J. Arcamone *et al.*, « VLSI silicon multi-gas analyzer coupling gas chromatography and NEMS detectors », in *IEDM - 2011 IEEE International Electron Devices Meeting*, Washington DC, United States, déc. 2011, p. 669-672. [En ligne]. Disponible sur: <https://hal-cea.archives-ouvertes.fr/cea-03323275>
- [6] K. Persaud et G. Dodd, « Analysis of discrimination mechanisms in the mammalian olfactory system using a model nose », *Nature*, vol. 299, n° 5881, p. 352-355, sept. 1982, doi: 10.1038/299352a0.
- [7] M. Falcy et S. Malard, « Comparaison des seuils olfactifs de substances chimiques avec des indicateurs de sécurité utilisés en milieu professionnel ». INRS, 2005.
- [8] M. Hijazi, M. Rieu, V. Stambouli, G. Tournier, J.-P. Viricelle, et C. Pijolat, « Ambient temperature selective ammonia gas sensor based on SnO<sub>2</sub>-APTES modifications », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 256, p. 440-447, mars 2018, doi: 10.1016/j.snb.2017.10.036.
- [9] C. Herrier *et al.*, « Imaging a smell: from plasmonic-based device to an array of Mach-Zehnder interferometers », in *Biophotonics in Point-of-Care II*, Strasbourg, France, juin 2022, p. 9. doi: 10.1117/12.2622141.
- [10] F. B. Kamal Eddin et Y. W. Fen, « The Principle of Nanomaterials Based Surface Plasmon Resonance Biosensors and Its Potential for Dopamine Detection », *Molecules*, vol. 25, n° 12, p. 2769, juin 2020, doi: 10.3390/molecules25122769.
- [11] S. Slimani, E. Bultel, T. Cubizolle, C. Herrier, T. Rousselle, et T. Livache, « Opto-Electronic Nose Coupled to a Silicon Micro Pre-Concentrator Device for Selective Sensing of Flavored Waters », *Chemosensors*, vol. 8, n° 3, p. 60, juill. 2020, doi: 10.3390/chemosensors8030060.
- [12] D. Yuan, Y. Dong, Y. Liu, et T. Li, « Mach-Zehnder Interferometer Biochemical Sensor Based on Silicon-on-Insulator Rib Waveguide with Large Cross Section », *Sensors*, vol. 15, n° 9, p. 21500-21517, août 2015, doi: 10.3390/s150921500.
- [13] L. Laplatine *et al.*, « Silicon photonic olfactory sensor based on an array of 64 biofunctionalized Mach-Zehnder interferometers », *Opt. Express*, vol. 30, n° 19, p. 33955, sept. 2022, doi: 10.1364/OE.461858.
- [14] R. M. White, « Surface Acoustic Wave Sensors », in *IEEE 1985 Ultrasonics Symposium*, San Francisco, CA, USA, 1985, p. 490-494. doi: 10.1109/ULTSYM.1985.198558.
- [15] C. G. Fox et J. F. Alder, « Surface acoustic wave sensors for atmospheric gas monitoring. A review », *The Analyst*, vol. 114, n° 9, p. 997, 1989, doi: 10.1039/an9891400997.
- [16] W. P. Jakubik, « Surface acoustic wave-based gas sensors », *Thin Solid Films*, vol. 520, n° 3, p. 986-993, nov. 2011, doi: 10.1016/j.tsf.2011.04.174.
- [17] P. Kirsch, M. B. Assouar, O. Elmazria, V. Mortet, et P. Alnot, « 5GHz surface acoustic wave devices based on aluminum nitride/diamond layered structure realized using electron beam lithography », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 88, n° 22, p. 223504, mai 2006, doi: 10.1063/1.2208372.



- [18] J. G. Rodríguez-Madrid, G. F. Iriarte, O. A. Williams, et F. Calle, « High precision pressure sensors based on SAW devices in the GHz range », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 189, p. 364-369, janv. 2013, doi: 10.1016/j.sna.2012.09.012.
- [19] P. Wang, J. Su, C.-F. Su, W. Dai, G. Cernigliaro, et H. Sun, « An ultrasensitive quartz crystal microbalance-micropillars based sensor for humidity detection », *J. Appl. Phys.*, vol. 115, n° 22, p. 224501, juin 2014, doi: 10.1063/1.4880316.
- [20] A. Wessels, B. Klöckner, C. Siering, et S. Waldvogel, « Practical Strategies for Stable Operation of HFF-QCM in Continuous Air Flow », *Sensors*, vol. 13, n° 9, p. 12012-12029, sept. 2013, doi: 10.3390/s130912012.
- [21] B. P. Sagmeister, I. M. Graz, R. Schwödiauer, H. Gruber, et S. Bauer, « User-friendly, miniature biosensor flow cell for fragile high fundamental frequency quartz crystal resonators », *Biosens. Bioelectron.*, vol. 24, n° 8, p. 2643-2648, avr. 2009, doi: 10.1016/j.bios.2009.01.023.
- [22] D. Chen, Z. Zhang, J. Ma, et W. Wang, « ZnO Film Bulk Acoustic Resonator for the Kinetics Study of Human Blood Coagulation », *Sensors*, vol. 17, n° 5, p. 1015, mai 2017, doi: 10.3390/s17051015.
- [23] Y. Zhang, J. Luo, A. J. Flewitt, Z. Cai, et X. Zhao, « Film bulk acoustic resonators (FBARs) as biosensors: A review », *Biosens. Bioelectron.*, vol. 116, p. 1-15, sept. 2018, doi: 10.1016/j.bios.2018.05.028.
- [24] S. Shin, J.-K. Paik, N.-E. Lee, J.-S. Park, H.-D. Park, et J. Lee, « Gas Sensor Application of Piezoelectric Cantilever Nanobalance; Electrical Signal Read-Out », *Ferroelectrics*, vol. 328, n° 1, p. 59-65, nov. 2005, doi: 10.1080/00150190500311060.
- [25] Y. Dong, W. Gao, et Z. You, « Trace Gas Sensor Based on MEMS Cantilever Resonator », *Adv. Mater. Res.*, vol. 383-390, p. 3115-3120, nov. 2011, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.383-390.3115.
- [26] C. Zuniga, M. Rinaldi, S. M. Khamis, A. T. Johnson, et G. Piazza, « Nanoenabled microelectromechanical sensor for volatile organic chemical detection », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 94, n° 22, p. 223122, juin 2009, doi: 10.1063/1.3151919.
- [27] S. B. Truax *et al.*, « Mass-Sensitive Detection of Gas-Phase Volatile Organics Using Disk Microresonators », *Anal. Chem.*, vol. 83, n° 9, p. 3305-3311, mai 2011, doi: 10.1021/ac1029902.
- [28] C. Steffens, F. L. Leite, A. Manzoli, R. D. Sandoval, O. Fatibello, et P. S. P. Herrmann, « Microcantilever Sensors Coated with a Sensitive Polyaniline Layer for Detecting Volatile Organic Compounds », *J. Nanosci. Nanotechnol.*, vol. 14, n° 9, p. 6718-6722, sept. 2014, doi: 10.1166/jnn.2014.9348.
- [29] N. Delorme *et al.*, « A NEMS-Array Control IC for Subattogram Mass Sensing Applications in 28 nm CMOS Technology », *IEEE J. Solid-State Circuits*, vol. 51, n° 1, p. 249-258, janv. 2016, doi: 10.1109/JSSC.2015.2492782.
- [30] G. Billiot *et al.*, « 1024 3D-Stacked Monolithic NEMS Array with  $375\mu\text{m}^2$  0.5mW 0.28ppm Frequency Deviation Pixel-level Readout for Zeptogram Gravimetric Sensing », in *2022 IEEE International Solid- State Circuits Conference (ISSCC)*, San Francisco, CA, USA, févr. 2022, p. 1-3. doi: 10.1109/ISSCC42614.2022.9731729.
- [31] P. S. Waggoner et H. G. Craighead, « Micro- and nanomechanical sensors for environmental, chemical, and biological detection », *Lab. Chip*, vol. 7, n° 10, p. 1238, 2007, doi: 10.1039/b707401h.
- [32] M. Sansa *et al.*, « Optomechanical mass spectrometry », *Nat. Commun.*, vol. 11, n° 1, p. 3781, déc. 2020, doi: 10.1038/s41467-020-17592-9.
- [33] S. Vasagiri, R. K. Burra, J. Vankara, et M. S. P. Kumar Patnaik, « A survey of MEMS cantilever applications in determining volatile organic compounds », *AIP Adv.*, vol. 12, n° 3, p. 030701, mars 2022, doi: 10.1063/5.0075034.
- [34] M. J. G. Mølgaard, M. Laustsen, M. H. Jakobsen, T. L. Andresen, et E. V. Thomsen, « Combined colorimetric and gravimetric CMUT sensor for detection of benzyl methyl ketone », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 275, p. 483-489, déc. 2018, doi: 10.1016/j.snb.2018.07.136.

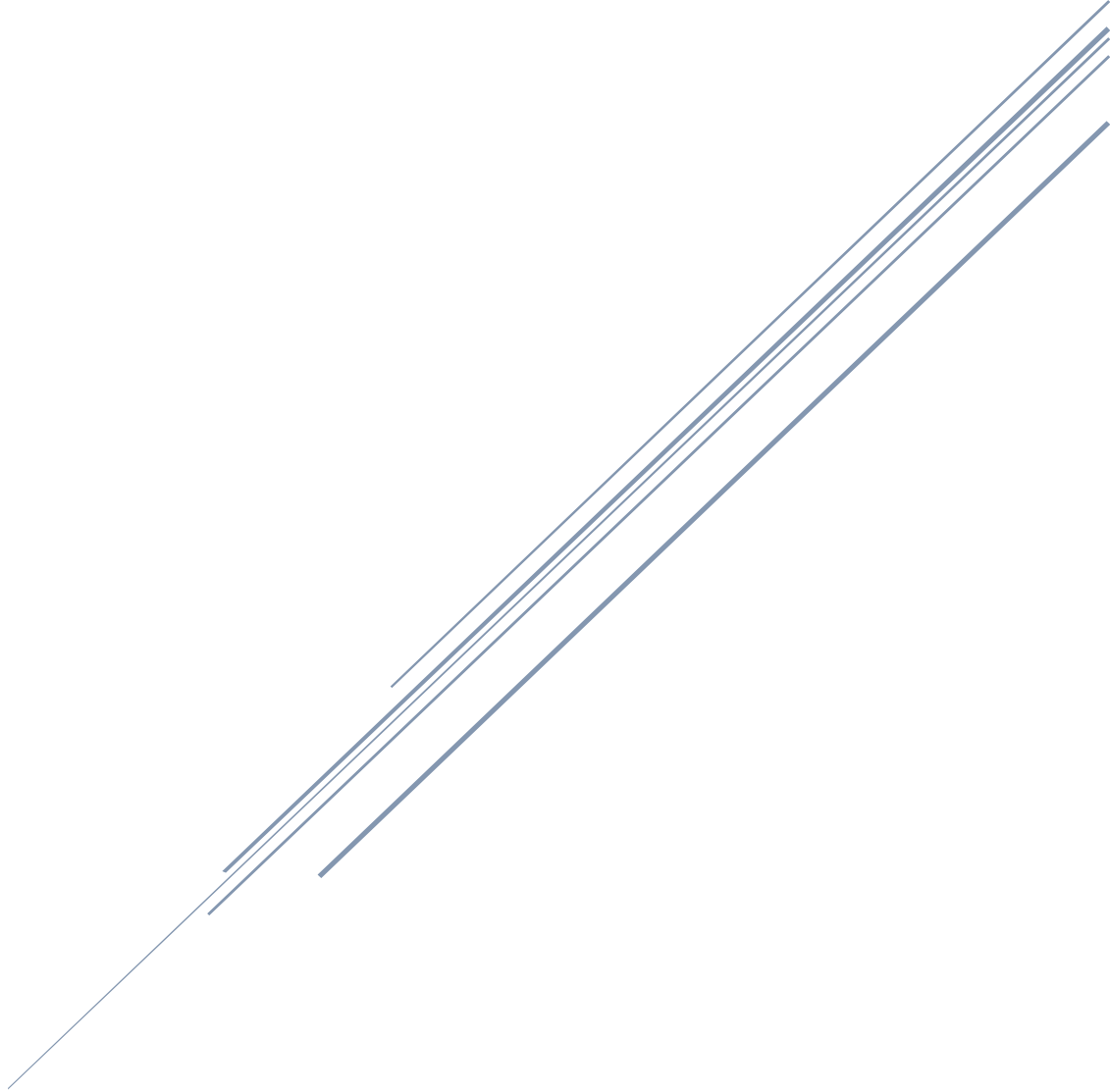
- [35] I. O. Wygant *et al.*, « 50 kHz capacitive micromachined ultrasonic transducers for generation of highly directional sound with parametric arrays », *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 56, n° 1, p. 193-203, janv. 2009, doi: 10.1109/TUFFC.2009.1019.
- [36] O. Oralkan, S. T. Hansen, B. Bayram, G. G. Yaralglu, A. S. Ergun, et B. T. Khuri-Yakub, « High-frequency CMUT arrays for high-resolution medical imaging », in *IEEE Ultrasonics Symposium, 2004*, Montreal, Canada, 2004, vol. 1, p. 399-402. doi: 10.1109/ULTSYM.2004.1417747.
- [37] H. J. Lee, K. K. Park, M. Kupnik, O. Oralkan, et B. T. Khuri-Yakub, « Highly Sensitive Detection of DMMP Using a CMUT-based Chemical Sensor », in *2010 IEEE SENSORS*, 345 E 47TH ST, NEW YORK, NY 10017 USA, 2010, p. 2122-2126. doi: 10.1109/ICSENS.2010.5690493.
- [38] C. Seok, M. M. Mahmud, O. Adelegan, X. Zhang, et O. Oralkan, « A Battery-Operated Wireless Multichannel Gas Sensor System Based on a Capacitive Micromachined Ultrasonic Transducer (CMUT) Array », in *2016 IEEE SENSORS*, 345 E 47TH ST, NEW YORK, NY 10017 USA, 2016.
- [39] C. Seok, M. M. Mahmud, M. Kumar, O. J. Adelegan, F. Y. Yamaner, et O. Oralkan, « A Low-Power Wireless Multichannel Gas Sensing System Based on a Capacitive Micromachined Ultrasonic Transducer (CMUT) Array », *IEEE Internet Things J.*, vol. 6, n° 1, p. 831-843, févr. 2019, doi: 10.1109/JIOT.2018.2861330.
- [40] M. M. Mahmud, N. Constantino, C. Seok, F. Y. Yamaner, R. A. Dean, et O. Oralkan, « A CMUT - Based Electronic Nose for Real- Time Monitoring of Volatiles Emitted by Plants: Preliminary Results », oct. 2018, p. 1-4. doi: 10.1109/ICSENS.2018.8589740.
- [41] M. M. Mahmud *et al.*, « A Low-Power Wearable E-Nose System Based on a Capacitive Micromachined Ultrasonic Transducer (CMUT) Array for Indoor VOC Monitoring », *IEEE Sens. J.*, vol. 21, n° 18, p. 19684-19696, sept. 2021, doi: 10.1109/JSEN.2021.3094125.
- [42] M. Kumar, C. Seok, M. M. Mahmud, X. Zhang, et O. Oralkan, « A Low-Power Integrated Circuit for Interfacing a Capacitive Micromachined Ultrasonic Transducer (CMUT) Based Resonant Gas Sensor », in *2015 IEEE SENSORS*, 345 E 47TH ST, NEW YORK, NY 10017 USA, 2015, p. 1781-1784.
- [43] Q. Stedman, K. K. Park, et B. T. Khuri-Yakub, « An 8-Channel CMUT Chemical Sensor Array on a Single Chip », in *2017 IEEE INTERNATIONAL ULTRASONICS SYMPOSIUM (IUS)*, 345 E 47TH ST, NEW YORK, NY 10017 USA, 2017.
- [44] Q. Stedman, J. D. Fox, et B. T. Khuri-Yakub, « Improved Interface Circuits for CMUT Chemical Sensors », oct. 2019, p. 989-992. doi: 10.1109/ULTSYM.2019.8926206.
- [45] B. T. Khuri-Yakub *et al.*, « 6D-1 The Capacitive Micromachined Ultrasonic Transducer (CMUT) as a Chem/Bio Sensor », in *2007 IEEE Ultrasonics Symposium Proceedings*, New York, NY, oct. 2007, p. 472-475. doi: 10.1109/ULTSYM.2007.127.
- [46] S. Park *et al.*, « CMUT-based resonant gas sensor array for VOC detection with low operating voltage », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 273, p. 1556-1563, nov. 2018, doi: 10.1016/j.snb.2018.07.043.
- [47] I. Yoon, G. Eom, S. Lee, B. K. Kim, S. K. Kim, et H. J. Lee, « A Capacitive Micromachined Ultrasonic Transducer-Based Resonant Sensor Array for Portable Volatile Organic Compound Detection with Wireless Systems », *Sensors*, vol. 19, n° 6, p. 1401, mars 2019, doi: 10.3390/s19061401.
- [48] M. I. A. Asri, Md. N. Hasan, M. R. A. Fuaad, Y. Md. Yunus, et M. S. M. Ali, « MEMS Gas Sensors: A Review », *IEEE Sens. J.*, vol. 21, n° 17, p. 18381-18397, sept. 2021, doi: 10.1109/JSEN.2021.3091854.
- [49] Z. Yang et X. Dou, « Emerging and Future Possible Strategies for Enhancing 1D Inorganic Nanomaterials-Based Electrical Sensors towards Explosives Vapors Detection », *Adv. Funct. Mater.*, vol. 26, n° 15, p. 2406-2425, avr. 2016, doi: 10.1002/adfm.201504846.
- [50] Haller et Khuri-Yakub, « A surface micromachined electrostatic ultrasonic air transducer », in *Proceedings of IEEE Ultrasonics Symposium ULTSYM-94*, Cannes, France, 1994, p. 1241-1244 vol.2. doi: 10.1109/ULTSYM.1994.401810.
- [51] M. I. Haller et B. T. Khuri-Yakub, « A surface micromachined electrostatic ultrasonic air transducer », *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 43, n° 1, p. 1-6, janv. 1996, doi: 10.1109/58.484456.

- [52] M. Royer, J. O. Holmen, M. A. Wurm, O. S. Aadland, et M. Glenn, « ZnO on Si integrated acoustic sensor », *Sens. Actuators*, vol. 4, p. 357-362, janv. 1983, doi: 10.1016/0250-6874(83)85044-6.
- [53] J. Wang, Z. Zheng, J. Chan, et J. T. W. Yeow, « Capacitive micromachined ultrasound transducers for intravascular ultrasound imaging », *Microsyst. Nanoeng.*, vol. 6, n° 1, p. 73, déc. 2020, doi: 10.1038/s41378-020-0181-z.
- [54] H. T. Soh, I. Ladabaum, A. Atalar, C. F. Quate, et B. T. Khuri-Yakub, « Silicon micromachined ultrasonic immersion transducers », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 69, n° 24, p. 3674-3676, déc. 1996, doi: 10.1063/1.117185.
- [55] D. W. Greve, W. Wu, et I. J. Oppenheim, « 3G-4 Modes and Damping in cMUT Transducers for Acoustic Emission », in *2006 IEEE Ultrasonics Symposium*, Vancouver, BC, Canada, 2006, p. 661-664. doi: 10.1109/ULTSYM.2006.180.
- [56] C. Samarasekera, J. G. W. Sun, Z. Zheng, et J. T. W. Yeow, « Trapping, separating, and palpating microbead clusters in droplets and flows using capacitive micromachined ultrasonic transducers (CMUTs) », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 276, p. 481-488, déc. 2018, doi: 10.1016/j.snb.2018.08.085.
- [57] N. Hall et F. Degertekin, « An integrated optical detection method for capacitive micromachined ultrasonic transducers », in *2000 IEEE ULTRASONICS SYMPOSIUM PROCEEDINGS, VOLS 1 AND 2*, 2000, p. 951-954.
- [58] A. S. Ergun, B. Temelkuran, E. Ozbay, et A. Atalar, « A new detection method for capacitive micromachined ultrasonic transducers », *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 48, n° 4, p. 932-942, juill. 2001, doi: 10.1109/58.935710.
- [59] I. O. Wygant, M. Kupnik, et B. T. Khuri-Yakub, « An Analytical Model for Capacitive Pressure Transducers With Circular Geometry », *J. Microelectromechanical Syst.*, vol. 27, n° 3, p. 448-456, juin 2018, doi: 10.1109/JMEMS.2018.2823200.
- [60] Z. Zheng, Y. Yao, Y. Sun, et J. T. W. Yeow, « Development of a highly sensitive humidity sensor based on the capacitive micromachined ultrasonic transducer », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 286, p. 39-45, mai 2019, doi: 10.1016/j.snb.2019.01.097.
- [61] O. Oralkan *et al.*, « Volumetric ultrasound imaging using 2-D CMUT arrays », *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 50, n° 11, p. 1581-1594, nov. 2003, doi: 10.1109/TUFFC.2003.1251142.
- [62] O. Oralkan *et al.*, « Capacitive micromachined ultrasonic transducers: next-generation arrays for acoustic imaging? », *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 49, n° 11, p. 1596-1610, nov. 2002, doi: 10.1109/TUFFC.2002.1049742.
- [63] K. K. Park *et al.*, « Capacitive micromachined ultrasonic transducers for chemical detection in nitrogen », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 91, n° 9, p. 094102, août 2007, doi: 10.1063/1.2776348.
- [64] H. J. Lee, K. K. Park, O. Oralkan, M. Kupnik, et B. T. Khuri-Yakub, « CMUT as a chemical sensor for DMMP detection », in *2008 IEEE International Frequency Control Symposium*, Honolulu, HI, mai 2008, p. 434-439. doi: 10.1109/FREQ.2008.4623034.
- [65] H. J. Lee, K. K. Park, M. Kupnik, Ö. Oralkan, et B. T. Khuri-Yakub, « Chemical Vapor Detection Using a Capacitive Micromachined Ultrasonic Transducer », *Anal. Chem.*, vol. 83, n° 24, p. 9314-9320, déc. 2011, doi: 10.1021/ac201626b.
- [66] D. Barauskas, D. Pelenis, D. Virzonis, J. P. Baltrus, et J. Baltrusaitis, « Greenhouse Gas Molecule CO<sub>2</sub> Detection Using a Capacitive Micromachined Ultrasound Transducer », *Anal. Chem.*, vol. 88, n° 13, p. 6662-6665, juill. 2016, doi: 10.1021/acs.analchem.6b02085.
- [67] D. Barauskas *et al.*, « CMUT for high sensitivity greenhouse gas sensing », in *2015 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS)*, Taipei, Taiwan, oct. 2015, p. 1-4. doi: 10.1109/ULTSYM.2015.0472.
- [68] A. Caronti, G. Caliano, A. Lula, et M. Pappalardo, « An accurate model for capacitive micromachined ultrasonic transducers », *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 49, n° 2, p. 159-168, févr. 2002, doi: 10.1109/58.985700.

- [69] D. Barauskas, M. Dzikaras, D. Bieliauskas, D. Pelenis, G. Vanagas, et D. Viržonis, « Selective Ultrasonic Gravimetric Sensors Based on Capacitive Micromachined Ultrasound Transducer Structure—A Review », *Sensors*, vol. 20, n° 12, p. 3554, juin 2020, doi: 10.3390/s20123554.
- [70] A. S. Logan et J. T. W. Yeow, « 1-D CMUT arrays fabricated using a novel wafer bonding process », in *2008 IEEE Ultrasonics Symposium*, Beijing, China, nov. 2008, p. 1226-1229. doi: 10.1109/ULTSYM.2008.0296.
- [71] « Phase-locked loops », *Uogelph.ca*, 24 février 2009.  
<https://web.archive.org/web/20090224002345/http://www.uoguelph.ca/~antoon/gadgets/pll/pll.html>
- [72] S. Li et X. Deng, « The Design of Phase-Locked-Loop Circuit for Precision Capacitance Micrometer », *MATEC Web Conf.*, vol. 68, p. 12006, 2016, doi: 10.1051/mateconf/20166812006.
- [73] J. Han et R. Chen, « Phase-locked Loop Modelling based on Broadband Power Combiner and Capacitive MEMS Power Sensor », in *2020 IEEE SENSORS*, 2020.
- [74] N. Neshatvar, M. Schormans, D. Jiang, S. Schmitt, P. Detemple, et A. Demosthenous, « An Implantable Phase Locked Loop MEMS-Based Readout System for Heart Transplantation », *IEEE Trans. Circuits Syst. II Express Briefs*, vol. 69, n° 10, p. 4168-4172, oct. 2022, doi: 10.1109/TCSII.2022.3190796.
- [75] O. Farhanieh, A. Sahafi, R. Bardhan Roy, A. S. Ergun, et A. Bozkurt, « Integrated HIFU Drive System on a Chip for CMUT-Based Catheter Ablation System », *IEEE Trans. Biomed. Circuits Syst.*, vol. 11, n° 3, p. 534-546, juin 2017, doi: 10.1109/TBCAS.2017.2649942.
- [76] A. M. Soliman, « Current-mode oscillators using single output current conveyors », *Microelectron. J.*, vol. 29, n° 11, p. 907-912, nov. 1998, doi: 10.1016/S0026-2692(98)00053-6.
- [77] H. J. Lee, K. K. Park, O. Oralkan, M. Kupnik, et B. T. Khuri-Yakub, « A Multichannel Oscillator for a Resonant Chemical Sensor System », *IEEE Trans. Ind. Electron.*, vol. 61, n° 10, p. 5632-5640, oct. 2014, doi: 10.1109/TIE.2014.2300031.
- [78] E. Şennik, F. Erden, N. Constantino, Y. Oh, R. A. Dean, et Ö. Oralkan, « Electronic nose system based on a functionalized capacitive micromachined ultrasonic transducer (CMUT) array for selective detection of plant volatiles », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 341, p. 130001, août 2021, doi: 10.1016/j.snb.2021.130001.
- [79] P. Maho, C. Herrier, T. Livache, G. Rolland, P. Comon, et S. Barthelmé, « Reliable chiral recognition with an optoelectronic nose », *Biosens. Bioelectron.*, vol. 159, p. 112183, juill. 2020, doi: 10.1016/j.bios.2020.112183.
- [80] P. Maho, C. Herrier, T. Livache, P. Comon, et S. Barthelmé, « Real-time gas recognition and gas unmixing in robot applications », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 330, p. 129111, mars 2021, doi: 10.1016/j.snb.2020.129111.



# CHAPITRE 2 : CONCEPTION DES PUCES CMUT



Ce chapitre présente le processus de réalisation de la puce MEMS.

Dans un premier temps, les parties 1, 2, et 3 présentent les fondations nécessaires à la création des puces : le procédé de fabrication, les outils de modélisations et le design : de la membrane élémentaire à la puce dans sa totalité. Ces parties présentent les contraintes et les leviers d'action relatifs à la conception des puces désirées.

Dans un second temps, les puces effectivement fabriquées sont soigneusement caractérisées, au cours de la fabrication dans la partie 4, puis électriquement une fois la fabrication terminée dans la partie 5. Ces mesures sont utilisées dans une partie finale, où elles sont comparées avec les valeurs visées ou modélisées. Cette étape fournit un éclairage sur les performances attendues, à l'aide notamment de nouvelles simulations pouvant prendre en compte les incertitudes constatées et les intégrant dans un modèle plus représentatif du comportement réel observé.

# Table des matières

<b>1</b>	<b>PROCEDE DE FABRICATION ET LIMITES</b>	<b>36</b>
1.1	CREATION DES WAFERS CAVITES	37
1.2	CREATION DES MEMBRANES PAR REPORT	38
1.3	FINITIONS	39
1.4	PROCEDE SHORTLOOP	41
1.5	SYNTHESE DES DIFFERENTS DISPOSITIFS FABRIQUES	42
<b>2</b>	<b>MODELISATION</b>	<b>43</b>
2.1	MODELISATION ANALYTIQUE	43
2.1.1	COMPORTEMENT MECANIQUE	43
2.1.2	COMPORTEMENT ELECTROMECHANIQUE	44
2.1.3	POUR UN ELEMENT DE N MEMBRANES	46
2.1.4	LIMITES DU MODELE : DISPERSION DES MEMBRANES	47
2.1.5	IMPACT DE LA COUCHE D'OR	49
2.2	SIMULATION ELEMENTS FINIS	50
2.2.1	MISE EN PLACE	50
2.2.2	SIMULATION MECANIQUE DU SOLIDE	51
2.2.3	SIMULATION ELECTROSTATIQUE	53
<b>3</b>	<b>DESIGN ET LAYOUT D'UNE PUCE</b>	<b>55</b>
3.1	CONTRAINTES LIEES AUX OBJECTIFS	55
3.1.1	CONTRAINTES LIEES A LA FABRICATION	55
3.1.2	CONTRAINTES LIEES AUX CARACTERISATIONS SOUS POINTES	56
3.1.3	CONTRAINTES LIEES A LA FONCTIONNALISATION	57
3.1.4	CONTRAINTES LIEES A L'ELECTRONIQUE DE LECTURE	58
3.2	DESIGN D'UN ELEMENT	59
3.2.1	MEMBRANE CMUT ELEMENTAIRE	59
3.2.2	CONSTRUCTION D'UN ELEMENT	59
3.3	DESIGN D'UNE PUCE	62
<b>4</b>	<b>SUIVI DE FABRICATION</b>	<b>64</b>
4.1	EPAISSEUR DES MEMBRANES	64
4.2	PROFONDEUR DES CAVITES	65
4.3	DEFLEXION DUE A LA PRESSION	67
4.4	PLANEITE ET COLLAGE	68
<b>5</b>	<b>CARACTERISATION ELECTRIQUE ET COMPARAISON AVEC LES ATTENTES</b>	<b>69</b>
5.1	BANC DE MESURE	69

## CHAPITRE 2 : CONCEPTION DES PUCES CMUT

<b>5.2</b>	<b>RESULTATS</b>	<b>69</b>
5.2.1	INFLUENCE DE LA TENSION DE POLARISATION	69
5.2.2	INFLUENCE DU NOMBRE DE MEMBRANES EN PARALLELE	70
5.2.3	DISPERSION DES FREQUENCES ENTRE MEMBRANES AU SEIN D'UN ELEMENT	71
5.2.4	DISPERSION DES FREQUENCES ENTRE ELEMENTS AU SEIN D'UNE PUCE	72
5.2.5	FREQUENCE DES MEMBRANES DU BORD DU RESEAU	74
5.2.6	DEFLEXION AVEC TENSION DE POLARISATION	75
<b>5.3</b>	<b>CALCUL DES PARAMETRES DU MODELE ANALYTIQUE</b>	<b>75</b>
5.3.1	INFLUENCE DE LA TENSION DE POLARISATION	75
5.3.2	INFLUENCE DU NOMBRE DE MEMBRANES EN PARALLELE	76
5.3.3	FREQUENCE DE RESONANCE DES DIFFERENTS DISPOSITIFS	77
<b>6</b>	<b>RETOUR SUR LES SIMULATIONS</b>	<b>80</b>
<b>6.1</b>	<b>FREQUENCE DE RESONANCE A 0V</b>	<b>81</b>
<b>6.2</b>	<b>DEFLEXIONS INITIALES A 0V ET A 50V</b>	<b>82</b>
<b>6.3</b>	<b>FREQUENCE DE RESONANCE AVEC TENSION DE POLARISATION</b>	<b>82</b>
<b>6.4</b>	<b>TENSION DE PULL-IN</b>	<b>84</b>
<b>6.5</b>	<b>IMPACT DU DEPOT D'OR</b>	<b>84</b>
<b>6.6</b>	<b>CONCLUSION</b>	<b>85</b>



# 1 Procédé de fabrication et limites

La fabrication est réalisée en salle blanche du CEA-LETI Grenoble sur des wafers de 200 mm. Les outils utilisés sont ceux de la « Plateforme Silicium 200 ». La méthode utilisée pour la fabrication des dispositifs est celle du report de wafer.

Le report de wafer est réalisé avec des membranes en silicium monocristallin. Cela permet une épaisseur maîtrisée et une excellente homogénéité dans le matériau.

Les procédés présentés ici prennent en compte les contraintes imposées à la fabrication par la fonction particulière à laquelle se destinent les CMUTs. Il sera nécessaire de réaliser sur la puce finale une fonctionnalisation, c'est-à-dire une modification des propriétés chimiques de la surface. Cela impose donc un état de surface sur lequel des réactions chimiques permanentes sont réalisables. Également, la méthode de dépôt qui sera utilisée sera celle du dépôt de goutte, cela implique d'avoir des zones d'intérêt pour la fonctionnalisation qui soient suffisamment hydrophiles pour mouiller toute la zone. Ces zones d'intérêt sont les membranes CMUTs. Il est souhaitable d'avoir des zones périphériques plus hydrophobes que les membranes pour localiser les gouttes sur ces dernières. L'étape de rinçage de la fonctionnalisation et la découpe des puces nécessitent que les dispositifs ne soient pas détériorés par le contact avec l'eau. Le dispositif contiendra de l'or, de l'aluminium et du silicium, il est important qu'ils n'entrent pas en contact afin d'éviter la création d'intermétalliques dégradant le matériau, phénomène dit de peste pourpre [1].

Trois procédés de fabrication proches sont présentés ici, ils aboutissent à trois versions de dispositifs CMUTs :

- Le procédé « ESA1 », première génération chronologique, fabriquée en 2019 soit antérieurement au début de cette thèse.
- Le procédé « ESA2 », deuxième génération chronologique, conçue en 2020 au début de cette thèse, respectant le manuel des règles de conception pour les CMUTs dédiés à l'utilisation des puces en nez électronique, rédigé lors de leur conception.
- Le procédé « shortloop », génération de test au procédé de fabrication simplifié.

Les puces ESA1 et ESA2 ont été fabriquées selon le procédé de fabrication de CMUTs historique du CEA-Leti. L'empilement nécessite un nombre relativement important d'étapes et de masques, cependant la fabrication est robuste et maîtrisée. Par exemple, ce procédé standard permet d'utiliser plusieurs profondeurs de cavités, valeur prépondérante dans la physique du CMUT final via l'effet de softening présenté dans la partie II. Ici, on utilisera trois profondeurs de cavités différentes sur un même wafer pour fabriquer des dispositifs fonctionnant à plusieurs fréquences. Les puces shortloop sont une expérimentation visant à simplifier la fabrication, ces puces ne sont pas destinées à être utilisées au sein d'un système complet de nez électronique mais leur empilement simplifié sera intéressant pour comprendre les résultats des modélisations.

Pour chacun de ces trois procédés, trois wafers différents sont utilisés. Le premier est appelé wafer « cavités », c'est celui qui formera le substrat, l'électrode inférieure et les piliers. Le deuxième est le wafer « membranes », c'est un Silicon-on-insulator (SOI) qui sera reporté sur le wafer cavités pour créer les membranes. Le troisième est un wafer « pochoir » qui servira dans certains cas à déposer de l'or.

Les sous-parties suivantes a, b, et c concernent le procédé historique utilisé ici pour réaliser les dispositifs ESA1 et ESA2. Le procédé shortloop est décrit en sous partie d.

## 1.1 Création des wafers cavités

Le wafer cavité est à la base constitué d'un substrat en silicium dopé d'une épaisseur de 725  $\mu\text{m}$ . La Figure 23 illustre les étapes de fabrication. Les couleurs indiquent les principaux matériaux utilisés ; les échelles, appuyant la visualisation schématique, ne sont pas représentatives de la réalité. Les étapes sont les suivantes :

- Gravure de tranchées, ces tranchées contiendront les piliers de  $\text{SiO}_2$  qui soutiendront les membranes.
- Dépôt de  $\text{SiO}_2$  en surface. Gravure partielle du  $\text{SiO}_2$  jusqu'au silicium, la hauteur de  $\text{SiO}_2$  restante est celle des piliers finaux.
- Gravure du silicium entre les piliers. Il est gravé sur une profondeur qui correspondra aux profondeurs des cavités sous les membranes. A cette étape, le silicium est aussi gravé de manière à former des tranchées vers le bulk pour les futurs contacts métalliques.
- Dépôt de  $\text{SiN}$  sur l'ensemble de la surface. Il sert d'isolant au fond des cavités, cela permet d'éviter tout contact électrique entre les deux électrodes lors du fonctionnement. Dépôt de  $\text{SiO}_2$  destiné au scellement du wafer membranes.

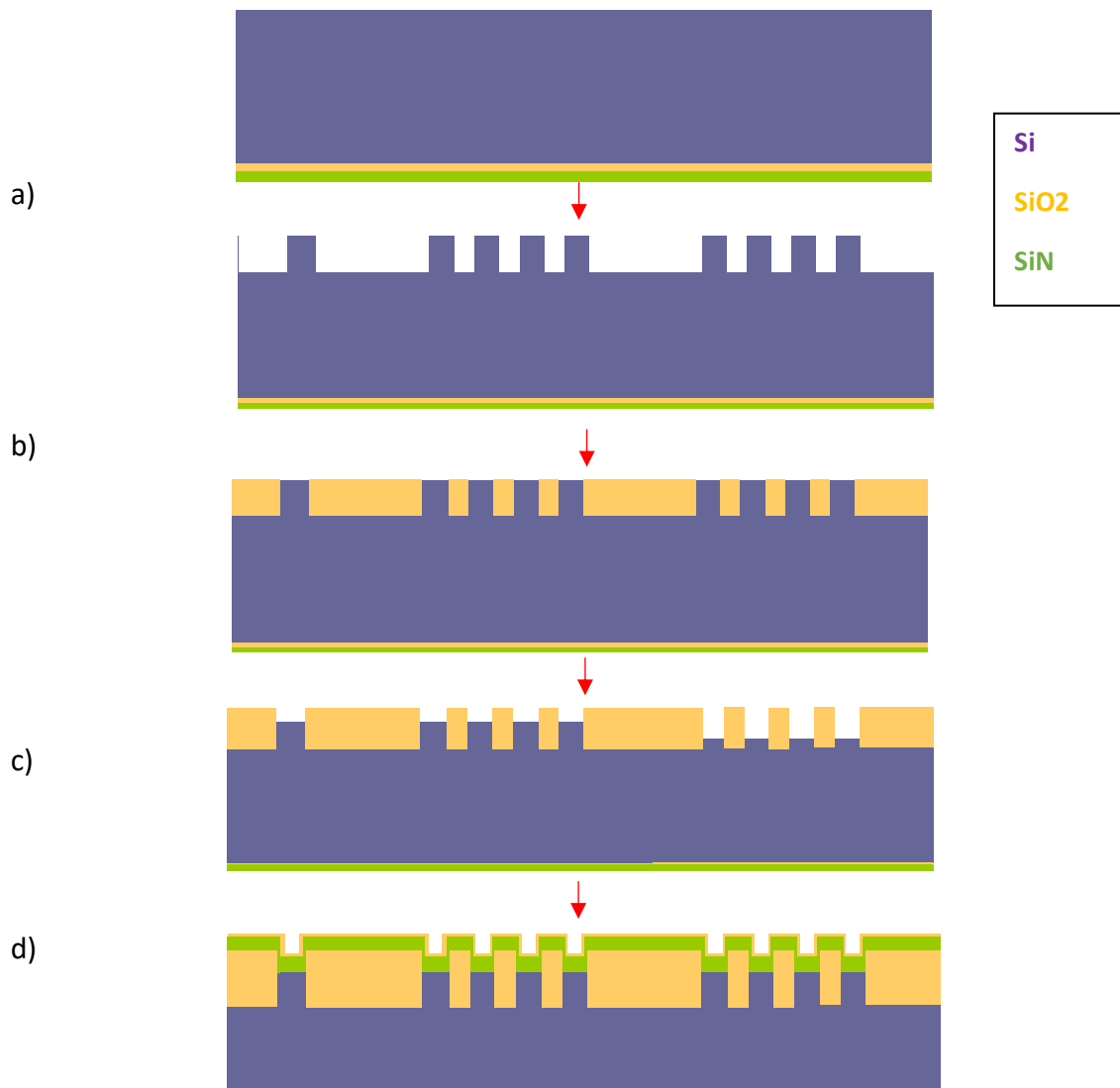


Figure 23 : Schéma de principe du procédé de création des wafers cavités

## 1.2 Création des membranes par report

Le wafer membrane est un SOI constitué d'une couche d'intérêt de 1.5  $\mu\text{m}$  de silicium monocristallin, d'une fine couche de  $\text{SiO}_2$  dite « Buried Oxide Layer » et d'une autre couche de silicium. La première couche est amincie afin d'obtenir l'épaisseur de membrane visée, dans notre cas 800 nm pour le standard et 100 nm pour certaines variantes. Cette épaisseur est ensuite dopée au Bore. Les étapes qui permettent la création de membranes au dessus des cavités sont décrites sur la Figure 24. Elle sont décrites ci-après :

- Après des étapes de nettoyage et de préparation au collage, qui permettent d'assurer la compatibilité matériaux et la très faible rugosité nécessaire, le wafer membranes est retourné et un collage direct sous vide est réalisé avec le wafer cavités.
- Amincissement du SOI. Seule la couche de silicium de l'épaisseur souhaitée est conservée.
- Gravure du SOI sur les zones extérieures aux réseaux de membranes. Le SOI recouvre quelques centaines de cavités, qui forment autant de dispositifs CMUTs individuels multiplexés entre eux au sein d'un même élément.

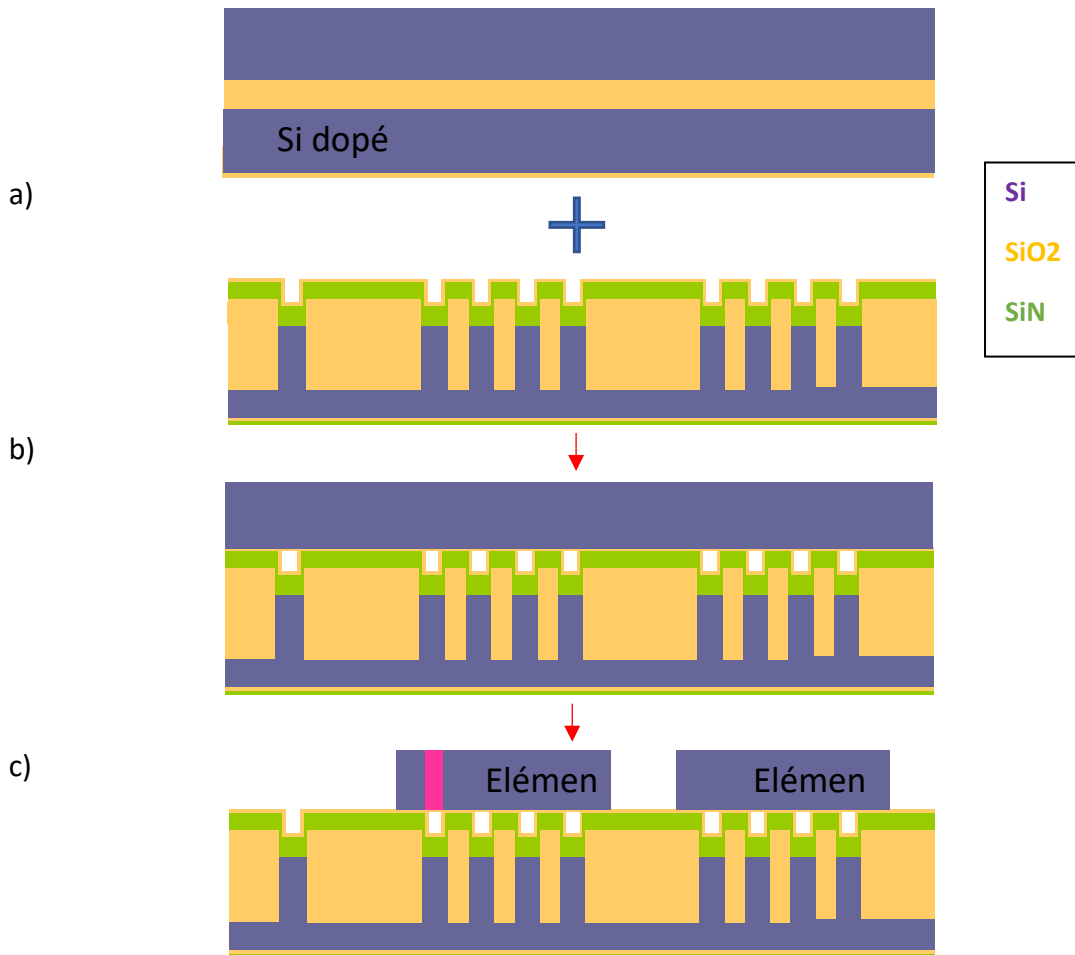


Figure 24 : Schéma de principe du procédé de création des membranes par report de wafer.  
Sur (c), en rose une membrane CMUT élémentaire, en violet le niveau « membranes » d'un élément

Il faut bien distinguer la membrane CMUT élémentaire, géométrie en silicium située au dessus d'une cavité mesurant quelques  $\mu\text{m}$  de coté détaillée en 3.2.1-Membrane CMUT élémentaire, et le niveau « membranes » d'un élément, qui forme un seul bloc de silicium dopé de dimension quelques centaines de microns qui regroupe l'ensemble des membranes CMUT élémentaires du réseau d'un élément et le silicium fixe situé au dessus des piliers.

## 1.3 Finitions

Les dernières étapes permettent la création de contacts métalliques. Il est nécessaire d'en avoir reliés au substrat, connecté au signal électrique de l'électrode inférieure, ainsi que sur chaque élément, connecté au signal de l'électrode supérieure. Ces contacts sont en alliage aluminium-silicium. En plus de ces contacts une couche de finition est ajoutée, c'est elle qui définira le matériau de surface de la membrane, sur laquelle sera réalisée la fonctionnalisation. Également, une couche de passivation est ajoutée, elle permet de protéger l'ensemble de la puce d'interactions chimiques non désirées, et de couvrir les pistes électriques. Pour ces étapes de finition il faut distinguer le procédé ESA1 et le procédé ESA2.

Pour ESA1, les étapes sont représentées sur la Figure 25.

- Une couche de SiN puis une couche de SiO<sub>2</sub> sont déposées avant la formation des niveaux membranes des éléments.
- Une gravure du SiO<sub>2</sub> puis du SiN permettent d'accéder aux couches d'intérêt pour y déposer les contacts métalliques, pour lesquels les pistes sont dessinées sur le masque correspondant.
- Une couche de passivation SiN est déposée sur l'ensemble du wafer. Au-dessus des contacts de lecture et des zones d'intérêt des éléments, le SiN puis le SiO<sub>2</sub> sont gravés.

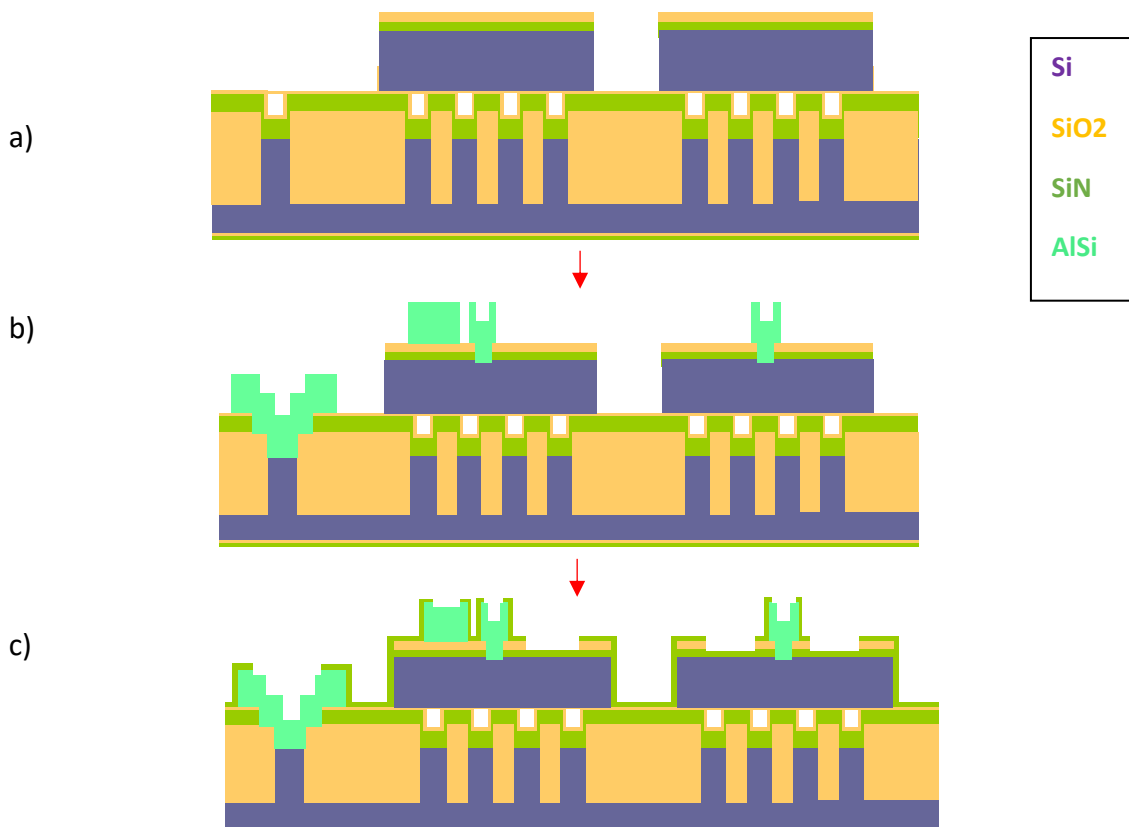


Figure 25 : Schéma de principe du procédé de création des contacts et passivation sur ESA1

Pour ESA2, la passivation est déposée sur toute la puce, puis gravée au niveau des éléments pour permettre le dépôt d'or, et au niveau des contacts métalliques pour permettre la lecture. Pour la seconde génération, il est décidé de réaliser des dispositifs adaptés à deux types de chimie. Deux procédés sont réalisés :

- a) Dépôt de SiO<sub>2</sub> en surface puis passivation SiN, ces dispositifs permettent une surface destinée à la chimie sur SiO<sub>2</sub>.
- b) Dépôt de SiN en surface puis passivation SiO<sub>2</sub>, la couche de SiN va servir de couche d'accroche à une dernière étape décrite en Figure 27.

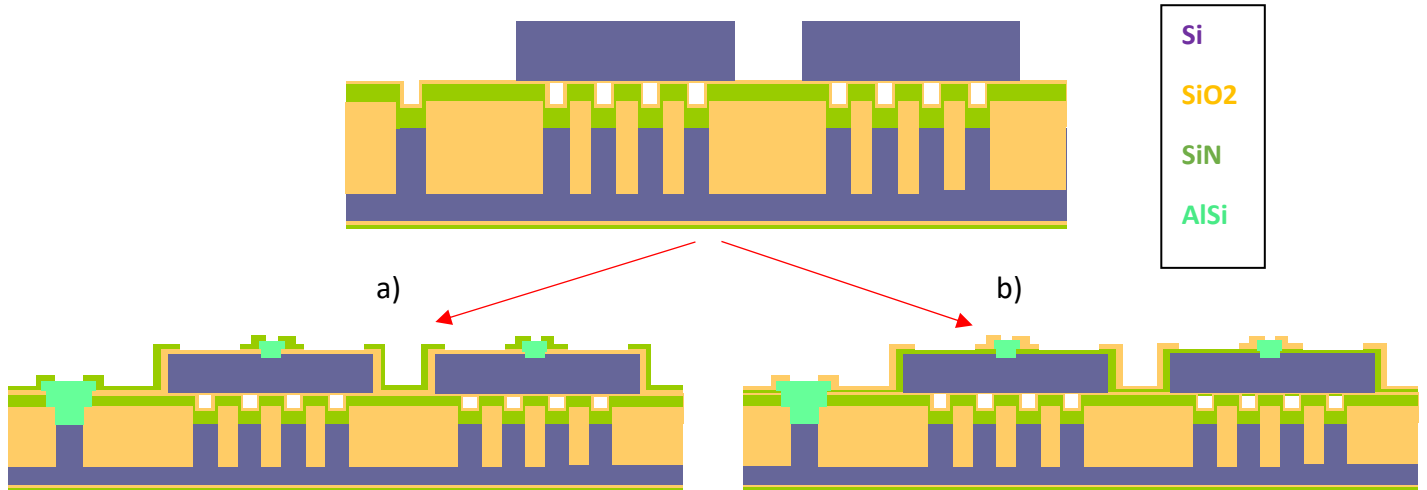


Figure 26 : Variantes de finition pour obtenir différents états de surface pour les fonctionnalisations ultérieures.  
 a) Finition SiO<sub>2</sub> b) Finition SiN pour dépôt d'or

La chimie sur or est la chimie la plus maîtrisée et la plus directe, ne nécessitant qu'une étape. Il est donc nécessaire de fabriquer une variante des CMUTs, réalisée sur une partie des plaques fabriquées, pour laquelle la surface des éléments est en or. Cette dernière étape concerne les plaques ESA1 et ESA2, dans leur version avec finition or. Une couche de 10 nm de chrome est déposée sur les dispositifs, destinée à faire accrocher l'or. Un wafer différent est utilisé pour servir de pochoir. Il est composé de silicium et les formes de dépôt d'or souhaitées y sont creusées de manière traversante. L'or est projeté à travers le wafer pochoir sur les éléments.

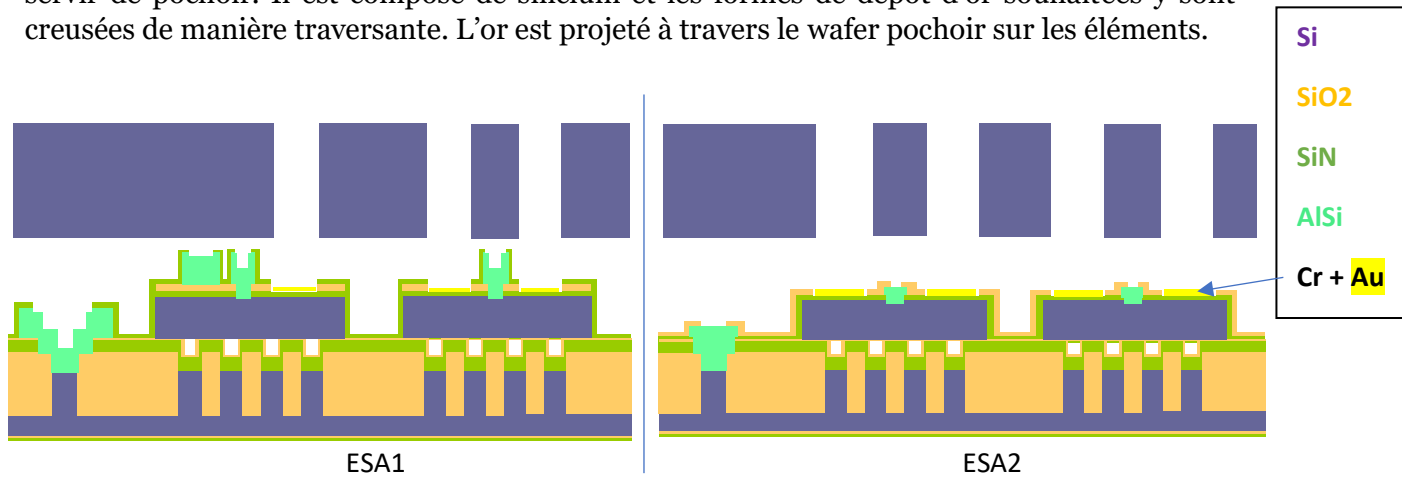


Figure 27 : Dépôt d'or à l'aide d'un wafer pochoir

## 1.4 Procédé shortloop

La réalisation du procédé shortloop consiste en la réalisation d'un wafer cavités et d'un wafer membranes, qui sont ensuite collés, comme lors du procédé standard. La différence se situe dans des simplifications des dépôts et gravures successives. La Figure 28 représente ces étapes.

- Le wafer cavité est à la base constitué d'un substrat en silicium dopé d'une épaisseur de 725  $\mu\text{m}$ , semblable au procédé standard
- Du  $\text{SiO}_2$  est formé par oxydation thermique pour former des piliers dont la hauteur vaut la profondeur de la cavité plus l'épaisseur d'oxyde entre le fond de la cavité et l'électrode inférieure. Une gravure crée les cavités.
- La création des membranes par report est identique au procédé standard décrit en Figure 24.
- Une couche de finition  $\text{SiN}$  est déposée. Une gravure permet de déposer les pistes électriques de contact vers le bulk et vers le niveau membrane des éléments.

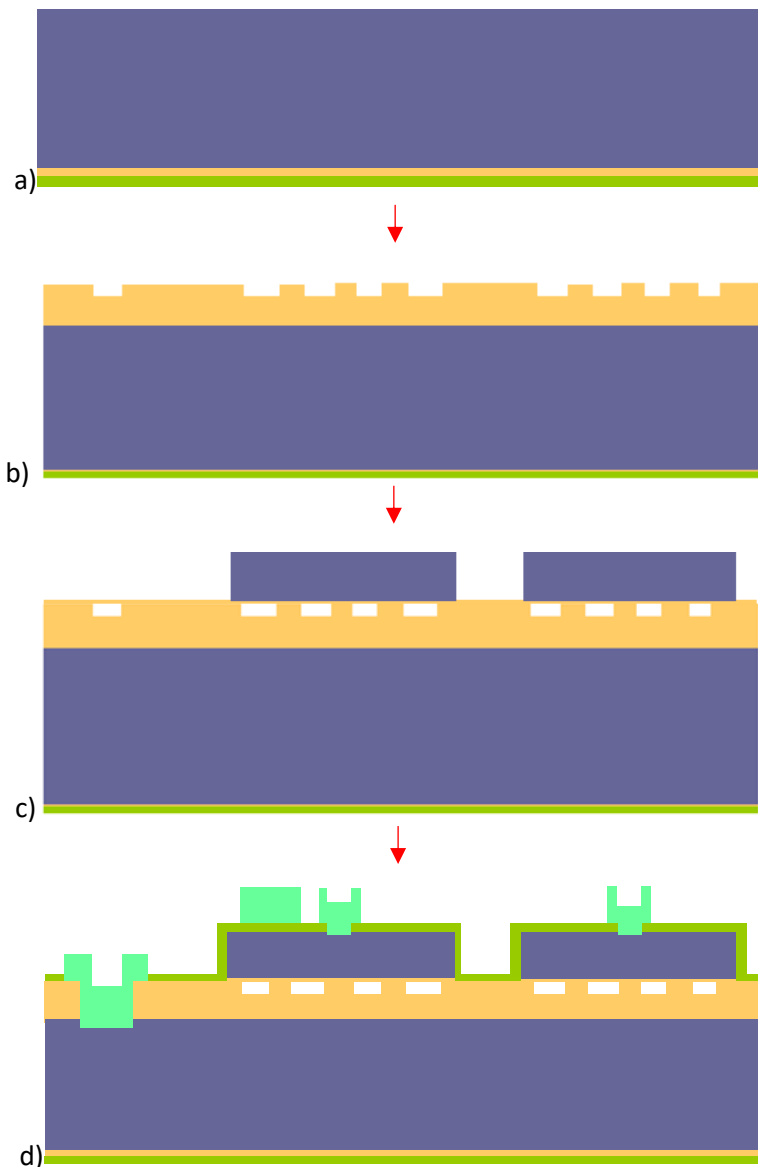


Figure 28 : Schéma de principe du procédé shortloop

## 1.5 Synthèse des différents dispositifs fabriqués

Par le procédé, on peut donc distinguer les dispositifs suivants :

ESA 1	
Finition SiN	
Finition Au	
ESA 2	
Finition SiO2	
Finition Au	
ESA shortloop	
Finition SiN	

Tableau 2 : Récapitulatif des empilements des différents dispositifs fabriqués

Dans le procédé ESA1, les couches de finitions sont déposées avant la réalisation du niveau « membranes ». Dans le procédé ESA2, elles le sont après. Dans les deux cas, la couche de passivation finale est réalisée en fin de process. Ainsi, dans le procédé ESA1, les flancs des membranes en silicium ne sont recouverts que par la couche de passivation (SiN), alors qu'ils sont recouverts par les couches de finition et de passivation (SiN et SiO<sub>2</sub>) pour le procédé ESA2.

Les éléments shortloop n'ont qu'un type d'oxyde au fond de la cavité et une seule profondeur de gap.

## 2 Modélisation

Afin d'avoir une bonne compréhension du comportement des CMUTs, la mise en place d'une approche analytique est essentielle. Elle prend en compte des paramètres physiques relatifs à la géométrie des dispositifs ou aux matériaux utilisés, et permet d'identifier des paramètres clés et de modéliser leur évolution en fonction des leviers disponibles pour la conception. Le modèle analytique équivalent exposé ici sera utilisé plus loin dans ce chapitre pour analyser les caractérisations électriques, puis dans les chapitres de résultats pour décrire l'influence de certains choix de design sur les performances de la puce.

Dans un premier temps, le comportement mécanique est décrit, ensuite les équations qui régissent le CMUT fourniront un modèle équivalent dans le domaine électrique d'une membrane individuelle, puis une généralisation à l'ensemble d'un élément composé de membranes parallélisées. Une fois le modèle d'un élément établi, une simulation permet de commenter la pertinence du modèle.

Enfin une approche analytique supplémentaire est utilisée pour quantifier un effet concret de la fabrication : le dépôt d'une couche d'or sur les éléments.

Seules les équations finales et les définitions des paramètres principaux qui seront utiles aux discussions présentes dans la suite de la thèse sont donnés ici, les calculs détaillés se trouvent en annexe 1.

### 2.1 Modélisation analytique

#### 2.1.1 Comportement mécanique

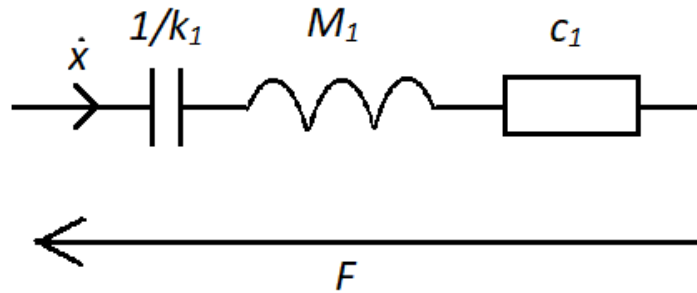


Figure 29 : Schéma électrique équivalent modélisant le déplacement de la membrane

La Figure 29 montre un circuit électrique équivalent du modèle mécanique de la membrane CMUT individuelle avec  $M_1$  masse de la membrane,  $k_1$  raideur de la membrane et  $c_1$  amortissement de la membrane

Le modèle mécanique d'une membrane CMUT unitaire a pour fréquence propre

(1)

$$f_{0,1} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k_{eq,1}}{M_1}}$$

$$k_{eq,1} = k_1 - k_{soft,1}; k_{soft,1} = \frac{\epsilon_0 AV_{DC}^2}{(g - x_{DC})^3}$$



Avec  $k_{soft,1}$  la raideur de softening exprimée en fonction de  $V_{DC}$ , la tension de polarisation,  $A$  la surface de la membrane,  $g$  le gap ou la profondeur de la cavité, et  $x_{DC}$  la déflexion causée la tension de polarisation.

$k_{soft,1}$  modélise l'effet de softening : la raideur équivalente du système diminue lorsque la tension de polarisation augmente, entraînant une diminution de sa fréquence propre.

La fréquence de résonance est rigoureusement définie par l'équation (2). Expérimentalement, elle est très proche de la fréquence propre au vu des facteurs de qualité  $Q$  des membranes.

(2)

$$f_{res} = \sqrt{\left(1 - \frac{1}{4Q^2}\right) * f_{0,1}}$$

Dans le cas d'une masse additionnelle  $\Delta m$  négligeable devant la masse de la membrane  $M_1$ , que l'on considère répartie uniformément sur la membrane, et à raideur  $k_1$  constante la variation de fréquence  $\Delta f$  en fonction de la masse additionnelle  $\Delta m$  est donnée par

(3)

$$\frac{\Delta f}{f_{0,1}} = -\frac{\Delta m}{2M_1}$$

On verra dans le chapitre 4 que les hypothèses énoncées ici sont raisonnables pour utiliser cette équation pour décrire l'adsorption de couches de COV en surface du capteur.

### 2.1.2 Comportement électromécanique

En introduisant  $C_{e,1}$  la capacité électrique d'une membrane, on peut modéliser la membrane élémentaire par les schémas électriques de la Figure 30 :

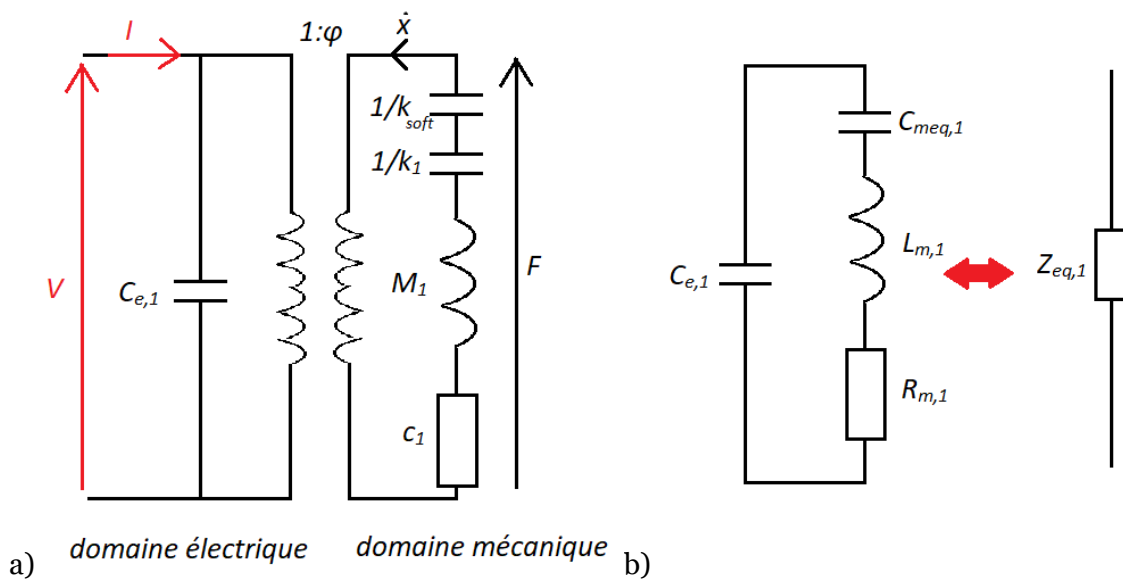


Figure 30 : Schémas équivalents d'une membrane a) domaines électrique et mécanique b) domaine électrique et impédance équivalent d'une membrane CMUT

La Figure 30-a) sépare le comportement électrique et mécanique du CMUT dans leur domaine respectif. La Figure 30-b) représente l'ensemble dans le domaine électrique en introduisant les équivalents dans le domaine électrique des paramètres mécaniques :

(4)

$$L_{m,1} = M_1 / \varphi^2$$

$$R_{m,1} = c_1 / \varphi^2$$

$$C_{meq,1} = \frac{\varphi^2}{k_{soft,1} + k_1}$$

Avec

$$\varphi = \frac{\varepsilon_0 A V_{DC}}{(g - x_{DC})^2}$$

$\varphi$  est le coefficient de transformation électromécanique. Il est le rapport entre courant généré par le déplacement de la membrane et sa vitesse de déplacement, ou, de manière équivalente, entre la force électrostatique et la différence de potentiel entre les électrodes du CMUT.

On appelle la Figure 30-b) le modèle Butterworth-Van Dyke (BvD) 4 éléments, et son impédance équivalente, représentant une membrane CMUT unitaire, vaut :

(5)

$$Z_{eq,1} = \frac{1}{j\omega C_{e,1}} // (R_{m,1} + j\omega L_{m,1} + \frac{1}{j\omega C_{meq,1}})$$

Une simulation de la réponse fréquentielle d'un élément modélisé par un BvD de valeurs arbitraires est montrée en Figure 31. Les courbes représentent le module et la phase de l'admittance du circuit, donc l'inverse de l'impédance décrite par l'équation (5). Tracer l'admittance est ici un choix visuel permettant de visualiser préférentiellement la résonance : elle correspond au maximum du module, ainsi qu'à l'inflexion de la partie descendante du saut de phase. L'antirésonance correspond au minimum d'admittance, et à l'inflexion de la partie ascendante du saut de phase. Les caractérisations présentées dans la suite du document tracent plutôt l'impédance.

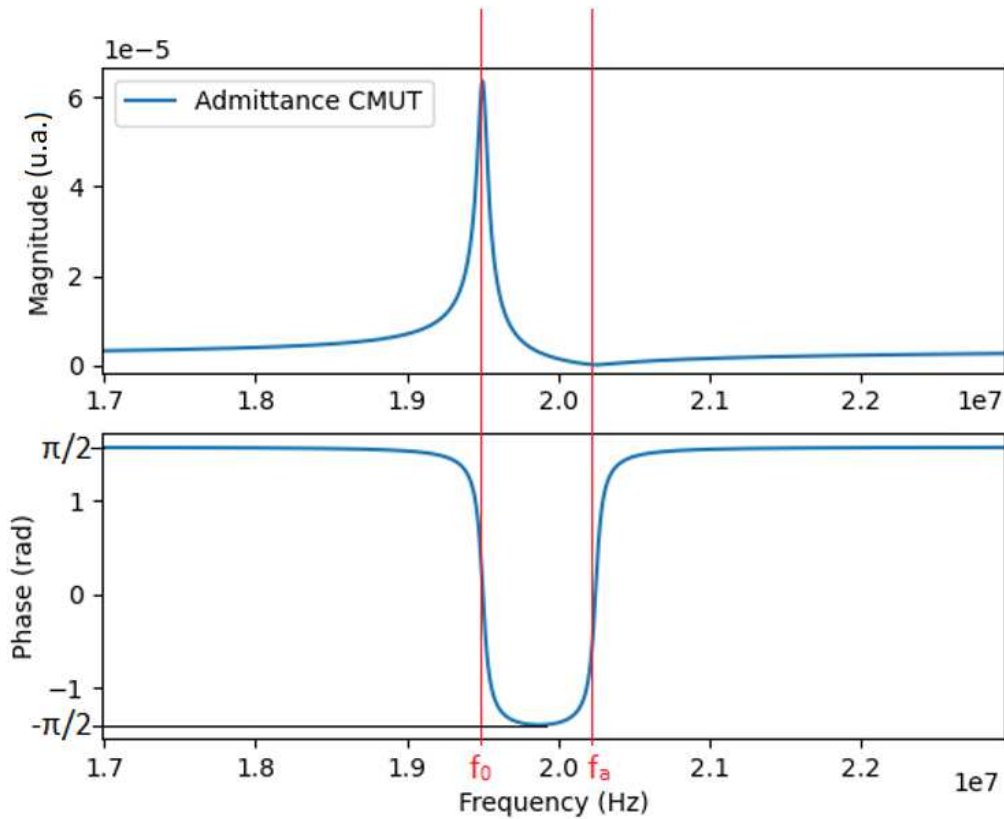


Figure 31 : Simulation de l'admittance du circuit équivalent d'une membrane CMUT

### 2.1.3 Pour un élément de N membranes

La création d'un élément est produite par un réseau de membranes dont l'ensemble des électrodes supérieures, respectivement inférieures, sont reliées physiquement et exposées au même potentiel. Un élément est donc composé de plusieurs membranes en parallèle. Pour modéliser le comportement d'un élément, on montre par le calcul que le modèle Butterworth-Van Dyke 4 éléments est encore valable pour modéliser un élément, dont la dispersion de comportement des membranes est faible, avec des paramètres qui dépendent des paramètres d'une membrane individuelle définis sur la Figure 30, du nombre de membranes  $N$ , et de la tension de polarisation  $V_{DC}$ . Ces hypothèses sont discutées dans la sous-partie suivante.

On introduit également d'autres paramètres qui viennent modéliser les effets électriques de la géométrie complète d'un élément :

- $R_{accès}$ , représentant la résistance des pistes d'accès entre le point de mesure et les membranes
- $C_{para}$ , représentant l'ensemble des capacités parasites autres que celles des membranes. Cette capacité est la somme notamment de
  - o de la capacité des pistes d'accès, qui forment un condensateur plan (Tableau 2), de valeur égale pour tous les éléments
  - o de la capacité des ancrages entre les membranes, qui forment un condensateur plan (Tableau 2), dont la valeur dépend de la taille du niveau membrane, donc du nombre  $N$  de membranes individuelles qui composent le réseau.

La Figure 32 représente le schéma électrique équivalent d'un élément.

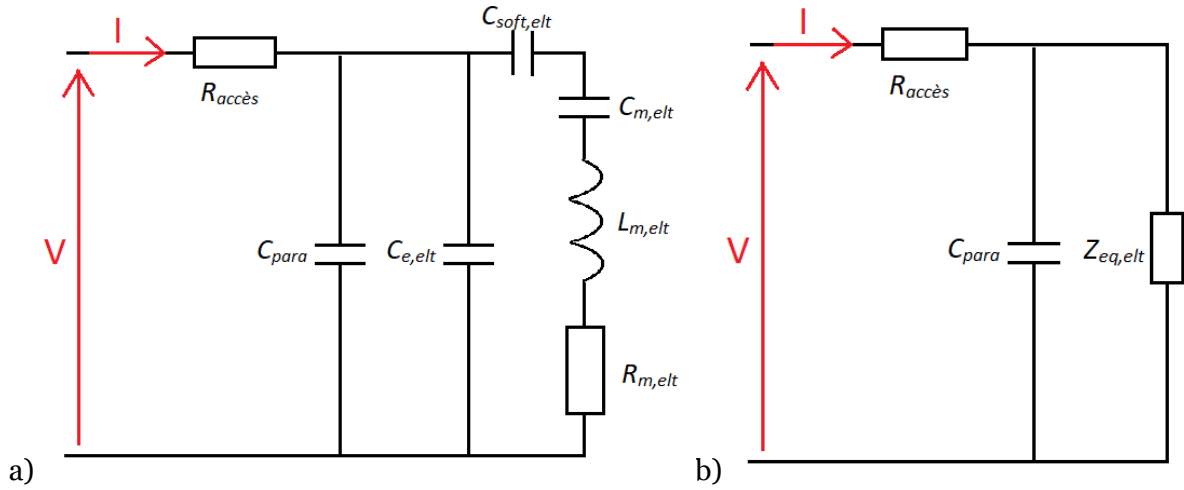


Figure 32 : Schéma électrique équivalent d'un élément

Avec, en posant  $K_{\varphi, V_{DC}} = (\varphi / V_{DC})^2$  pour exprimer les paramètres d'un élément en fonction des paramètres d'une membrane, du nombre de membranes  $N$  et de la tension de polarisation  $V_{DC}$  :

(6)

$$\begin{aligned}
 C_{e,elt} &= C_{e,1} * N \\
 L_{m,elt} &= L_{m,1} / K_{\varphi, V_{DC}} * N * V_{DC}^2 \\
 C_{m,elt} &= C_{meq,1} * K_{\varphi, V_{DC}} * N * V_{DC}^2 \\
 R_{m,elt} &= R_{m,1} / K_{\varphi, V_{DC}} * N * V_{DC}^2
 \end{aligned}$$

L'impédance équivalente de l'élément de la Figure 32-b) vaut

(7)

$$Z_{eq,elt} = \frac{1}{j\omega C_{e,elt}} // (R_{m,elt} + j\omega L_{m,elt} + \frac{1}{j\omega C_{soft,elt}} + \frac{1}{j\omega C_{m,elt}})$$

## 2.1.4 Limites du modèle : dispersion des membranes

Le modèle précédent suppose que les membranes sont rigoureusement identiques. Cependant, la fabrication des dispositifs entraîne une dispersion des caractéristiques physiques des membranes élémentaires, donc une dispersion de leur comportement. On peut

montrer que le modèle BvD est toujours pertinent dans le cas d'un grand nombre de membranes avec une faible dispersion en fréquence de résonance.

Les simulations suivantes sont basées sur l'équation (5) pour modéliser plusieurs membranes mises en parallèle avec des paramètres légèrement différents. Les exemples suivants utilisent des valeurs élevées, non représentatives de la réalité, pour faciliter la visualisation des effets de la parallélisation sur une courbe.

La Figure 33-a) représente une simulation de l'admittance de deux membranes CMUTs considérées indépendamment, dont la fréquence de résonance diffère de 1%, ainsi que l'admittance d'un circuit comprenant ces deux mêmes membranes CMUTs en parallèle. On voit que le pic de fréquence de résonance de la somme des CMUTs se forme à partir des pics des CMUTs indépendants. Pour un petit nombre de membranes aux fréquences résonances très différentes, l'élément formé présente des pics distincts. Le modèle BvD ne donne qu'un pic ne serait donc pas adapté.

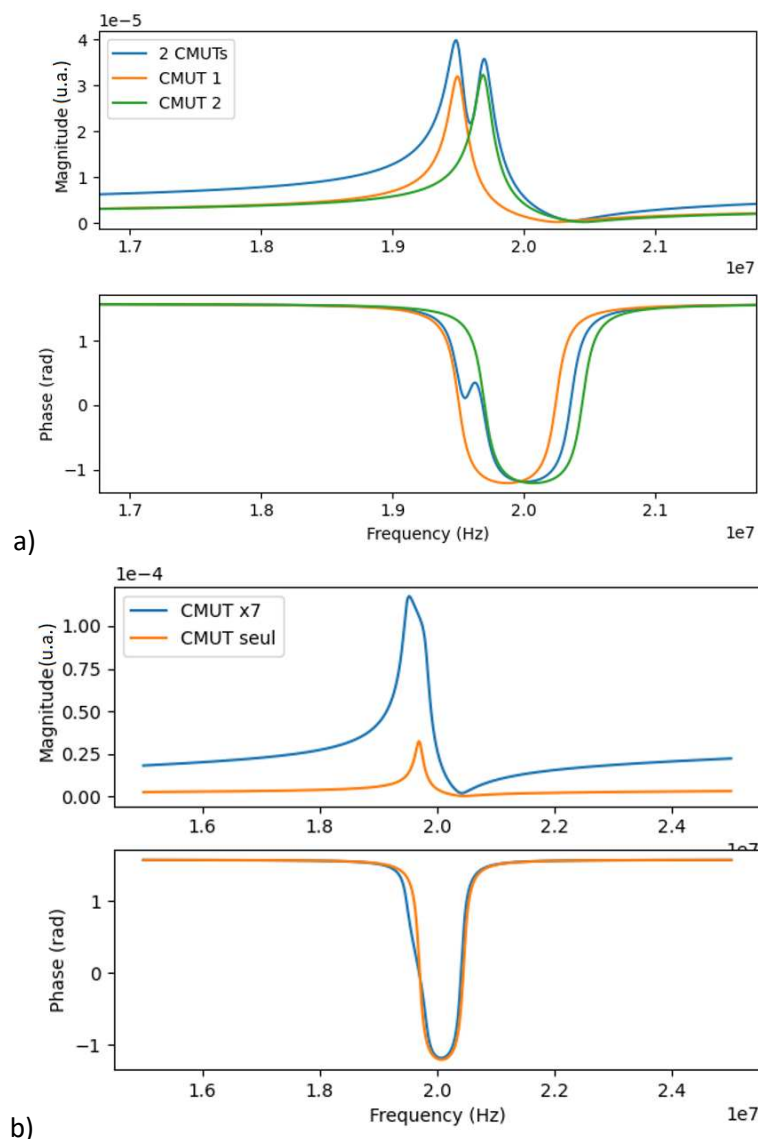


Figure 33 : a) Simulation : admittance de 2 CMUTs indépendants et de leur somme  
 b) Simulation : admittance d'un CMUT et d'une somme de CMUTs comparables

La Figure 33-b) représente une simulation de l'admittance d'une membrane CMUT seule et de l'admittance de 7 membranes CMUTs en parallèle avec des fréquences propres

uniformément réparties entre -1% et +1% de la fréquence propre du CMUT seul. Lorsque le nombre de membranes mises en parallèles augmente, la forme de la courbe d'admittance se rapproche de celle d'un CMUT seul, ne formant qu'un pic. En pratique, un élément est bien modélisé par un modèle Butterworth-Van Dyke 4 éléments en raison du grand nombre de membranes le constituant, typiquement plusieurs centaines à milliers. On note toutefois que la dispersion des comportements individuels élargit la plage de fréquence sur laquelle s'étend le pic de résonance. Cela entraîne en particulier un élargissement du pic et donc une diminution du facteur de qualité. Cette diminution ne représente donc pas une augmentation des pertes mais bien la dispersion entre les membranes d'un même élément.

### 2.1.5 Impact de la couche d'or

Afin de procéder à une fonctionnalisation de certaines puces, une couche d'or de 20 nm ou 50 nm est déposée en surface des puces. L'or a une densité massique volumique de 19300 kg/m<sup>3</sup>, contre 2330 kg/m<sup>3</sup> pour le silicium. Son dépôt, même fin devant les 800 nm de silicium, induit donc une augmentation de la masse en mouvement. De plus, l'or possède un module d'Young de 78 GPa quand le silicium possède un module d'Young situé entre 130 GPa et 185 GPa. L'effet de l'ajout de l'or sur la membrane n'est pas négligeable non plus en termes de raideur.

On peut s'intéresser à l'effet du dépôt d'or en considérant la masse ajoutée ainsi que l'impact sur la raideur dans un modèle « plaque rectangulaire encastrée » fourni par [2]:

(8)

$$\Delta f = f_{0\ Si + Au} - f_{0\ Si} = \frac{1}{2\pi} \frac{\lambda_i^2}{a^2} \left( \sqrt{\frac{D_{Si+Au}}{\mu_{Si+Au}}} - \sqrt{\frac{D_{Si}}{\mu_{Si}}} \right)$$

Avec  $\frac{\lambda_i^2}{a^2}$  constante modale fonction de la géométrie de la plaque, supposée identique pour les deux situations,  $D$  rigidité flexurale (N.m),  $\mu$  densité massique surfacique (kg/m<sup>2</sup>),  $X_{Si}$  les paramètres relatifs à une membrane correspondant uniquement à l'empilement avant dépôt d'or et  $X_{Si+Au}$  les paramètres relatifs à une membrane correspondant à un empilement après dépôt d'or.

On considère un empilement constitué de 2 nm de SiO<sub>2</sub>, 800 nm de Si, 50 nm de SiN, 10 nm de Cr et de 20 nm ou 50 nm d'or pour le modèle standard ; constitué de 10 nm de SiO<sub>2</sub>, 810 nm de Si, 50 nm de SiN, 10 nm de Cr et de 20 nm ou 50 nm d'or pour le modèle shortloop. On fait l'approximation d'un silicium isotrope de propriétés égales à celles de sa direction (110), soit un module d'Young de 169 GPa et un coefficient de poisson de 0.28.

En annexe 2 se trouve le calcul de l'écart relatif  $\frac{\Delta f}{f_{0\ Si}}$  entre la fréquence de résonance avec et sans les couches de chrome et d'or, dont les résultats sont résumés dans le Tableau 3. Cette variation représente l'effet de l'augmentation de la masse qui fait chuter la fréquence de résonance, en compétition avec l'augmentation de la raideur qui la fait augmenter.

Epaisseur d'or :	20 nm	50 nm
Modèle standard	- 6,00 %	- 13,38 %
Modèle shortloop	- 5,88 %	- 13,17 %

Tableau 3 : Ecart de fréquence propre modélisé après le dépôt d'une couche d'or

## 2.2 Simulation éléments finis

### 2.2.1 Mise en place

Pour aller plus loin dans la modélisation d'une membrane CMUT individuelle et comprendre en détail l'effet des couches de différents matériaux qui forment la membrane, les piliers ou le fond de la cavité, on utilise une modélisation éléments finis. Les simulations permettent d'estimer des grandeurs fondamentales des dispositifs comme leur fréquence de résonance. Elles peuvent permettre le choix d'une géométrie spécifiquement adaptée à l'application choisie, par exemple pour un capteur gaz, maximiser la sensibilité aux composés est primordial. Ici, les estimations de sensibilité massique réalisées sur des modèles correspondant aux membranes réalisées historiquement au CEA-Leti ont donné des valeurs correctes vis-à-vis des capteurs existants (voir 2.2.2). Pour ces premières générations d'étude, la confiance en la fonctionnalité des dispositifs réels présentant cette géométrie a été préférée à la recherche de performance. Le cahier des charges est une limite de détection de l'ordre du ppm, inférieures au picogramme, pour des COVs classiques.

Le logiciel de simulation utilisé est COMSOL Multiphysics [3], avec les modules MEMS et Structural Mechanics, ici avec la physique « Mécanique du solide » puis « Electrostatique ». Deux géométries vont être utilisées, une correspondant à l'empilement des dispositifs « standards » ESA1 et ESA2, sans or, correspondant aux Figure 25-c et Figure 26-b, et une correspondant à l'empilement simplifié des dispositifs shortloop, correspondant à la Figure 28. Les géométries et les matériaux correspondant sont spécifiés au solveur, avec leurs paramètres intrinsèques. Des mesures sur les dispositifs réels seront décrites dans la partie 5, et les résultats des simulations présentées ici y seront confrontés en partie 6.

Les procédés utilisés donnent, pour une membrane et son voisinage direct, les couches montrées dans la Figure 34 et on utilisera les dimensions des dispositifs fabriqués, notés dans le Tableau 4. On utilisera l'empilement standard pour modéliser ESA1 comme ESA2, dans leur version destinée au dépôt d'or c'est-à-dire avec finition SiN. On néglige ici la différence de procédé, essentiellement les couches de finitions et passivation, dont on suppose l'influence s'exerçant intégralement à l'extérieur des membranes CMUT vibrantes.

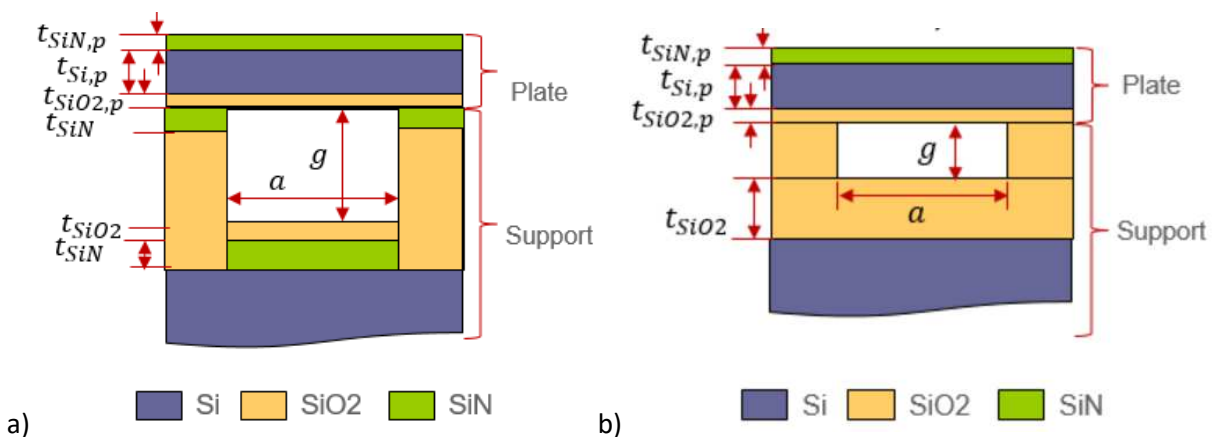


Figure 34 : a) Empilement correspondant au procédé standard b) Empilement correspondant à ESA-shortloop, utilisé pour la modélisation COMSOL

Paramètres	Symbole	Valeurs pour ESA-standard	Valeurs pour ESA-shortloop
Bord membrane	$a$	18.5 $\mu\text{m}$	32 $\mu\text{m}$
Rayon congé	$R$	3.7 $\mu\text{m}$	6.6 $\mu\text{m}$
Pas matrice	$p$	25.9 $\mu\text{m}$	40 $\mu\text{m}$
Epaisseurs des couches	$t_{\text{SiN},p} / t_{\text{Si},p} / t_{\text{SiO}_2,p}$	50 nm / 800 nm / 2 nm	50 nm / 810 nm / 10 nm
	$t_{\text{SiO}_2} / t_{\text{SiN}}$	50 nm / 270 nm	500 nm / 0 nm
Profondeur cavité	$g$	105 nm	200 nm

Tableau 4 : Dimensions utilisées pour les simulations

Le modèle correspond à une fraction essentielle de la géométrie d'intérêt : un quart de la membrane et son pourtour sont simulés. Le motif correspondant à la zone d'une membrane peut être reformé par symétries, puis ce motif élémentaire peut être répété pour former le réseau. Les calculs appliqués uniquement sur ce modèle fournissent le comportement de l'ensemble.

Il représente donc la membrane, ainsi que la zone des piliers et le fond de la cavité. Il est supposé ancré en dessous du support. Plutôt que de ne représenter que la membrane et le gap, la prise en compte du voisinage direct laisse une liberté de déformation au SiO<sub>2</sub> des piliers et du fond de la cavité, plutôt que de les supposer infiniment rigides.

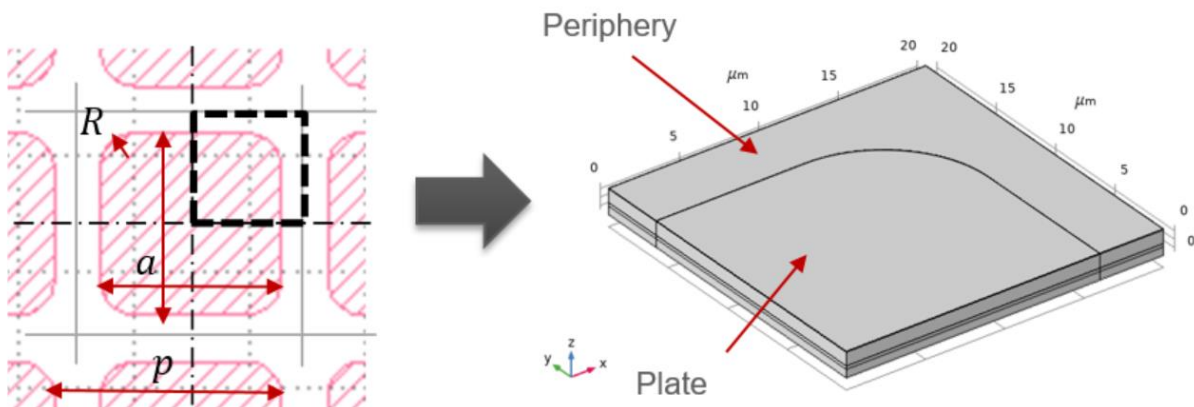


Figure 35 : Géométrie utilisée pour les simulations

### 2.2.2 Simulation mécanique du solide

Les membranes sont exposées à la pression atmosphérique sur leur face supérieure et au vide de la cavité sur leur face arrière. Une pression hydrostatique est appliquée sur l'ensemble de la face supérieure du modèle. Elle entraîne une déflexion statique de la membrane vers le fond de la cavité qui atteint un maximum au centre de la membrane valant **2,16 nm** pour le modèle standard et **17,05 nm** pour le modèle shortloop.

Une étude des fréquences propres fournit des fréquences pour le premier mode de vibration des membranes, de **30.968 MHz** pour le modèle standard et de **10.928 MHz** pour le modèle shortloop.

On peut simuler l'impact de la couche d'or sur le dispositif et comparer le résultat obtenu à celui de la modélisation plaque détaillée précédemment. Pour la simulation, se rajoute au



sommet de l'empilement décrit par la Figure 34, sur l'ensemble de la géométrie, une couche de chrome de 10 nm sous une couche d'or de 20 nm puis de 50 nm.

Pour le modèle standard, la simulation donne une fréquence de résonance de 29,088 MHz pour 20 nm d'or et de 26,796 MHz pour 50 nm, soit une diminution de la fréquence de respectivement **6,07%** et **13,47%**.

Pour le modèle shortloop, la simulation donne une fréquence de résonance de 10,191 MHz pour 20 nm d'or et de 9,395 MHz pour 50 nm, soit une diminution de la fréquence de respectivement **6,77%** et **14,05%**.

L'adéquation avec les résultats calculés par le modèle plaque, qui donnait respectivement 6,00% et 13,38%, pour le modèle standard et 5,88% et 13,17% pour le modèle shortloop, est excellente pour le modèle standard avec moins de 1% d'écart et bonne pour le modèle shortloop avec 10% d'écart.

La sensibilité aux COVs peut être estimée à partir de cette simulation, en considérant l'adsorption d'une monocouche uniforme de masse totale négligeable par rapport à la masse de la membrane et ne modifiant pas la raideur en utilisant l'équation (3). La sensibilité massique, rapport entre la variation de fréquence de résonance et masse additionnelle, s'exprime ensuite en fonction de la masse de la membrane  $M$  et de la fréquence propre obtenue par la simulation  $f_0$  :

(9)

$$Sm = \frac{\Delta f}{\Delta m} = -\frac{f_0}{2M}$$

Pour implémenter une couche de COV, on utilise la surface  $A$  de la membrane, et une densité massique surfacique  $\rho_A$  (kg/m<sup>2</sup>), fonction de la concentration surfacique estimée  $C_s$  (m<sup>-2</sup>), de la masse molaire du COV considéré  $M_{mol}$  (kg/mol) et du nombre d'Avogadro  $N_A$  (mol<sup>-1</sup>) :

(10)

$$\rho_A = \frac{C_s M_{mol}}{N_A}$$

$$\Delta m = \rho_A * A$$

On considère une monocouche de butanol, de masse molaire 74 g/mol, dont on suppose une densité surfacique de 4 molécules par nm<sup>2</sup> soit 4.10<sup>18</sup> molécules/m<sup>2</sup>. L'équation (9) nous donne, avec les valeurs simulées pour la fréquence propre et pour la masse du quart de membrane, multiplié par 4, une sensibilité massique de **2,48.10<sup>19</sup> Hz/kg**, ou 24,8 Hz/fg pour le modèle standard et de **2,68.10<sup>18</sup> Hz/kg**, ou 2,68 Hz/fg, pour le modèle shortloop.

Pour le modèle standard, la sensibilité calculée par les équations (9) et (10) à partir de la sensibilité massique estimée précédemment nous donne une variation de fréquence causée par l'adsorption du COV de **3,75 kHz**. Après implémentation d'une densité massique surfacique telle que décrite dans l'équation (9) au modèle, la simulation donne une fréquence propre de 30,965 MHz, soit une différence de fréquence causée par le COV en surface de **3 kHz**. Les deux résultats sont en accord compte tenu de la précision de la précision fournie par COMSOL de l'ordre du kHz.

De même pour le modèle shortloop, on simule une différence de fréquence de **1 kHz** contre **1,30 kHz** d'après l'équation (9).

Ces valeurs estimées seront confrontées aux mesures expérimentales et au bruit du système dans le chapitre 4 pour estimer les limites de détection du système. Les objectifs seraient atteint avec un bruit de l'ordre du Hertz.

### 2.2.3 Simulation électrostatique

La physique « Electrostatique » permet de prendre en compte l'effet de la polarisation sur la membrane, celle-ci entraîne une déflexion électrostatique. Le modèle est donc soumis à une déflexion statique entraînée par la pression atmosphérique en face avant, ainsi qu'à une déflexion électrostatique causée par une différence de potentiel entre le silicium de la membrane et le substrat situé sur l'ensemble de la surface inférieure du modèle. Une tension de polarisation de 50V entraîne une déflexion au centre de la membrane de **14.98 nm** pour le modèle standard, et de **38,24 nm** pour le modèle shortloop.

La polarisation a également un effet sur la fréquence de résonance de la membrane. Une étude en fréquences propres pour une gamme de tensions de polarisation fournit les valeurs représentées sur la Figure 36.

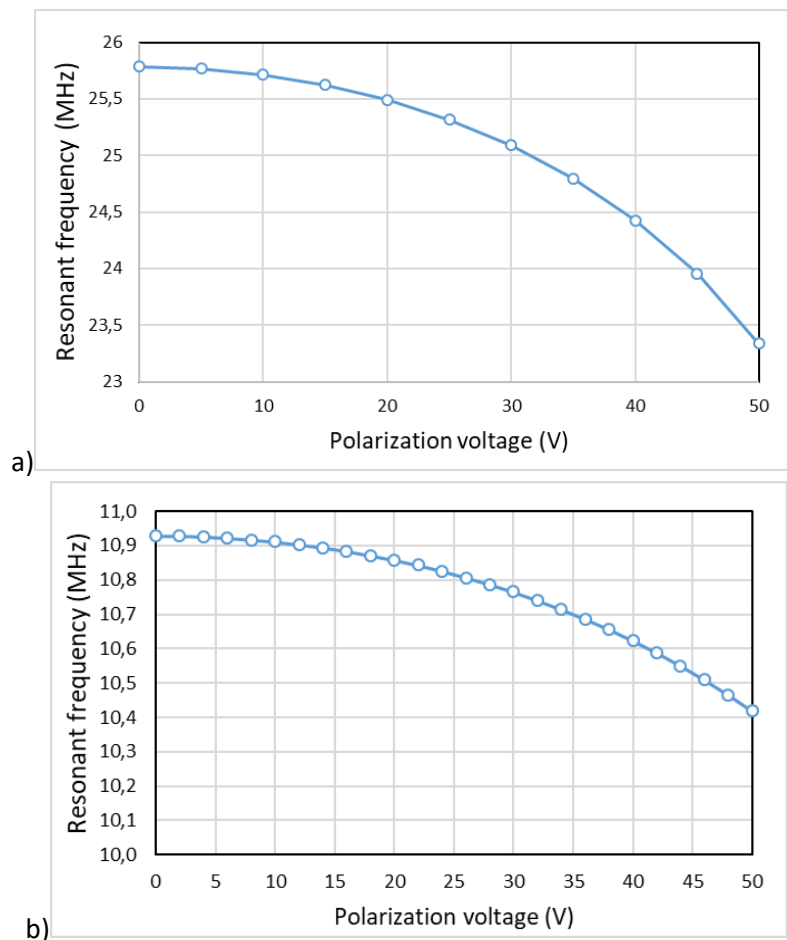


Figure 36 : Simulation de la fréquence propre en fonction de la tension de polarisation  
 a) Modèle standard b) Modèle shortloop

Il est possible d'estimer la tension de pull-in des dispositifs. La courbe traçant les tensions requises pour une gamme de déflexion maximale de la membrane, relativement à la profondeur de la cavité, présente un maximum, qui correspond à la tension maximale permettant une position d'équilibre de la membrane. En effet, au-delà de la tension de pull-in, aucune position d'équilibre stable ne peut être simulée par les éléments finis. La tension de pull-in estimée d'après cette courbe est de **93V** pour le modèle shortloop (Figure 37). Le même travail effectué sur le modèle standard fournit la valeur **82V** (Figure 71).

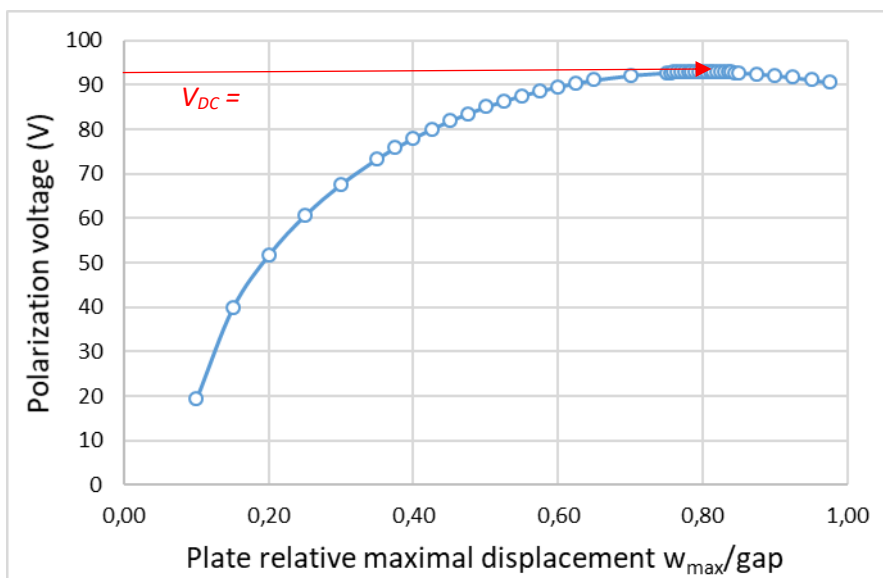


Figure 37 : Tension nécessaire pour générer les déplacements moyens correspondants pour le modèle shortloop

Les valeurs calculées lors de la simulation par éléments finis sont résumées dans le Tableau 5. On obtient ici une comparaison entre deux designs différents, notamment au niveau des dimensions de la membrane, chacun basé sur un modèle particulier lié à un procédé de fabrication.

Calcul	Modèle standard	Modèle shortloop
Déflexion par la pression atmosphérique	-2,16 nm	-17,05 nm
Fréquence propre à 0V	30.968 MHz	10,928 MHz
Sensibilité massique	24,8 Hz/fg	2,68 Hz/fg
Variation de fréquence causée par le dépôt d'or	20 nm : -6.07 % 50 nm : -13.47 %	20 nm : -6,77% 50 nm : -14,05%
Variation de fréquence causée par une monocouche de butanol	3 kHz	1 kHz
Déflexion à 50V	-14.98 nm	-38,24 nm
Tension de pull-in	82 V	93 V

Tableau 5 : Valeurs simulées pour quelques paramètres d'intérêt

### 3 Design et layout d'une puce

Cette partie décrit le processus de conception et les enjeux liés à la réalisation d'un lot de puces de deuxième génération « ESA2 ». Les puces nommées ESA1 ayant été conçues antérieurement à ces travaux de thèse, elles ont permis de mettre au point les objectifs et règles utilisées pour la conception développée ci-après.

#### 3.1 Contraintes liées aux objectifs

La construction d'une puce destinée à réaliser un nez électronique tel que décrit dans le chapitre impose un cahier des charges qui va contraindre le design des puces de plusieurs manières. Ces contraintes sont causées par toutes les étapes de la vie de la puce, de sa fabrication à son usage en situation réelle. Toutes les contraintes connues, exposées ici ou non explicitées dans ce document, sont consignées dans un manuel des règles de conceptions, avec des chiffres prenant en compte les contraintes technologiques et les incertitudes. Il permet la vérification d'un design avant validation et fournit des indications importantes pour les designs ultérieurs.

##### 3.1.1 Contraintes liées à la fabrication

La puce utilisée doit être conçue comme faisant partie d'un réticule, zone d'une taille définie répétée sur l'ensemble des wafers produits. Ici, le réticule est un carré de 22 mm de côté. Sur ce masque doivent se trouver toutes les puces et dispositifs qui sont souhaités pour l'étude des CMUTs en tant que capteurs gaz. Pour placer les puces sur le masque, il est important de veiller à optimiser tout l'espace disponible, tout en permettant la découpe à la scie des différentes puces, qui scindera le wafer de part en part.

Comme expliqué en 1.3, la dernière étape de fabrication pour certains dispositifs consiste en un dépôt d'or. Cette étape est réalisée par projection au travers d'un wafer pochoir. La projection d'or se déroule comme si elle provenait d'une source ponctuelle située au centre du wafer. Cela entraîne donc géométriquement un désalignement pour les puces, d'autant plus important qu'elles sont situées sur le bord du wafer. Il est essentiel de réaliser la fonctionnalisation sur l'ensemble des membranes de l'élément, et ce désalignement a été mesuré sur des lots précédents et peut valoir jusqu'à 100  $\mu\text{m}$ . Pour prendre en compte ce paramètre de fabrication, il faut donc dessiner des zones d'or avec une garde d'au moins 100  $\mu\text{m}$  par rapport au réseau de membranes. De plus l'or ne peut se fixer que s'il est sur du SiN. Il faut donc ré-ouvrir la passivation SiO<sub>2</sub> vers le SiN d'une zone possédant également une garde d'au moins 100  $\mu\text{m}$  par rapport au dessin de la zone d'or.

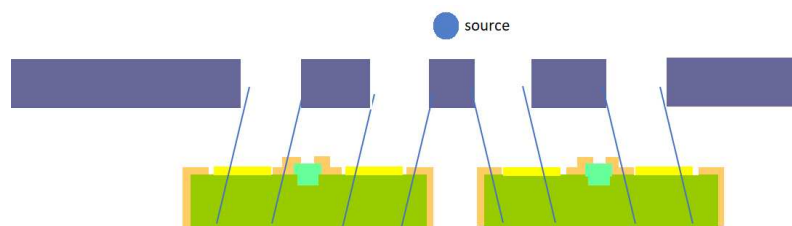


Figure 38 : vue en coupe ; désalignement de l'or au travers du pochoir

### 3.1.2 Contraintes liées aux caractérisations sous pointes

Entre la sortie de salle blanche et l'utilisation fonctionnelle des puces, les wafers sont testés électriquement. Cela permet de confirmer le déroulement correct de la fabrication ainsi que de caractériser les CMUTs réalisés. La réalisation de ces tests impose des contraintes géométriques sur les contacts de chaque élément afin d'utiliser une unique carte à pointes.

L'écart entre les contacts membrane et bulk est fixe pour tous les éléments de la puce et est choisi par rapport au wire-bonding. Le pas entre les contacts de deux éléments successifs est fixe sur l'ensemble du masque, même lors de la juxtaposition d'éléments composés d'un faible nombre de membranes CMUT élémentaires, dont la largeur totale est moindre et qui pourraient sembler plus éloignés que nécessaire. Ce pas fixe facilite également le wire-bonding.

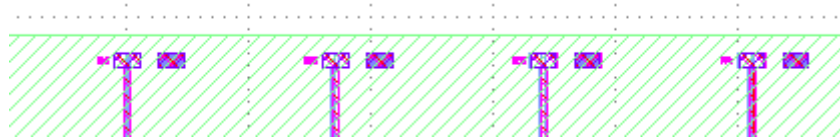


Figure 39 : Contacts de quatre éléments successifs

Les pistes reliant les éléments aux contacts ne sont pas des conducteurs parfaits, et ajoutent une résistance dite « d'accès » aux mesures effectuées. Afin de réduire les inconnues et de permettre des simplifications dans le traitement des données, il est souhaitable d'avoir une influence imputable aux pistes qui soit identique pour tous les éléments, quelle que soit leur taille. Il a donc été choisi de fixer la longueur des pistes d'accès. C'est un compromis avec, par exemple, un alignement des centres des éléments, qui simplifierait l'encodage de la trajectoire du robot d'impression lors de la fonctionnalisation.

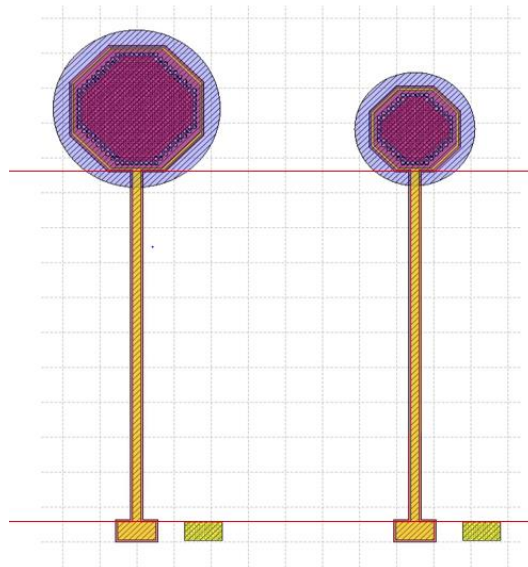


Figure 40 : Pistes électriques de longueur égale pour des éléments de taille différente.

### 3.1.3 Contraintes liées à la fonctionnalisation

La fonctionnalisation est assurée par des dépôts de gouttes contenant les peptides. Des dépôts sur des surfaces de différentes tailles sont réalisés par le dépôt successif d'un nombre plus ou moins important de gouttes unitaires. La dimension minimale de la zone d'intérêt est donc celle d'une unique goutte. Ainsi un élément a pour taille minimale 200  $\mu\text{m}$ . Pour l'autre extrême, on peut former une goutte semi-circulaire de grande taille par coalescence de ces gouttes unitaires. Cette goutte possède une taille critique au-delà de laquelle elle se répand sur la surface de manière non contrôlée. On ne peut donc pas fonctionnaliser correctement un réseau de membranes de diamètre supérieur à 1 mm.

Concernant l'hydrophilie des surfaces des puces : les états de surface des puces lors d'une fonctionnalisation sur or sont les suivants : *Au* sur une zone comprenant l'élément, *SiO<sub>2</sub>* autour des zones d'or. Des expériences réalisées sur des puces présentant ces géométries ont mis en évidence un caractère plus hydrophile du *SiO<sub>2</sub>* que de l'or après le nettoyage de préparation à la fonctionnalisation. Sitôt qu'une goutte dépasse la zone d'or et entre en contact avec le *SiO<sub>2</sub>*, sa tendance est de glisser intégralement hors de l'élément. La fonctionnalisation est alors impossible. Afin de réaliser la fonctionnalisation optimale, il faut donc que la goutte puisse recouvrir l'ensemble des membranes suspendues d'un élément, tout en étant impérativement incluse dans la zone d'or. Ces contraintes ont été prises en compte avec en sus la précision de positionnement d'une goutte estimée à 10  $\mu\text{m}$ .

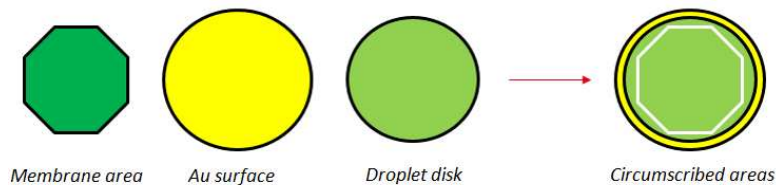


Figure 41 : Contraintes géométriques pour la fonctionnalisation d'un élément

Deux gouttes situées l'une à côté de l'autre risquent de coalescer si un contact intervient. Le but des différents éléments étant de posséder des fonctionnalisations distinctes, la coalescence de deux gouttes déposées sur des éléments voisins est à éviter. D'après des expériences réalisées par Aryballe, la distance entre deux gouttes doit être supérieure à 200  $\mu\text{m}$ .

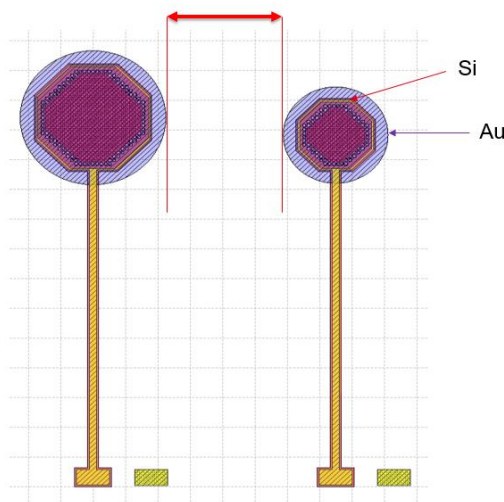


Figure 42 : Distance minimale entre deux zones de dépôt afin d'éviter toute coalescence des gouttes.

### 3.1.4 Contraintes liées à l'électronique de lecture

Dans le but d'avoir une lecture multivoie, il est nécessaire que la carte électronique possède autant de chaînes de lecture que d'éléments qui seront lus en simultané. Après concertation avec l'équipe en charge de la conception de cette carte électronique, il a été décidé de créer 4 voies. Pour faciliter le câblage des chaînes vers les éléments, la carte n'adresse pas les éléments de manière redondante, et la puce est composée de quadrants identiques.

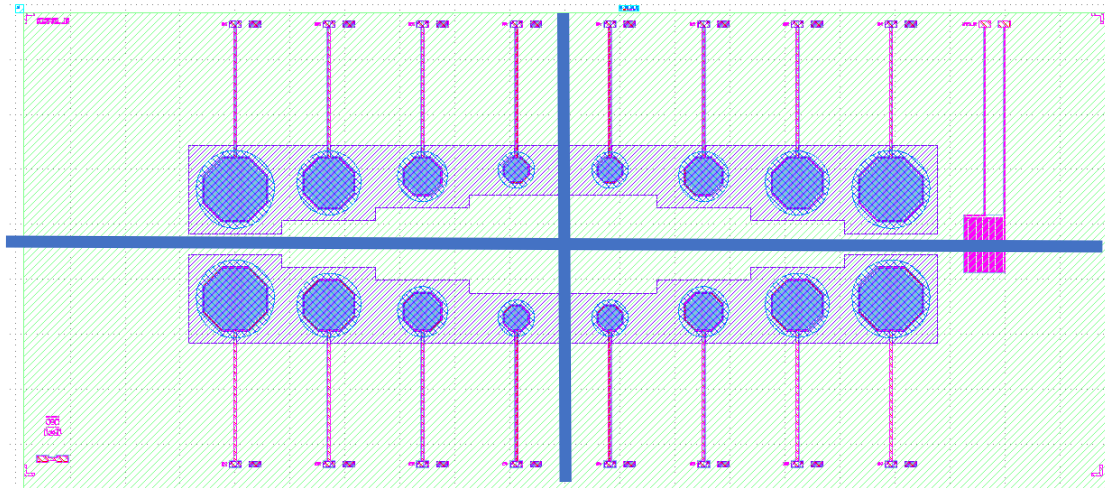


Figure 43 : Puce divisée en quadrants identiques, un destiné à chaque chaîne de lecture

Pour utiliser un grand nombre de variantes de puces sans multiplier les électroniques, une puce viendra se brancher sur la carte électronique via un PCB intermédiaire. La puce est wire-bondée au PCB de manière permanente, et ce PCB peut se brancher sur la carte mère et être facilement débranché pour lire une autre puce sur un autre PCB. Le format des PCB intermédiaires, dits « carte mezzanine » est figé, néanmoins ils doivent pouvoir accueillir toutes les variantes. L'ensemble des puces conçues pour être utilisées sur la carte électronique doivent ainsi prendre place dans une empreinte identique sur les cartes mezzanine, c'est-à-dire avoir la même surface totale, et les contacts aux mêmes emplacements pour être alignés pour le wire-bonding. C'est la puce de dimension la plus grande qui imposera sa forme à toutes les autres, une puce composée uniquement de petits éléments aura donc une moins grande partie de sa surface utilisée.

Il est important de réaliser que ces puces sont conçues pour réaliser des études sur le potentiel de miniaturisation des puces CMUT ultérieures, toutefois leur conception actuelle répond avant tout à des critères de polyvalence et ne préfigure aucunement des dimensions minimales de futures puces CMUT optimisées.

## 3.2 Design d'un élément

### 3.2.1 Membrane CMUT élémentaire

La membrane CMUT élémentaire désigne le volume de la membrane suspendue entrant en mouvement vertical décrite dans le chapitre 1 – 2.CMUT.

La géométrie choisie est un carré à bords arrondis. Elle se justifie par un historique CEA qui garantit une adéquation du procédé de fabrication au design prévu. La forme carrée maximise la surface d'interaction pour un réseau de membranes, et les bords arrondis permettent des ancrages fiables quand des angles droits entraînent parfois une rupture de la membrane et un comportement mécanique inexploitable dans les coins. Les dimensions de la membrane nominale ESA1/ESA2 (Figure 44) sont : un côté ( $a$ ) de  $18.5 \mu\text{m}$ , bords arrondis inclus, avec des angles arrondis de  $3.8 \mu\text{m}$  de rayon ( $r$ ). L'épaisseur nominale de la couche de silicium est de  $800\text{nm}$ . Les dimensions de la membrane correspondent, par expérience au vu de l'empilement réalisé et décrit dans le procédé de fabrication, à une fréquence de résonance cible de  $20 \text{ MHz}$ .

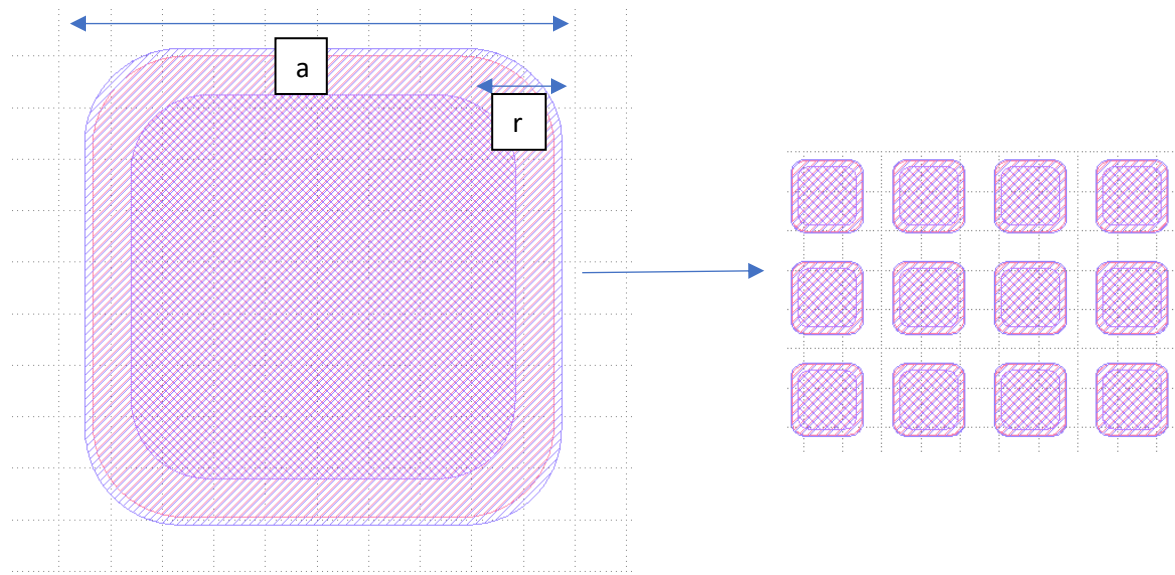


Figure 44: Géométrie de la surface d'une membrane élémentaire et formation d'un réseau

### 3.2.2 Construction d'un élément

Un élément désigne un des capteurs qui formera la puce nez électronique finale. Il est composé d'un réseau de membranes CMUT élémentaires reliées entre elles pour former le niveau « membranes » qui est une couche continue de silicium dopé (Figure 24-c) servant d'électrode supérieure, d'une piste d'accès reliée au niveau membranes et du contact métallique de lecture associé, ainsi que d'un contact métallique relié au substrat, l'électrode inférieure.



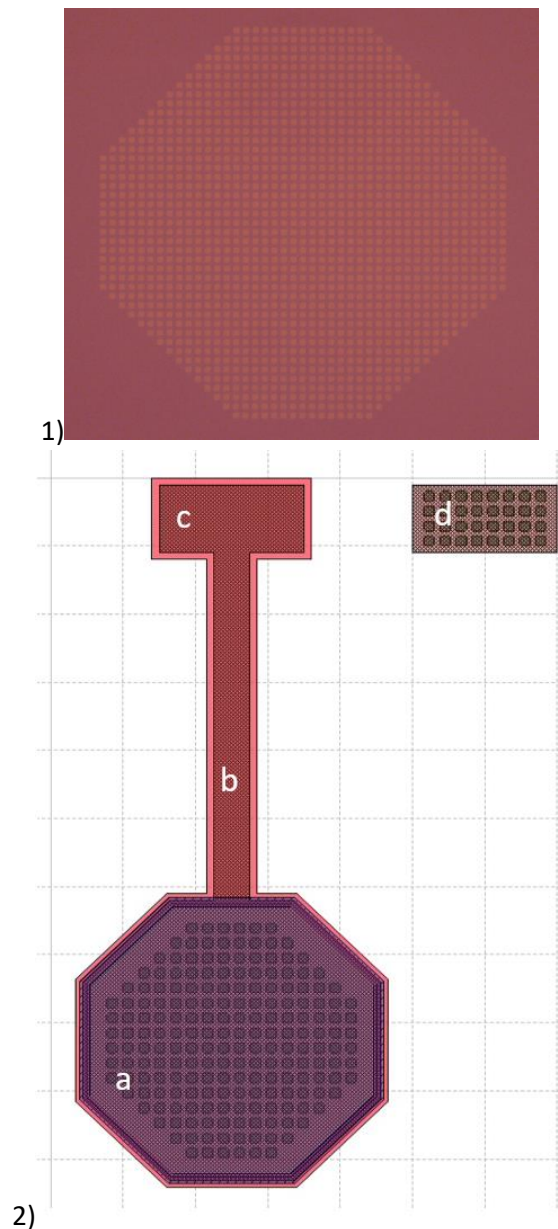


Figure 45 : 1) Image d'un réseau de 1263 membranes fabriqué au CEA-Leti qui sert de base à la construction d'un élément complet

2) Un élément de 196 CMUTs, avec la membrane dopée (a), la piste d'accès (b) et son contact (c), et le contact substrat (d)

Le réseau de membranes forme un octogone, afin de s'approcher de la forme ronde de la goutte qui servira de fonctionnalisation. Cela facilite le maintien de la goutte de fonctionnalisation sur l'élément et permet d'atteindre l'ensemble de la zone d'intérêt (Figure 46). Il est important que la goutte y reste environ 18h pour permettre la formation de liaisons chimiques, et qu'elle ne dépasse pas de l'élément pour ne pas risquer de se déposer sur un autre élément, les différents éléments devant avoir différentes fonctionnalisations.

Les dimensions des contacts sont adaptées à la technique de wire-bonding qui sera utilisée ultérieurement, ils mesurent ici  $100\ \mu\text{m} \times 200\ \mu\text{m}$ . Le contact vers l'électrode inférieure passe par des petites cavités de  $20\ \mu\text{m}$  et non un grand rectangle de  $200\ \mu\text{m}$  pour que les piliers entre les membranes permettent la tenue mécanique de la structure. L'espacement entre les deux contacts est défini par les conditions de wire-bonding et est identique pour toutes les structures du lot afin de pouvoir tester électriquement tous les dispositifs avec une même carte à pointes.

La surface totale de silicium qui compose le niveau membrane de l'élément est réduite au strict nécessaire, pour la largeur de la piste ou au niveau du réseau octogonal, car ce silicium forme un condensateur avec le substrat, générant une capacité parasite atténuant la part du signal d'intérêt engendré par les membranes CMUTs dans le signal mesuré.

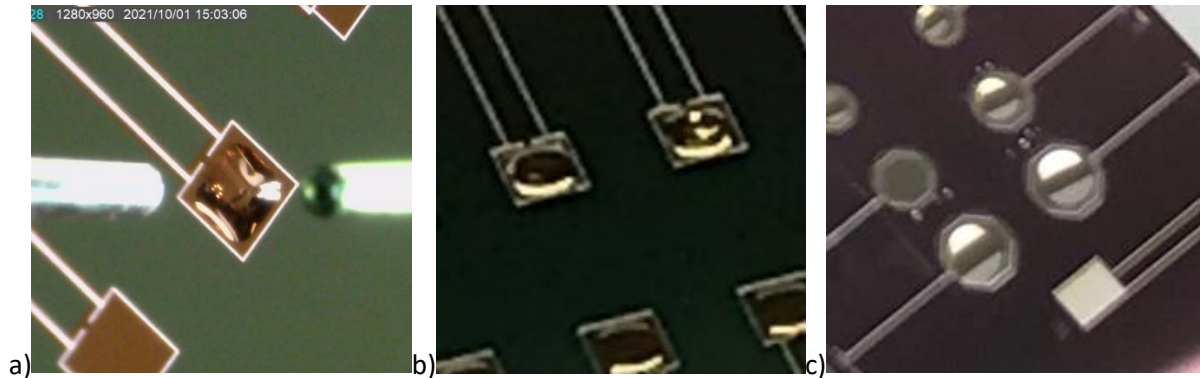


Figure 46 : Gouttes de fonctionnalisation sur des éléments carrés (a) et (b), ou sur des éléments octogonaux (c)

Il a été observé une différence de comportement entre les membranes suspendues situées sur le pourtour de l'élément et les autres. Cette différence de comportement se traduit par une dispersion en fréquence de résonance, allant jusqu'à créer deux familles distinctes de membranes. On peut voir cela en réalisant mesurant l'impédance d'un élément lors d'un balayage en fréquence. Une explication avancée pour expliquer ce comportement se base sur les caractéristiques du voisinage des membranes. En effet le voisinage de chacune des membranes centrales est identique : 8 cavités, tandis que les membranes du pourtour se situent à côté de 4 à 5 cavités et d'un silicium rigide ailleurs. Leur membrane est soumise à des contraintes de manière asymétrique. Un lot précédant a permis de voir que supprimer physiquement les membranes suspendues au-dessus des cavités du pourtour résolvait cette dispersion, et ne reporte pas cette problématique de voisinage aux membranes suspendues du pourtour de celles encore présentes. La Figure 47 illustre les membranes physiquement supprimées en vert. Les nombres de membranes données à partir d'ici prennent en compte le détournement des membranes du pourtour en les excluant du total, pour donner le nombre de membranes élémentaires physiquement présentes et actionnées de l'élément.

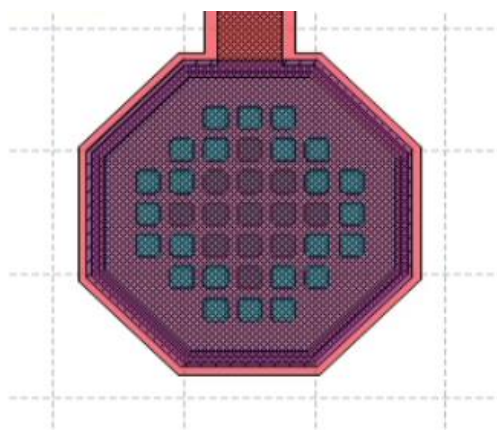


Figure 47 : Membranes détournées

### 3.3 Design d'une puce

La philosophie de cette génération de puces est d'explorer le potentiel du CMUT en capteur de gaz, et de réaliser différentes études qui permettent d'identifier les caractéristiques idéales de design d'un élément. L'enjeu principal est la miniaturisation du nez électronique, et cela passe en grande partie par la miniaturisation de la puce et donc par la taille minimale d'un élément. Les puces destinées aux mesures sous gaz sont conçues pour permettre une étude sur l'impact de la taille sur le comportement de l'élément. Pour rappel, la taille d'un élément désigne le nombre de membranes CMUT individuelles reliées entre elles formant un réseau octogonal. Les puces sont donc composées de différentes tailles d'éléments : la taille maximale d'un élément est approximativement celle des éléments ESA1 dont le fonctionnement a été constaté antérieurement à la fabrication de ces puces-ci, ici 1263 membranes, tandis que la taille minimale est inférieure de deux ordres de grandeurs, avec 15 membranes.

Les contraintes liées à l'électronique de lecture font construire une puce composée de quatre quadrants identiques, au sein desquels il est possible de placer quatre éléments. Finalement, la puce est donc composée de 16 éléments, 4 éléments de 4 tailles différentes, 1 élément de chaque taille différente au sein de chaque quadrant. Cette géométrie permet d'adresser en simultané un élément de chaque taille par chaque chaîne de lecture, mais surtout, de réaliser des mesures multiéléments quelle que soit la taille d'élément choisie en formant des nez électroniques à 4 éléments de même taille. La plage de tailles d'éléments a été répartie en 7 nombres de membranes : 1263, 762, 387, 138, 83, 42 et 15. Ces tailles prennent place sur deux puces différentes, une puce « grands éléments » constituée des 4 plus grandes tailles (Figure 48), et une puce « petits éléments » constituée des 4 plus petites tailles (Figure 49). La taille 138 membranes étant répétée sur les deux puces, elle présente un voisinage différent qui permettra de vérifier l'indépendance sur le comportement d'un élément des éléments alentours.

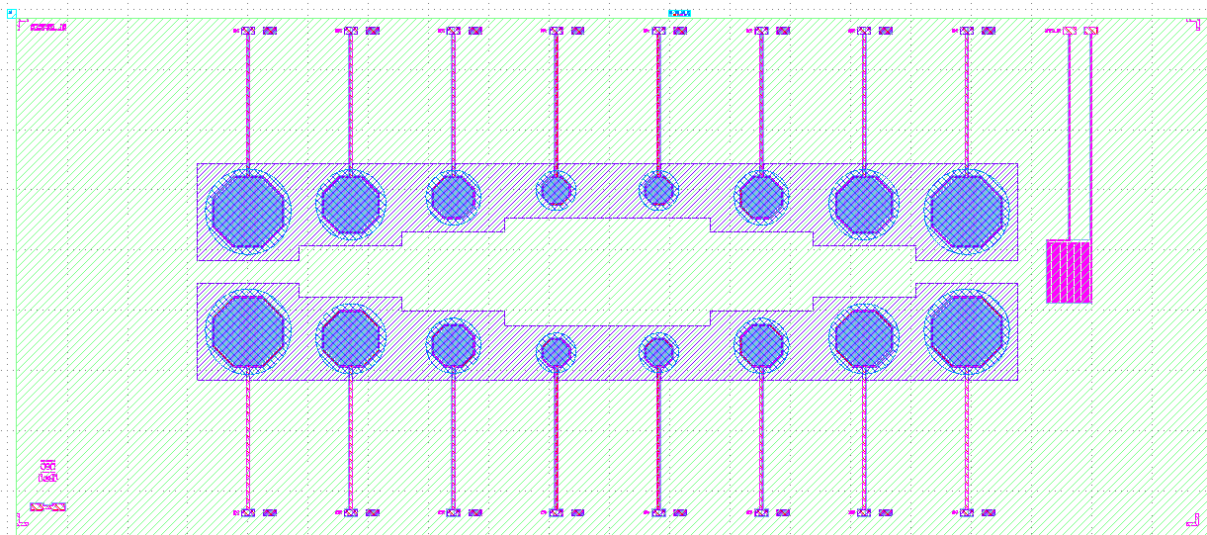


Figure 48 : Puce "grands éléments"

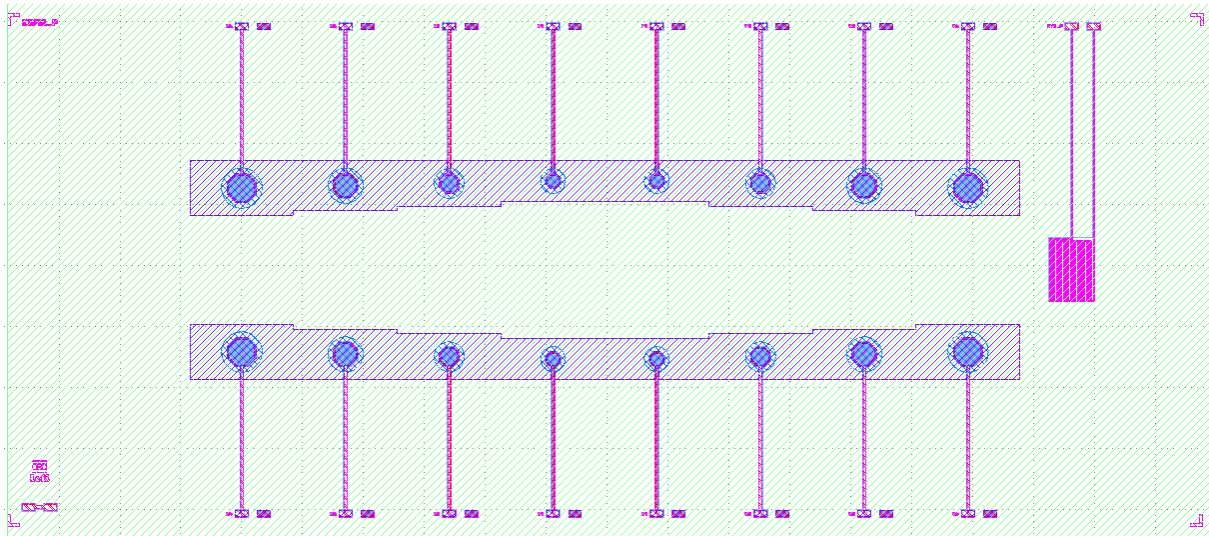


Figure 49 : Puce "petits éléments"

Géométriquement, ces puces respectent les principes énoncés en 3.1., ainsi que les idées suivantes : la puce est conçue en même temps que la fluidique au sein de laquelle elle prendra place. Cet aspect est développé dans le Chapitre 3, plus particulièrement en partie 4. La caractéristique à prendre en compte ici est la présence d'un capot qui aura pour rôle de créer une chambre fluïdique dans la zone où sont présents les éléments, pendant que les pads d'accès seront accessibles pour un wire-bonding après le positionnement du capot. Cela impose des zones de contact suffisantes à droite et à gauche des éléments ainsi que des pistes électriques d'une longueur permettant d'accueillir le capot entre l'élément et les contacts électriques. Cette longueur est définie par la largeur du capot et les recommandations du wire-bonding.

Les puces contiennent également un Resistance Temperature Detector (RTD) (Figure 50). C'est un capteur de température qui fonctionne sur le principe de variation de résistivité d'une piste de métal en fonction de sa température. Ce composant permet de suivre en temps réel la température de la puce de silicium lors d'une mesure. Il est situé de manière que le flux ne le perturbe pas, et pour que sa présence ne perturbe pas les mesures effectuées sur les éléments. Il est composé d'une piste de métal identique à celles des pistes reliées aux éléments, en AlSi, ainsi son ajout à la puce ne nécessite aucun masque supplémentaire lors de la fabrication. Sa surface est passivée et ne doit donc pas interagir avec les molécules présentes dans l'air, afin d'éviter des phénomènes d'adsorption et de désorption non maîtrisés.

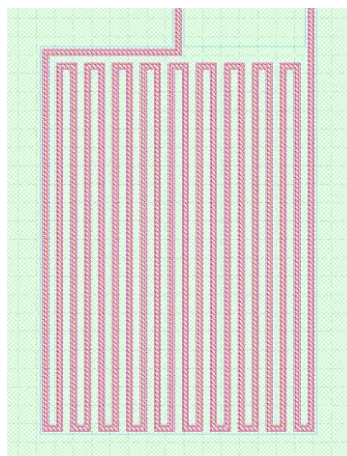


Figure 50 : Piste du RTD

## 4 Suivi de fabrication

Tout au long de la fabrication en salle blanche, des vérifications et des mesures sont effectuées à des étapes clés. Cela permet d'attester du bon déroulement des étapes, mais aussi plus subtilement de quantifier la dispersion au sein d'un wafer ou entre des wafers, ou l'écart aux dimensions envisagées. Des écarts au comportement théorique peuvent survenir pour de nombreuses raisons, par exemple certaines réactions chimiques difficiles à estimer peuvent ralentir une gravure en ajoutant une couche supplémentaire en surface. Le suivi de fabrication peut également consister en prises d'images où des défauts peuvent être constatés visuellement.

### 4.1 Epaisseur des membranes

L'épaisseur des membranes est fondamentale dans leur comportement, elle est prépondérante dans la masse et la raideur de l'oscillateur.

Les mesures suivantes ont été réalisées lors de la fabrication du lot de première génération ESA1, réalisé par le procédé standard. Elles sont réalisées par ellipsométrie, en plusieurs points, sur deux plaques, après l'étape d'amincissement des wafer membranes. Les résultats sont contenus dans le Tableau 6. L'épaisseur visée est 800 nm et les valeurs obtenues sont  $(800.14 \pm 3.61)$  nm pour la première plaque mesurée et  $(798.01 \pm 3.96)$  nm pour la seconde. Cela donne une incertitude sur l'épaisseur des membranes entre deux wafers de 0.25% et une dispersion de l'épaisseur au sein d'un même wafer de 0.5%.

Au sein d'un même wafer, les membranes ont donc une dispersion en masse de 0.5% induisant par exemple d'après l'équation (1) une dispersion de fréquence propre de 0.25% à raideur équivalente. Cela donne un écart type de fréquence de résonance entre des puces d'un même wafer de 50 kHz pour une fréquence nominale de 20 MHz. L'impact sur la sensibilité d'après (9) est de l'ordre de 0,5%.

Point numéro	Epaisseur (nm) <i>Plaque 14</i>	Epaisseur (nm) <i>Plaque 18</i>
1	796.72	794.24
2	798.12	794.11
3	798.26	794.83
4	797.02	794.53
5	796.08	797.84
6	805.23	801.73
7	803.08	805.08
8	804.62	801.06
9	802.10	798.65
Moyenne	<b>800.14</b>	<b>798.01</b>
Ecart type	<b>3.61</b>	<b>3.96</b>

Tableau 6 : Epaisseur du wafer membrane mesuré en plusieurs points après amincissement sur les plaques 14 et 18

## 4.2 Profondeur des cavités

Une autre dimension primordiale dans le comportement des CMUT est la profondeur de la cavité. Cette distance entre en compte dans l'intensité de la force électrostatique que subit la membrane, elle est donc fondamentale dans le comportement électrique et modifie des paramètres comme le pull-in ou la valeur de l'effet de softening.

La profondeur de la cavité est mesurée à la fin de la fabrication des wafers cavités, avant le report du wafer membranes, après laquelle les cavités ne sont plus accessibles (Figure 51). La mesure est réalisée à l'aide d'un profilomètre (Figure 52) et prend place à différents endroits pour observer l'influence de plusieurs paramètres : pour un élément, au bord et au centre du réseau de membranes, et pour une plaque, au centre, à mi-rayon, et au bord du wafer. Dans un premier temps, les mesures portent sur des dispositifs ESA1. Les valeurs mesurées pour la première valeur de profondeur visée de 115 nm sont présentes dans le Tableau 7.

On peut constater qu'au sein d'un élément, entre les membranes de bord et celles du centre du réseau, la profondeur mesurée est sensiblement la même, l'écart type entre les deux valeurs est de 2 nm ou 1.7%. En revanche, entre les différentes zones de la plaque, les différences sont plus importantes : au centre du wafer la profondeur est (117 ± 2) nm, à mi-rayon (110 ± 2) nm et au bord du wafer (104 ± 3) nm. Ces résultats signifient que la réponse d'un élément, composée de celles de l'ensemble des membranes parallélisées, aura une dispersion faible. C'est un résultat positif qui indique un comportement comparable entre toutes les membranes donc un meilleur facteur de qualité. Pour ce qui est des profondeurs pour différents endroits du wafer, c'est-à-dire entre des puces éloignées, les mesures indiquent une dispersion plus importante. L'écart de profondeur entre le centre et les bords est de 13 nm ou 12.5%. Au centre d'un wafer, la valeur visée est obtenue avec une incertitude de 2 nm ou 1.7%.

Emplacement mesure		Profondeur (nm) <i>Plaque 6</i>	Profondeur (nm) <i>Plaque 11</i>	Profondeur (nm) <i>Plaque 17</i>
Centre wafer	Centre réseau	117	117	119
	Bord réseau	114	116	119
Mi-rayon wafer	Centre réseau	109	108	110
	Bord réseau	110	113	109
Bord wafer	Centre réseau	106	100	102
	Bord réseau	105	107	104

Tableau 7 : Profondeurs des cavités avant le report du wafer membranes, valeur visée 115 nm.

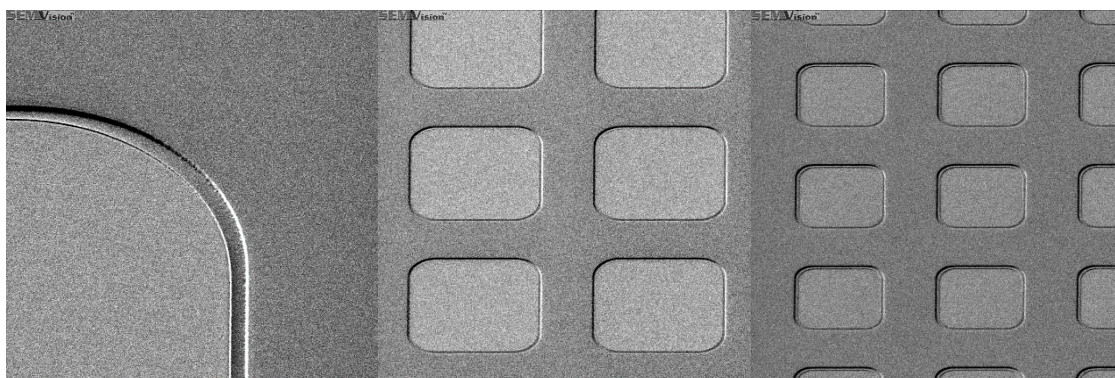


Figure 51 : Images des cavités réalisées au microscope à balayage électronique avant le report du wafer membranes

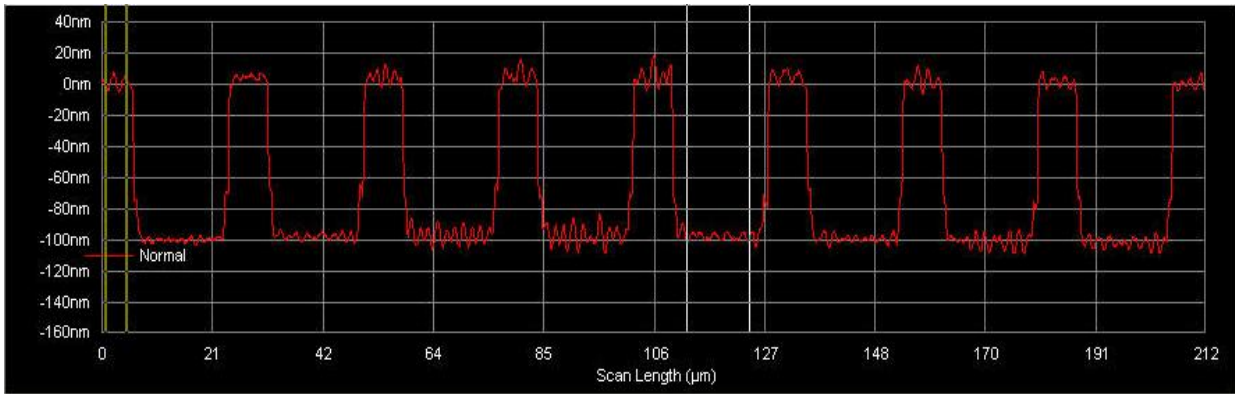


Figure 52 : Relevé de profondeur réalisé au profilomètre sur 200 µm et 8 cavités successives

Deux autres valeurs sont visées pour d'autres dispositifs. L'une est de 165 nm et les valeurs mesurées pour les 3 plaques montrent que cette valeur est atteinte avec une incertitude de 0.8%. La troisième valeur est 280 nm, elle ne consiste pas en une étape ou un masque spécifique mais concerne des zones qui subissent successivement la gravure de 115 nm puis celle de 165 nm. Dans les faits, la valeur obtenue a été de  $(344 \pm 3)$  nm, soit 64 nm d'excédent. Cela s'explique par le fait que les étapes de gravure qui engendrent les cavités commencent par une étape de gravure de la fine couche de SiO<sub>2</sub> qui se trouve initialement en surface des cavités. Cette gravure est effectuée deux fois pour la valeur-cible « 280 nm », ce qui induit une surgravure de 64 nm. La cause de cette surgravure étant établie, elle a été évitée lors des lots suivants par un procédé comparable qui permet d'obtenir trois profondeurs de cavité avec deux niveaux de masque.

Les mesures suivantes ont été réalisées lors de la fabrication du lot de deuxième génération ESA2, procédé standard.

Trois profondeurs de cavités sont attendues sur les plaques ESA2, de valeurs  $GAP_1 = 115$  nm,  $GAP_2 = 165$  nm et  $GAP_3 = GAP_1 + GAP_2 = 280$  nm. Des mesures au profilomètre ont été réalisées sur 5 plaques, sur plusieurs puces situées au centre des wafers, à mi-rayon, et au bord des wafers Figure 53. Les valeurs sont entrées dans le Tableau 8.

Les zones où le  $GAP_1$  était visé présentent un écart à la valeur visée de 10 à 15 nm. Cela fait suite au recuit de densification qui génère 12 nm de SiO<sub>2</sub> mesuré. La surépaisseur de  $GAP_1$  a été remarquée avant la réalisation de  $GAP_2$  et pris en compte, la valeur visée est obtenue au centre du wafer à 0.5% près. Pour  $GAP_3$ , succession des gravures  $GAP_1$  et  $GAP_2$ , on constate que la surgravure mesurée lors de la réalisation d'ESA1 est corrigée et que l'on obtient une valeur qui est effectivement la somme des deux précédentes profondeurs. De manière générale, on voit que les gravures sont moins importantes au bord du wafer qu'au centre du wafer. On a en moyenne une différence de profondeur de cavités entre les différentes zones du wafer de 11.8 nm pour  $GAP_1$ , de 6.8 nm pour  $GAP_2$ , et de 8.3 nm pour  $GAP_3$ . Cette valeur maximale pour  $GAP_1$  est du même ordre que celle constatée sur ESA1.

En conclusion, pour considérer une valeur générale, il est pertinent de retenir une mesure absolue plutôt qu'un pourcentage de la profondeur visée, car l'incertitude provient de la maîtrise de la gravure. Finalement, au sein d'un élément, l'incertitude de profondeur entre le bord et le centre est de **2 nm** et, entre des puces, **de 10 nm**.

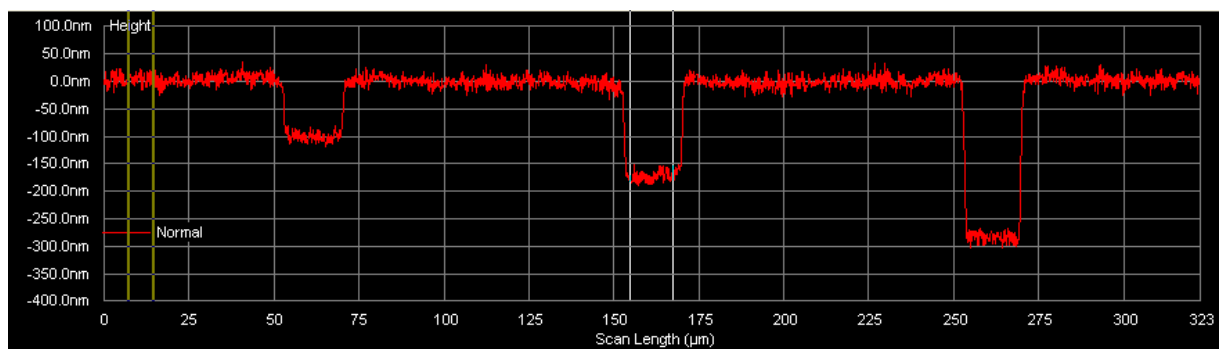


Figure 53 : Mesure des trois profondeurs de cavité au profilomètre

Plaque n°	GAP1			GAP2			GAP3		
	Centre	Mi-r	Bord	Centre	Mi-r	Bord	Centre	Mi-r	Bord
1	103,5	102,4	98,9	174,8	155,1	165,2	286,1	288,0	286,0
2	98,5	92,8	92,4	160,8	152,8	162,4	294,0	272,3	279,3
3	102,1	92,7	88,7	162,4	151,9	157,9	282,6	279,6	278,8
4	111,1	99,1	91,3	163,5	161,4	161,5	288,1	276,3	277,2
5	104,6	98,6	89,8	160,7	166,7	154,3	285,1	278,3	277,8
<b>Moyenne</b>	<b>104,0</b>	<b>97,1</b>	<b>92,2</b>	<b>164,4</b>	<b>157,6</b>	<b>160,3</b>	<b>287,2</b>	<b>278,9</b>	<b>279,8</b>

Tableau 8 : Profondeurs des cavités à différents points de 5 plaques, pour 3 consignes de profondeur

Les dispersions observées auront un impact sur les fréquences de résonance, particulièrement pour les tensions de polarisation élevées. Elles ne modifient pas la sensibilité massique.

### 4.3 Déflexion due à la pression

Après le collage des wafers, une cavité fermée est formée sous chaque membrane. Ces cavités sont scellées sous vide. Une membrane est alors soumise à la pression atmosphérique en face avant, qui crée une déflexion vers le fond de la cavité.

Cette déflexion est mesurée pour les dispositifs ESA1 par un profilomètre optique WYKO [4]. La valeur maximale au centre d'une membrane est de **7 nm** (Figure 54).

La mesure est effectuée pour les dispositifs ESA2 par un profilomètre optique GTX. La valeur maximale pour un dispositif d'état de surface SiN, avant dépôt d'or, est de **15 nm**.

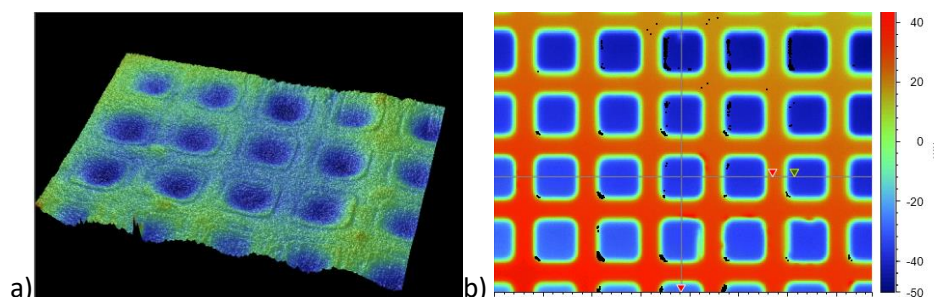


Figure 54 : Exemple d'acquisition de déflexion par profilomètre optique  
a) WYKO sur dispositif shortloop b) GTX sur dispositif ESA2 standard



## 4.4 Planéité et collage

Les qualités de matériaux et du traitement de surface, l'adéquation des procédés et du design, sont indispensables au fonctionnement des CMUTs. Pour illustrer : de nombreuses puces sont inutilisables pour une raison qui souligne l'importance de la planéité des surfaces entrant en contact lors du report de wafer. Les étapes choisies pour réaliser le procédé ont entraîné une surépaisseur de 20 nm le long de détails géométriques servant à la découpe des puces situés sur leur pourtour. Le défaut observé ici a été corrigé pour toutes les plaques suivantes.

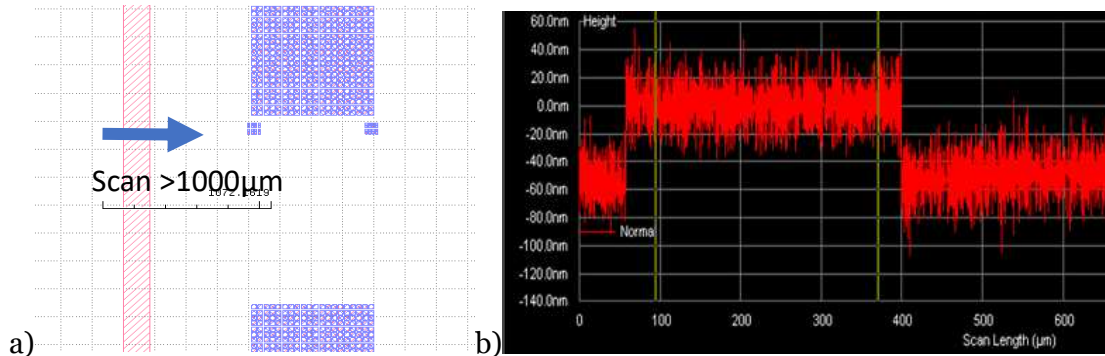
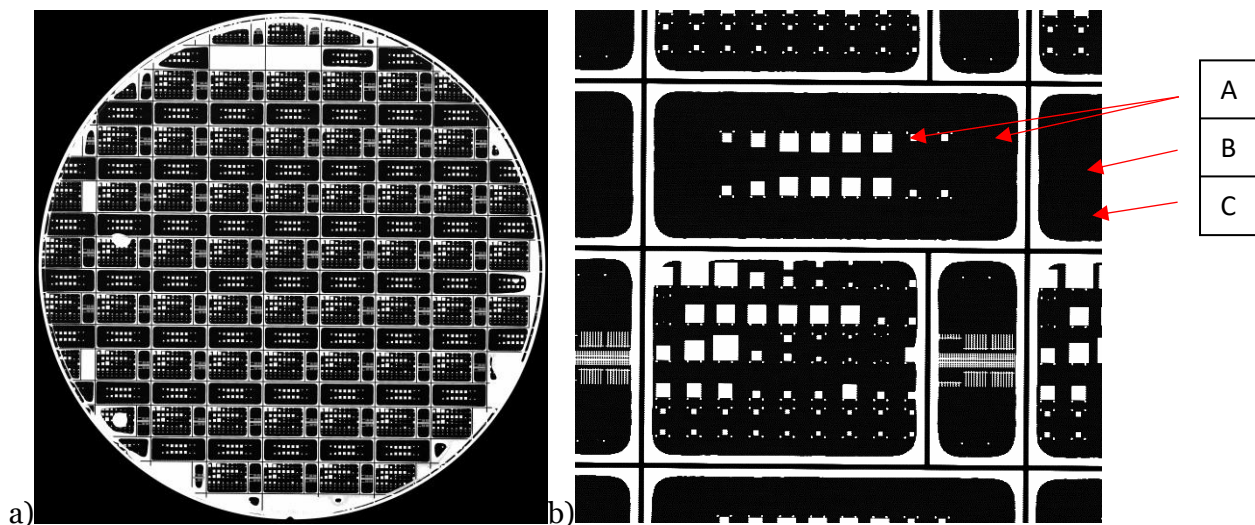


Figure 55 : a) Trajet de la mesure au profilomètre à travers un motif du pourtour  
b) Hauteur mesurée au profilomètre le long du trajet

Des images prises au microscope acoustique à balayage permettent de visualiser l'impact de ces défauts sur le wafer. Sur les images a) et b) de la Figure 56, une zone noire signifie que le collage entre les deux wafers s'est bien déroulé. Les zones blanches signifient qu'il y'a un espace résiduel dans l'épaisseur de wafer mesurée. Les zones blanches (A) sont attendues et correspondent aux cavités sous les membranes des éléments. Les zones (C) sont problématiques : alors que les chemins de découpe des puces sont correctement collés (B), leur voisinage immédiat (C) ne l'est pas. On peut supposer que la topographie réalisée au profilomètre sur le wafer cavité avant collage montrée sur la Figure 55 déforme le wafer membranes, de sorte que la zone surélevée du wafer cavité fasse un contact plan correct avec le wafer membrane, mais que ce dernier soit surélevé sur une distance de quelques microns avant d'entrer à nouveau en contact plan sur une zone non surélevée.



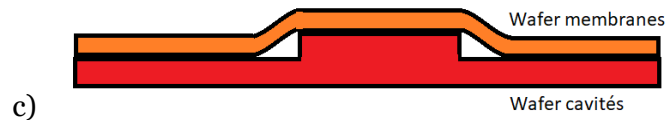


Figure 56 : Image du wafer complet après report de wafer, prise au microscope acoustique à balayage  
 a) Wafer complet b) Zoom autour d'une puce c) schéma du défaut de collage

## 5 Caractérisation électrique et comparaison avec les attentes

Des mesures électriques sont effectuées pour caractériser les membranes et les éléments. D'abord les mesures sont présentées et commentées, puis une modélisation vient enrichir la compréhension de l'influence des paramètres étudiés.

### 5.1 Banc de mesure

A la fin de la fabrication, dès que les wafers sont sortis de salle blanche et avant que les puces soient découpées, des tests électriques sous pointes sont réalisés sur les wafers complets. Ils permettent une caractérisation des éléments individuels, au sein de leur puce, et au sein de leur wafer. Une mesure d'un élément représente le comportement de toutes les membranes qui le compose. Ces données permettent de vérifier le fonctionnement des dispositifs, de mesurer des paramètres électriques d'intérêt et de constater des tendances ou des dispersions au sein d'un wafer, ou entre les wafers. La caractérisation de base est réalisée sur un prober MPI TS2000 [5] et consiste en des mesures d'impédance pour une plage de fréquence choisie. On choisit ici un élément ESA1 à 1463 membranes, et une plage de tensions allant de 15V à 50V par pas de 5V. En dessous de 5V, les caractéristiques des courbes d'impédance sont trop peu marquées pour obtenir des modèles précis, et 50V est la tension de polarisation maximale permise par les cartes électroniques utilisées

### 5.2 Résultats

#### 5.2.1 Influence de la tension de polarisation

L'admittance pour chaque tension de polarisation est représentée sur la Figure 57.

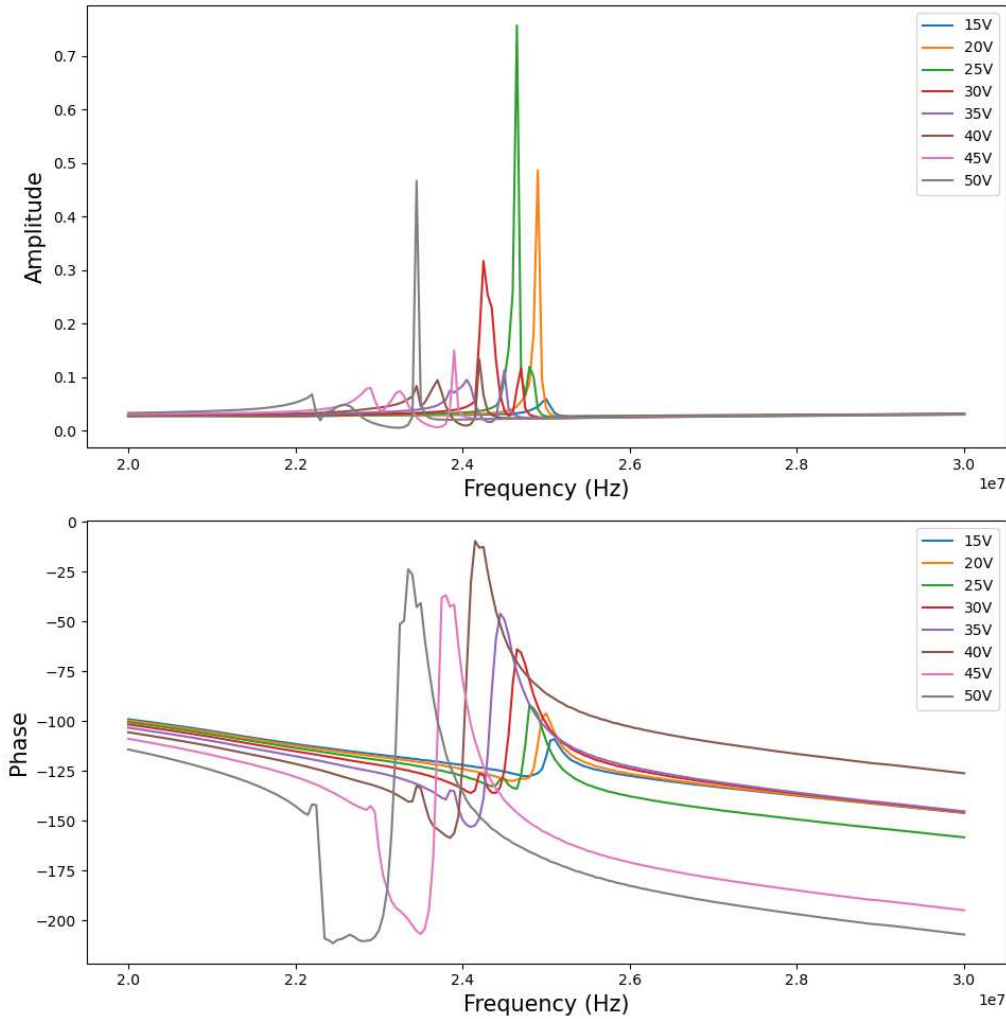


Figure 57 : Caractérisation électrique : admittance d'un dispositif ESA1, 1446 membranes, entre 20 MHz et 30 MHz, pour  $V_{DC}$  de 15V à 50V

Lorsque la tension de polarisation augmente, le pic d'admittance se produit à une fréquence plus faible. C'est la démonstration de l'effet de softening, qui fait diminuer la fréquence de résonance lorsque la tension de polarisation augmente. Pour la phase, le saut se décale également vers les basses fréquences par softening. De plus, l'amplitude du déphasage augmente avec la tension de polarisation pour se rapprocher des  $\pi$  radians théoriques. C'est un signe de l'augmentation du facteur de qualité et de l'éloignement des fréquences de résonance et d'antirésonance. La présence de deux familles de membranes, que l'on constate par la présence d'un pic à une fréquence environ 1 MHz inférieure à celle du pic principale, cause un étalement du saut de phase et minimise le déphasage maximal atteint. Ce phénomène est observable en comparant la courbe réelle avec un modèle à un unique pic sur la phase de la Figure 63. Cela souligne le lien entre uniformité des membranes d'un élément et saut de phase, ces aspects, importants pour la lecture des signaux, seront développés dans le chapitre 5.

## 5.2.2 Influence du nombre de membranes en parallèle

La Figure 58 représente les mesures réelles d'admittance pour 4 éléments d'une même puce ESA2, finition or, composés de différents nombres de membranes CMUT individuelles.

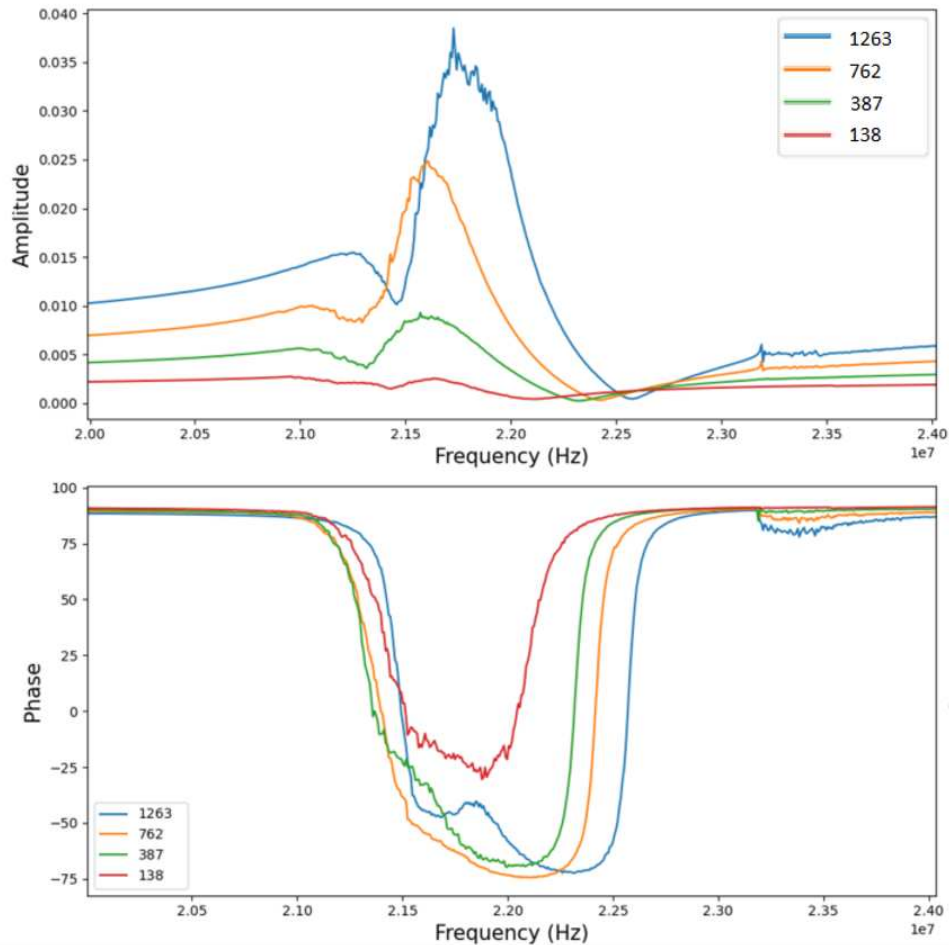


Figure 58 : Caractérisation électrique : admittance d'un dispositif ESA2 à 50V, entre 20 MHz et 24 MHz, pour 1263, 762, 387, et 138 membranes

Le pic a tendance à gagner en amplitude avec le nombre de membranes qui compose l'élément, les 138 membranes entraînent un saut difficile à distinguer. Les sauts de phases sont comparables pour les trois plus grandes tailles, l'élément de 138 membranes a un saut de phase plus faible.

### 5.2.3 Dispersion des fréquences entre membranes au sein d'un élément

Des mesures de membranes individuelles ont été réalisées antérieurement à la conception des éléments décrits ici, sur des dispositifs au process flow comparable. Ces mesures ont été réalisées au vibromètre, pouvant mesurer des fréquences jusqu'à 20 MHz. Les valeurs prises ici concernent des membranes différentes de celles présentées dans le reste du chapitre, résonant à 6.07 MHz, polarisées à 20V, car les dispositifs ESA1 ou ESA2 ont une fréquence située en dehors de la plage de fonctionnement de l'instrumentation. Toutefois, cela permet d'observer expérimentalement la dispersion technologique au sein d'un élément. On s'attend à observer une baisse du facteur de qualité entre une membrane seule et un élément parallélisant un grand nombre de membranes.

Les 4284 membranes individuelles au sein d'un même élément résonnent en moyenne à 6.07 MHz, avec un écart-type de 160 kHz ou **2.6%**. On peut voir la dispersion de leur fréquence de résonance sur l'histogramme présent en Figure 59. Une membrane individuelle (Figure 60 – a) possède un facteur de qualité de 80, contre un facteur de qualité de 63 lorsque l'on somme l'ensemble des déplacements mesurés pour les 4284 membranes de l'élément (Figure 60 – b), soit une diminution de **27%**. On peut considérer ces valeurs comme la frontière haute de dispersion des fréquences de résonances au sein d'un élément, la fabrication ayant été fiabilisée par la réalisation de 3 lots entre les dispositifs mesurés dans ce paragraphe et ceux conçus d'après la description faite en partie 3.

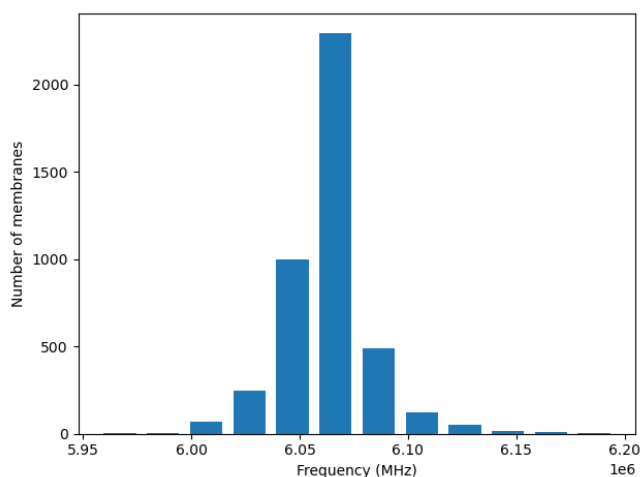


Figure 59 : Nombre de membranes selon des plages de fréquences de résonance

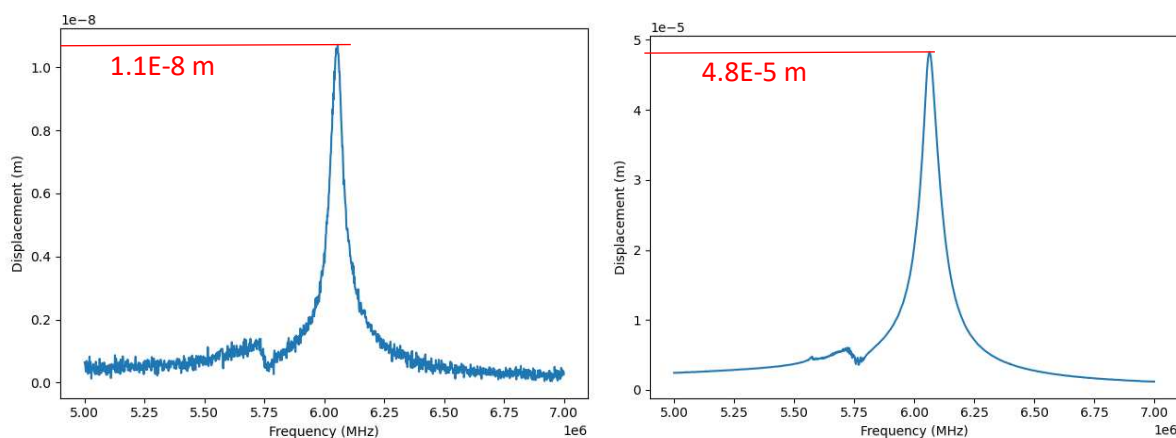


Figure 60 : a) Déplacement en fonction de la fréquence pour une membrane unique  
b) Somme des déplacements pour l'ensemble de 4284 membranes d'un élément

## 5.2.4 Dispersion des fréquences entre éléments au sein d'une puce

Le Tableau 9 contient les fréquences de résonance à 50V de 12 éléments d'une même puce de type ESA1, et de 15 éléments d'une même puce ESA2. Les dispositifs ESA1 ont une fréquence de résonance de **(21.08 ± 0.5%) MHz** et les dispositifs ESA2 de **(22.63 ± 0.1%) MHz**. Les dispositifs semblent se répartir selon une loi décroissante (Figure 61-a). En comparaison, les

fréquences de résonance de 16 éléments d'une même puce ESA2 semblent se répartir selon une loi normale (Figure 61-b).

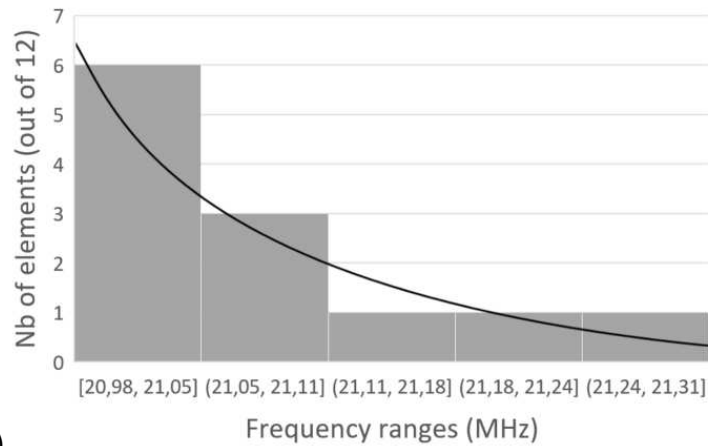
a)

Élément n°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Fréquence de résonance (MHz)	21,24	21,31	21,09	21,17	21,03	21,03	20,98	20,98	21,01	20,99	21,08	21,07
Puce P01-X0Y1						<b>Moyenne</b>	<b>21.08 MHz</b>	<b>Ecart-type</b>	<b>106 kHz (0.50%)</b>			

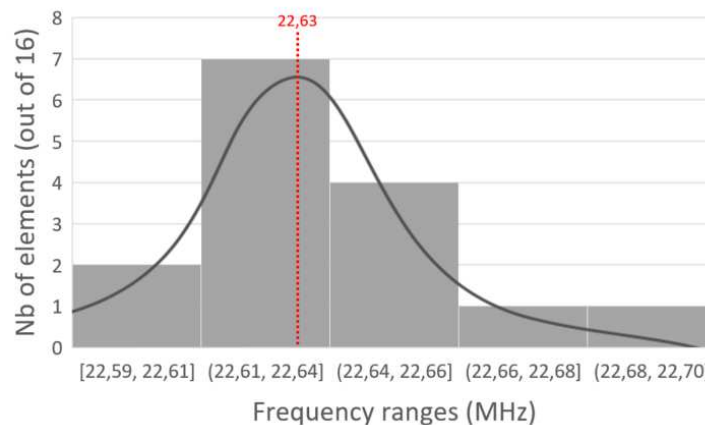
b)

Élément n°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Fréquence de résonance (MHz)	22,66	22,60	22,64	22,65	22,64	22,62	22,63	22,67	22,59	22,62	22,63	22,70	22,62	22,62	22,63
Puce P09-X3Y2						<b>Moyenne</b>	<b>22.63 MHz</b>	<b>Ecart-type</b>	<b>28 kHz (0.12%)</b>						

Tableau 9 : Fréquences de résonances à 50V des éléments d'une même puce  
a) 12 éléments d'une puce ESA1 b) 15 éléments d'une puce ESA2



a)



b)

Figure 61 : Répartitions en plage de fréquence des éléments d'une puce  
a) Puce ESA1 b) Puce ESA2

### 5.2.5 Fréquence des membranes du bord du réseau

Une reconstitution de l'élément mesuré à partir des fréquences de résonance de chacune des membranes individuelles qui le constitue (Figure 62) permet de mettre en évidence l'effet de bord contre lequel les membranes du pourtour sont détournées sur les dispositifs conçus selon la description de la partie 3 (Figure 47). Un dégradé de couleur indique la fréquence de résonance, des valeurs les plus faibles (bleu), aux valeurs les plus élevées (rouge). On distingue sur la reconstitution de l'élément qui conserve ses membranes du pourtour que leur fréquence de résonance est éloignée de celles des membranes du deuxième rang, alors que le reste de l'élément montre des variations plutôt continues. Les membranes du bord forment une « famille » de membrane, résonant à des fréquences plus faibles, et augmentant la dispersion au sein d'un élément et mesuré dans le paragraphe précédent. La reconstitution de l'élément ayant les membranes de son pourtour détournées montre que cet effet de bord ne se retrouve pas à l'identique aux nouvelles membranes du pourtour « actif », et que le détournage des membranes du pourtour est positif dans l'homogénéité du comportement d'un élément.

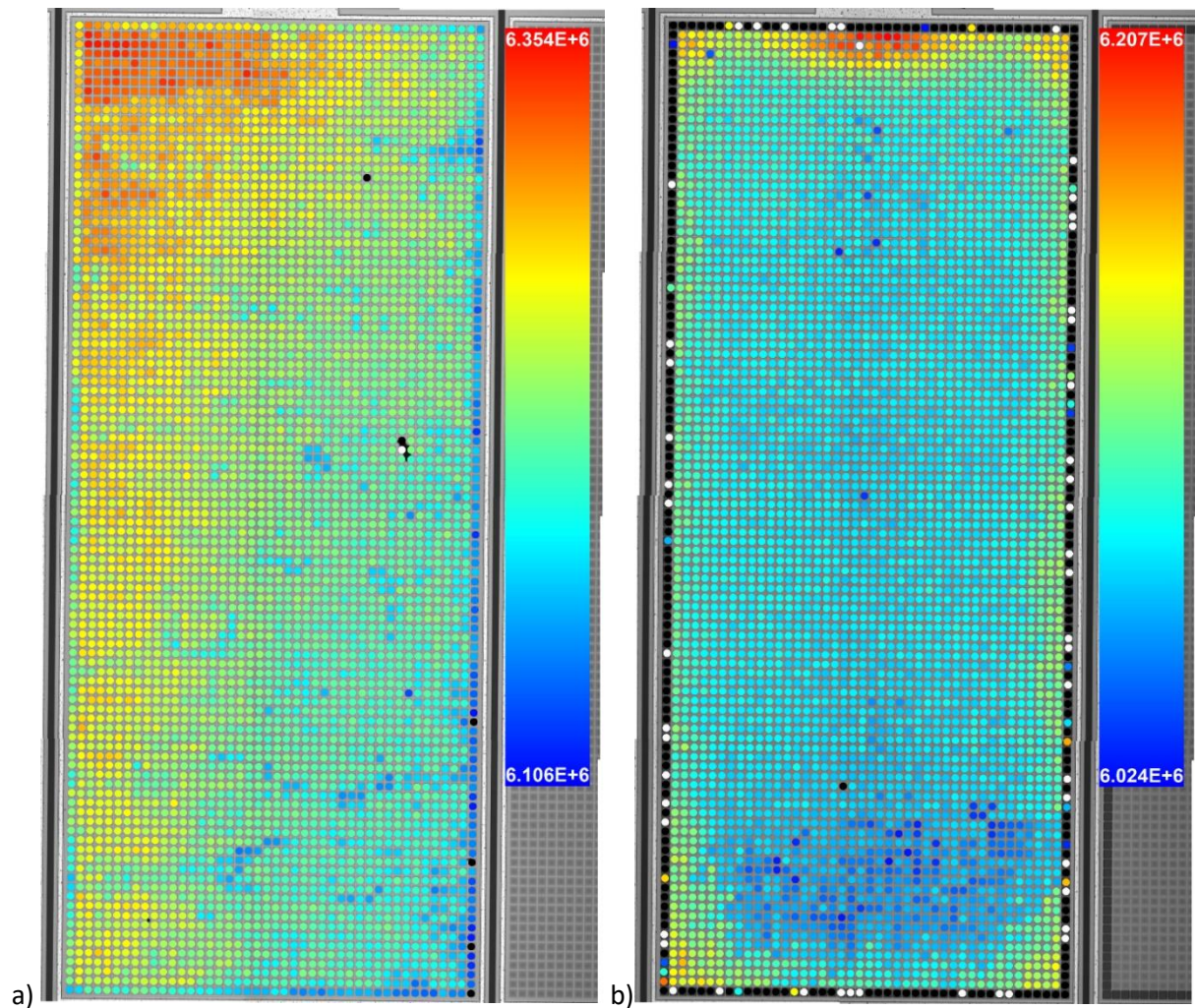


Figure 62 : Fréquence de résonance de chacune des membranes constituant un élément  
 a) Elément avec membrane du pourtour actives b) Elément avec membrane du pourtour détournées

## 5.2.6 Déflexion avec tension de polarisation

En marge des caractérisations sur prober, la déflexion au centre des membranes polarisées est mesurée à l'aide d'un microscope holographique digital. Pour des puces shortloop soumises à une tension de polarisation de 50V : Les mesures sont prises sur plusieurs membranes car les valeurs présentent une forte dispersion. La valeur moyenne est de **38 nm**, avec un écart type de 6 nm. Pour des puces ESA1-standard soumises à une tension de polarisation de 30V, la valeur mesurée est **25 nm**

## 5.3 Calcul des paramètres du modèle analytique

### 5.3.1 Influence de la tension de polarisation

On observe que les mesures d'impédance forment des courbes qu'il est possible d'approcher avec le modèle analytique présenté par l'équation (7).

Les principaux paramètres qui régissent le modèle ou que l'on peut calculer à partir des autres valeurs sont :

- les fréquences de résonance et d'antirésonance
- les valeurs des 4 éléments du modèle Butterworth-Van Dyke du CMUT
  - o l'amortissement  $R_{m,elt}$
  - o la masse équivalente  $L_{m,elt}$
  - o la capacité mécanique équivalente  $C_{meq,elt}$
  - o la capacité électrique  $C_{e,elt}$
- le gain et le facteur de qualité

On approche chacune des courbes de la Figure 57 par la modélisation pour extraire les paramètres caractéristiques de la réponse de l'élément à chacune des tensions (Figure 63). La méthodologie utilisée pour approcher les courbes par le modèle est décrite en annexe 1.

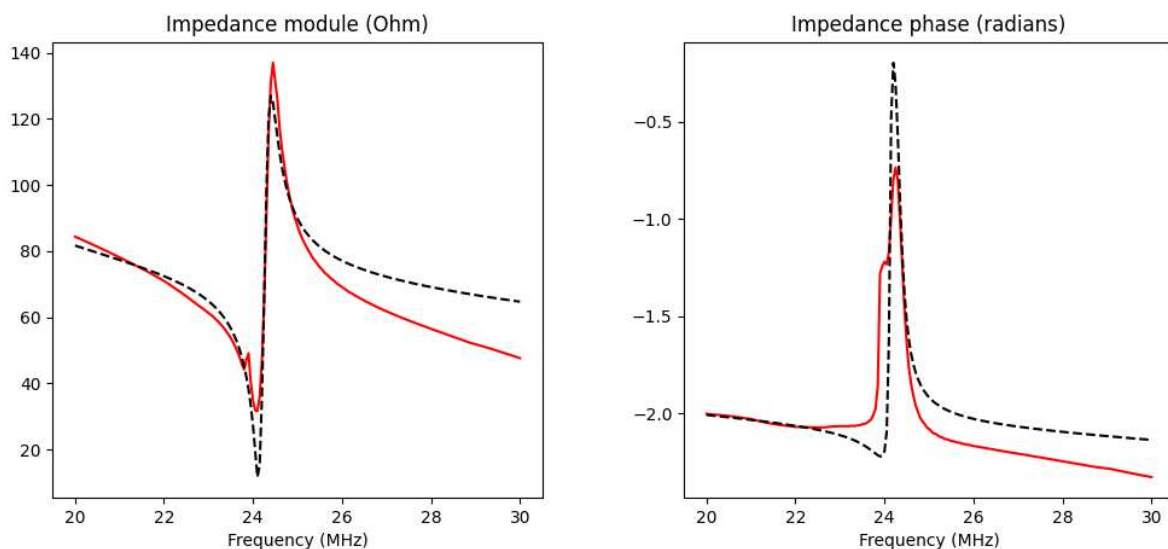


Figure 63 : Mesure d'impédance réelle (rouge) et fit numérique (noir pointillé)



Le Tableau 10 contient les principaux paramètres modélisés. On y retrouve  $f_0$ , la fréquence propre, le gain et le facteur de qualité  $Q$ , et  $L_{m,elt}$ ,  $C_{meq,elt}$  et  $R_{m,elt}$  paramètres mécaniques équivalent du schéma équivalent décrit en Figure 32. On introduit  $k_t^2 = 1 - \left(\frac{f_r}{f_{ar}}\right)^2$  qui quantifie l'écart entre les fréquences de résonance  $f_r$  et d'antirésonance  $f_{ar}$ .

Tension	15	20	25	30	35	40	45	50
$f_0$ (MHz)	24.99	24.86	24.67	24.42	24.22	23.85	23.41	22.74
Gain (Fa.Hz <sup>2</sup> )	3660	9773	18697	31147	46296	63142	81810	116952
$Q$	197	145	117	99	101	121	101	86
$k_t^2$	1,43E-03	3,88E-03	8,41E-03	1,30E-02	1,98E-02	2,81E-02	3,84E-02	5,89E-02
$L_{m,elt}$ (H)	2,73E-04	1,02E-04	5,35E-05	3,21E-05	2,16E-05	1,58E-05	1,22E-05	8,55E-06
$C_{meq,elt}$ (Fa)	1,49E-13	4,01E-13	7,79E-13	1,32E-12	2,00E-12	2,81E-12	3,78E-12	5,73E-12
$R_{m,elt}$ ( $\Omega$ )	218	110	71	49	33	20	18	14

Tableau 10 : Paramètres du modèle en fonction de la tension de polarisation pour un élément ESA1 1446 membranes polarisé à 50V

La fréquence propre diminue lorsque la tension augmente, en concordance avec l'effet de softening attendu de l'équation (1), ce qui sera utilisé dans la sous-partie suivante pour extrapoler la fréquence propre à 0V, qui est pour l'élément présenté ici de 25.3 MHz. Le facteur de qualité diminue quand la tension augmente, ce qui correspond à l'élargissement relatif des pics de résonance, que l'on relie à une augmentation de la dispersion entre les comportements des membranes individuelles qui composent l'élément. En parallèle le facteur  $k_t^2$  augmente, lié à l'écart de fréquence entre la résonance et l'antirésonance, on comprend que son augmentation favorise le saut de phase, qui se déroule entre ces deux fréquences caractéristiques. La relation entre  $k_t^2$  et  $Q$ , ainsi que leur évolution sera discutée dans le chapitre 5.

Pour les paramètres du circuit équivalent, l'évolution des valeurs lorsque la tension augmente correspond intuitivement à une diminution de la masse équivalente en mouvement ( $L_{m,elt}$ ), une diminution de la raideur équivalente de la membrane ( $1/C_{meq,elt}$ ) et une diminution de l'amortissement ( $R_{m,elt}$ ). La diminution de la masse équivalente s'explique par la déflexion plus importante pour les tensions les plus élevées : la membrane oscille autour d'une position fortement courbée vers le fond de la cavité, mobilisant peu de matière, principalement au centre, contrairement à une position plane en l'absence de force électrostatique. La diminution de la raideur apparente correspond à l'effet de softening.

### 5.3.2 Influence du nombre de membranes en parallèle

On approche chacune des courbes de la Figure 58 par la modélisation pour extraire les paramètres caractéristiques de la réponse, ils sont contenus dans le Tableau 11.

Élément	Grand	Moyen	Petit	Très petit
Membranes	1262	762	387	138
$f_0$ (MHz)	21,36 MHz	21,34 MHz	21,52 MHz	21.63 MHz
Gain (Fa.Hz <sup>2</sup> )	172792	100319	45117	11001
$Q$	228	234	252	103
$k_t^2$	1,17E-01	1,03E-01	7,55E-02	4,09E-02
$L_{m,elt}$ (H)	5,79E-06	9,97E-06	2,22E-05	9,09E-05
$C_{meq,elt}$ (Fa)	9,61E-12	5,58E-12	2,47E-12	5,96E-13
$R_{m,elt}$ ( $\Omega$ )	3	6	12	119

Tableau 11 : Paramètres du modèle en fonction du nombre de membranes pour une même puce ESA2 polarisée par 50V

La réponse des éléments correspond aux attentes pour les 3 plus grandes tailles d'éléments alors que l'élément composé de 138 membranes ne suit plus la tendance du groupe de données. Le pic est moins net et correspond à un facteur de qualité nettement moins bon. Le saut de phase n'atteint également pas les mêmes valeurs. La valeur de l'amortissement est également bien plus importante, signifiant une augmentation des pertes mécaniques. Les mesures d'impédances et les modèles associés semblent indiquer une baisse des performances significatives entre les éléments à 387 membranes et ceux à 138 membranes.

Pour les tailles 387, 762 et 1262 membranes, la fréquence de résonance est proche, avec une tendance à diminuer avec le nombre de membranes. Le facteur de qualité et  $k_t^2$  diminuent légèrement avec le nombre de membranes. Au niveau des paramètres du modèle équivalent, l'évolution des valeurs lorsque le nombre de membranes diminue correspond intuitivement à une augmentation de la masse équivalente en mouvement ( $L_{m,elt}$ ), une augmentation de la raideur équivalente ( $1/C_{meq,elt}$ ) et une augmentation de l'amortissement ( $R_{m,elt}$ ).

### 5.3.3 Fréquence de résonance des différents dispositifs

On peut s'intéresser à l'évolution de la fréquence de résonance entre les différents dispositifs. Les caractérisations montrées nous donnent une estimation de celle-ci par le maximum du pic, ou de manière équivalente par le modèle. Les caractérisations des éléments shortloop ne sont pas présentées ici. La Figure 64 montre l'impédance mesurée à 50V pour un élément ESA1 finition SiN de 1446 membranes, un élément ESA2 finition SiN de 1263 membranes. Pour les éléments sans dépôt d'or, les fréquences de résonance à 50V sont **22,70 MHz** pour ESA1 et **20,46 MHz** pour ESA2.

## CHAPITRE 2 : CONCEPTION DES PUCES CMUT

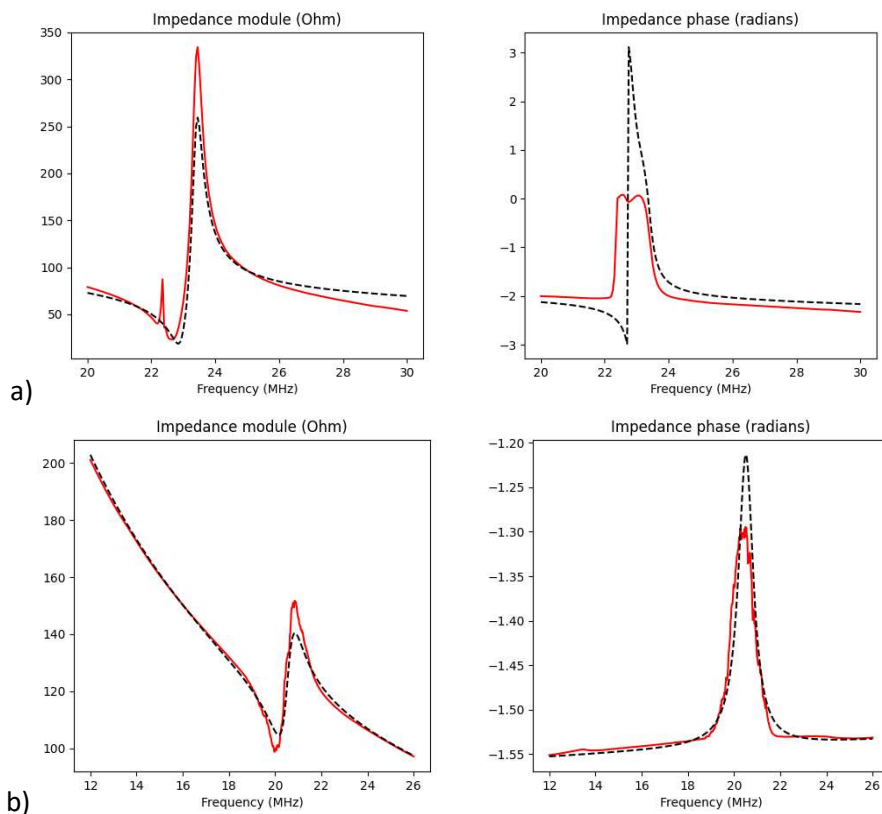


Figure 64 : Impédance à 50V pour un élément ESA1-standard (a), ESA2-standard (b) ; sans or

Des paramètres estimés avec le modèle pour une gamme de tension (Tableau 10), on peut extrapoler d'autres paramètres, par exemple, les fréquences de résonance suivent théoriquement une loi quadratique en fonction de la tension de polarisation d'après l'équation (1). La Figure 65 montre que la modélisation permet d'estimer la valeur de fréquence de résonance pour une polarisation de 0V. Les fréquences de résonance extrapolées à 0V pour ces éléments sans or sont **25,4 MHz** pour ESA1, et **22,8 MHz** pour ESA2.

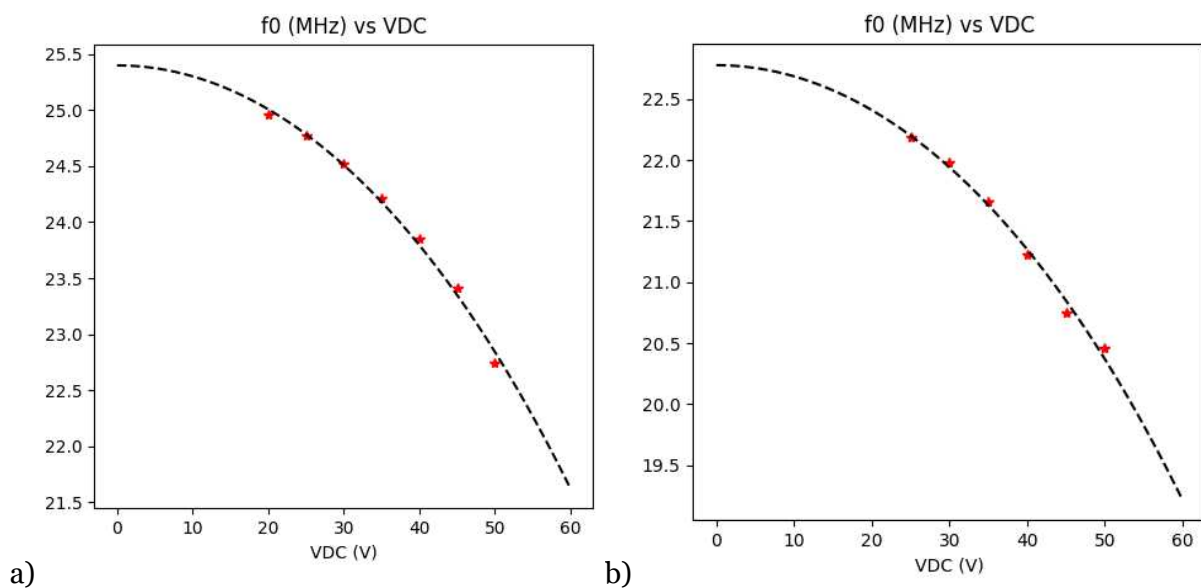


Figure 65 : Fréquence de résonance en fonction de la tension de polarisation et fit quadratique pour un élément ESA1-standard (a), ESA2-standard (b) ; sans or

La Figure 66 présente la fréquence au carré en fonction de la tension de polarisation au carré. L'équation (1), avec l'expression de  $k_{soft,1}$ , prédit que les points ainsi calculés se trouvent sur une droite. Pour les tensions de polarisation les plus élevées, la proximité du pull-in et les non-linéarités associées explique l'écart à la droite théorique. La bonne correspondance de la figure avec cette équation indique que les mesures ont été prises dans des conditions où les hypothèses utilisées sont encore raisonnables : le coefficient de détermination  $R^2$  de la régression vaut 0.99.

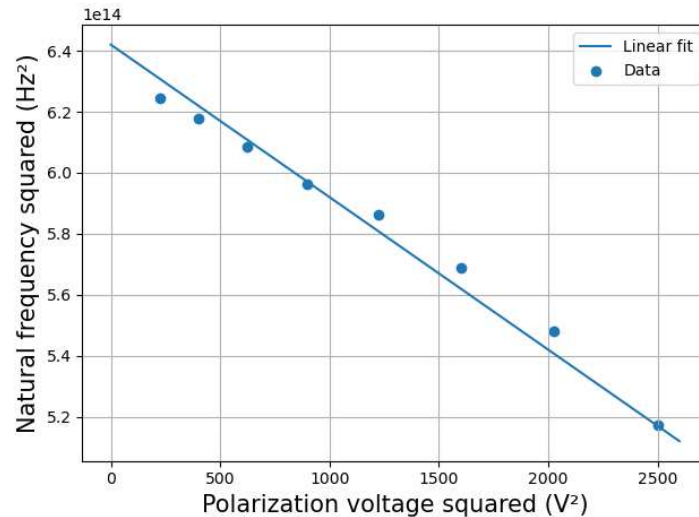
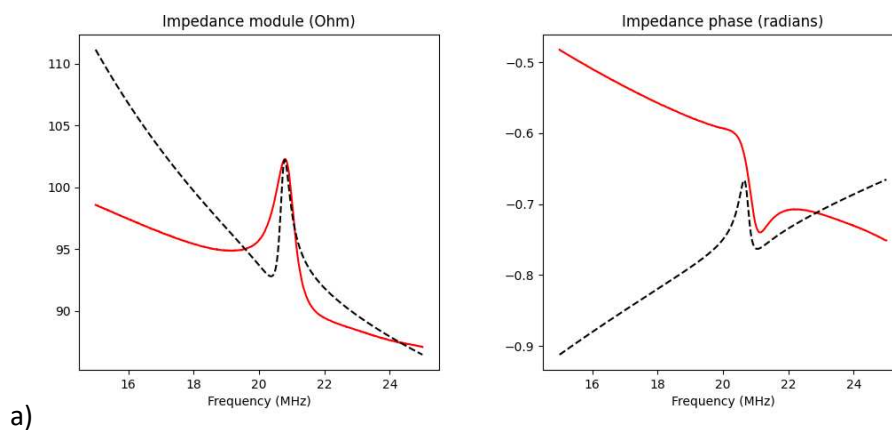


Figure 66 : Régression linéaire et fréquences de résonance estimées d'après les mesures

Il est possible d'effectuer les mêmes calculs sur des éléments identiques en tout point aux trois présentés précédemment, pour des éléments avec finition or. Cela permet de quantifier l'impact de cette couche d'or sur la fréquence de résonance. Les fréquences de résonances modélisées à 50V pour ces éléments avec or sont **20,7 MHz** pour ESA1, et **18,97 MHz** pour ESA2 (Figure 67). La fréquence de résonance extrapolée à 0V pour ces éléments avec or est **21,8 MHz** pour ESA2 (Figure 68). La correspondance au modèle n'est pas satisfaisante pour les mesures ESA1 présentées ici.



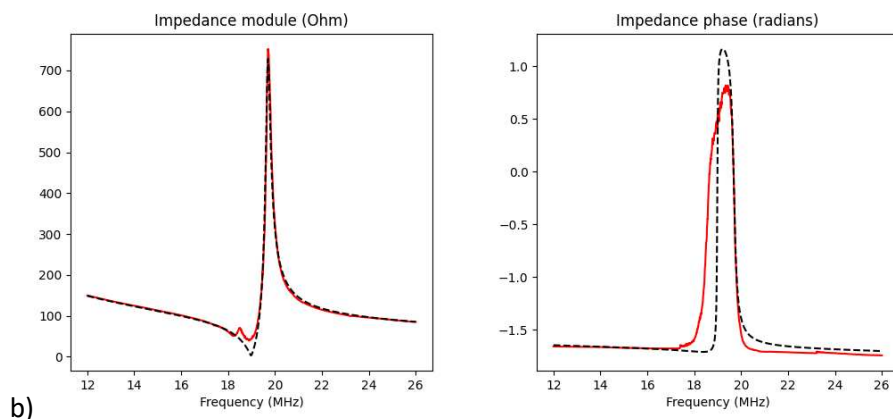


Figure 67 : Impédance à 50V pour un élément ESA1-standard (a), ESA2-standard (b) ; avec or

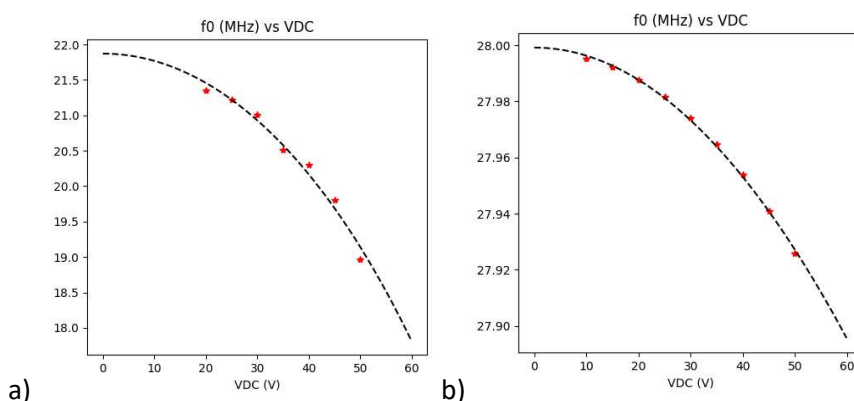


Figure 68 : Fréquence de résonance en fonction de la tension de polarisation et fit quadratique pour un élément ESA1-standard (a), ESA2-standard (b) ; avec or

Le Tableau 12 contient les fréquences de résonances obtenues pour chaque type d'élément, à 0V et 50V, pour des éléments sans or, et d'autres sur lesquels a été effectué un dépôt d'or. L'or entraîne une chute de fréquence de résonance de quelques pourcents, en accord avec les modélisations précédentes.

Fréquence de résonance	Sans or	Avec or	Ecart (%)
ESA1 – STD – 50V	22,7 MHz	20,7 MHz	-8.8 %
ESA2 – STD – 50V	20,5 MHz	19,0 MHz	-7.3 %
ESA2 – STD – 0V	22,8 MHz	21,8 MHz	-4.4 %

Tableau 12 : Fréquence de résonance des éléments avec et sans or déposé

## 6 Retour sur les simulations

Les caractérisations physiques réalisées sur les dispositifs lors de la fabrication ou suite à celle-ci apportent un éclairage sur le comportement des membranes qu'il est important de comparer aux attentes.

Une première information est l'adéquation entre les valeurs fournies par les modèles et les valeurs expérimentales. L'écart entre celles-ci fournit le degré de confiance que l'on peut avoir dans les modèles, notamment pour leur capacité prédictive.

Une seconde information, qui provient particulièrement du suivi de fabrication, est la quantification des incertitudes dimensionnelles liées au procédé. La prise en compte de ces incertitudes dans la modélisation fournit des plages de valeurs attendues plutôt que des valeurs strictes. Ce travail est important pour estimer si un point de fonctionnement attendu est robuste vis-à-vis de la précision de la fabrication, ou quel degré de performance ou de reproductibilité attendre à l'échelle d'un lot, d'un wafer, d'une puce, ou d'un élément.

## 6.1 Fréquence de résonance à 0V

Des fréquences de résonance sont extrapolées à 0V d'après les mesures pour différentes tensions de polarisation.

On s'intéresse ici aux dispositifs de procédé standard sans or, les valeurs estimées sont de 25,4 MHz pour ESA1 et de 22,8 MHz pour ESA2. La différence de procédé de fabrication, essentiellement la présence d'une couche de finition de SiN, a un impact important sur les fréquences de résonances expérimentales entre les deux générations de puces : environ **10 %** d'écart alors que les membranes sont géométriquement identiques. Cette différence a été négligée dans les simulations éléments finis qui fournissait une valeur attendue de 30.968 MHz, soit un écart de **18%** pour ESA1 et de **26%** pour ESA2. La correspondance est mauvaise, vraisemblablement au-delà de l'impact qu'aurait la couche de finition.

Pour les puces réalisées d'après le procédé shortloop, sans dépôt d'or, la fréquence de résonance estimée à 0V est 10.94 MHz. Cette valeur correspond remarquablement bien avec la simulation qui donne une fréquence de 10,928 MHz, soit **1%** d'écart.

L'épaisseur effective des membranes présente un écart-type de 0.5% soit 4 nm pour 810 nm. L'implémentation de cette incertitude dans les simulations permet d'expliquer une variation de quelques dizaines de kilohertz. La Figure 69-a) montre la fréquence de résonance simulée pour une plage d'épaisseurs de membranes. Il est à noter que, ici, la fréquence obtenue pour la valeur nominale de 810 nm est 11.03 MHz et non 10.94 MHz car cette simulation ne prend pas en compte la pression atmosphérique. Néanmoins, cette approximation ne change probablement pas l'effet recherché et la simulation démontre qu'une incertitude de 4 nm peut engendrer une différence de quelques kilohertz dans la fréquence de résonance attendue.

Un autre effet qui n'a pas été mesuré mais dont l'impact peut modifier la fréquence de résonance dans les proportions qui nous intéressent est la présence d'une précontrainte dans le silicium membrane. La Figure 69-b) montre qu'une précontrainte de 9 MPa peut expliquer un écart de 100 kHz. Il est bien connu que les procédés de fabrication des MEMS peuvent générer des contraintes mécaniques dans les couches, qui peuvent typiquement atteindre plusieurs dizaines, voire centaines de MPa dans certains cas. La contrainte de 9 MPa calculée ici représente un matériau faiblement contraint par le procédé.

Il est important de différencier les écarts entre les fréquences de résonances et les écarts en variation de fréquence causée par un ajout de masse, appelée la sensibilité massique. Ces phénomènes sont décrits par respectivement les équations (3) et (9). L'écart de sensibilité massique imputable aux variations géométriques de l'épaisseur des membranes est de 0.5%.

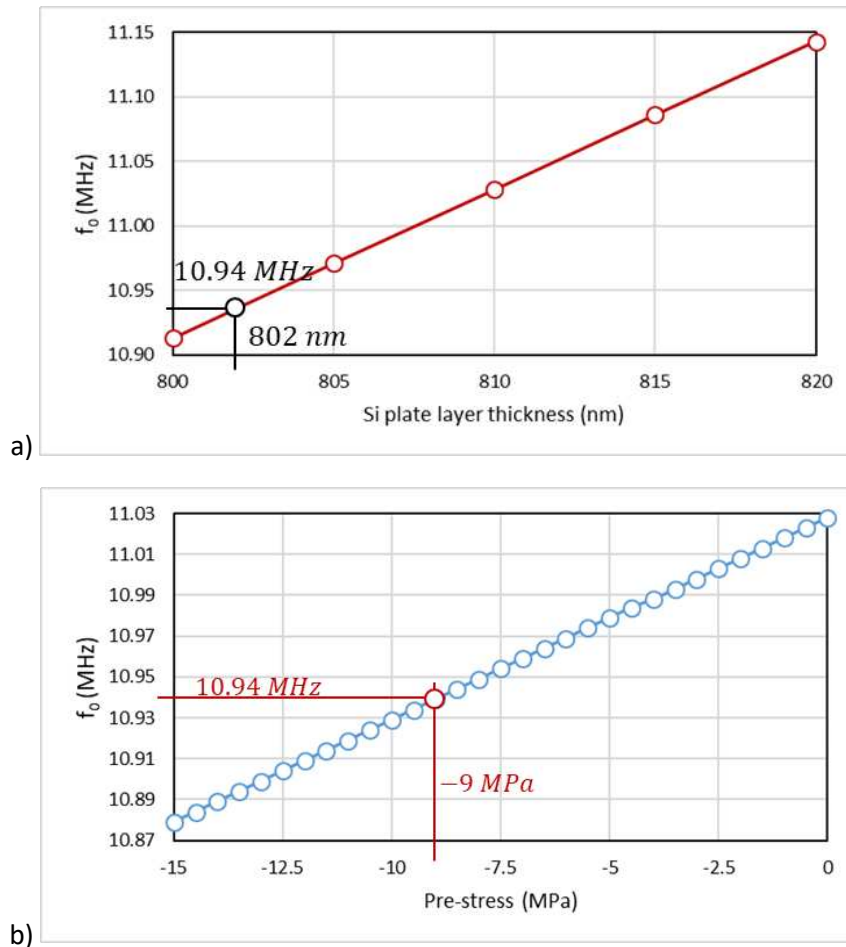


Figure 69 : Fréquences propres du modèle (sans pression atmosphérique) pour une plage de paramètres  
a) Epaisseur de la membrane b) Précontrainte du silicium

## 6.2 Déflexions initiales à 0V et à 50V

La pression atmosphérique engendre une déflexion de la membrane, pour le modèle standard, la mesure donne  $-7$  nm de déflexion contre  $-2.16$  nm modélisé, soit une différence importante.

Dans un second temps, la tension de polarisation est responsable d'une déflexion supplémentaire. Pour le modèle shortloop, les mesures de  $-(38 \pm 5,9)$  nm montrent une moyenne correspondant parfaitement à la simulation éléments finis qui donne  $-38$  nm. Pour le modèle standard, l'adéquation est moins bonne. Les mesures réelles ont été réalisées sous une polarisation de 30V, et elles présentent déjà une valeur de  $-25$  nm, supérieure à la valeur modélisée à 50 V de  $-15$  nm.

## 6.3 Fréquence de résonance avec tension de polarisation

La profondeur du gap influe sur les conditions avec lesquelles la force électrostatique s'applique sur la membrane, comme le montre l'expression de  $k_{soft,1}$ .

Le suivi de fabrication montre une incertitude sur la profondeur physique du gap de 10nm. Des simulations sont effectuées pour simuler la fréquence de résonance du dispositif, avec, pour encadrer les calculs réalisés pour la valeur nominale, des calculs effectués avec un gap inférieur puis supérieur de 5 nm. Les résultats pour le modèle standard sont tracés sur la Figure 70. Les résultats sont présentés en valeur relative par rapport à la fréquence à 0V avec gap nominal, pour s’affranchir de l’écart entre les simulations et les mesures sur ces dispositifs.

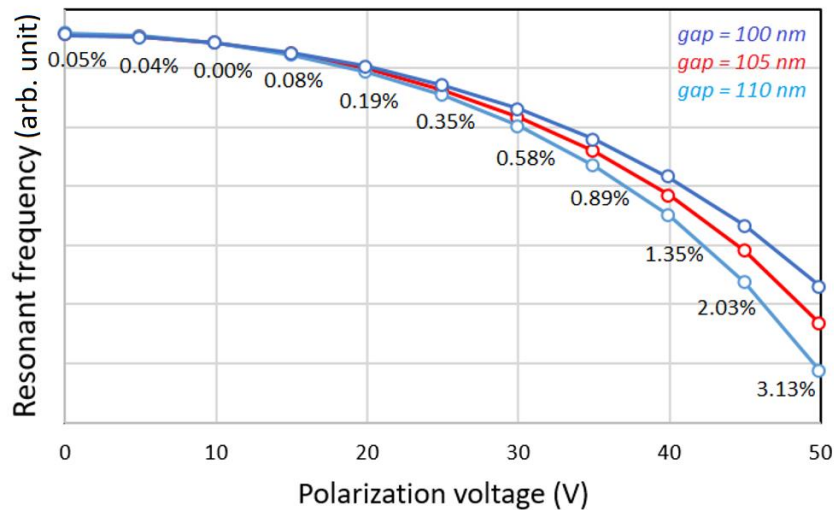


Figure 70 : Fréquence propre et écart maximum entre les fréquences en fonction de la tension de polarisation pour des éléments CMUT modélisés avec une cavité de profondeur différente de +/-5 nm de la valeur nominale

A 0V, on s’attend à avoir des résultats rigoureusement identiques puisque la force électrostatique est nulle, donc le gap n’a pas d’incidence sur la fréquence de résonance. On observe ici un écart de 0.05% que l’on considère comme l’incertitude de la simulation. Le phénomène intéressant se produit aux tensions plus élevées : l’écart de fréquence entre les dispositifs vaut 0,35 % à 25V, et jusqu’à **3,13 % à 50V**, soit la plage de tensions particulièrement utilisée pour les expériences. Pour des dispositifs résonant vers 20 Mhz, cela représente un écart de 630 kHz. La simulation indique donc que la fréquence de résonance entre deux éléments de même géométrie peut présenter un écart de plus de **600 kHz à 50V**. Il est à noter que ces différences de 10 nm entre les profondeurs de cavités surviennent entre des mesures éloignées sur un wafer comme le montre le Tableau 7, l’écart attendu entre deux éléments d’une même puce est attendu comme plus faible car l’incertitude sur la profondeur de la cavité est estimé à 2 nm.

Le fait d’avoir une incertitude de gravure absolue de 10 nm, et non en pourcentage de la profondeur de cavité, implique que cet effet d’écart entre les fréquences de résonance pour des dispositifs polarisés sous haute tension est d’autant plus important que la cavité est peu profonde.

Au sein d’un même élément, on estime l’incertitude sur la profondeur de la cavité sous les différentes membranes à 2 nm, certes bien plus faible que les 10 nm entre deux régions éloignées du wafer. Cependant, ce que cette simulation montre, c’est que lorsque la tension de polarisation augmente, l’écart entre les fréquences de résonances des membranes individuelles augmente également. Une dispersion plus importante entre les comportements des membranes individuelles au sein d’un élément est donc attendue lorsque la tension augmente, diminuant le facteur de qualité d’après la démonstration qui a mené à la Figure 33.

Et en effet, les caractérisations électriques confirment cette tendance d’une baisse du facteur de qualité comme le montre le Tableau 10.



## 6.4 Tension de pull-in

La tension de pull-in est observée aux alentours de 45-50V pour les puces de procédé standard, tandis que la modélisation donnait 82V. De même pour les puces shortloop, les mesures montrent un pull-in au-delà de 150V alors que la modélisation donne 93V. Les modélisations ne sont pas satisfaisantes pour les deux modèles.

La profondeur du gap, influant le comportement électrostatique de la membrane, a également une influence sur le pull-in. Les simulations effectuées pour estimer le pull-in, en tant que tension maximale permettant la convergence vers une solution pour une déflexion moyenne de la membrane, sont ici encadrées par les mêmes simulations avec des valeurs de profondeur de cavité de +/- 5 nm.

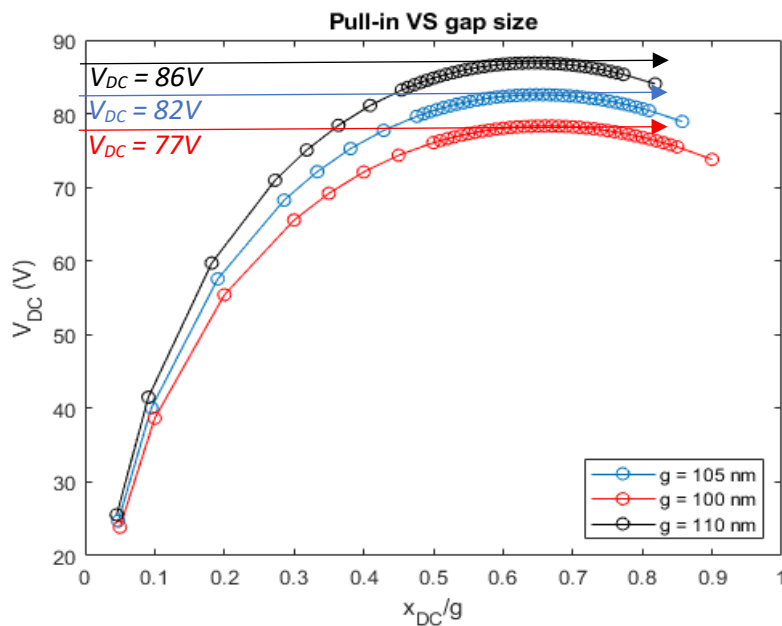


Figure 71 : Tension de polarisation nécessaire à la déflexion de la membrane et extrapolation d'une tension de pull-in pour des éléments CMUT modélisés avec une cavité de profondeur différente de +/-5 nm de la valeur nominale

Les résultats fournissent des tensions de pull-in estimées qui peuvent varier de 9V pour des dimensions représentant l'incertitude sur la profondeur de gap. C'est un résultat en accord avec les observations expérimentales entre puces ou entre éléments mais également à l'échelle d'un même élément : l'amplitude du pic d'impédance mesuré diminue progressivement sur une plage de plusieurs volts, tandis qu'une portion croissante des membranes individuelles de l'élément arrivent en pull-in. Les caractérisations électriques effectuées avec un pas de 5V montrées précédemment, par exemple en Figure 68, ne permettent pas de montrer ce comportement.

## 6.5 Impact du dépôt d'or

Les puces sur lesquelles de l'or est déposé montrent une fréquence de résonance plus basse que les dispositifs les plus comparables ne possédant pas cette couche d'or. Les variations de fréquences obtenues donnent une chute inférieure à celle qu'induirait seulement l'augmentation relative de masse, soulignant les effets de l'ajout de masse, qui fait diminuer la fréquence, et de l'augmentation de la raideur, qui fait augmenter la fréquence.

Pour les dispositifs standard, sur ESA2 où l'épaisseur visée du dépôt d'or est 20 nm, on mesure une variation de -4,4% contre -6% modélisé. Cette différence peut s'expliquer en partie par les incertitudes sur le dépôt, de l'ordre de 6% pour le chrome, et de 6,5 % pour l'or. Sur ESA1, où l'épaisseur de dépôt visée est 50 nm, on mesure un écart de 8,8% contre 13,5% attendu.

## 6.6 Conclusion

Les résultats pour les paramètres d'intérêt des valeurs modélisées, des valeurs mesurées et leur écart relatif sont consignés pour le modèle standard dans le Tableau 13 et pour le modèle shortloop dans le Tableau 14.

Valeur	Modélisation	Mesures	Ecart
Déflexion pression atmosphérique	-2,16 nm	-7 nm	+69 %
Fréquence propre à 0V	30,968 MHz	ESA1 : 25,4 MHz ESA2 : 22,8 MHz	ESA1 : -18 % ESA2 : -26 %
Sensibilité massique	24,8 Hz/fg	Voir chapitre 4	/
Variation de fréquence causée par l'or	<i>Analytique</i> 20 nm : -6,00% 50 nm : -13,38 % <i>COMSOL</i> 20 nm : -6,07 % 50 nm : -13,47 %	20 nm : -4,4 % 50 nm : -8,8 %	20 nm : - 17 % 50 nm : - 60 %
Variation de fréquence causée par une monocouche de butanol	Analytique : -3.75 kHz COMSOL : - 3 kHz	Voir chapitre 4	/
Déflexion à 50V	-14,98 nm	-25 nm (@30V)	> 66 %
Tension de pull-in	83 V	45-50V	-40 %

Tableau 13 : Comparaison entre les valeurs simulées en mesurées pour les dispositifs fabriqués par le procédé standard

Valeur	Modélisation	Mesures	Ecart
Déflexion pression atmosphérique	-17,05 nm	/	/
Fréquence propre à 0V	10,928 MHz	10,94 MHz	1 %
Déflexion à 50V	-38,24 nm	-(38 ± 5,9) nm	< 1 %
Tension de pull-in	93 V	>200 V	/

Tableau 14 : Comparaison entre les valeurs simulées en mesurées pour les dispositifs fabriqués par le procédé shortloop

Il est clair que la simulation des puces ESA1 et ESA2 par le modèle utilisé n'est pas satisfaisante. Les valeurs calculées n'ont pas la précision requise pour estimer dans quelles conditions les dispositifs seront fonctionnels. Les écarts constatés sont d'autant plus étonnants que les simulations shortloop fournissent des valeurs cohérentes pour des paramètres comme la fréquence de résonance.

Une hypothèse importante qui a été faite pour la simulation du modèle standard est que l'empilement était net selon une géométrie décrite par la Figure 72-a). Lors de la formation du wafer cavités, les épaisseurs d'oxydes situés au fond de la cavité et au sommet des piliers sont réalisés par dépôts successifs sur des surfaces non planes. Les couches déposées peuvent former une épaisseur continue, déformée entre les piliers et le fond de la cavité, comme l'illustre la Figure 72-b).

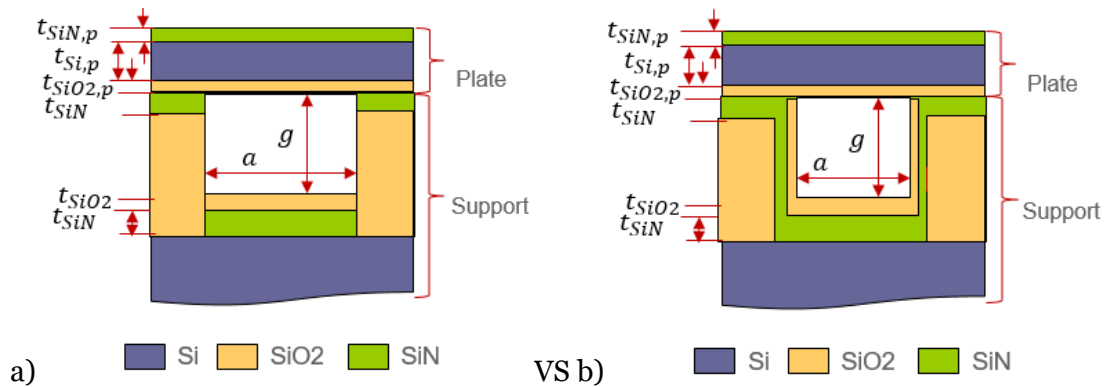


Figure 72 : Hypothèses d'empilements correspondant au modèle standard (échelle non respectée)

Des images des membranes vues de côté ont été réalisées au MEB et sont visibles en Figure 73. Comme l'écart au modèle le laisser supposer, l'hypothèse d'ancrages parfaitement verticaux ne représente pas la réalité pour les membranes créées par procédé standard. Le procédé shortloop n'utilisant pas de dépôt d'oxyde simultané entre le haut des piliers et le fond de la cavité présente des ancres bien plus nets.

Ceci semble être une piste d'explication de pourquoi les simulations sont en bon accord avec la réalité pour les puces shortloop, et pourquoi les membranes réalisées par procédé standard se comportent comme si elles étaient d'un diamètre supérieur à la distance entre les piliers, par exemple une fréquence de résonance réelle inférieure à celle modélisée. Les couches de SiN et de SiO2 engendrent un net écart de distance non maîtrisé entre la verticale du pilier, dimension fixée par design et le point d'appui de la membrane, caractéristique physique pertinente pour les simulations.

L'écart entre le diamètre visé et le diamètre apparent d'après les images, écart illustré par les traits verticaux bleus sur la Figure 73, est estimé à 500  $\mu\text{m}$ , ou 5% du rayon des membranes. Il serait la principale cause de l'écart de 18% et 26% entre les simulations et les mesures.

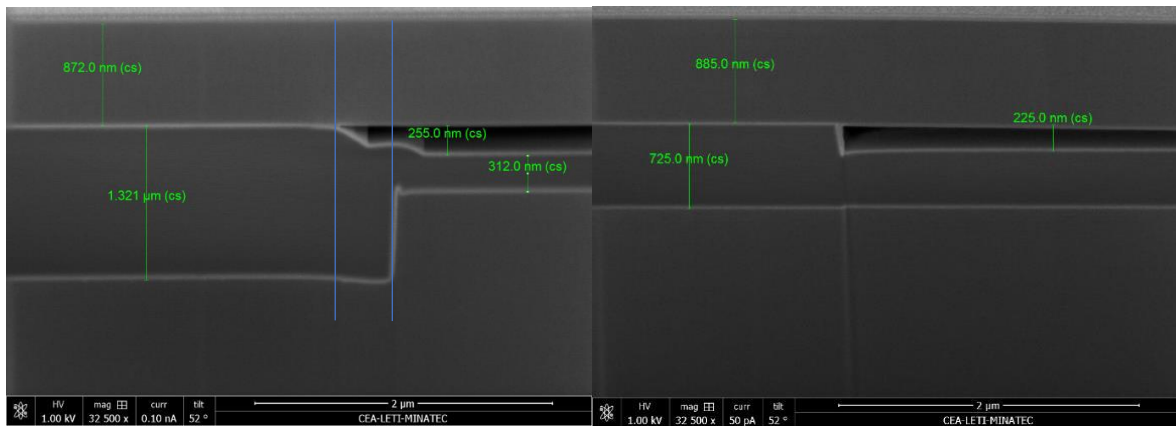


Figure 73 : Images MEB des ancrages des membranes a) Procédé standard b) Procédé shortloop

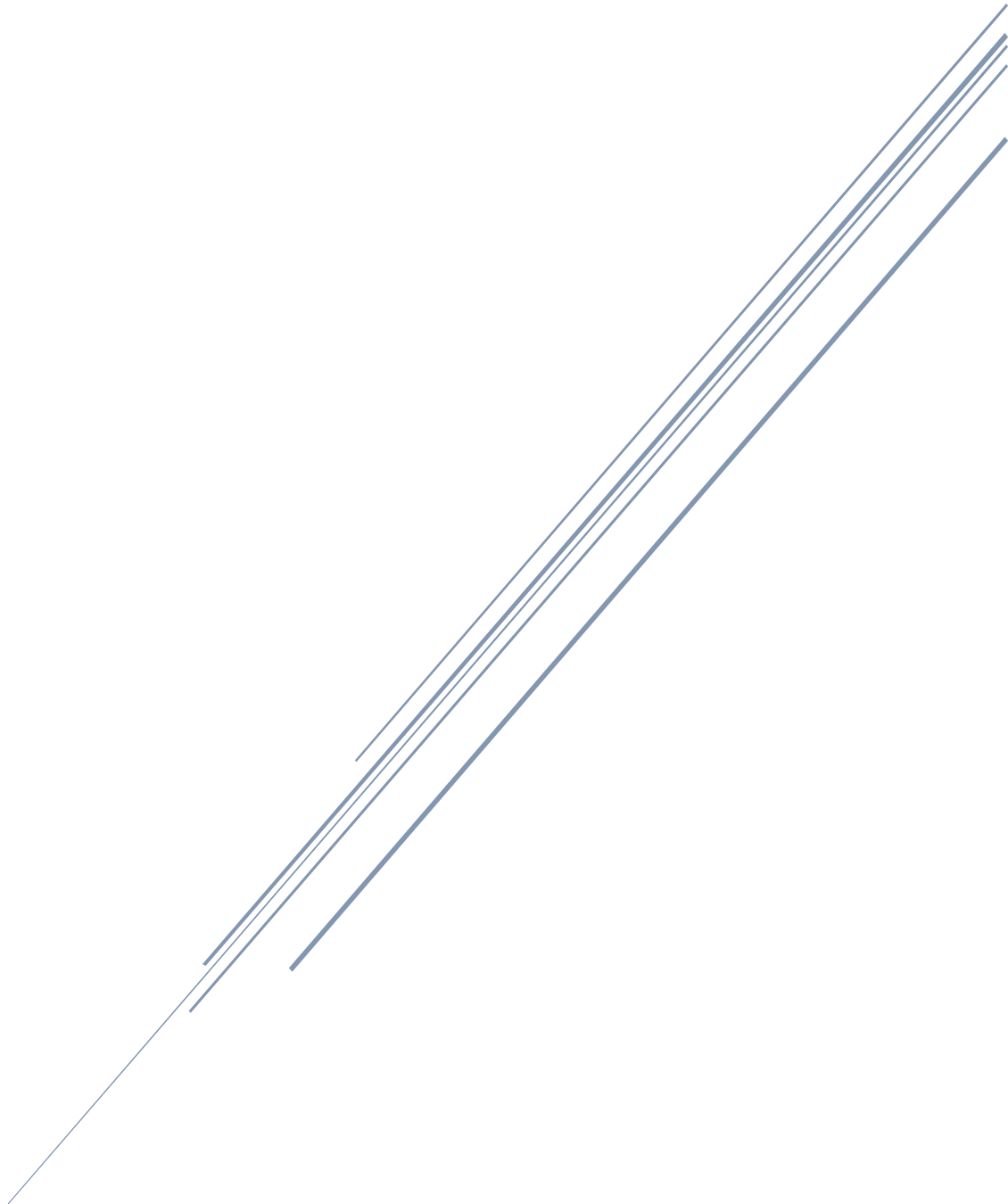
Dans ce chapitre on a détaillé la réalisation des puces CMUTs. La conception a été mise en parallèle avec le procédé de fabrication pour réaliser les dispositifs CMUT avec plusieurs variantes afin de répondre au cahier des charges du nez électronique. La bonne réalisation de la fabrication a été vérifiée au cours des étapes en salle blanche et une fois les plaques terminées. Un modèle analytique a été présenté. Il a permis de quantifier les variations attendues de certaines propriétés des dispositifs par rapport aux valeurs visées, comme leur fréquence de résonance. Le modèle a en particulier mis en lumière la dépendance du facteur de qualité d'un élément à la dispersion des membranes individuelles qui le composent. Ce modèle permettra d'analyser des résultats dans les chapitres 4 et 5. Des simulations en éléments finis réalisées à partir de plusieurs modèles de géométries ont montré une faible capacité de prédiction des valeurs réelles pour les dispositifs d'intérêt, c'est-à-dire les variantes réalisées par le procédé standard, ESA1 et ESA2. Cela a souligné un écart entre la géométrie visée et la réalité lors de la fabrication des ancrages.

Finalement, les caractérisations des dispositifs indiquent une vraisemblable fonctionnalité des dispositifs ainsi que des incertitudes attendues d'un élément ou d'une puce à l'autre. Les modélisations sont des outils essentiels à la compréhension du comportement physique des puces et seront utilisées à nouveau pour analyser les résultats et trouver des leviers d'amélioration des performances des puces.

## Bibliographie

- [1] B. Selikson et T. A. Longo, « A study of purple plague and its role in integrated circuits », *Proc. IEEE*, vol. 52, n° 12, p. 1638-1641, 1964, doi: 10.1109/PROC.1964.3459.
- [2] R. D. Blevins, *Formulas for Dynamics, Acoustics and Vibration: Blevins/Formulas for Dynamics, Acoustics and Vibration*. Chichester, UK: John Wiley & Sons, Ltd, 2015. doi: 10.1002/9781119038122.
- [3] « COMSOL », *COMSOL*, 29 novembre 2022. <https://www.comsol.fr/>
- [4] « Profilomètre optique », *pf-micropacks*, 29 novembre 2022. [https://www.pf-micropacks.org/fr/intranet/fiche-equipement/?tx\\_cimpaca\\_resaequipement%5Bequipements%5D=100&tx\\_cimpaca\\_resaequipement%5Baction%5D=show&tx\\_cimpaca\\_resaequipement%5Bcontroller%5D=Equipements&chash=94f0d268eca62e5b2adc94dfbdead75e](https://www.pf-micropacks.org/fr/intranet/fiche-equipement/?tx_cimpaca_resaequipement%5Bequipements%5D=100&tx_cimpaca_resaequipement%5Baction%5D=show&tx_cimpaca_resaequipement%5Bcontroller%5D=Equipements&chash=94f0d268eca62e5b2adc94dfbdead75e)
- [5] « MPI TS2000 Series », *MPI Corporation*, 11 2022. <https://www.mpi-corporation.com/ast/engineering-probe-systems/mpi-automated-systems/ts2000-probe-system/>

# CHAPITRE 3 : CONSTITUTION D'UN NEZ ELECTRONIQUE



Ce chapitre décrit l'ensemble des constituants du banc de mesure, un système réalisant les fonctions matérielles du nez électronique : de la génération d'un flux odorant à l'enregistrement des données générées par la partie sensible. Sont détaillées ici, les différentes générations et versions qui ont été utilisées, leur potentiel et leurs limites.

# Table des matières

<b>1</b>	<b>ELEMENTS CONSTITUTIFS DU SYSTEME</b>	<b>91</b>
<b>2</b>	<b>VERSIONS DE PUCES UTILISEES</b>	<b>92</b>
2.1	ESA1	92
2.2	ESA1V2	92
2.3	ESA2	93
<b>3</b>	<b>ELECTRONIQUES D'ACTIONNEMENT ET DE LECTURE</b>	<b>94</b>
3.1	CARTES « MEZZANINES »	94
3.2	ARCHITECTURE PHASE LOCK-LOOP	95
3.2.1	BOUCLE OUVERTE	95
3.2.2	BOUCLE FERMEE	95
3.3	ARCHITECTURE AUTO-OSCILLANTE	99
3.4	ELECTRONIQUE INTEGREE	102
<b>4</b>	<b>FONCTIONNALISATION DES PUCES</b>	<b>103</b>
4.1	OBJECTIF	103
4.2	METHODES	105
4.3	FONCTIONNALISATIONS REALISEES	107
4.3.1	ESA1	108
4.3.2	ESA1V2	109
4.3.3	ESA2	110
<b>5</b>	<b>LIGNE FLUIDIQUE</b>	<b>111</b>
<b>6</b>	<b>SYSTEMES MIS EN ŒUVRE</b>	<b>114</b>
6.1	SYSTEME DE CARACTERISATION MONOVOIE	114
6.2	PREMIERE VERSION DE SYSTEME MULTIVOIES	115
6.3	DEUXIEME VERSION D'ELECTRONIQUE MULTIVOIES	117
<b>7</b>	<b>CONCLUSION</b>	<b>119</b>

# 1 Eléments constitutifs du système

Le nez électronique construit ici est un système composé de plusieurs éléments assurant l'ensemble des fonctions nécessaires à la création de signatures olfactives lors de l'exposition à un gaz.

Le cœur du système est une puce en silicium dont la conception et la fabrication est décrite dans le chapitre 2. Elle joue le rôle de capteur chimique du système en générant le signal d'intérêt lors de son interaction avec le flux de gaz. Elle se compose de 16 éléments, chacun étant constitué d'un réseau de 15 à 1446 membranes CMUT individuelles parallélisées. Plusieurs versions sont utilisées et décrites en 2. Versions de puces utilisées.

Sous la puce se trouve une carte électronique d'interface dite carte « mezzanine ». L'utilisation de cette carte intermédiaire d'interface permet de changer facilement de puce connectée au reste de l'électronique. La carte mezzanine est donc connectée à une carte mère (Figure 85), base d'une électronique qui joue deux rôles : actionner les éléments, et lire les signaux générés. Trois générations d'électroniques ont été utilisées, chacune nécessitant un ensemble d'appareils d'alimentation et de lecture. Ces électroniques sont décrites en 3. Electroniques d'actionnement et de lecture.

Au niveau de la puce, la surface des capteurs est fonctionnalisée chimiquement. Il s'agit de fixer des peptides en surface des éléments pour moduler les affinités entre la surface et les COVs. C'est elle qui permet de générer une signature olfactive composée de plusieurs dimensions. Le principe de la fonctionnalisation, les méthodes utilisées et les stratégies mises en place sont décrites en 4. Fonctionnalisation des puces

Au-dessus de la puce se trouve la ligne fluïdique. Son rôle est de mettre en interaction le flux d'air contenant le COV d'intérêt avec la surface de la puce. Les réactions d'adsorption chimique se déroulent dans une chambre fluïdique formée au sein d'un capot fixé sur la puce. Ce capot est relié au reste de la ligne permettant la création d'un flux et d'injections pilotées de COV choisis, puis de mesures sur ce flux. Le système fluïdique est décrit dans la partie 5. Ligne fluïdique

Pour finir, plusieurs systèmes ont été réalisés en combinant différentes versions de chacun de ces grands ensembles, au fur et à mesure des développements et des perfectionnements. La dernière partie de ce chapitre, 6. Systèmes mis en œuvre, décrit différentes combinaisons mises en œuvre pour former les différents systèmes, en particulier les possibilités offertes et les limites de chaque configuration.

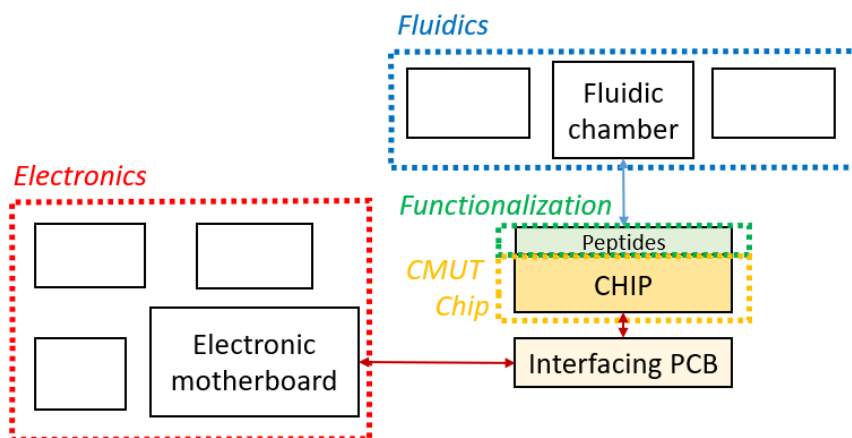


Figure 74 : Grands ensembles composant le système complet



## 2 Versions de puces utilisées

Avec les deux procédés de fabrication présentés dans le chapitre 2, deux générations de puces ont été fabriquées. Il est nécessaire pour comprendre les stratégies et les systèmes mis en œuvre de prendre en compte toutes les géométries possibles pour les puces. Cela porte le nombre de variantes à 4 : deux versions des puces de première génération, et deux variantes en taille d'éléments pour la deuxième génération.

### 2.1 ESA1

Les puces ESA1 ont été conçues avant l'ensemble des parties du système présenté dans ce chapitre, avec pour but principal de valider la fabrication des dispositifs et de réaliser des caractérisations électriques et des passages sous gaz qualitatifs à l'aide d'une ligne fluide basique. Les premières mesures sont réalisées sur ces puces : elles seront la base du système de caractérisation décrit en 6.1.

Ces puces sont composées de 8 éléments de grande taille à 1446 membranes CMUT individuelles parallélisées dont les membranes de bord sont détournées, de 2 éléments de taille moyenne à 900 membranes, de 2 éléments de petite taille à 400 membranes, et de 4 éléments de très petite taille à 196 membranes. La membrane CMUT individuelle est décrite dans le chapitre 2, partie 3.2.1.

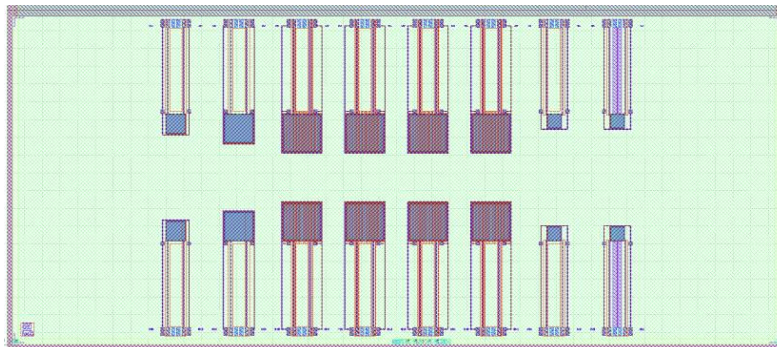


Figure 75 : Géométrie d'une puce ESA1

### 2.2 ESA1V2

Des puces ESA1 ont été produites ultérieurement avec une autre géométrie. Ces puces seront désignées « ESA1V2 ». Elles sont composées de deux fois 8 éléments, de 900 membranes à gauche, et de 196 membranes à droite. Elles présentent des zones d'or de surface supérieure à celles des éléments correspondants, ce qui permet une fonctionnalisation mieux maîtrisée qui englobe l'ensemble des membranes : elles seront la base des premières expériences avec éléments fonctionnalisés.

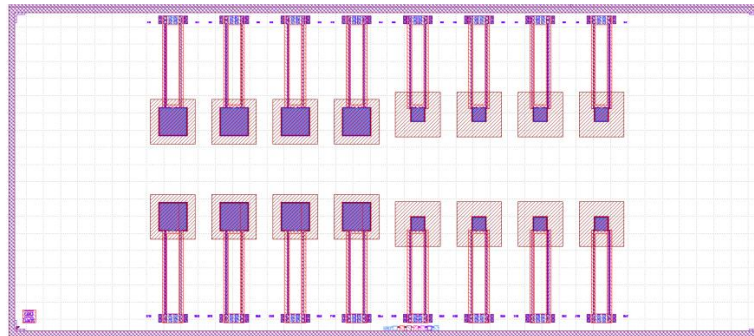


Figure 76 : Géométrie d'une puce ESA1V2

## 2.3 ESA2

La seconde génération de puces a été conçue en prenant en compte les retours pratiques vis-à-vis de la fonctionnalisation et de la construction d'une ligne fluide pilotée. Elle permet donc les stratégies les plus poussées vers un système complet réalisant la fonction nez électronique : une répartition en quadrants, des éléments octogonaux avec des zones d'accroche de fonctionnalisation englobant l'ensemble des membranes de chaque élément. Deux variantes existent pour répartir les 7 tailles d'éléments disponibles. La variante « grands éléments » possède des éléments de 1263, 762, 387, et 138 membranes, une fois déduites les membranes extérieures détournées ; de même la variante petits éléments possède des éléments de 138, 83, 42 et 15 membranes.

Ces puces seront la base de systèmes multivoies, notamment avec l'électronique ASIC.

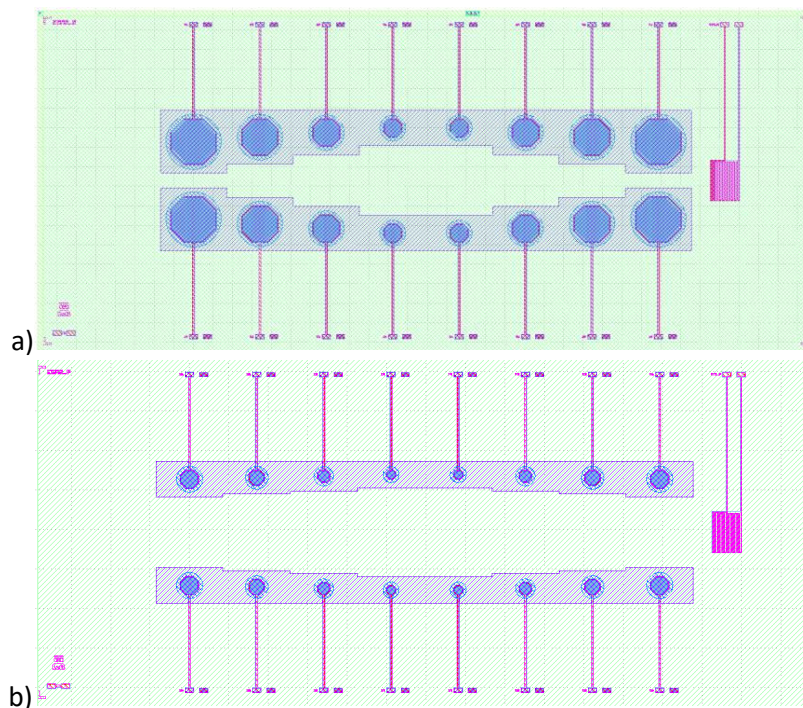


Figure 77 : Géométrie des puces ESA2  
a) Grands éléments b) Petits éléments

### 3 Electroniques d'actionnement et de lecture

L'électronique désigne l'ensemble des composants servant à actionner les éléments, ainsi qu'à lire les signaux de sortie. Trois approches ont été conçues pour réaliser plusieurs catégories d'études sur les puces et sur le système nez électronique dans son ensemble. Elles se basent sur les méthodes générales décrites dans le chapitre 1, partie 2.4.

Les électroniques ont été conçues par la société Asygn, d'après des cahiers des charges définis dans le cadre du projet européen ESAIRQ, par le CEA-Leti, Aryballe et Asygn.

#### 3.1 Cartes « mezzanines »

Toutes les électroniques ont pour élément central une carte mère possédant une empreinte faite pour brancher les cartes mezzanines. Ce sont des cartes qui jouent le rôle d'interface entre la puce en silicium et l'électronique (Figure 78). La transmission du signal électrique est réalisée par wire-bonding, c'est-à-dire par câblage électrique via des fils en alliage Aluminium-Silicium, entre les pads, zones d'accroche des fils, situés à l'extrémités des pistes sur le silicium de la puce et à l'extrémités des pistes électriques de la carte mezzanine.

Il existe une génération de carte mezzanine par génération de puce, c'est-à-dire des cartes version ESA1 et des cartes version ESA2, car la géométrie de ces puces est différente. Les différences se situent au niveau de la surface laissée pour le positionnement de la puce, de la position des pistes pour les aligner avec les pads en silicium pour le wire bonding, et du nombre de pistes, pour permettre la lecture du RTD. Les deux générations de puces et les trois versions d'électronique possèdent le même type de connectique. Cela permet de connecter toutes les puces sur toutes les électroniques

Ces cartes ont été conçues conjointement avec les autres parties du système : elles respectent des préconisations géométriques pour l'assemblage avec les puces et le capot, ainsi que des spécifications matériau pour permettre le wire-bonding.

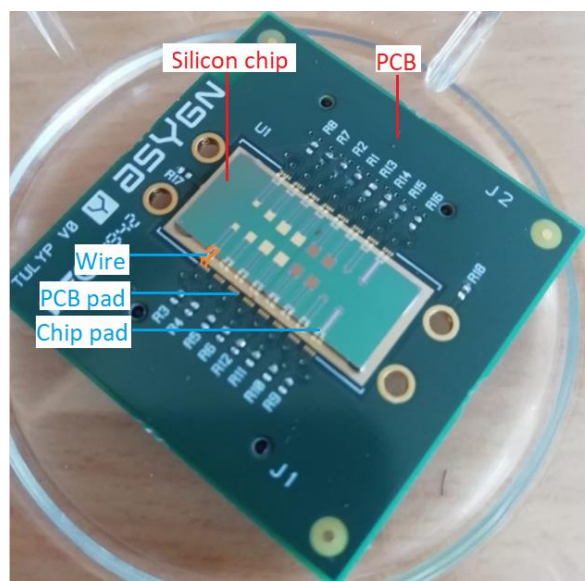


Figure 78 : Carte mezzanine version ESA1 avec une puce ESA1 positionnée

## 3.2 Architecture Phase lock-loop

Cette électronique a pour but la caractérisation d'un unique élément, en tant que résonateur et en tant que capteur gaz. Un appareil, la DPOD, développé lors d'un projet précédent par Asygn a été adapté à la lecture capacitive des CMUTs et un logiciel correspondant a été développé.

L'équipement possède deux modes de fonctionnement.

### 3.2.1 Boucle ouverte

En « boucle ouverte », l'appareil excite les CMUTs à une fréquence de consigne et mesure l'admittance du circuit. La tension de consigne est fixée par le logiciel, et décrit par exemple un balayage sur une plage de fréquences donnée, et le circuit mesure la phase et le module, sans rétroagir.

Visualiser la réponse fréquentielle (Figure 79) permet de déterminer les principales caractéristiques de l'élément mesuré, déduire sa fréquence de résonance, son facteur de qualité, et de valider le bon fonctionnement de l'élément. Cette caractérisation est complémentaire de celles effectuées sous pointe, puisqu'elle prend en compte des connectiques supplémentaires.

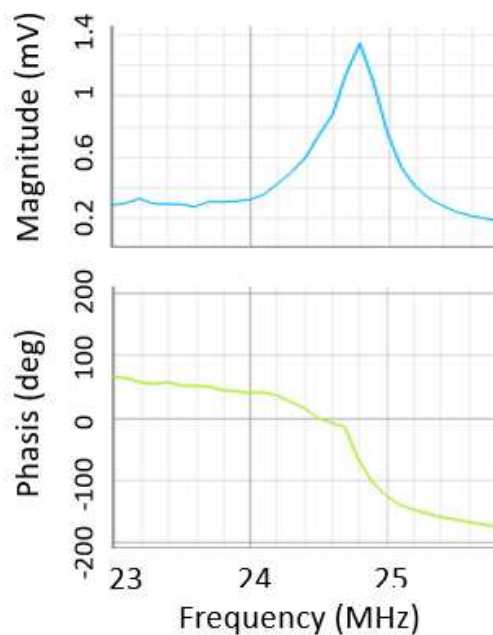


Figure 79 : Mesures sur le logiciel de lecture de la DPOD : amplitude et phase lors d'un balayage en fréquence

### 3.2.2 Boucle fermée

En « boucle fermée », une rétroaction crée un asservissement de la phase sur le principe de la phase locked loop (PLL), qui permet de suivre en temps réel la fréquence d'oscillation de l'élément (Figure 80).

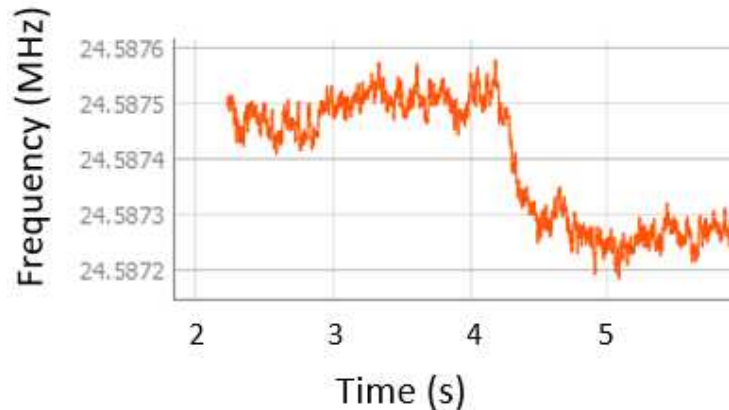


Figure 80 : Mesures sur le logiciel de lecture de la DPOD : suivi en temps réel de la fréquence de résonance

L'asservissement en phase permettant le suivi de la fréquence de résonance en temps réel est réalisé comme suit (Figure 81 et Figure 82).

- (I) et (II) Au niveau de l'actionnement, la tension de consigne est appliquée sur l'électrode inférieure de l'élément. Elle est composée d'une tension constante prédéfinie entre 20V et 50V, et d'une tension alternative d'amplitude 1V oscillant à une fréquence choisie, proche de la fréquence d'excitation des CMUTs. Un filtre passe-bas est présent entre la génération du signal et la puce. Le signal analogique est réalisé à partir de la consigne  $f$  par Direct Digital Synthesis (DDS).
- (III) En parallèle, la tension de consigne est déphasée de  $180^\circ$  et excite une capacité de compensation, Le courant généré au niveau de l'électrode supérieure est ensuite ajouté au courant sortant de la branche de compensation. Cette compensation est destinée à contrebalancer la capacité électrique de l'élément pour extraire un comportement correspondant au mieux au comportement purement mécanique des CMUTs.
- (IV) Le courant généré par les CMUTs est amplifié pour générer un signal d'intérêt en tension.
- (V) et (IX) Une modulation hétérodyne ramène la fréquence autour de 70 kHz au lieu de 20 MHz. Le signal analogique est réalisé à partir de la consigne  $f - \Delta f$  par DDS.
- (VI) Le signal est atténué pour entrer dans la DPOD avec une amplitude inférieure à 1V.
- (VII) La DPOD réalise une amplification et une modulation hétérodyne.
- (VIII) Le signal est numérisé à une fréquence.
- (X) et (XI) Une démodulation synchrone permet de calculer le module et la phase du signal digital. Le signal analogique est réalisé à partir de la consigne  $\Delta f$  par DDS.
- (XII) La phase est comparée à la phase de consigne. L'écart en phase est envoyé dans une rétroaction composée d'un correcteur permettant d'ajuster la fréquence d'excitation, qui s'adapte donc au comportement mécanique de la membrane par comparaison à la consigne de phase.

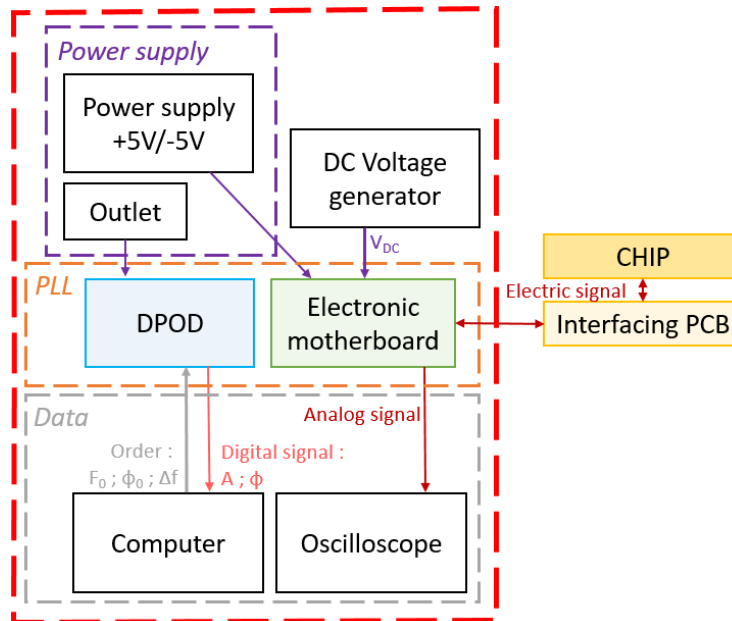
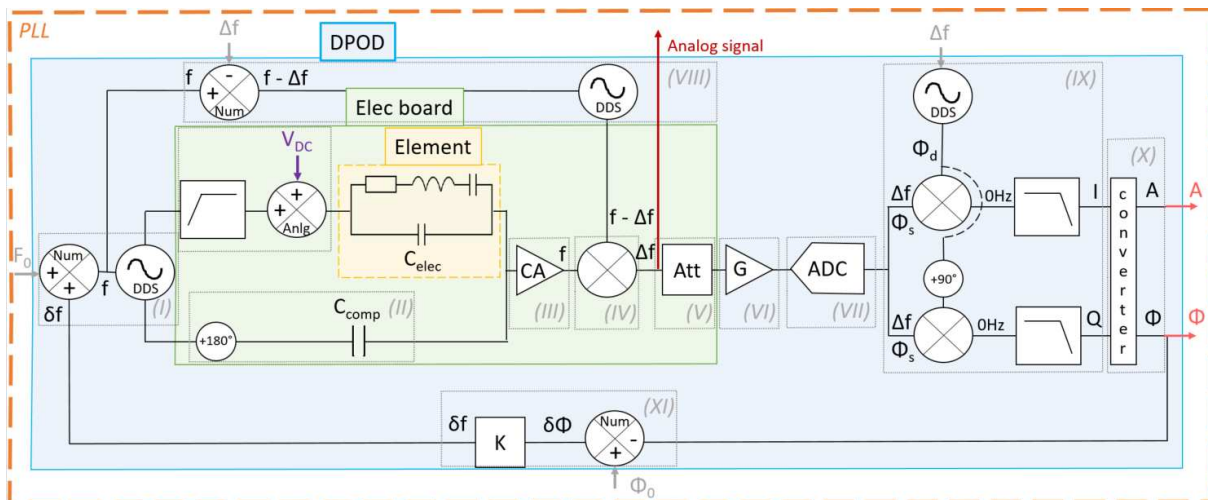


Figure 81 : Appareils composant l'électronique à PLL



- (I) Génération des signaux d'actionnement par un DDS (Direct digital synthesis)
- (II) Ajout de la tension de polarisation
- (III) Convertisseur courant/tension
- (IV) Polarisation du signal de mesure
- (V) Atténuation avant entrée DPOD
- (VI) Amplification du signal
- (VII) Convertisseur analogique/numérique
- (VIII) Génération des signaux de polarisation par un DDS
- (IX) Démodulation synchrone
- (X) Convertisseur courant et charge vers amplitude et module
- (XI) Rétroaction sur la fréquence d'actionnement d'après l'écart de phase

amplitude :  $A = \sqrt{I^2 + Q^2}$

phase :  $\Phi = \Phi_s - \Phi_d = \arctan\left(\frac{Q}{I}\right)$

Figure 82 : Schéma fonctionnel PLL, détail de la DPOD

Au niveau des appareils requis (Figure 81), les fonctions décrites précédemment sont réalisées par l'appareil conçu par Asygn « DPOD » ainsi que par une carte électronique d'adaptation aux puces CMUT. Cette carte est alimentée par un générateur de tension  $+5/-5V$  et la tension continue entre 20V et 50V y est ajoutée par un générateur de tension externe. Le signal est visualisé sur un oscilloscope pour des mesures préliminaires ou par le logiciel dédié sur un ordinateur relié à la DPOD.

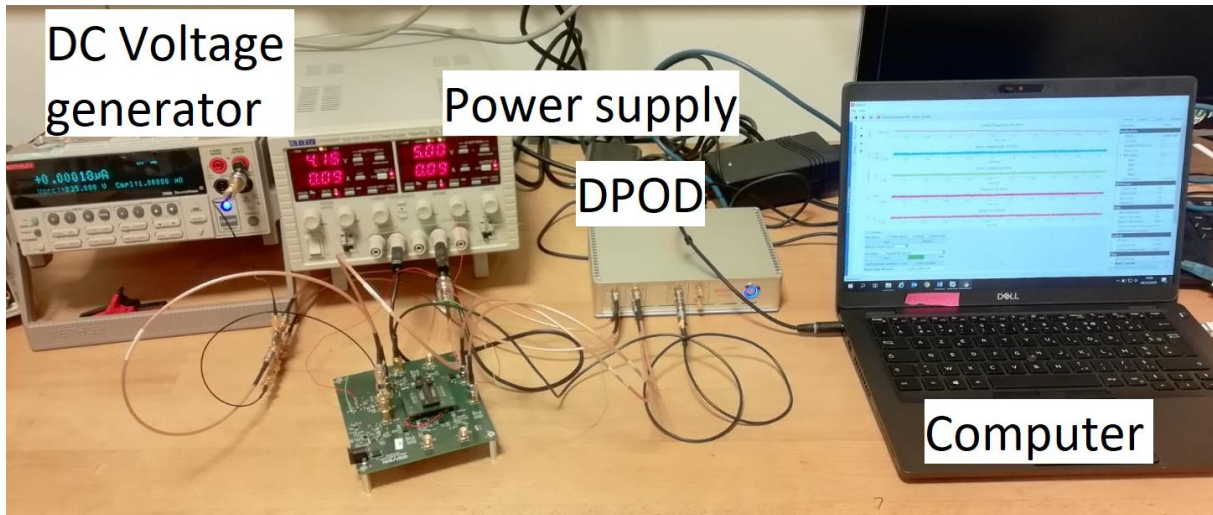


Figure 83 : Photo du banc d'expérience avec l'électronique DPOD-PLL

L'électronique de caractérisation basée sur les PLL n'a été utilisée qu'en monovoie. L'appareil DPOD permet de réaliser plusieurs boucles PLL mais la méthode d'actionnement n'a pas permis de réaliser de mesures sans chutes d'impédances rédhibitoires.

En effet, l'actionnement des éléments est réalisé par l'électrode inférieure, commune à tous les éléments. Tous les éléments branchés sont donc actionnés en permanence car reliés par le substrat. Le courant qui traverse les éléments est différent selon le nombre d'éléments branchés, tandis qu'un même courant traverse toujours les voies de compensation. La calibration de la compensation réalisée avec une seule voie connectée n'est donc plus pertinente lorsque le nombre de voies connectées change. Des résultats limités ont été obtenus à deux voies et seront évoqués dans le chapitre 4. Néanmoins, l'approche DPOD pour la lecture multivoies a été abandonnée.

Une solution serait de réaliser un actionnement séquentiel. Cela permettrait de n'exciter qu'un seul élément à la fois, évitant les divisions de courant. Il y'aurait ainsi toujours le même courant dans la branche de mesure, correspondant à celui dans la branche de compensation. Cependant la DPOD a été conçue pour un actionnement permanent et une lecture séquentielle. Une électronique multivoies doit donc être conçue spécifiquement pour la lecture des CMUTs.

### 3.3 Architecture auto-oscillante discrète

Une électronique conçue spécifiquement pour le système nez électronique a ensuite été développée. Le principe de fonctionnement est celui des boucles auto-oscillantes, présenté dans le chapitre 1 – II.d.2. Il consiste en la génération d'un signal par amplification des bruits du circuit, signal résonant naturellement à une fréquence proche de la fréquence de résonance du capteur actionné. On appellera cette fréquence la fréquence d'oscillation du circuit, elle correspond au signal d'intérêt et suit les variations de fréquence de résonance de la membrane au cours du temps. Sur cette première version, l'électronique est réalisée par des composants discrets, permettant d'adapter le circuit, dans le cadre de cette première étape de compréhension de l'électronique dédiée, des capacités de réglage sont présentes et positionnées de manière à modifier le gain ou déphaser la réponse du circuit. La carte mère (Figure 85) contient 4 chaînes de lecture en parallèle, indépendantes, pouvant adresser, par l'intermédiaire d'un sélecteur, un élément parmi quatre de chaque puce. Ainsi, les 16 éléments de la puce sont répartis en quadrants de quatre éléments, chaque élément pouvant être lu par une seule chaîne, et chaque chaîne pouvant sélectionner un élément parmi quatre (Figure 84).

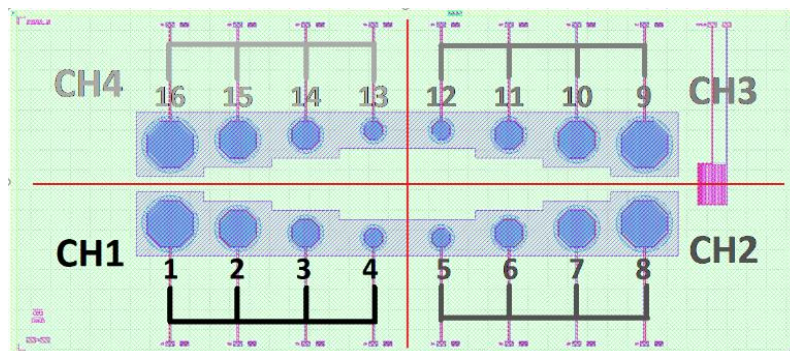


Figure 84 : 4 voies adressent 4 éléments chacune

Le banc basé sur cette électronique nécessite les appareils présents sur la Figure 86. Une carte mère réalisant la fonction d'auto-oscillation, sur laquelle se branche la carte mezzanine supportant la puce CMUT d'intérêt. La carte mère est alimentée par un générateur de tension +5V/-5V et le signal digital qu'elle produit est lu en temps réel par un compteur de fréquence dont on récupère les données sur un ordinateur.

La carte mère contient les fonctions de génération de la tension de polarisation, à sélectionner entre 20V et 50V, de boucle d'actionnement auto-oscillante et de comparateur (Figure 87). Le principe de fonctionnement de la boucle auto-oscillante est d'amplifier le bruit blanc provenant des composants du circuit, par une boucle contenant deux amplificateurs, ici non-inverseurs. A chaque tour, l'élément joue le rôle de filtre passe-bande en sélectionnant sa fréquence de résonance. Le signal analogique généré est ensuite lu par un comparateur qui fournit un signal d'horloge, carré, à la fréquence du signal d'entrée du comparateur.

L'auto-oscillation du circuit à la fréquence souhaitée survient lorsque les conditions de Barkhausen [1] sont respectées. Pour que le système oscille il faut que :

1. La boucle amplifie le signal : le gain est supérieur à 1
2. L'énergie d'actionnement est en phase avec le déplacement mécanique : le déphasage de la boucle est nul.



Ensuite, il est souhaité que la fréquence d'auto-oscillation du circuit au signal souhaité, il faut donc que ces conditions soient respectées uniquement à une fréquence précise : la fréquence de résonance du CMUT.

L'utilisation de cette électronique et ses limites sont discutées dans la partie 6.2.

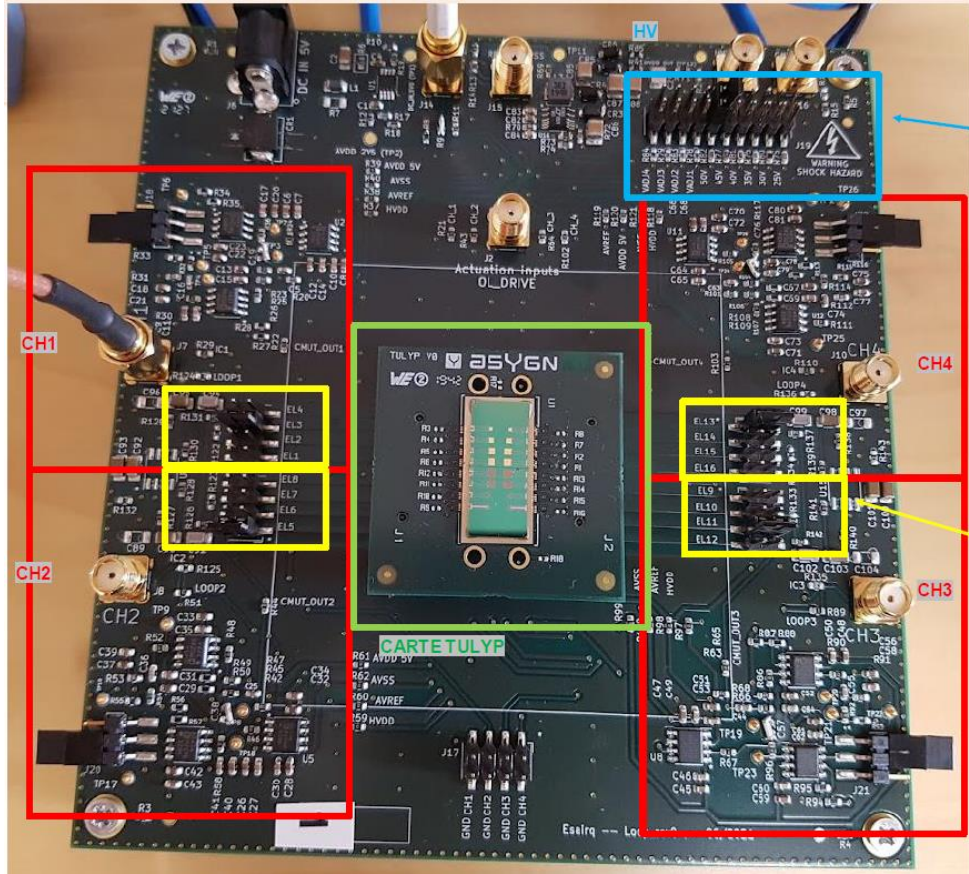


Figure 85 : Carte électronique et composants discrets  
Ensemble carte mezzanine-puce  
Quatre chaînes de lecture  
Sélection d'un des quatre éléments  
Sélection de la tension de polarisation

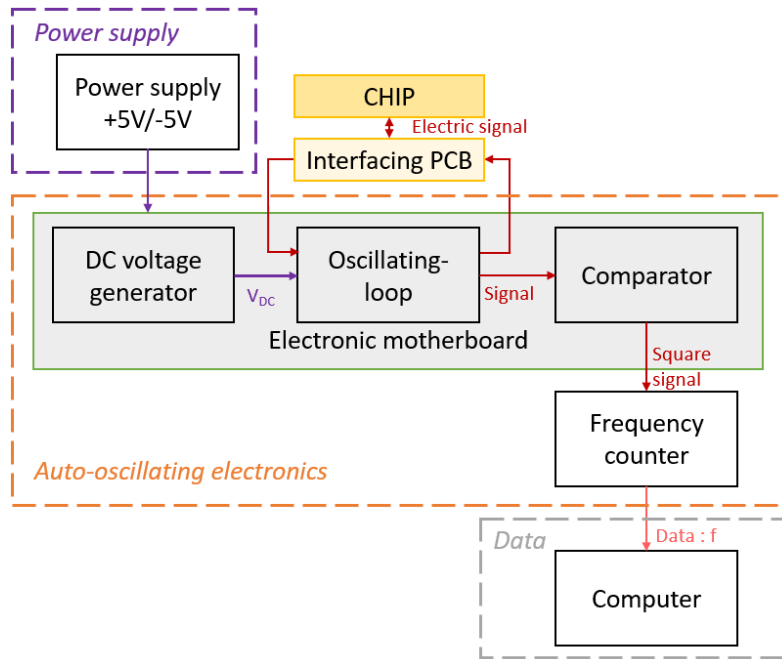
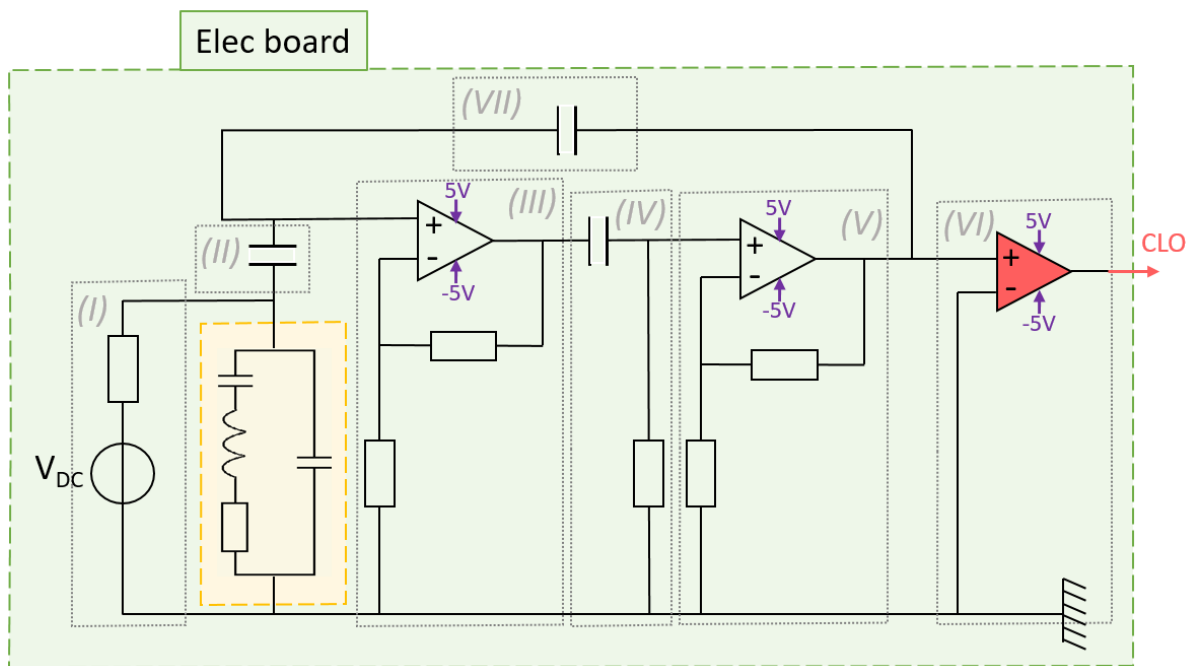


Figure 86 : Appareils composant l'électronique discrète à boucles auto-oscillantes



- (I) Génération de la tension de polarisation
- (II) Capacité de découplage de la haute tension
- (III) Oscillateur non-inverseur
- (IV) Filtre passe-haut
- (V) Oscillateur non-inverseur
- (VI) Comparateur, sortie en signal d'horloge à la fréquence du signal de l'entrée non-inverseuse
- (VII) Capacité de gain de la boucle

**CLO** : Signal d'horloge, signal carré à la fréquence d'intérêt

Figure 87 : Schéma électrique de la carte mère

### 3.4 Electronique intégrée

L'utilisation de composants discrets pour l'électronique auto-oscillante présente des limites. Le premier est que chaque chaîne mesure plusieurs centimètres carrés, il n'est pas envisageable de multiplier des chaînes identiques pour adresser un grand nombre d'éléments en simultané et la miniaturisation est en enjeu central pour le nez électronique. Le deuxième est que des mesures de caractérisation des chaînes (chapitre 5) ont montré une dissemblance des quatre chaînes entraînant des différences de comportement entre les chaînes plus importantes que les différences attendues entre deux éléments fonctionnalisés pour avoir des affinités distinctes. On ne souhaite pas mesurer le comportement typique des chaînes mais bien celui des éléments, il est donc nécessaire de créer un système électronique qui possède des chaînes les plus similaires possible. Une troisième raison réside dans les ambitions d'industrialisation du système ultérieurement aux travaux de recherche de cette thèse. Pour ces trois raisons, une électronique intégrée a été conçue à la suite de l'électronique discrète, bénéficiant des expériences réalisées. L'ASIC (application-specific integrated circuit) est une électronique basée sur le principe des boucles oscillantes, cette fois réalisée par des composants intégrés sur une puce silicium. L'intégration des composants permet de créer des chaînes aux composants plus rigoureusement identiques, ainsi que de réduire les pistes et soudures réalisées sur la carte électronique, fortes sources de capacités parasites, qui sont particulièrement nuisibles aux mesures de CMUTs. Les performances attendues sont donc supérieures en comparaison de l'électronique discrète.

La puce ASIC est placée sur la carte-mère de l'électronique discrète et court-circuitée la boucle discrète (Figure 88). La carte-mère de l'électronique discrète permet toujours de générer une tension de polarisation entre 20V et 50V. Cette réutilisation remplit plusieurs fonctions pour l'ASIC : création de l'interface avec la carte mezzanine et des alimentations nécessaires, ainsi que subsistance de composants discrets nécessaires, en quantité minimale pour préserver les performances de l'intégration. Néanmoins, l'objectif de cette première version est de valider la partie auto-oscillation intégrée, avant d'inclure dans une version ultérieure la génération de la haute-tension et le comptage de fréquence à l'ASIC. Ont été conservées en composants discrets deux capacités qui permettent de modifier le gain ou de déphaser la réponse du circuit. Le signal de lecture est envoyé en temps réel vers des compteurs de fréquences dont les données sont récupérées par un ordinateur.

L'architecture du circuit auto-oscillant est basée sur un oscillateur de type Colpitts pour la réalisation de la boucle, deux amplificateurs inverseurs de gain total 6.25 réalisent la boucle et deux amplificateurs inverseurs fournissent un signal d'horloge au compteur de fréquence extérieur (Figure 89). La boucle auto-entretenue qui génère un signal à une fréquence d'oscillation proche de celle de résonance de l'élément nécessite le respect des critères énoncés pour l'électronique discrète.

L'utilisation de cette électronique et ses limites sont discutées dans la partie 6.3.

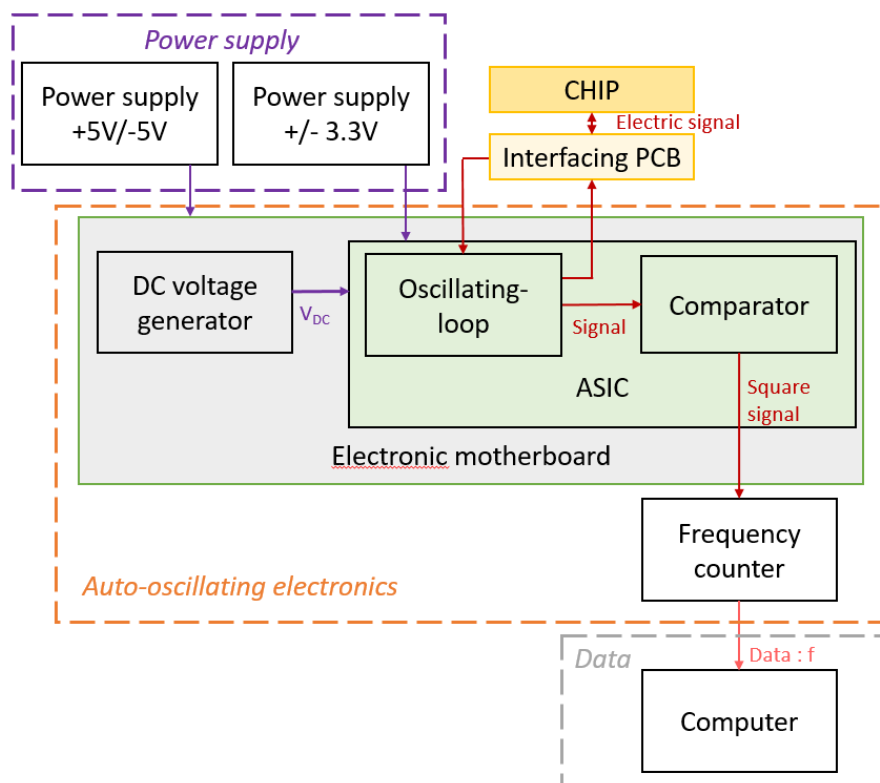


Figure 88 : Appareils composant l'électronique intégrée à boucles auto-oscillantes

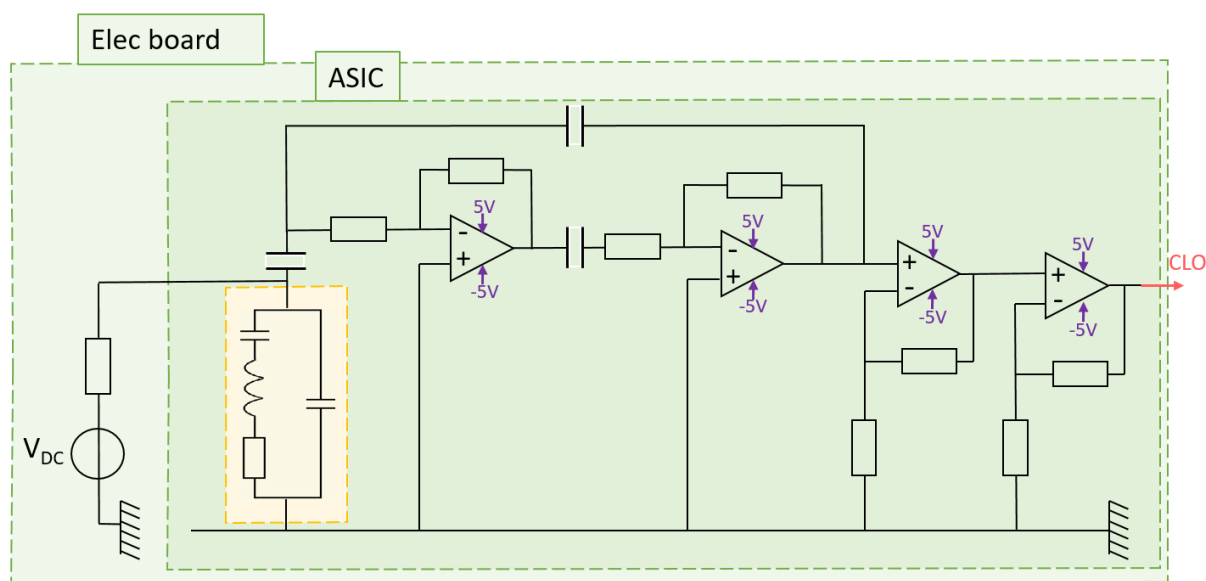


Figure 89 : Schéma électrique de l'ASIC

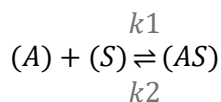
## 4 Fonctionnalisation des puces

### 4.1 Objectif

L'affinité chimique qualifie la tendance qu'auront deux espèces chimiques à former un composé. Dans notre cas, nous considérons la réaction (11) entre un COV A et une molécule en

surface  $S$ . Des mesures utiles quant à l'évolution de la réaction entre les composés  $A$  et  $S$  sont les constantes de vitesse de la réaction  $k_1$  relative à l'association, et  $k_2$  relative à la dissociation ou la constante d'association à l'équilibre  $K_a$  telles que définies d'après  $[A]$  et  $[S]$ , concentrations molaires à l'équilibre respectives de  $A$  et de  $S$  par (12).

(11)



(12)

$$K_a = \frac{k_1}{k_2} = \frac{[AS]}{[A] * [S]}$$

La fonctionnalisation désigne le procédé qui va modifier le comportement chimique de la surface concernée. Elle a pour but de différencier chacun des éléments au niveau de l'affinité chimique entre sa surface et les différents composés, ce qui permet la richesse d'une signature olfactive comme expliqué dans le chapitre 1. Ce comportement est modélisé par la constante d'association  $K_a$ , spécifique à la surface et au COV utilisé. Ici, la fonctionnalisation consiste en l'ajout d'une monocouche de peptides sur l'ensemble de la zone membrane d'un élément. On peut opposer la fonctionnalisation réalisée de manière intentionnelle à la pollution naturelle non maîtrisée qui peut survenir en surface. En effet, en l'absence de couche de peptide déposée de manière durable, l'affinité des surfaces peut être modulée de manière aléatoire et non mesurable d'une puce à l'autre, d'un élément à l'autre ou au cours du temps pour une même surface par le dépôt de molécules ambiantes qui interagiraient avec les surface d'intérêt : or, oxyde de silicium ou nitrure de silicium, qui ont naturellement une tendance à adsorber des molécules [2], [3]. De cette manière, la fonctionnalisation permet d'obtenir un comportement reproductible d'une puce à l'autre : les éléments peuvent présenter une dispersion technologique qui rendraient leur réponse différente, les puces peuvent avoir été exposées à des environnement différents polluant la surface de certains de leurs éléments ; la fonctionnalisation cherche à rendre la réponse de l'élément typique du peptide utilisé au-delà de ces autres sources de différenciation, permettant au final de rendre les comparaisons pertinentes entre des signatures olfactives générées par des puces différentes.

La fonctionnalisation doit répondre à des critères précis pour produire l'effet souhaité qui permet de transformer la puce composée d'éléments identiques en puce servant de capteurs pour un nez électronique. Tout d'abord, l'ensemble du réseau de membranes de l'élément doit être recouvert. Recouvrir la totalité de la zone maximise la particularité de cet élément en comparaison aux éléments voisins. Concernant la quantité de peptides à placer sur une surface plane, le dépôt d'une monocouche est l'objectif le plus reproductible et suffisant pour obtenir la quantité maximale de COV souhaité en surface.

La plage de concentration en gaz n'atteint vraisemblablement jamais la condensation du composé à la surface. Tout d'abord, comme l'illustre la Figure 90, les COVs sont de taille inférieure aux peptides, et plusieurs COV peuvent s'adsorber sur un même peptide, la quantité de peptide en surface n'est donc pas égale à la limite de sites disponibles. De plus, les concentrations en COV du flux ne peuvent pas facilement être augmentées au-delà de la saturation : pour chaque conditions de pression et de température, il existe une pression de vapeur saturante qui limite la concentration du COV en phase gaz. En pratique, dans le cas général, on n'observe pas de plateau de réponse du capteur en fonction de la concentration, car la concentration pour laquelle il surviendrait n'est pas réalisable expérimentalement. La caractérisation des éléments en tant que capteur de gaz dans le chapitre 4 apporte des indications sur les quantités de matière adsorbées.

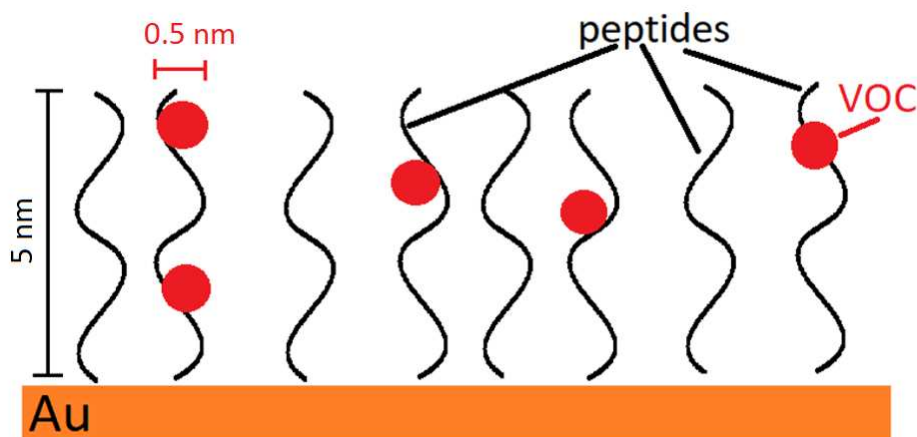


Figure 90 : Adsorption des VOC sur une surface fonctionnalisée. Ici VOC type butanol de diamètre moléculaire 0.552  $\mu\text{m}$  et peptide thiol typique pour surface or.

Le peptide déposé doit être homogène sur l'ensemble d'un élément, répartie de manière uniforme, et strictement circonscrite à l'élément visé. Si la fonctionnalisation vient à déposer des peptides sur les éléments voisins, la différenciation des éléments est perdue ou au moins amoindrie par la convergence des propriétés chimiques qui en résulterait. Comme on le verra dans la partie 4.2, les fonctionnalisations des éléments sont réalisées de manière successive, et un remplacement de la surface traitée spécifiquement pour que des peptides s'y greffent par des peptides greffés lors d'un dépôt précédent inopportun va modifier la surface d'accroche rendant délicat ou impossible l'accroche du peptide souhaité. Il est possible que plusieurs éléments aient une fonctionnalisation identique dans le but de répliquer une réponse plusieurs fois sur la puce, pour augmenter la fiabilité d'une réponse sur une puce possédant plus d'éléments que de peptides utilisés, ou dans le cadre d'une étude particulière. Dans ce cas la fonctionnalisation doit toujours être réalisée précisément sur un unique élément.

Enfin, la fonctionnalisation doit engendrer une affinité non spécifique et réversible entre la surface et les COVs, afin de générer un contraste chimique comme évoqué dans le chapitre 1, ce qui oriente le choix des molécules déposées. Finalement, il faut que les peptides modulent les affinités chimiques des surfaces pour les différents composés.

## 4.2 Méthodes

Pour sa production industrielle basée sur des puces à interféromètres Mach-Zehnder, Aryballe utilise une imprimante jet d'encre programmable (Figure 91) qui permet de déposer des quantités préétablies de peptides sélectionnés selon une géométrie enregistrée. Cela permet de produire de manière fiable des puces fonctionnalisées suite à un développement expérimental préliminaire. Cette méthode est applicable au CMUT lors d'une industrialisation, à l'échelle d'une puce et, sur un modèle d'imprimante différent, à l'ensemble d'un wafer.

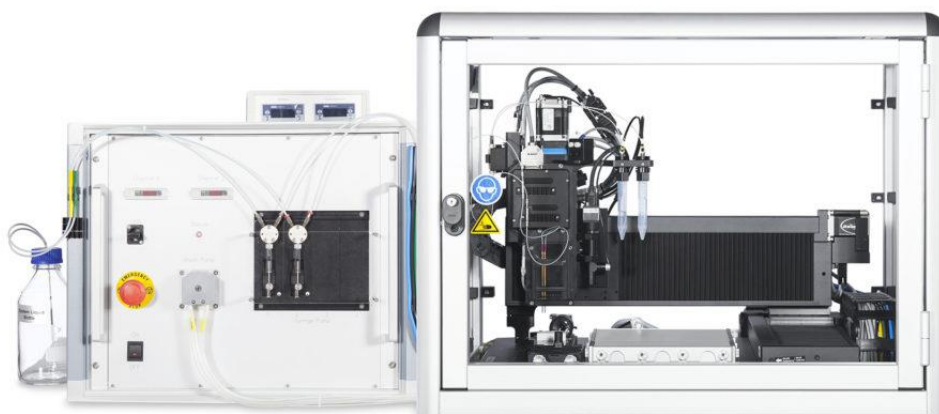


Figure 91 : Imprimante pour petits volumes SCIENION sciFLEXARRAYER S3 utilisée par Aryballe pour la R&D [4]

Dans le cas des dispositifs étudiés ici, la production étant faible et les stratégies de fonctionnalisations multiples, il n'était pas judicieux d'utiliser cette machine informatisée. Une méthode plus simple à mettre en place et plus souple à modifier a été préférée : un dépôt des gouttes manuel à l'aide d'une seringue et d'un support 3 axes.

Un protocole précis a été défini pour assurer la réussite des dépôts, il se décompose en trois étapes : préparation, dépôt, et rinçage. La première étape consiste en un traitement de la puce afin de créer un état de surface propre et propice au greffage des peptides. Des rinçages successifs à l'acétone, à l'éthanol et à l'eau nettoient la surface des particules indésirables comme les poussières déposées lors du transport, puis un nettoyage UV/Ozone enlève les contaminants résiduels de nature organique [5]. La surface est alors prête pour le dépôt. La solution déposée, préparée en amont pour chaque type de peptide, contient le peptide choisi et des solvants permettant la formation de gouttes stables. Quelques microlitres de solution sont aspirés dans une seringue à aiguille ultra-fine précise à 50 nL [6]. La seringue est positionnée de manière fixe au-dessus d'une plaque support possédant 3 axes de liberté sur laquelle on vient poser la puce et qui permet de positionner l'élément visé sous la seringue. Une caméra montre la surface de la puce de manière perpendiculaire, permettant de contrôler le volume déposé, avec le volume de la goutte formée à l'extrémité de la seringue. Ce volume est approximatif, il doit simplement assurer un dépôt précis de la goutte en effleurant la surface, sans rompre la goutte. La quantité de liquide déposée est choisie de manière à recouvrir l'ensemble de la zone membranes d'un élément, chaque taille et forme d'élément nécessite donc une quantité différente. Tous les éléments fonctionnalisés par un même peptide sont réalisés successivement, avant de nettoyer méticuleusement la pipette avec des solvants, en particulier le diméthylsulfoxyde (DMSO) pour éliminer toute présence du premier peptide avant de remplir la seringue du suivant. Une fois l'ensemble des gouttes déposées sur les éléments, la puce est placée dans un contenant à humidité contrôlée de 90% à 25°C pour 18h d'incubation. L'humidité permet d'éviter l'évaporation des gouttes et favorise donc le greffage des peptides pendant toute la durée de l'incubation : la formation de monocouches de thiol sur or est favorisée par ce temps long. Si la réaction chimique est rapide, les 18h permettent de former une couche homogène, compacte et reproductible [7]. Après cette période d'incubation, le restant de la goutte doit être rincé pour éliminer toutes les molécules qui n'ont pas été greffées sur la surface. La conclusion de la réalisation de la fonctionnalisation est un rinçage des puces dans le DMSO et l'eau, puis leur séchage.

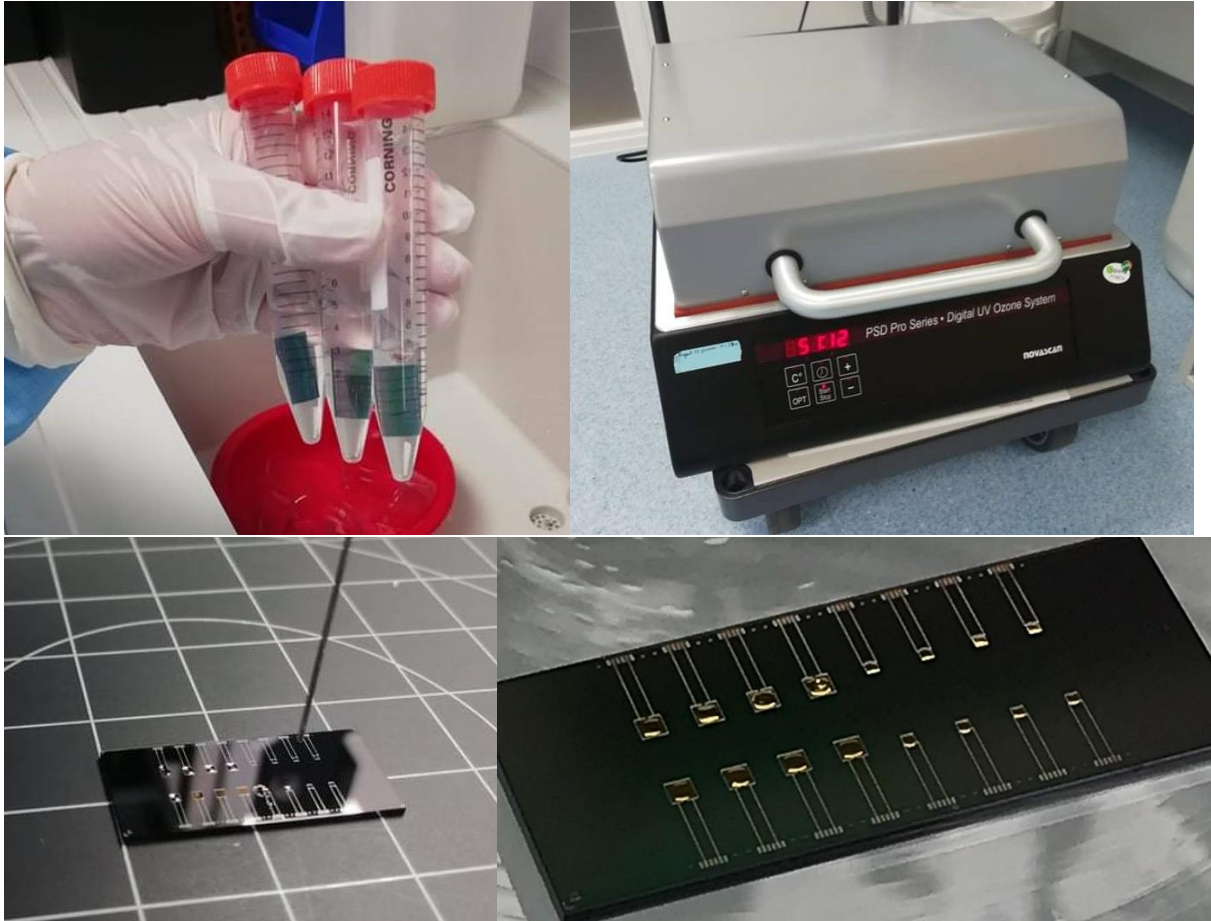


Figure 92 : Protocole de fonctionnalisation  
 a) Rinçage b) Nettoyage UV/Ozone c) Dépôt à la seringue d) Gouttes sur les éléments

On peut trouver dans la littérature un protocole de chimie thiol sur or semblable à celui utilisé ici dans [8], et un protocole de chimie sur nitrure de silicium dans [9].

### 4.3 Fonctionnalisations réalisées

Les cartes électroniques permettent de connecter rapidement un ensemble carte mezzanine-puce parmi ceux disponibles. Une vingtaine d'ensembles ont été réalisés pour couvrir le plus de cas possibles.

Les puces utilisées présentent 3 géométries différentes en fonction des générations, et les différents systèmes mis en œuvre cherchent à atteindre des objectifs différents. La fonctionnalisation doit être réalisée sur les puces selon des stratégies qui permettent de maximiser les études possibles. Cette partie présente, pour chaque génération, les stratégies utilisées dans le cadre du développement du système et les expériences que chacune d'elle permet. Il faut noter que certaines redondances permettent de consolider les mesures, les puces étant sujettes à des défauts de câblage ou à la pollution. Une règle générale est de fonctionnaliser tous les éléments qui seront amenés à être mesurés, afin d'éviter la pollution naturelle non maîtrisée. L'électronique de lecture est considérée comme présentant 4 voies, adressant la puce en quadrants comme montré sur la Figure 84.



Les zones rectangulaires désignent un groupement d'élément fonctionnalisés par un même peptide, et la couleur du rectangle indique l'espèce de peptide. Comme expliqué précédemment, au niveau de la localisation des dépôts, il faut comprendre le rectangle comme plusieurs fonctionnalisations individuelles localisées (Figure 93). Les peptides choisis sont au nombre de 4 pour permettre une lecture multiéléments de quatre éléments fonctionnalisés de manière différente. Ils ont été choisis pour la distinction nette entre leur comportement, afin de produire les signatures olfactives les plus différenciantes possibles avec seulement 4 dimensions. Ils sont désignés par le code suivant :

- = 22
- = 66
- = 25
- = 65

Tableau 15 : Choix des peptides (codés) et couleur équivalente

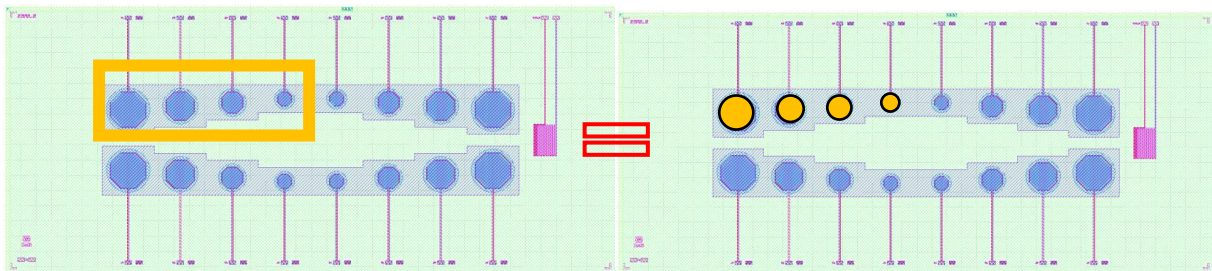


Figure 93 : Zone regroupant un même peptide et fonctionnalisation élémentaire géométriquement réaliste

### 4.3.1 ESA1

Les puces ESA1 ont été conçues avant les électroniques multivoies et ne prennent pas en compte l'adressage en quadrant des éléments. Toutes les tailles ne sont pas accessibles par toutes les chaînes, il est donc peu pertinent d'utiliser ces puces comme base pour le nez électronique multivoies. Ces puces servent principalement aux études monovoies, ou comme précisé auparavant, chaque élément doit être tout de même fonctionnalisé. On a donc une fonctionnalisation unique sur la puce Figure 94.

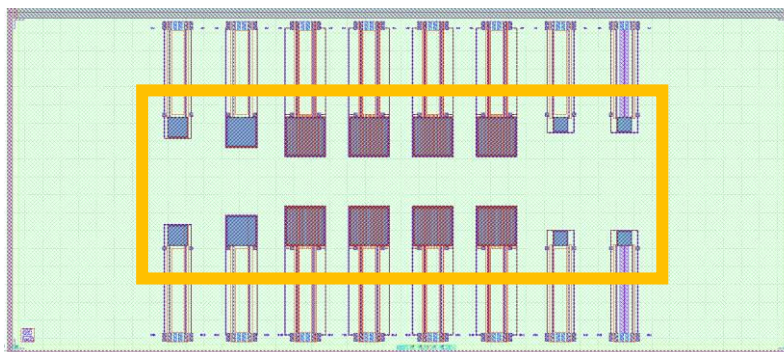


Figure 94 : Stratégies de fonctionnalisation sur puce ESA1

### 4.3.2 ESA1V2

Une seconde version de puce possédant les éléments de première génération a été réalisée. Elle présente une répartition différente des éléments, et uniquement 2 tailles : 196 et 900 membranes. Les études pertinentes ici portent sur des éléments de taille identique.

Une première stratégie (Figure 95-a) consiste à fonctionnaliser toute la puce de la même manière. Cela permet ici de comparer sur 2 chaînes en simultanément, 2 éléments censés être identiques. Sur ces puces il est également possible d'avoir 4 répliques d'un même élément avec la même fonctionnalisation, adressés par une même chaîne. C'est utile pour réaliser une étude sur la dispersion entre éléments en s'affranchissant des différences de comportement entre les chaînes. Une deuxième stratégie (Figure 95-b) divise les éléments en deux moitiés de manière à comparer deux éléments fonctionnalisés différemment sur deux chaînes, chaque élément peut être choisi parmi 4 identiques pour enrichir statistiquement l'étude. Une troisième stratégie hybride (Figure 95-c) permet sur une même puce de comparer deux chaînes, à la fois des éléments à la fonctionnalisation identique, et des éléments étant fonctionnalisés de manière différente.

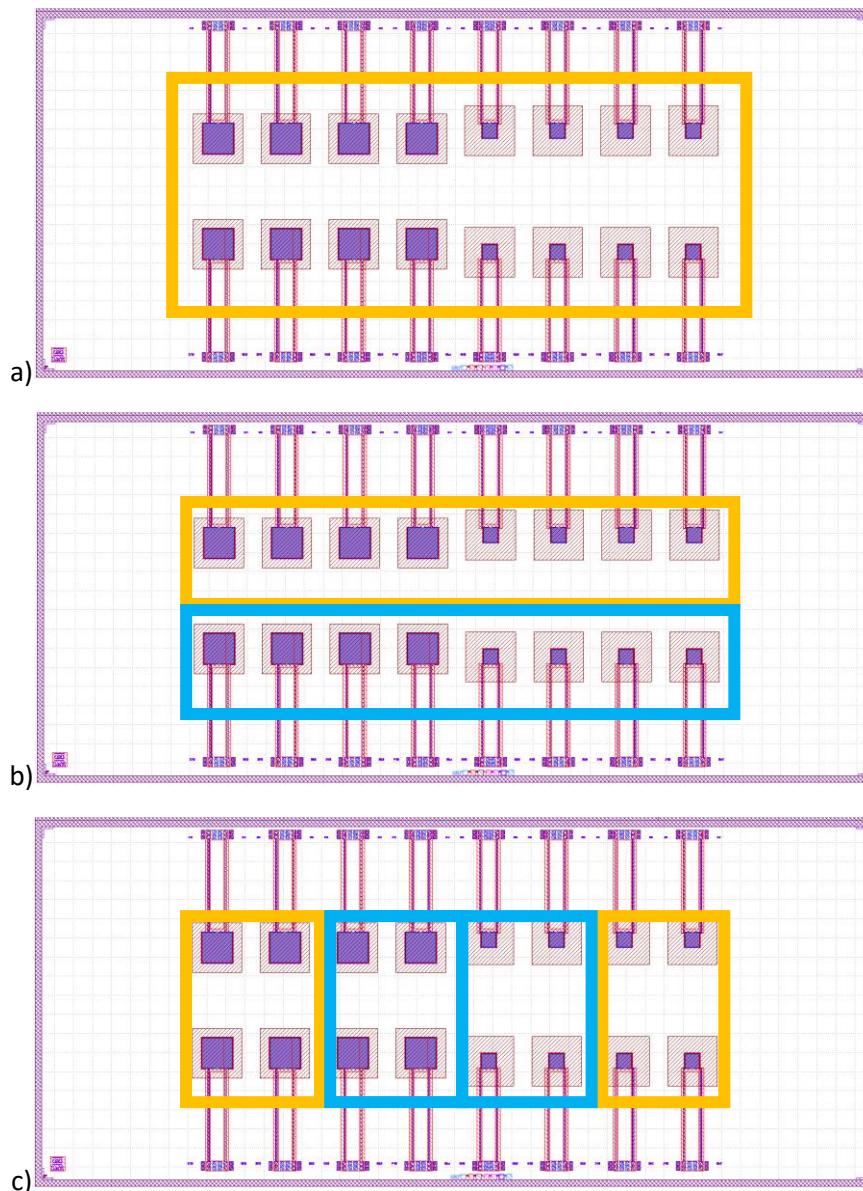


Figure 95 : Stratégies de fonctionnalisation sur puce ESA1V2

### 4.3.3 ESA2

Les puces ESA2, dont les réflexions sur la conception ont été détaillées dans le chapitre 2 – partie 3, sont les premières puces conçues en adéquation avec une électronique multivoies 4 chaînes, adressant les éléments en quadrants. Les stratégies mises en place pour maximiser la richesse des études sont donc plus évidentes à mettre en place. Comme pour les autres générations, il est pertinent de réaliser des puces fonctionnalisées intégralement par un même peptide (Figure 96-a). On peut ici adresser 4 éléments identiques, géométrie et chimie, par les 4 chaînes de lecture, et cela est possible pour les 4 tailles disponibles. Une deuxième stratégie (Figure 96-b) divisant les éléments en deux moitiés permet sur une même puce de comparer deux éléments identiques, ou deux éléments de fonctionnalisation différente, sur deux chaînes.

Il est ici possible de fonctionnaliser chacun des quadrants par un peptide spécifique. Alors, pour chaque taille, il est possible de réaliser des expériences sur un nez électronique 4 éléments – 4 fonctionnalisations (Figure 96-c). Cette stratégie correspond à la version la plus aboutie du nez électronique basé sur les électroniques et les puces considérées dans cette thèse : elle permet d'obtenir des résultats sur les performances d'un nez électronique 4 voies, ainsi que de mesurer l'impact de la miniaturisation des éléments sur ces performances. Ces stratégies sont fonctionnelles sur les puces grands éléments comme petits éléments.

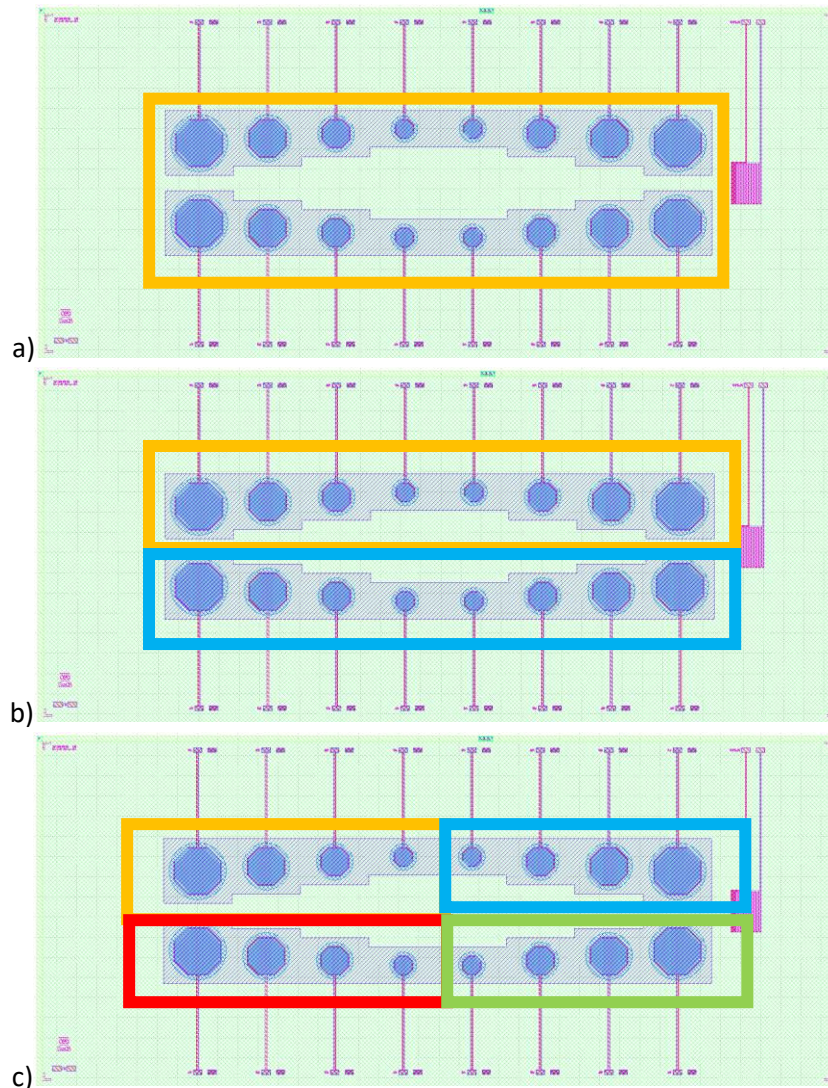


Figure 96 : Stratégies de fonctionnalisation sur puce ESA2

## 5 Ligne fluïdique

Le nez électronique est un appareil capable d'analyser des odeurs, au sens où son module sensoriel interagit avec les composés en phase gaz. Pour ce banc d'expérience, afin de tester le capteur, le système doit donc être capable de créer un flux forcé, contenant le COV, de manière à le faire interagir avec la surface de la puce. Cette fonction est réalisée par un ensemble que l'on désigne sous le terme de ligne fluïdique. Elle est composée (Figure 97) d'une chambre fluïdique, zone d'interaction entre les COVs du flux et les peptides en surface, de tuyaux qui guident le flux entre les différents éléments, d'une électrovanne pilotée par ordinateur qui réalise des injections précises à partir d'un flacon de COV choisi et d'un robinet de dilution. En aval de la chambre de dilution se trouve un appareil multifonctions conçu par Aryballe qui joue ici le rôle de pompe pour induire un débit au sein de l'ensemble de la ligne et des capteurs en ligne pour qualifier le flux, notamment humidité, concentrations, débit, pression.

Il faut éviter les phénomènes de contamination du flux par la ligne fluïdique. L'utilisation de matériaux susceptibles de désorber des espèces chimiques dans la phase gaz masquerait le COV d'intérêt. C'est le cas pour la plupart des plastiques utilisés pour fabriquer des boîtiers ou des tuyaux [10]. Par exemple, les matériaux utilisés dans l'impression 3D émettent des COVs [11]. Certains matériaux ont aussi une tendance à absorber les COVs, et dans certaines conditions à les relâcher, comportement incompatible avec la connaissance du flux à un instant précis nécessaire dans le cadre de nos expériences. Ces aspects sont critiques dans l'analyse de gaz. Une attention a été portée à l'utilisation de matériaux permettant une conservation des propriétés des flux de COVs.

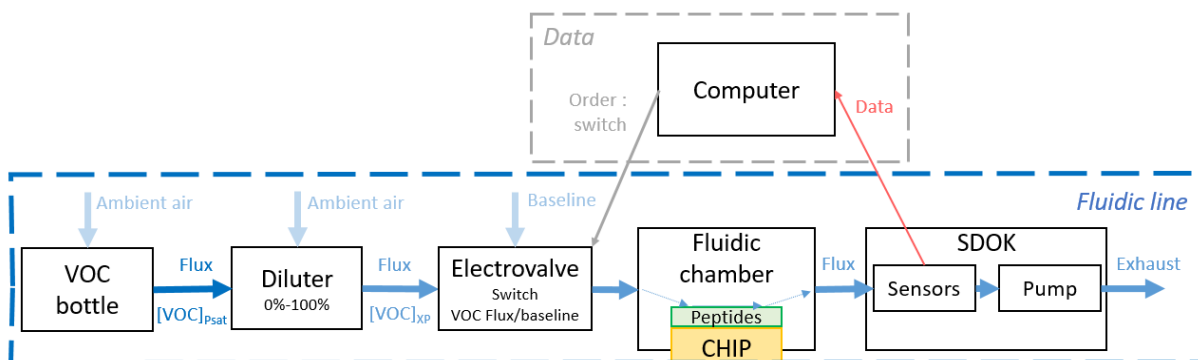


Figure 97 : Éléments composant la ligne fluïdique

Il est important de préciser ici que le choix a été fait de travailler en air ambiant, c'est-à-dire en air humide, contrairement à un grand nombre de bancs gaz qui fonctionnent sous air sec. L'humidité de l'air, ainsi que la présence de nombreux composés ambiants naturels comme le dioxyde de carbone ou toutes sortes d'aérosols ponctuels et variables, sont une composante naturelle de l'olfaction en conditions réelles. L'humidité non maîtrisée peut induire des performances de reproductibilité ou de sensibilités en théorie inférieure, mais représentatives du fonctionnement du système dans les conditions d'utilisations prévues, en dehors des laboratoires calibrés. Un autre avantage est la prise en compte dès le début du développement du système des enjeux qui ne sont présents qu'en conditions réelles, comme les variations d'humidité ou de pression. Cela permet d'estimer leur impact sur le signal et de mettre en place des stratégies pour les compenser dès la phase de recherche (voir chapitre 4).

La chambre fluïdique désigne un espace formé au-dessus de la puce par un capot plastique. Le capot se fixe sur la carte mezzanine et positionne la puce correctement au sein de l'ensemble ; l'étanchéité est assurée par un joint en PTFE. Deux connecteurs fluïdiques se

vissent sur le haut du capot et servent à l'admission et à l'échappement du flux au sein de la chambre (Figure 98). La chambre mesure 5mm x 20 mm pour une hauteur de 160  $\mu\text{m}$ , soit 16  $\mu\text{L}$ .

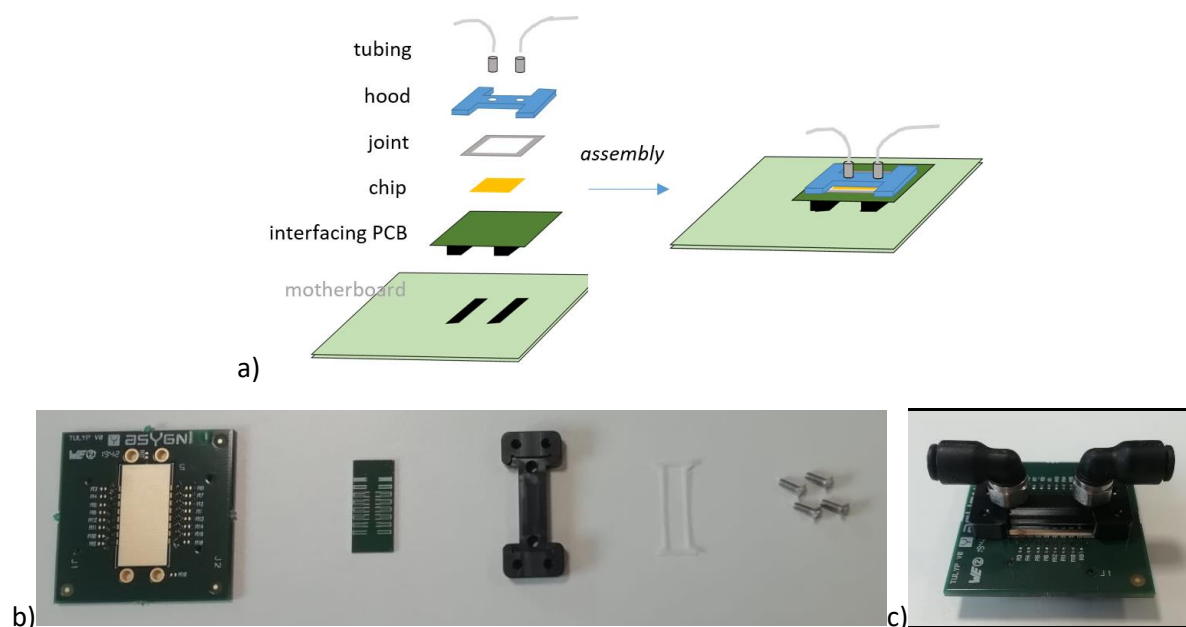


Figure 98 : Assemblage de l'ensemble carte mezzanine, puce, capot  
 a) Schéma décrivant la place des différents composants b) Photographie des éléments séparés c) Photographie de l'assemblage réalisé

Les mesures expérimentales se concentrent sur l'émission d'un COV connu, porté par l'air ambiant. En amont de la chambre, le flux est préparé pour avoir des caractéristiques d'intérêt grâce à plusieurs éléments :

- Un flacon contient 1 mL du composé d'intérêt sous forme liquide en entrée de la ligne fluide.
- Un robinet de dilution permet de réaliser des gammes de concentration. Il mélange le flux en provenance du flacon et l'air ambiant dans des proportions établies par un réglage mécanique à vis sur le corps de l'objet.
- Une électrovanne sélectionne la voie qui émet dans le reste de la ligne fluide. Cela permet de réaliser des injections précises et minutées du flux d'air ambiant, ou du flux de COV

Dans le volume de tête du flacon, on suppose le COV à une concentration qui correspond à la pression de vapeur saturante dans les conditions de température et de pression présentes. Cette concentration sera la valeur maximale qu'il sera possible de faire circuler dans le flux. Les composés utilisés sont dilués dans le flacon. En supposant que le solvant ne perturbe pas leur comportement, la pression de vapeur saturante du composé dilué peut être calculé de la pression de vapeur saturante du composé pur et de sa fraction molaire en phase liquide d'après la loi de Raoult.

Un événement, entrée d'air ambiant vers le flacon, permet un renouvellement du volume de tête du flacon et évite ainsi que la pompe entraîne une modification de la pression du flux. L'électrovanne est développée par Aryballe et pilotée par un ordinateur qui envoie des consignes sur les temps de mesure de la ligne de base, d'injection du COV, de désorption et entre des mesures successives.

En aval de la chambre fluïdique se trouve un appareil complet de mesure qui sert aussi de pompe, développé par Aryballe. Il est dénommé Standard Digital Olfaction Kit (SDOK) (Figure 99). Ses caractéristiques utilisées pour le travail réalisé ici sont la présence d'une pompe à membranes pour gaz (Pompe PMM2008-NMP05s 5V [12]) et de plusieurs capteurs, en particulier pour les expériences réalisées ici :

- Un débitmètre
- Un thermomètre - capteur d'humidité HIH Honeywell p120
- Un capteur de pression, humidité, température et VOC Bosch BME 680
- Un capteur de COV total sous la forme d'un détecteur à photo-ionisation (PID) (Alphasense AI-2) [13]

Un PID mesure une quantité de COV, en équivalent d'un gaz de référence, pour celui utilisé ici, entre 40 parties par million volumiques (ppmv) et 4000 ppmv d'isobutylène. Il peut mesurer la concentration d'un grand nombre de COV, dépendamment des liaisons qui forment la molécule, qu'il faut ensuite modifier d'un facteur de compensation rationalisant le potentiel d'ionisation du COV mesuré et celui du gaz de référence, ici l'isobutylène, ou considérer les mesures fournies en « ppmv équivalent isobutylène ». Ici, toutes les valeurs de ppmv sont égales à celles fournies par l'appareil, donc en équivalent isobutylène, sauf dans une analyse de résultats dans le chapitre 4 où le calcul sera rappelé.



Figure 99 : Le SDOK (a) contient notamment une pompe à membranes (b) et un PID (c)

## 6 Systèmes mis en œuvre

### 6.1 Système de caractérisation monovoie

Le premier système utilisé est conçu de manière à caractériser un élément CMUT en tant que capteur de gaz. Il est constitué de l'électronique de lecture basée sur des PLL utilisée en monovoie, adressant un élément de puce ESA1 de taille 1446 membranes (Figure 100). Ce système est une première étape vers un nez électronique, n'étant composé que d'un unique capteur, il répond toutefois à un besoin essentiel de qualifier la réponse d'un élément basé sur des membranes CMUTs. Ce système permet d'étudier la sensibilité des différentes surfaces à différents COVs, ainsi que de développer des protocoles de mesures et de réglage du banc qui seront présentés dans le chapitre IV. Il a été utilisé avec des puces ESA1 avec surface recouverte d'or, et avec surface non-recouverte d'or avec du nitrure de silicium en surface.

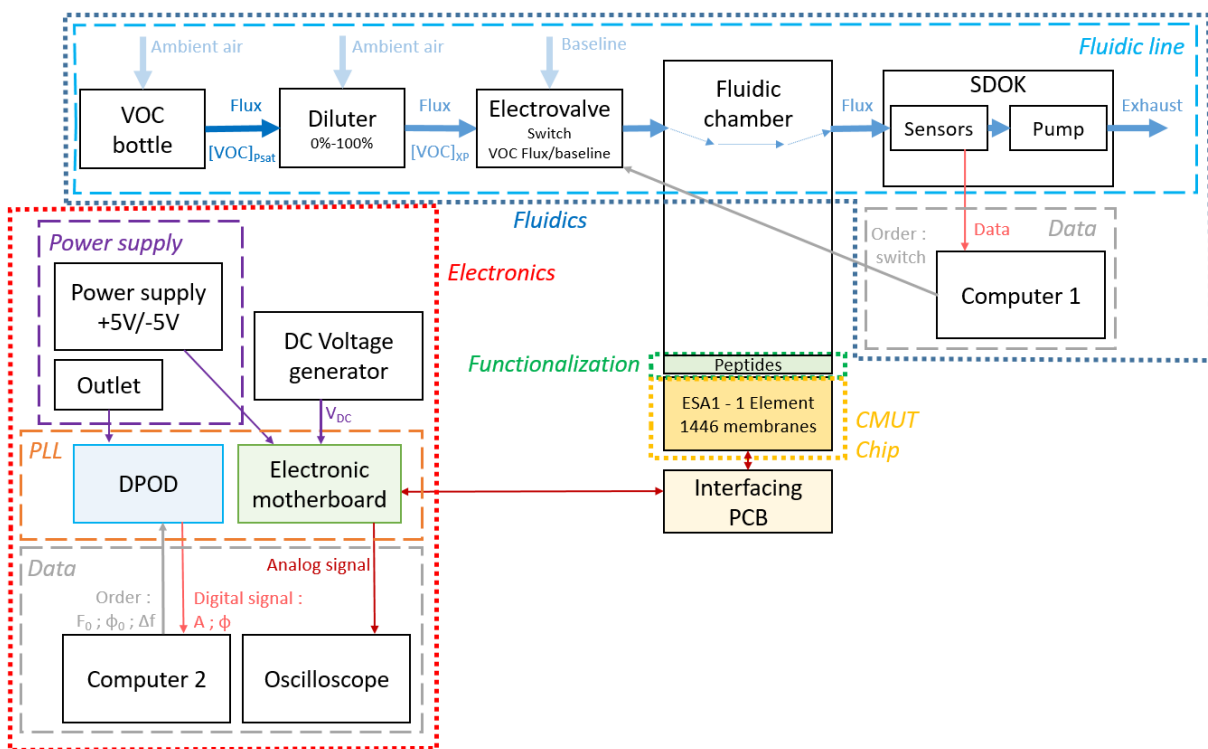


Figure 100 : Schéma du système complet de caractérisation monovoie

Ces conditions de mesures permettent d'acquérir des données sur le signal digital transmis par la DPOD à propos du comportement de l'élément avec un taux d'échantillonnage de 1 kHz.

Une mesure de la stabilité en fréquence d'un oscillateur est la déviation d'Allan (Annexe 3) [14]. Sa valeur indique la variation de fréquence à différentes échelles de temps, la forme de la courbe indique le type de bruits affectant l'oscillateur. Mis en œuvre par cette électronique, le capteur, pour une puce recouverte d'or, présente les caractéristiques de déviation d'Allan présentées dans la Figure 101. En boucle fermée, avec mesure directe de la fréquence de résonance, le minimum de la déviation d'Allan est de  $3.5 \cdot 10^{-7}$  pour un temps d'intégration de 0.8s à 3s, ce qui représente, pour une fréquence de résonance expérimentale mesurée par la DPOD de 20.1 MHz, un bruit de 7 Hz. On peut observer que pour les temps d'intégration inférieurs à la seconde, le signal est plat, il montre le filtrage effectué aux hautes fréquences par le premier étage d'amplification. Pour ces temps d'intégration, le signal ne reflète donc pas le comportement du capteur mais le signal filtré fourni par l'instrument de mesure DPOD. Pour

les mesures en boucle ouverte, l'absence du filtrage haute fréquence observé en boucle fermée permet de visualiser le comportement du capteur pour les temps d'intégrations les plus faibles. Les valeurs de déviation d'Allan réalisées en boucle ouverte dépendent du facteur de qualité, ici les courbes boucle ouverte et fermée coïncident pour un facteur de qualité de 80, cohérent avec les caractérisations électriques.

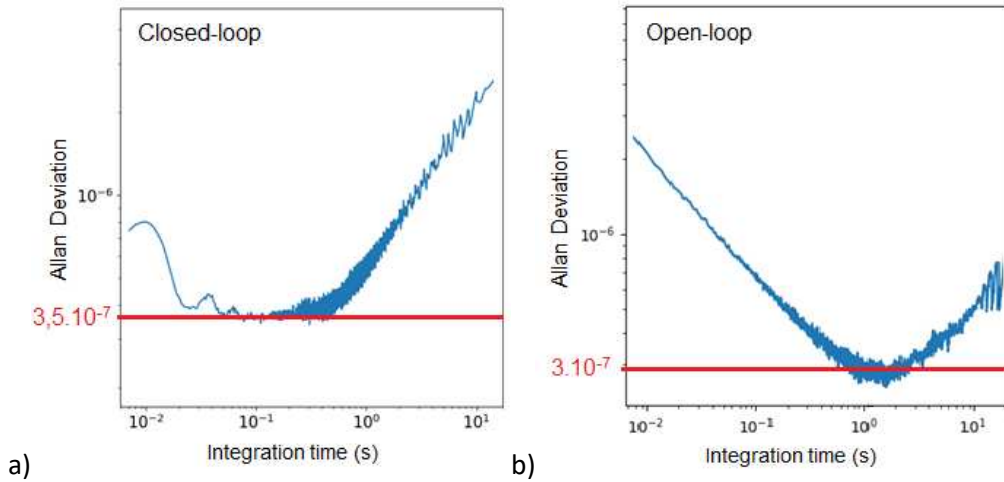


Figure 101 : Déviation d'Allan du système de caractérisation monovoie en boucle fermée et en boucle ouverte

Pour les temps d'intégrations faibles en boucle ouverte, la pente est d'une moitié d'ordre de grandeur par décade. Cela indique un bruit blanc en fréquence [15].

## 6.2 Première version de système multivoies

Pour construire un nez électronique capable de générer des signatures olfactives, il est nécessaire de posséder plusieurs dimensions différentiellement sensibles, c'est-à-dire plusieurs capteurs. Le système décrit sur la Figure 102 est la première version de système multivoies de lecture des puces basées sur les CMUTs réalisée dans ce projet. L'électronique de lecture est basée sur des boucles auto-oscillantes réalisées par des composants discrets. Il peut actionner et lire 4 éléments en simultané. Les éléments adressés sont principalement les éléments à 1446 membranes des puces ESA1. Les éléments composés d'un moindre nombre de membranes, tout comme les puces ESA2, disponibles à cet instant du développement, ne respectent généralement pas les critères d'auto-oscillation. Ces aspects sont développés dans le chapitre 5. La fluidique du système est identique à celle du système précédent.



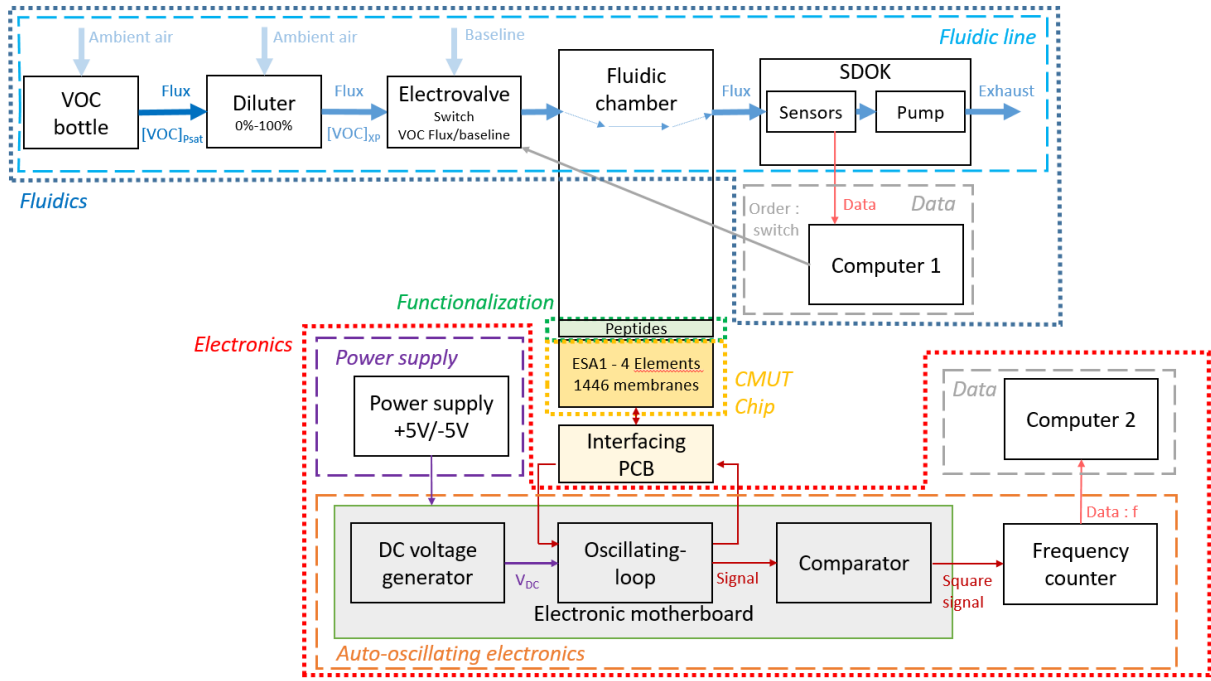


Figure 102 : Schéma du système discret multivoies complet

Le taux d'échantillonnage des données récupérées est celui du port série RS-232 qui relie le compteur de fréquence à l'ordinateur dédié à l'électronique, de l'ordre de 10 Hz. C'est une diminution significative par rapport à la lecture via la DPOD, cependant les variations sur des temps plus courts ne sont pas intéressantes pour nos mesures de gaz dont la cinétique est de l'ordre de la seconde. Le taux d'échantillonnage semble permettre d'observer le plateau correspondant au minimum de déviation d'Allan, c'est-à-dire que l'électronique permet une lecture à une fréquence proche de celle où la lecture montre une valeur de bruit minimale. Le minimum de déviation d'Allan pour l'oscillateur ESA1 avec surface en or actionné par ce système électronique en boucle fermée est de  $3 \cdot 10^{-7}$  soit pour une fréquence de référence de 20.3 MHz, égale à 6 Hz (Figure 103). Ce résultat est extrait de quatre éléments ESA1-1446 membranes mesurés en simultanément, sous 20V de tension de polarisation, qui montrent une stabilité en fréquence comparable aux mesures réalisées avec la DPOD, sur les 4 chaînes fonctionnant en parallèle.

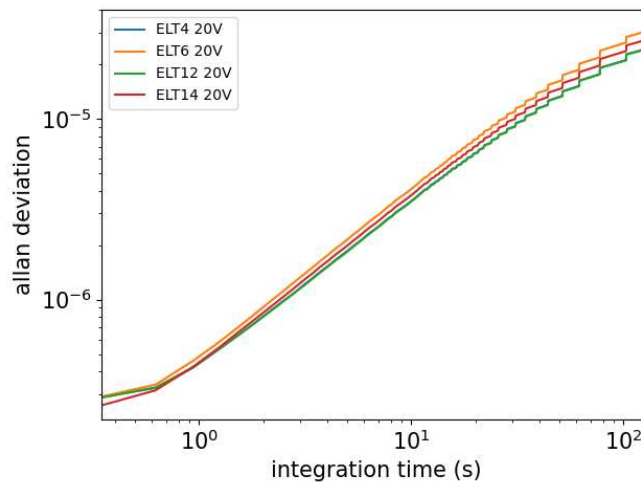


Figure 103 : Déviation d'Allan du système multivoies

Sur la Figure 104, on trace la réponse en boucle ouverte des 4 chaînes qui composent l'électronique discrète, sans élément branché. On peut voir une résonance, correspondant au comportement de la boucle auto-oscillante en l'absence d'élément CMUT, qui survient à des fréquences différentes de la plage d'utilisation lors des mesures des CMUTs. Cette résonance permet de souligner la différence de comportement naturelle des chaînes, par exemple de 15% à 32.5 MHz entre la chaîne 2 et la chaîne 3. Cette différence a un impact direct sur l'opérabilité des chaînes.

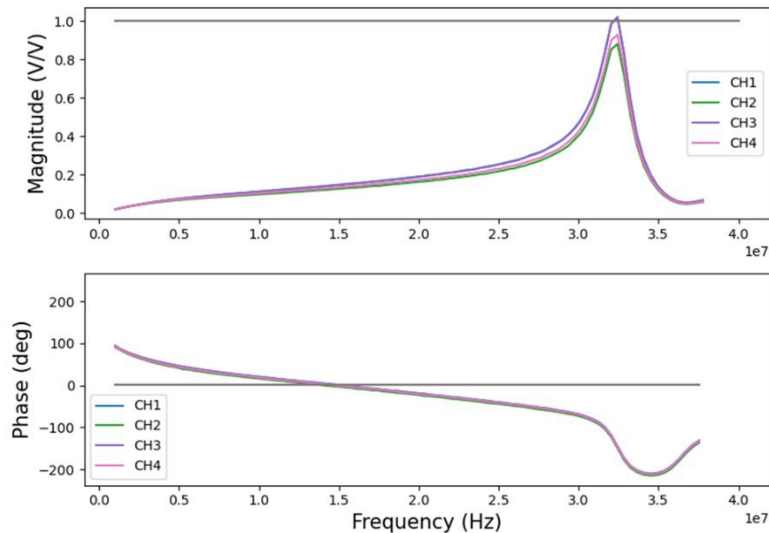


Figure 104 : Réponse en boucle ouverte des quatre chaînes de l'électronique discrète sans élément branché. Détection synchrone Zurich Instrument [16] avec amplitude normalisée.

Ce système fournit des mesures multivoies présentées dans le chapitre 5. Les observations qui y sont faites ont souligné certaines limites de cette électronique. En premier lieu, pour réaliser des études plus complètes, des réglages de l'électronique ont été nécessaires afin de respecter les critères d'auto-oscillation pour les éléments composés de moins de membranes, de génération ESA2, ou pour une plus grande plage de tension de polarisation. Ensuite, certaines limites semblent imputables à l'utilisation des composants discrets, comme la dissemblance entre les chaînes. Le choix qui a été fait est donc de travailler les réglages sur une électronique utilisant un ASIC, prometteuse quant à la similarité du comportement entre les 4 chaînes.

## 6.3 Deuxième version d'électronique multivoies

Ce système est une évolution du système multivoies précédent (Figure 105). La partie électronique réalisée par des éléments discrets est remplacée par l'électronique utilisant un ASIC. Au niveau de l'alimentation, un générateur 3.3V supplémentaire est nécessaire pour alimenter l'ASIC en plus du générateur 5V alimentant la carte mère en charge de l'interface avec la carte mezzanine ou de la génération de la haute tension. Les puces utilisées ont été de génération ESA1 et de génération ESA2, principalement les éléments composés du plus grand nombre de membranes, respectivement 1446 et 1263. La fluidique utilisée est identique à celles des systèmes précédents.

### CHAPITRE 3 : CONSTITUTION D'UN NEZ ELECTRONIQUE

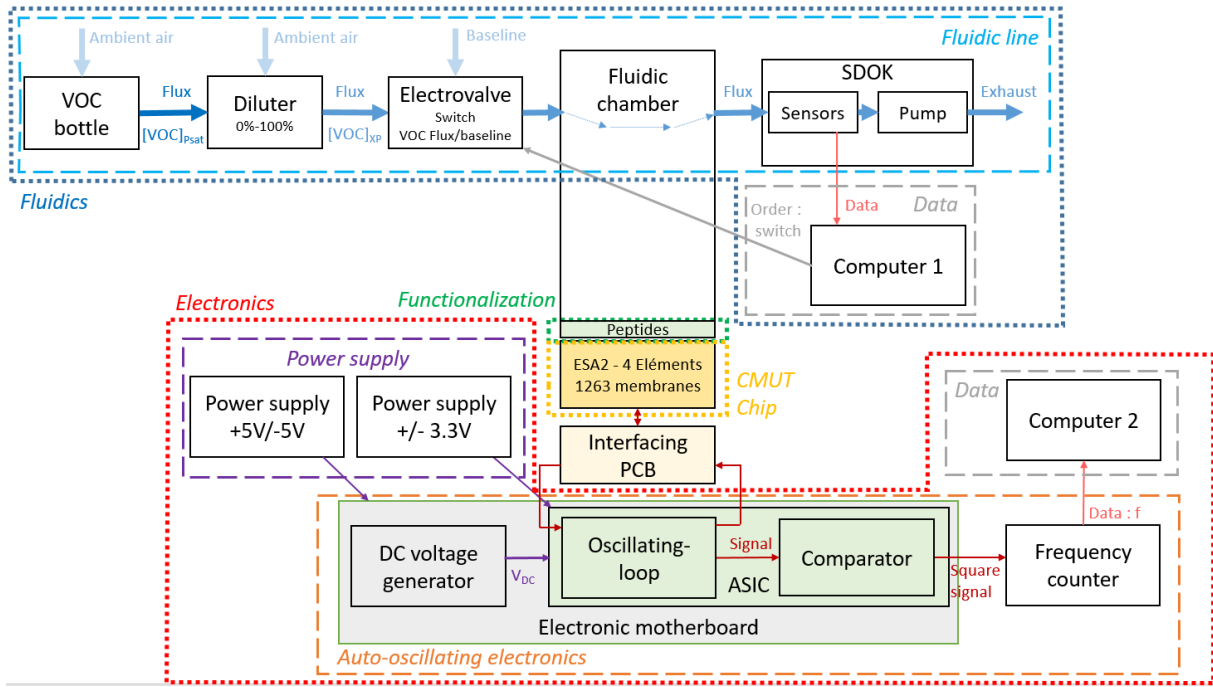


Figure 105 : Schéma du système ASIC multivoies complet

Le taux d'échantillonnage des données récupérées est identique au système précédent, de l'ordre de 10 Hz.

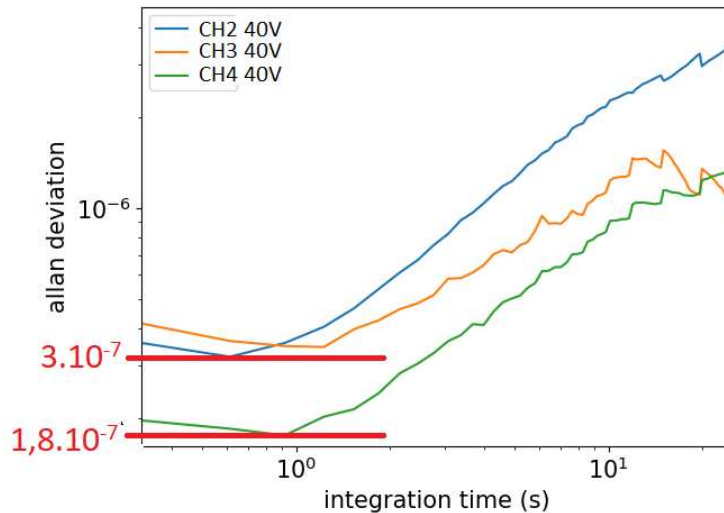


Figure 106 : Déviation d'Allan du système intégré

Le chapitre 5 décrit en détail les différentes étapes de réglage nécessaires au fonctionnement du système présenté ici. Pour parvenir à faire entre les boucles en auto-oscillation, des modifications ont été nécessaires, une fois celle-ci mises en place, les mesures de déviation d'Allan présentées sur la Figure 106 ont été obtenues. La chaîne 1 n'était pas fonctionnelle lors de cette expérience. Le minimum de déviation d'Allan obtenu est  $3.10^{-7}$  pour les chaînes 2 et 3, valeur égale à celle obtenue avec les deux électroniques précédentes. Pour la chaîne 4, une valeur inférieure à  $2.10^{-7}$  est même atteinte, soit 4 Hz.

## 7 Conclusion

Un système réalisant la fonction correspondant au nez électronique décrit dans le chapitre 1 a été détaillé dans ce chapitre. Il est composé d'une partie sensorielle, qui utilise les puces CMUT dont la conception est décrite dans le chapitre 2. Seuls les plus gros éléments des puces ESA1 et ESA2 seront utilisés comme capteurs. Ces éléments ont été fonctionnalisés chimiquement pour moduler leurs propriétés d'adsorption afin de créer du contraste entre les réponses des différents éléments. Le flux contenant le composé est amené à échanger avec la surface sensible par une ligne fluidique qui contient un COV d'intérêt à une concentration variable. Le flux est caractérisé par des capteurs en ligne, notamment la concentration en COV. Les puces sont actionnées et lues par des systèmes électroniques. Un premier est basé sur un asservissement en phase et n'est utilisé qu'en adressant un unique élément. Les deuxième et troisième présentés fonctionnent sur le principe des boucles auto-oscillantes et sont conçus pour lire 4 voies en simultané.

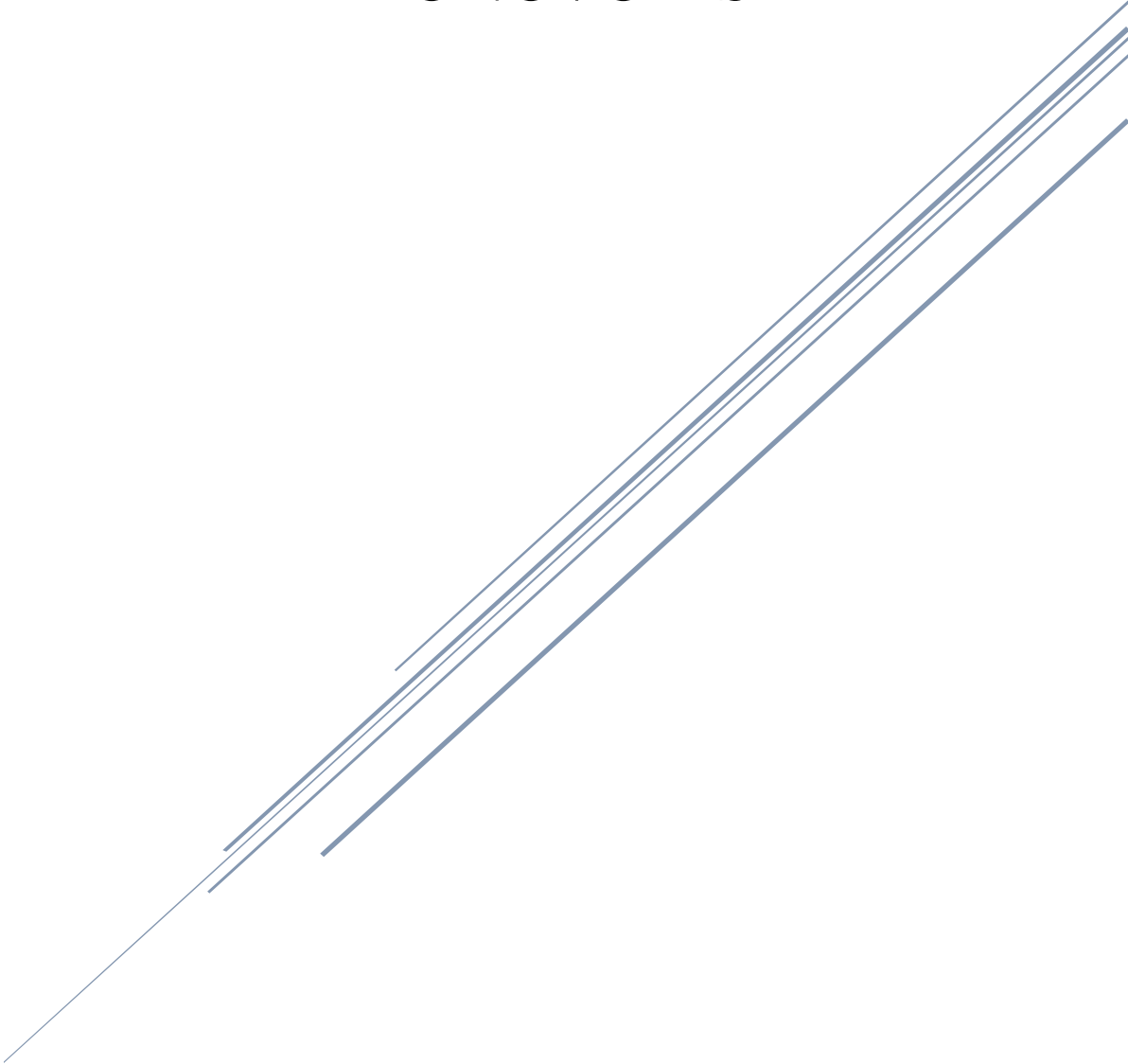
Trois systèmes ont été conçus pour réaliser des expériences de nez électronique. Un premier système monovoie sert à la caractérisation des capteurs, les résultats correspondants se situent dans le chapitre 4. Les deux autres systèmes sont deux générations successives de lectures multivoies. Les deux systèmes se basent sur des boucles auto-oscillantes, le second présente un niveau d'intégration plus important : les boucles sont réalisées par des éléments discrets sur la carte mère pour le premier, par un ASIC pour le second. Les résultats correspondant aux mesures multivoies sont présentés dans le chapitre 5.

## Bibliographie

- [1] H. Barkhausen, *Lehrbuch der Elektronenröhren*, vol. 3. 1931.
- [2] A. Marikutsa, A. Novikova, M. Rumyantseva, N. Khmelevsky, et A. Gaskov, « Comparison of Au-functionalized semiconductor metal oxides in sensitivity to VOC », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 326, p. 128980, janv. 2021, doi: 10.1016/j.snb.2020.128980.
- [3] A. K. Mallik, G. Farrell, D. Liu, V. Kavungal, Q. Wu, et Y. Semenova, « Silica Gel Coated Spherical Micro resonator for Ultra-High Sensitivity Detection of Ammonia Gas Concentration in Air », *Sci. Rep.*, vol. 8, n° 1, p. 1620, déc. 2018, doi: 10.1038/s41598-018-20025-9.
- [4] « sciFLEXARRAYER S3 printer », *Scienion*, 14 novembre 2022.  
<https://www.scienion.com/products/sciflexarrayer/sciflexarrayer-s3/>
- [5] D. A. Hook, J. A. Olhausen, J. Krim, et M. T. Dugger, « Evaluation of Oxygen Plasma and UV Ozone Methods for Cleaning of Occluded Areas in MEMS Devices », *J. Microelectromechanical Syst.*, vol. 19, n° 6, p. 1292-1298, déc. 2010, doi: 10.1109/JMEMS.2010.2067193.
- [6] « Seringues Hamilton », *Milian*, 11 2022.  
<https://www.milian.com/data/pdf/milian/fr/P0543.pdf#search=074501>
- [7] J. C. Love, L. A. Estroff, J. K. Kriebel, R. G. Nuzzo, et G. M. Whitesides, « Self-Assembled Monolayers of Thiolates on Metals as a Form of Nanotechnology », *Chem. Rev.*, vol. 105, n° 4, p. 1103-1170, avr. 2005, doi: 10.1021/cr0300789.
- [8] S. Brenet *et al.*, « Highly-Selective Optoelectronic Nose Based on Surface Plasmon Resonance Imaging for Sensing Volatile Organic Compounds », *Anal. Chem.*, vol. 90, n° 16, p. 9879-9887, août 2018, doi: 10.1021/acs.analchem.8b02036.
- [9] L. Laplatine *et al.*, « Silicon photonic olfactory sensor based on an array of 64 biofunctionalized Mach-Zehnder interferometers », *Opt. Express*, vol. 30, n° 19, p. 33955, sept. 2022, doi: 10.1364/OE.461858.
- [10] Y. Shashoua, *Conservation of Plastics*, 0 éd. Routledge, 2012. doi: 10.4324/9780080878782.
- [11] W. Wojnowski, K. Kalinowska, T. Majchrzak, et B. Zabiegała, « Real-time monitoring of the emission of volatile organic compounds from polylactide 3D printing filaments », *Sci. Total Environ.*, vol. 805, p. 150181, janv. 2022, doi: 10.1016/j.scitotenv.2021.150181.
- [12] « NMP05 datasheet », *knf*, 17 janvier 2023.  
[https://knf.com/fileadmin/Global\\_files/Downloads/Product\\_OEM\\_Process/Datasheets/DB\\_NMP05\\_EN\\_11112021.pdf](https://knf.com/fileadmin/Global_files/Downloads/Product_OEM_Process/Datasheets/DB_NMP05_EN_11112021.pdf)
- [13] « PID Sensors », *Alphasense*, 21 novembre 2022. <https://www.alphasense.com/products/pid/>
- [14] D. W. Allan, « Statistics of atomic frequency standards », *Proc. IEEE*, vol. 54, n° 2, p. 221-230, 1966, doi: 10.1109/PROC.1966.4634.
- [15] R. Levy, A. Dupret, et H. Mathias, « Phase noise analysis of the Frequency Tracking Oscillator », in *2010 IEEE International Frequency Control Symposium*, Newport Beach, CA, USA, juin 2010, p. 624-628. doi: 10.1109/FREQ.2010.5556253.
- [16] « HF2LI Détection synchrone », *Zurich Instruments*.  
<https://www.zhinst.com/europe/fr/products/hf2li-lock-in-amplifier>

# CHAPITRE 4 : EXPERIENCES

## MONOVOIES



Ce chapitre présente le travail effectué pour comprendre et décrire le comportement d'un élément en tant que capteur de gaz. Il s'agit de caractériser la brique sensorielle élémentaire, fournissant un signal unidimensionnel, qui, une fois, mise en matrice et fonctionnalisée, permettra de générer des signatures olfactives à plusieurs dimensions. Les expériences réalisées ici peuvent être qualifiées de « monovoie », au sens où le signal d'un seul élément est lu à un instant donné.

Une première partie énonce les caractéristiques qui définissent la performance d'un capteur de gaz. Une deuxième décrit le banc d'expérience utilisé et réglages généraux qui permettent les meilleures performances. La partie trois concerne la sensibilité du capteur aux phénomènes autres que ceux d'intérêt. Enfin les résultats de la caractérisation des éléments CMUTs en tant que capteurs de gaz sont décrits, discutés et comparés aux attentes.

# Table des matières

<b>1</b>	<b>SYNTHESE DES PARAMETRES D'INTERET</b>	<b>123</b>
<b>2</b>	<b>MISE AU POINT DU BANC D'EXPERIENCE</b>	<b>124</b>
<b>2.1</b>	<b>FLUIDIQUE</b>	<b>125</b>
2.1.1	EQUILIBRAGE DES VOIES	125
2.1.2	INFLUENCE DE LA POMPE	126
<b>2.2</b>	<b>TRAITEMENT DES DONNEES</b>	<b>128</b>
<b>2.3</b>	<b>CONTROLE DE L'INFLUENCE DE L'HUMIDITE</b>	<b>130</b>
<b>2.4</b>	<b>TENSIONS D'ACTIONNEMENT</b>	<b>131</b>
2.4.1	GAMME DE $V_{AC}$	131
2.4.2	GAMME DE $V_{DC}$	133
<b>3</b>	<b>IMPACT DES CONDITIONS AMBIANTES</b>	<b>136</b>
<b>3.1</b>	<b>SENSIBILITE A L'HUMIDITE</b>	<b>136</b>
<b>3.2</b>	<b>SENSIBILITE A LA PRESSION</b>	<b>137</b>
<b>4</b>	<b>CARACTERISATIONS</b>	<b>138</b>
<b>4.1</b>	<b>SENSIBILITE A DIFFERENTS COMPOSES</b>	<b>139</b>
<b>4.2</b>	<b>SENSIBILITE A DIFFERENTS COMPOSES EN FONCTION DE LA PRESSION</b>	<b>142</b>
<b>4.3</b>	<b>TEMPS DE REPONSE</b>	<b>143</b>
<b>5</b>	<b>CONCLUSION</b>	<b>144</b>

# 1 Synthèse des paramètres d'intérêt

Un élément CMUT, tel que décrit dans les chapitres précédents et utilisé dans le cadre de ces travaux, est un capteur de gaz, non spécifique. Son rôle final est d'être intégré au sein d'une matrice de plusieurs éléments, dont les signaux individuels permettront au système global de fonctionner comme un nez électronique. Pour qualifier la capacité de l'élément à répondre à ce besoin, certains paramètres essentiels doivent être caractérisés. La liste suivante est extraite de [1].

- La sensibilité : quantité de signal généré en fonction de la quantité de stimulus. Ici, la principale sensibilité étudiée est la sensibilité aux COVs : la quantité mesurée est la fréquence d'oscillation du capteur et la mesure est la variation de fréquence de résonance, en hertz. Le stimulus est le COV présent dans le flux d'air analysé, quantifié par sa concentration en partie par million. La sensibilité aux COV est donc exprimée en Hz/ppmv.
- La sélectivité : capacité du capteur à être sensible à un composé préférentiel. Il est attendu de l'élément CMUT de ne pas posséder une forte sélectivité avec un unique ou un nombre restreint de COV, contrairement à un capteur spécifique. Toutefois, la sensibilité, liée à la fonctionnalisation, doit différer d'un COV à l'autre, afin de générer des signatures olfactives propres à chaque composé.
- La stabilité/reproductibilité : génération d'un signal identique en réponse à des conditions identiques. Cette propriété permet de comparer des données successives, espacées dans le temps.
- Le temps de réponse : durée nécessaire pour obtenir le signal d'intérêt. Ici, on peut considérer le temps d'adsorption et le temps de désorption, qui caractérise le renouvellement de surface après la fin de l'injection.
- La réversibilité : retour du signal à son état initial après la fin du stimulus. On cherche ici à mesurer la même fréquence de résonance quelques temps après la fin de l'injection qu'avant le début de l'exposition du capteur au composé.
- La plage de réponse : concentrations pour lesquelles le capteur peut fournir un signal significatif. La frontière basse correspond à la limite de détection, et la frontière haute à la saturation.
- La linéarité en sensibilité sur l'ensemble de la plage de réponse.

Le travail présenté ici a pour but d'étudier ces paramètres et d'apporter des compromis pertinents avec l'application visée.

Ce chapitre s'articule autour de la mesure de gaz élémentaire illustrée par la Figure 107. Une mesure se déroule en trois phases distinctes : l'envoi du gaz porteur seul, l'injection du VOC avec le gaz porteur, puis à nouveau le gaz porteur seul. Cela correspond respectivement à l'observation d'une fréquence de « ligne de base », d'une variation de la fréquence de résonance, et d'un retour à la ligne de base à la suite du renouvellement de la surface. La valeur recherchée est la variation de fréquence d'oscillation entre la ligne de base et le plateau. Ici, le gaz porteur est l'air ambiant. Tous les paramètres listés précédemment seront extraits d'une mesure ou d'une série de mesures successives semblables à celle-ci.



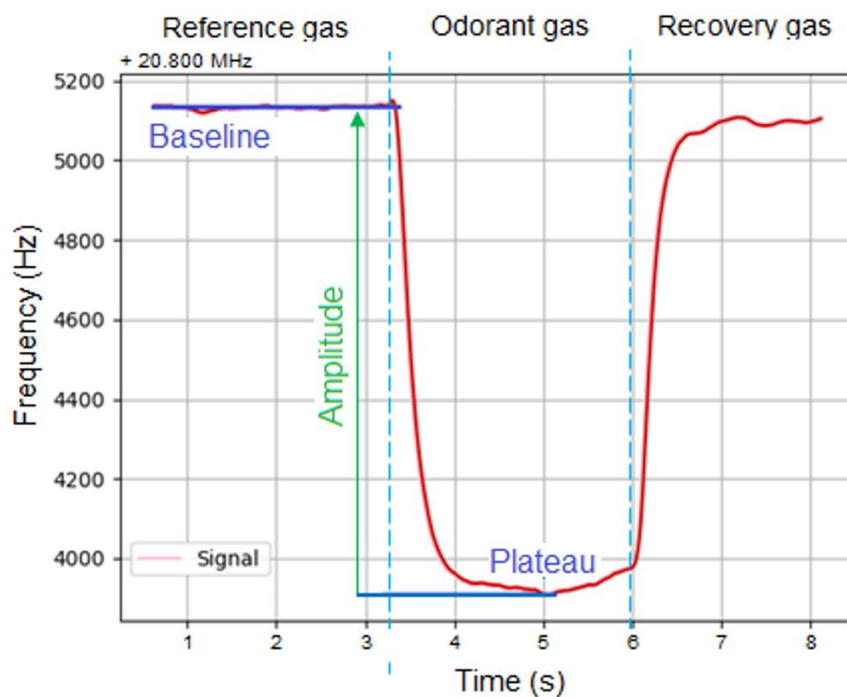


Figure 107 : Principe de l'injection de COV, suivi temporel de la fréquence d'oscillation

## 2 Mise au point du banc d'expérience

Le banc d'expérience utilisé pour ces expériences monovoies est celui décrit dans le chapitre 3 et désigné par « système de caractérisation monovoie ». Il a été conçu dans le but de quantifier les performances des éléments CMUTs en tant que capteur de gaz. Les étapes préliminaires consistent donc à vérifier la fonctionnalité du banc, puis à optimiser le signal obtenu. Les puces utilisées ici sont toutes de première génération (type ESA1), particulièrement leurs éléments de 1463 membranes. On désigne la mesure fournie par l'électronique par « fréquence d'oscillation », et non fréquence propre ou de résonance, afin de ne pas confondre des propriétés mécaniques intrinsèques aux capteurs seul et le signal lu, légèrement modifié par les circuits électroniques, bien que très proche et représentatif du comportement du capteur.

Une première expérience à effectuer est de vérifier que la fréquence mesurée correspond à l'oscillation de l'élément. Une gamme de tension de polarisation est effectuée, à raison de 1V toutes les 3 secondes entre 10V et 50V. La Figure 108 montre la baisse de fréquence qui survient lorsque la tension augmente, de manière conforme au comportement attendu par effet de softening. Pour attester plus précisément de la cohérence du comportement fréquentiel avec les équations de l'effet de softening, la fréquence au carré en fonction de la tension au carré montre un comportement linéaire.

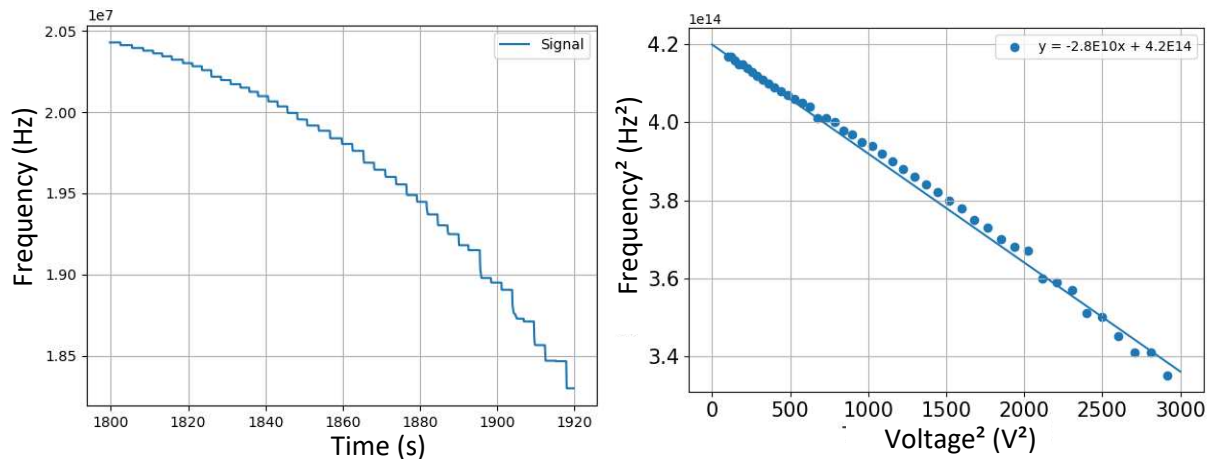


Figure 108 : Fréquence d'oscillation mesurée lors d'une gamme de tension et correspondance des fréquences lues avec l'équation du softening

La fréquence d'oscillation fournie par la DPOD correspond bien à la mise en résonance du CMUT à une fréquence proche de sa résonance, mesurée par des caractérisations électriques sous pointes. Au fil des mesures et en fonction des éléments lus, la fréquence varie selon les mesures pour les raisons qui seront développées dans ce chapitre, c'est pourquoi on fournit ici 3 chiffres significatifs.

Les puces ESA1 avec finition or, polarisées à 20V, sont mesurées par la DPOD oscillant à **20,1 MHz**. Des caractérisations électriques, on avait déduit pour les mêmes conditions une fréquence propre de 20,2 MHz, soit 0,5% d'écart. Pour les puces ESA1 avec finitions SiN, polarisées à 20V, la DPOD mesure **24,8 MHz**. Les caractérisations électriques indiquaient une fréquence propre de 25,0 MHz, soit 0.8% d'écart.

## 2.1 Fluidique

La ligne fluidique a pour rôle de réaliser les trois phases d'une mesure de gaz, de manière fiable et répétable. Certains réglages décrits ici permettent de réduire les signaux parasites.

### 2.1.1 Equilibrage des voies

Le signal d'intérêt est le saut de fréquence entre l'état où le flux est composé d'air ambiant, et l'état où le flux comporte une certaine concentration de COV. Cette étape est mécaniquement réalisée par l'électrovanne, qui va faire provenir le flux d'abord d'un tuyau relié à l'air ambiant, puis d'un tuyau relié à un mélange provenant du flacon et de l'air ambiant ; il y a un changement physique des caractéristiques de la ligne fluidique. Une première expérience tracée en Figure 109-a) montre que le changement de voie induit une variation de fréquence, non souhaitée lors de la mesure de gaz. Ici, les injections sont réalisées avec un flacon d'air ambiant pour que l'intégralité du saut de fréquence soit imputable au changement de voie.

Les CMUTs sont sensibles à la pression [2], l'ensemble des chemins fluidiques possibles doivent donc être ajustés afin d'engendrer une perte de charge égale. Un rallongement soigneux des chemins a été réalisé et permet à la puce d'être exposée à un flux présentant la

même pression à tout moment de l'injection, le saut de fréquence est alors imperceptible (Figure 109-b).

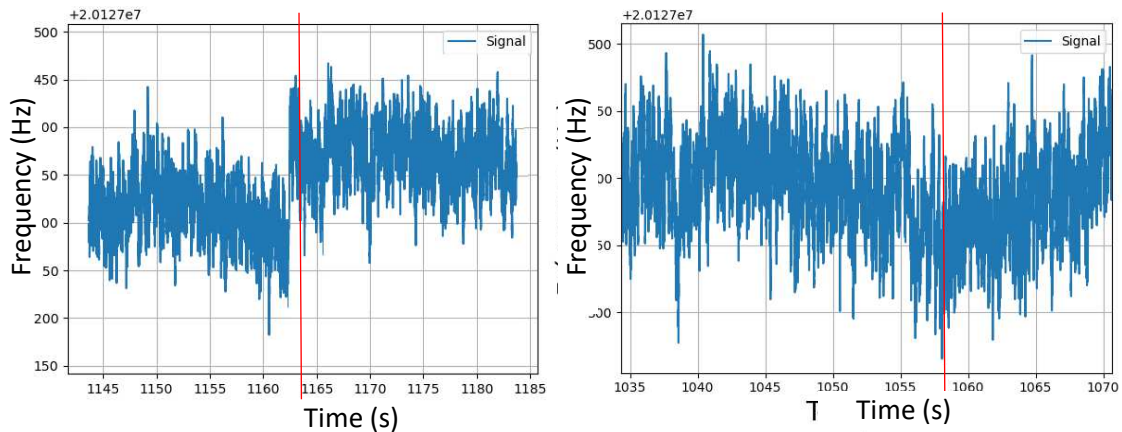


Figure 109 : Fréquence d'oscillation lors d'un changement de flux  
a) Avant compensation des pertes de charge b) Après compensation des pertes de charge

## 2.1.2 Influence de la pompe

Le flux est généré par la pompe et il a été remarqué que le signal obtenu possédait une composante périodique liée à cette dernière. La Figure 110 montre le signal obtenu après un filtrage qui conserve les fréquences de l'ordre de la fréquence de rotation de la pompe. On observe la propagation d'une onde acoustique dans la ligne fluide entre la pompe située dans le SDOK et la chambre fluide qui contient l'élément.

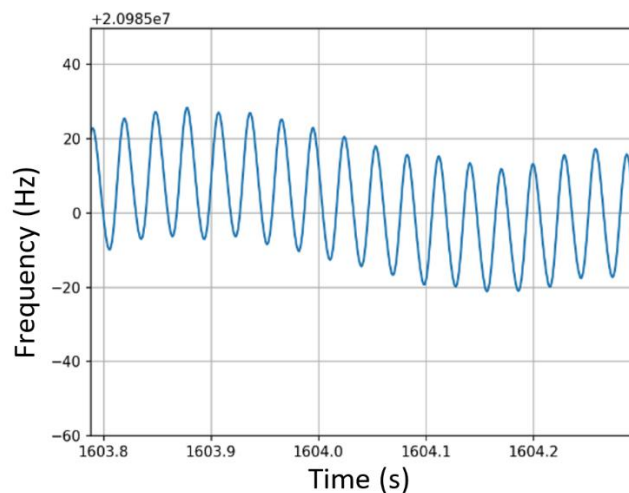


Figure 110 : Onde acoustique lue par l'élément.

Il est possible de régler la puissance de la pompe, et augmenter sa puissance augmente sa vitesse de rotation. Une mesure du signal continu pendant 5 minutes est réalisée dans différentes conditions :

- La pompe fonctionne à 100% de puissance mais aucun tuyau n'est branché sur la chambre fluide (unplugged)
- Un tuyau relie la pompe et la chambre fluide mais la pompe ne fonctionne pas (pump off)

- Un tuyau relie la pompe et la chambre fluïdique et la pompe fonctionne à 30 % de sa puissance maximale (pump 30%)
- Un tuyau relie la pompe et la chambre fluïdique et la pompe fonctionne à 100 % de sa puissance maximale (pump 100%)

La Figure 111 montre les déviations d'Allan obtenues dans ces différentes conditions fluïdiques.

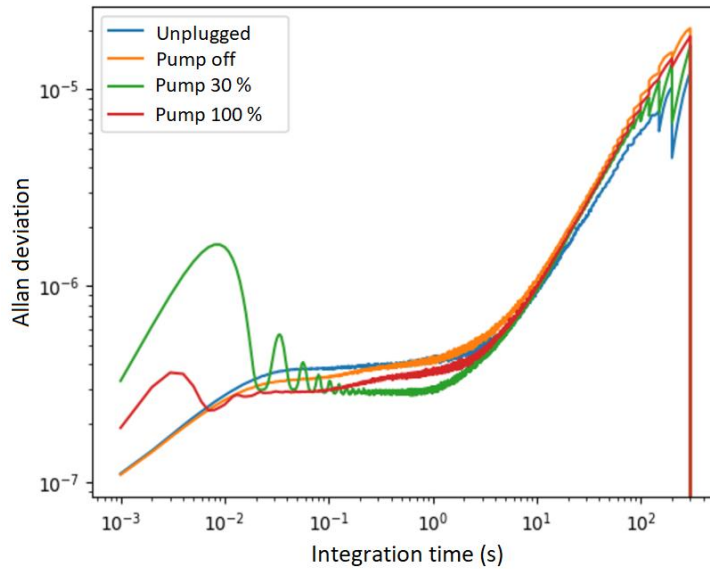


Figure 111 : Déviation d'Allan dans différentes conditions fluïdiques

Les conditions présentant un tuyau non branché ou une pompe éteinte présentent un même niveau de bruit, assurant que la cause de l'onde acoustique est la pompe et qu'elle se transmet par le tuyau. Lorsque la pompe est en fonctionnement, on observe une déviation d'Allan qui forme une sinusoïde, d'amplitude et de période croissante lorsque les temps d'intégration diminuent. Cela signifie que le signal mesuré est périodique : il correspond au bruit acoustique causé par la rotation de la pompe. L'augmentation de la puissance de la pompe et de sa vitesse de rotation réduit l'amplitude de l'onde acoustique propagée et le bruit présent sur le signal pour les fréquences supérieures à 10 Hz.

Le bruit acoustique est donc réduit en utilisant la pompe à sa puissance maximale (Figure 112).

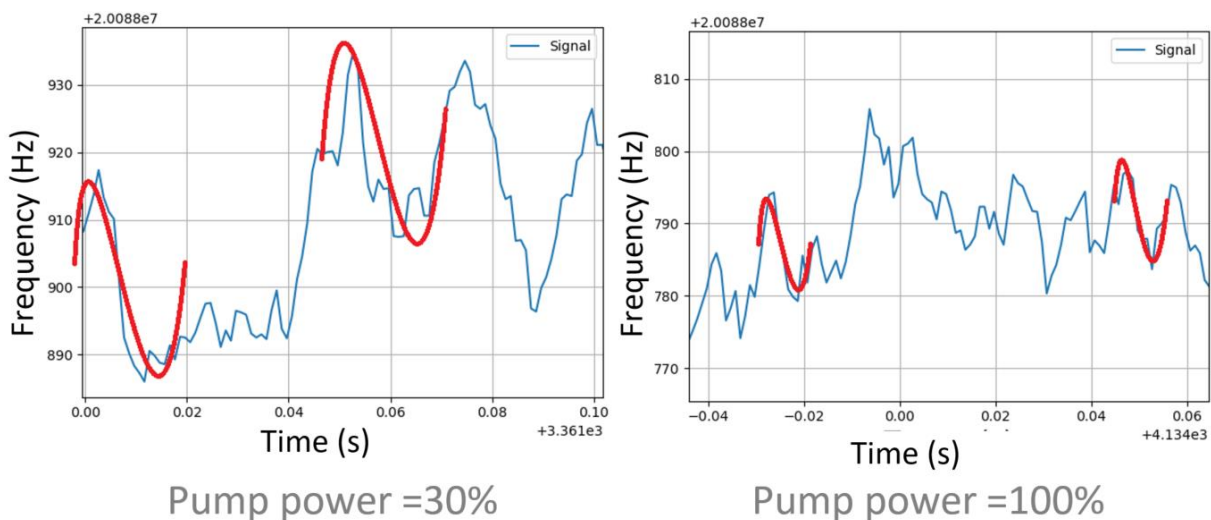


Figure 112 : Signal sans stimulus, non traité, pour deux puissances de pompe

Néanmoins, la puissance de la pompe est directement liée au débit dans la ligne fluide, et l'augmenter génère deux problèmes : le COV en phase gazeuse dans le volume de tête du flacon est trop rapidement consommé, et le changement de voie produit un saut de pression qui se lit sur le signal, en rouge sur la Figure 113. Ce problème est résolu en ajoutant une restriction de débit en sortie de pompe pour fixer le débit à 50 mL/min tout en conservant la rotation maximale de la pompe.

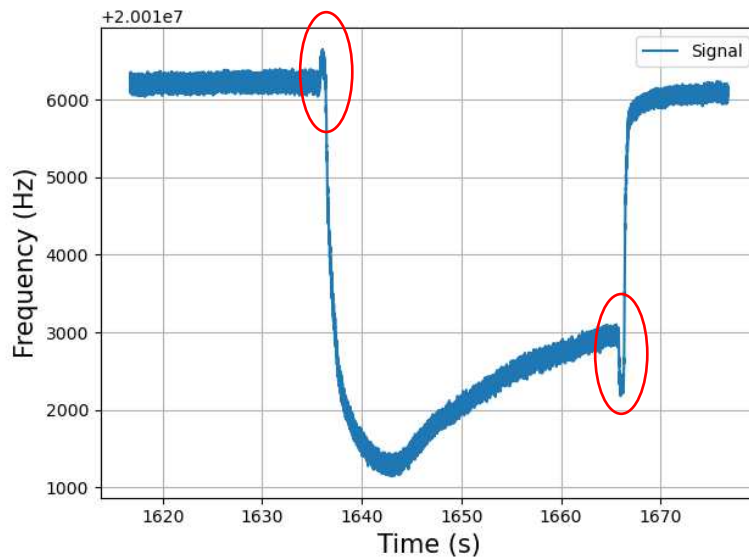


Figure 113 : Injection de composé à haut débit : chocs acoustiques

On peut noter que dans un système où le réglage de la pompe ou l'ajout d'une restriction de débit n'est pas possible, le bruit périodique de la pompe peut être corrigé par un filtre coupe-bande. Il n'est pas nécessaire de réaliser ce filtrage sur les mesures présentées ici.

## 2.2 Traitement des données

Les performances estimées par le minimum de déviation d'Allan (que l'on retrouve en Figure 116) soulignent l'existence d'un temps d'intégration pour lequel le signal présente un bruit minimal. Le traitement à appliquer pour obtenir ce bruit est un moyennage temporel sur une durée d'intégration précise. Un filtrage par moyenne glissante est donc implémenté sur les mesures. Il permet de lisser le signal comme le montre la Figure 114. Le filtrage aide à visualiser les variations de fréquences imputables au passage de composé. On notera que la boucle d'asservissement de la DPOD est déjà composée d'un filtre passe-bas qui coupe le bruit haute fréquence, comme le montre le plateau de déviation d'Allan en boucle fermée pour les temps d'intégration les plus faibles que l'on observait sur la Figure 111.

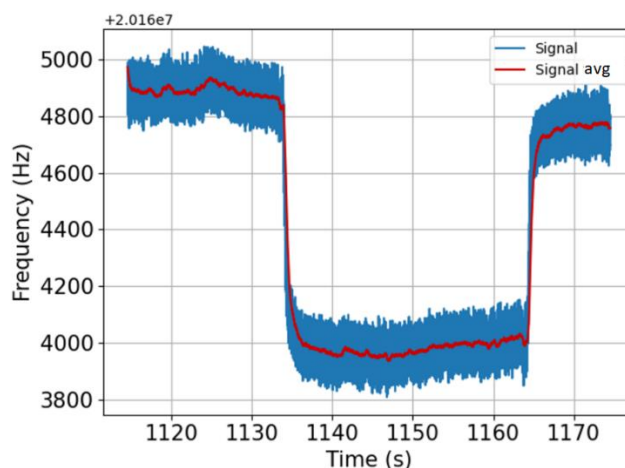


Figure 114 : Signal brut et signal moyenné (avg) lors d'une mesure de passage de composé

Par la suite, les valeurs qui importent pour les mesures, c'est-à-dire une fréquence pour la ligne de base et une fréquence pour le plateau, seront calculées à partir d'une moyenne des fréquences sur des plages prédéfinies (Figure 115), afin de faciliter le traitement d'un grand nombre de données et d'éviter les différences de temps d'adsorption ou des écarts de fréquence locaux non représentatifs. Il faut donc considérer le moyennage temporel comme une aide à la visualisation du signal temporel, bien que les valeurs calculées comme saut de fréquence de l'élément pour les signatures olfactives ne nécessitent pas ce moyennage « intermédiaire ».

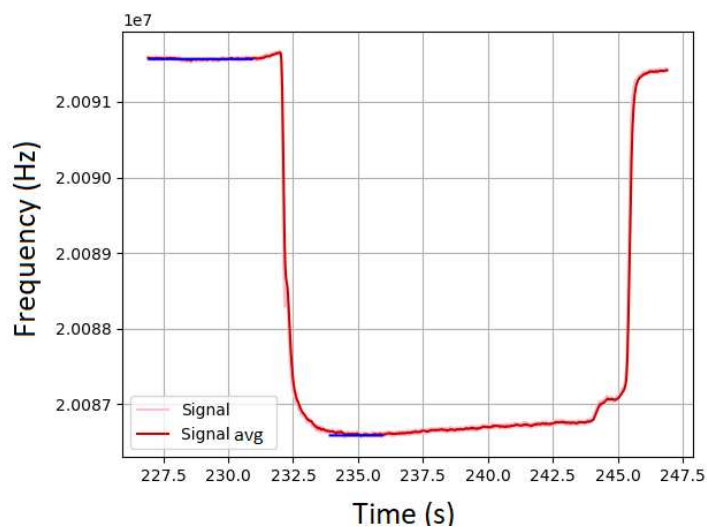


Figure 115 : Valeurs moyennes (en bleu) de signaux déjà moyennés.

S'il existe un temps d'intégration optimal en termes de bruit, obtenu par calcul de la déviation d'Allan, cela ne signifie pas l'impossibilité pour le capteur de mesurer des signaux sur des temps plus courts. Le minimum de bruit est obtenu pour notre capteur pour un temps d'intégration d'une seconde, ce qui est de l'ordre des durées minimales utilisées pour obtenir une ligne de base fiable, ou atteindre un plateau identifiable. Toutefois, les conditions de mesures de ce capteur permettent une cinétique chimique significative pour des durées plus faibles, cet aspect est développé dans la partie 4.3 On peut envisager des mesures sur des intervalles plus courts, il a notamment été montré que des signatures olfactives fabriquées à partir des valeurs de pente à l'origine de la réponse du capteur, et non sur la valeur du plateau à l'équilibre, permettaient des résultats de reconnaissance de VOC [3].

Une intégration sur des temps plus courts conduit à un bruit plus élevé, sans trop dégrader la limite de détection : il existe un compromis entre la durée d'intégration et le rapport signal sur bruit. Par exemple, en passant d'un temps de 1s à 100ms, la déviation d'Allan passe de 6 Hz à 14 Hz (Figure 116). Cette valeur est à mettre en regard des variations de fréquences lors d'un passage de gaz dans les conditions expérimentales utilisées ici, qui étaient de 500 Hz à 3000 Hz. On rappelle ici que l'on cherche à caractériser les performances intrinsèques aux dispositifs CMUT. C'est pourquoi on se base sur les mesures en boucle ouverte où le comportement à haute fréquences est lisible, alors qu'il est filtré par l'électronique lorsqu'utilisée en boucle fermée (par exemple Figure 111).

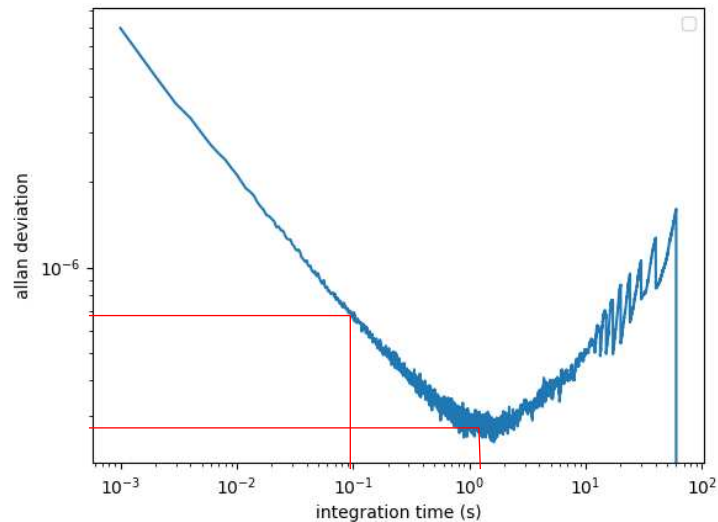


Figure 116 : Déviation d'Allan du signal en boucle fermée lu par la DPOD (fréquence nominale = 20,1 MHz)

## 2.3 Contrôle de l'influence de l'humidité

L'eau étant un composé volatil, les CMUTs sont sensibles à l'humidité [4]. L'air ambiant et l'air contenu dans le flacon peuvent ne pas posséder le même taux d'humidité. En pratique, lors de 15 mesures successives, on a observé un écart d'humidité relative dans le flux entre le passage d'air ambiant et le passage de COV. Cet écart vaut entre 0.9% et 0.2% et il a tendance à décroître au cours du temps, alors que le volume de COV dans le volume de tête du flacon diminue, donc que la concentration de COV dans le flux diminue. Une caractérisation de la sensibilité des éléments à l'humidité, détaillée dans la partie 3, indique une sensibilité maximale de -84 Hz/%RH pour une finition or. Le saut d'humidité lors de l'injection d'un composé représente donc une variation de fréquence inférieure à 75 Hz.

La mesure de molécules d'eau est inévitable lors de la mesure des molécules d'intérêt en suspension dans l'air ambiant humide, en situation expérimentale, comme en situation réelle. Toutefois, il est important de connaître la sensibilité à l'humidité. Si elle est élevée, une grande part du signal obtenu correspondra à la signature d'H<sub>2</sub>O, au détriment de la signature du COV d'intérêt. Dans leurs mesures de COVs par CMUTs, Park *et al* [5] indiquent une faible variation de la sensibilité aux composés dans des conditions d'humidités extrêmement différentes, 0% à 80% d'humidité relative.

Gérer l'humidité est une composante essentielle des capteurs de gaz fonctionnant en air humide, et des techniques de correction sont étudiées et utilisées dans la recherche [6] comme dans l'industrie.

Une dérive de la fréquence d'oscillation au cours du temps est observée à la mise en route du banc (Figure 117-a). Des mesures d'humidité réalisées au cours de la première demi-heure montrent une baisse de l'humidité relative dans la ligne fluide au fur et à mesure des injections réalisées, qui tend vers l'humidité de l'air ambiant (Figure 117-b). Les deux courbes ne montrent pas des mesures synchronisées. On appelle ce phénomène l'« équilibrage » de la ligne : cela consiste à réaliser trente minutes de circulation de flux avant toute mesure expérimentale, afin de réaliser les mesures successives dans une humidité quasiment constante entre les mesures, donc avec une ligne de base plate. La sensibilité à l'humidité mesurée en partie 3 indique que la variation d'humidité montrée sur la courbe de droite explique seulement 16% de la dérive mesurée sur la courbe de gauche. Lors de la mise en route du banc, on suppose que des phénomènes thermiques ont également lieu dans l'électronique de lecture qui expliquent l'intensité de la dérive observée. La conclusion pratique est un temps de mise en route du banc avant toute mesure de 30 minutes. Ce temps de démarrage est courant en instrumentation.

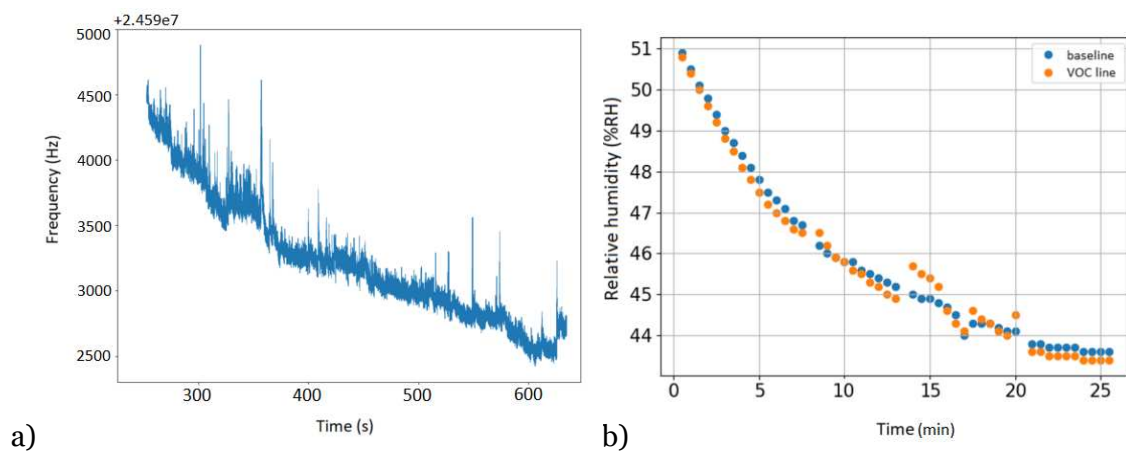


Figure 117 : a) Dérive de la fréquence au démarrage du banc  
b) Humidité décroissante dans la ligne fluide après circulation du flux d'air ambiant ; séchage de la ligne

## 2.4 Tensions d'actionnement

Au niveau de l'électronique, la DPOD génère la tension d'actionnement des membranes CMUTs. Cette tension est la somme d'une composante continue  $V_{DC}$  et d'une composante alternative  $V_{AC}$ .

### 2.4.1 Gamme de $V_{AC}$

Pour la composante alternative, la DPOD permet d'utiliser une tension entre 0V et 1V. Pour comprendre l'influence de la tension sur le comportement des éléments, cette partie montre des résultats obtenus pour quatre valeurs de test : 250 mV, 500 mV, 750 mV et 1V.

La première expérience consiste à réaliser un balayage en fréquence entre 19 MHz et 21 MHz, soit autour de la résonance de l'élément mesuré. Une mesure de courant lors de ce balayage pour les quatre valeurs test est montrée en Figure 118. Le comportement au sein de l'électronique correspond à celui attendu, décrit par les équations du chapitre 2. L'amplitude du courant est proportionnelle à  $V_{AC}$  et la phase n'en est pas dépendante.



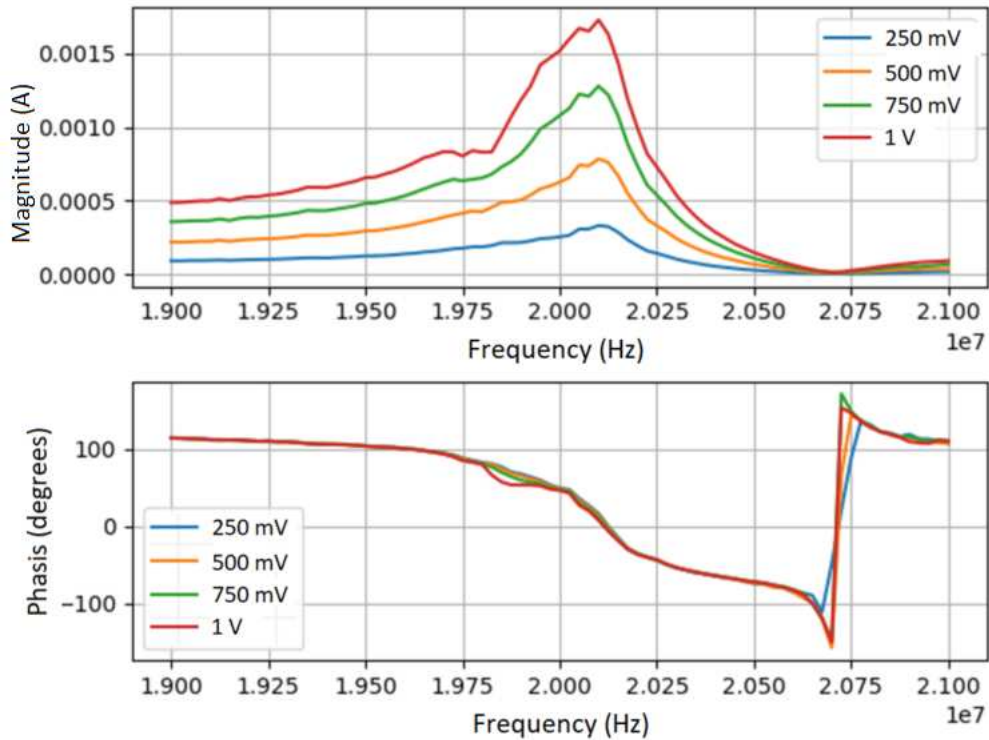


Figure 118 : Courant mesuré par la DPOD lors d'un balayage en fréquence pour 4 valeurs de  $V_{AC}$ .

D'après les balayages en fréquence, on s'attend à augmenter le SNR en fréquence pour les raisons suivantes. Sur la Figure 118, on voit qu'en augmentant la tension  $V_{AC}$ , on augmente le signal en courant, en supposant que le système est exposé à un bruit blanc en courant identique, on a un rapport signal sur bruit (SNR) en courant qui augmente. On peut montrer qu'augmenter le SNR en courant diminue le bruit en fréquence, donc augmente le SNR en fréquence [7].

Ces tendances observées lors d'un balayage en fréquence doivent être confirmées en situation d'exposition à un gaz et de suivi en temps réel. Des expériences sont réalisées dans ce sens et les résultats sont montrés en Figure 119. Des passages de gaz fournissent des sensibilités à un COV, et des acquisitions longues en boucle fermée sans stimulus permettent des mesures des déviations d'Allan, desquelles on peut extraire un bruit minimal. La performance pour les différentes valeurs de tension est résumée à partir des sensibilités et du bruit par un SNR en fréquence, ici correspondant à 4000 ppmv de butanol équivalent isobutylène. Les valeurs numériques extraites des courbes sont contenues dans le Tableau 16. Au niveau des sensibilités, des mesures sont effectuées en injectant du butanol à la concentration maximale permise par le flacon. Les calculs de déviation d'Allan se basent sur une acquisition du signal d'air ambiant pendant une minute.

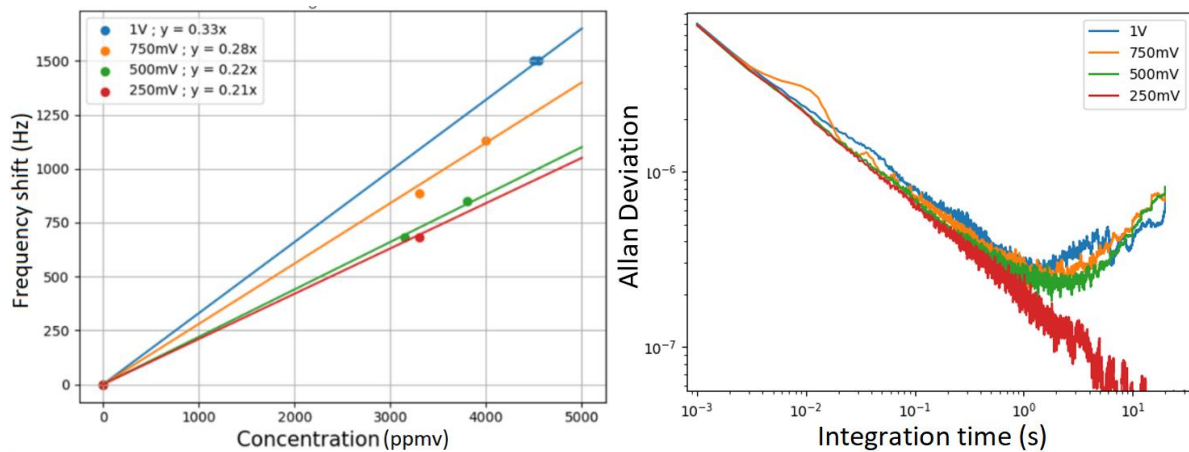


Figure 119 : Performances expérimentales des capteurs sous 4 valeurs de  $V_{AC}$   
Sensibilité au butanol-1 (gauche) Déviation d'Allan (droite)

$V_{AC}$	Sensibilité (Hz/ppmv)	Bruit minimal (Hz)	SNR à 4000 ppmv
250 mV	0,21	/	/
500 mV	0,22	5	168
750 mV	0,28	5,5	204
1V	0,33	6	220

Tableau 16 : Performances de l'élément pour différentes tensions alternatives d'alimentation. COV : Butanol-1.

Les résultats montrent que la sensibilité augmente avec la tension d'alimentation : 64 % plus élevée à 1V qu'à 250 mV. Le minimum de déviation d'Allan indique un bruit quasiment identique entre 5 Hz et 6 Hz, se produisant vers un temps d'intégration de 1s, pour 500 mV, 750 mV, et 1V. Cependant l'expérience à 250 mV fournit un résultat incohérent, un bruit tendant vers zéro pour les temps d'intégration les plus longs, qui semble indiquer que le signal mesuré ne traduit pas le comportement du capteur. Au final, le rapport signal sur bruit est maximisé quand  $V_{AC}$  augmente. La valeur choisie pour l'ensemble des expériences est donc 1V, maximum fourni par la DPOD.

## 2.4.2 Gamme de $V_{DC}$

Le deuxième degré de liberté de l'alimentation est la valeur de la tension de polarisation continue. La théorie indique que les CMUTs sont d'autant plus performants qu'ils sont actionnés proches de leur tension de pull-in car leur coefficient de transformation électromécanique  $\varphi$  augmente avec la tension de polarisation (voir Annexe 1). Une gamme de 9 tensions d'alimentation est réalisée pour observer le comportement des éléments : de 10V à 50V par pas de 5V. En dessous de 10V, les signaux observés sont trop faibles et 50V est le maximum toléré par les composants électroniques de la carte.

La Figure 120 montre l'impédance de l'élément lors d'un balayage en fréquence entre 17 MHz et 21 MHz, soit autour de la résonance des capteurs. La plage s'étend vers des fréquences plus basses pour les tensions élevées car l'effet de softening induit une diminution de la fréquence de résonance lorsque  $V_{DC}$  augmente.

Pour les tensions les plus élevées, le pic d'amplitude augmente mais présente plus de variations en fonction de la fréquence. Le saut de phase parcourt une plage plus importante mais avec une pente plus faible et beaucoup d'irrégularités. A gauche, entre 15V et 35V, le signal en courant augmente avec la tension de polarisation, et les courbes restent relativement continues. Cependant à droite, on observe du bruit très important pour les  $V_{DC}$  les plus élevés, au point qu'il est difficile d'en déduire le comportement en boucle fermée du capteur dans les différentes conditions. En pratique, la PLL ne trouve souvent pas de fréquence stable en boucle fermée pour les tensions de polarisation les plus élevées.

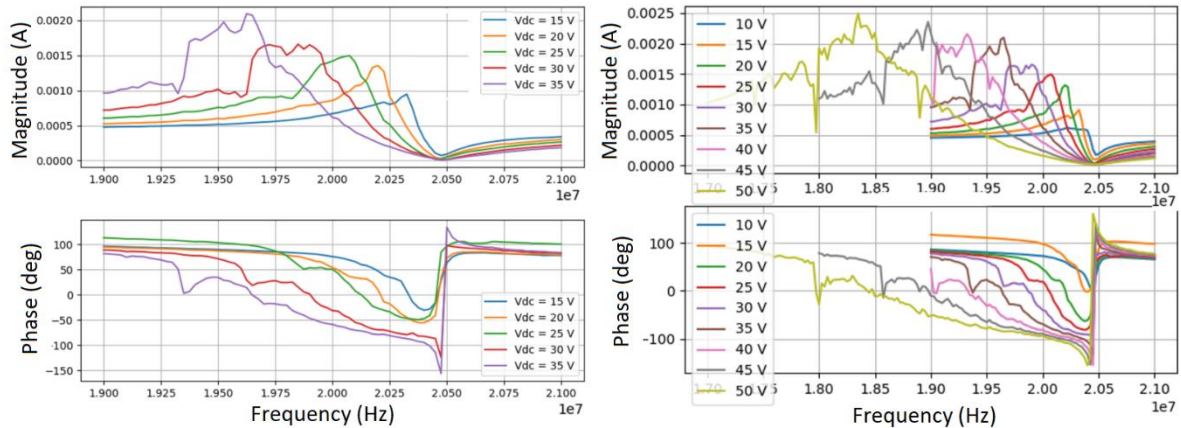


Figure 120 : Courant mesuré par la DPOD lors d'un balayage en fréquence pour 9 valeurs de  $V_{DC}$

Les déviations d'Allan présentées sur la Figure 121 sont calculées par des mesures en boucle fermée. La plage de tension est ici située entre 10V et 40V, les tensions 45V et 50V ne permettant pas d'obtenir un asservissement stable en boucle fermée. Des passages de gaz (butanol) sont effectués pour la gamme de  $V_{DC}$ , des sensibilités en sont déduites et représentées par les courbes de la Figure 122.

Le bruit minimal est situé entre 7 Hz et 18 Hz. Le comportement n'est pas corrélé à la valeur de  $V_{DC}$  et les écarts entre les mesures atteignent 250%.

La sensibilité atteint une valeur maximale de 0.35 Hz/ppmv, mais des valeurs en deçà pour la majorité des configurations testées. Ces sensibilités sous optimales peuvent s'expliquer par l'irrégularité des courbes montrées en Figure 120. La sensibilité dépend du suivi de phase : selon que l'asservissement ait lieu sur une plage de fréquence où la pente du saut de phase est importante ou faible, la sensibilité est respectivement plus ou moins bonne.

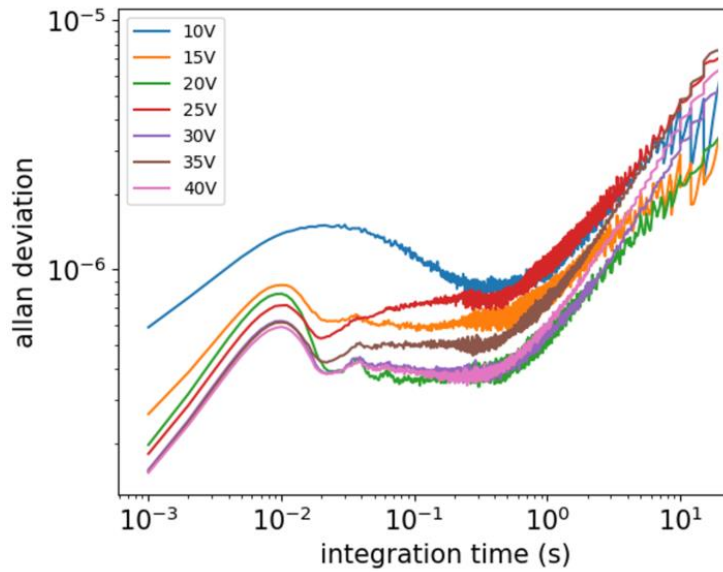


Figure 121 : Déviation d'Allan à différents  $V_{DC}$ , durée de la mesure = 1 min

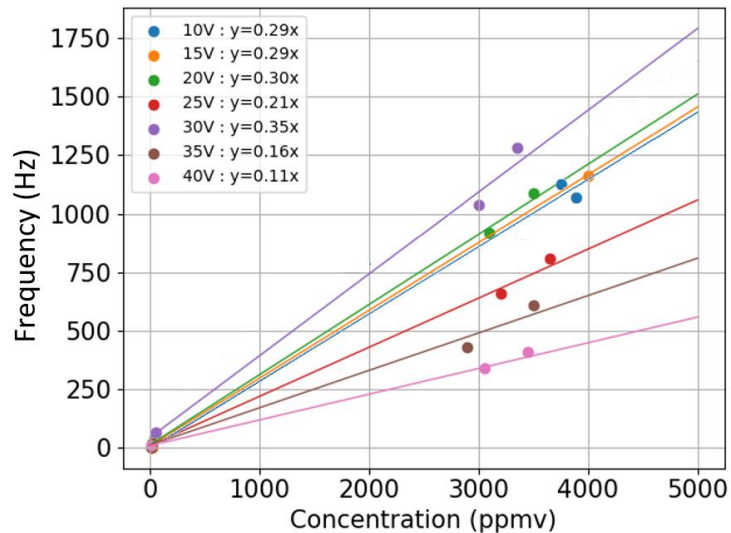


Figure 122 : Sensibilité du capteur à différents  $V_{DC}$

Des valeurs de bruit et de sensibilité, on peut calculer des rapports signal sur bruit extrapolés à 4000 ppmv de butanol. L'ensemble des valeurs obtenues dans cette partie est consigné dans le Tableau 17.

$V_{DC}$ (V)	Sensibilité (Hz/ppmv)	Bruit (Hz)	SNR à 4000 ppmv
10	0,29	18	63
15	0,29	12	95
20	0,30	7	<b>172</b>
25	0,21	14	60
30	0,35	10	140
35	0,16	10	70
40	0,11	8	95

Tableau 17 : Performances de l'élément pour différentes tensions de polarisation continues pour le butan-1-ol.

La Figure 123 illustre le rapport signal sur bruit en fonction de la tension de polarisation continue. L'incertitude sur le bruit mesuré lors de différentes expériences se retrouve sur l'incertitude sur les qualités de signal par rapport au bruit estimées. Les tensions 20V et 30V semblent permettre les meilleures performances. L'analyse de l'électronique de la DPOD semble nécessaire pour comprendre ces résultats. On se bornera ici à une conclusion pragmatique, et à choisir une tension de polarisation de 20 V pour les expérimentations réalisées sur cette électronique. A 20V, la limite de détection est estimée pour le butanol à 20 ppm.

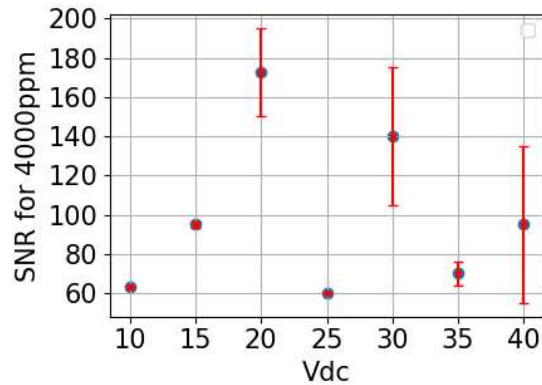


Figure 123 : Rapport signal sur bruit (SNR) à 4000 ppmv de butanol pour différentes tensions de polarisation continues

### 3 Impact des conditions ambiantes

Cette partie décrit les caractérisations réalisées sur les éléments afin de déterminer leur sensibilité à des stimuli « parasites », au sens où ils représentent une information autre que la présence de COV. Ces stimuli sont les variations d'humidité et les variations de pression.

#### 3.1 Sensibilité à l'humidité

Les CMUTs sont sensibles à l'humidité, au point de pouvoir être utilisés comme capteur d'humidité [4]. L'expérience suivante cherche à quantifier la sensibilité des capteurs utilisés ici, afin de comprendre les mesures effectuées sous gaz. L'humidité relative est mesurée par un capteur en ligne situé après la chambre fluïdique, elle représente le pourcentage de la concentration en eau dans le flux mesuré par rapport à la concentration lors d'une saturation d'humidité dans les conditions de pression et de température à l'instant de la mesure. Une gamme d'humidité relative est réalisée par injection de vapeur d'eau et dilution à l'air ambiant par le robinet de dilution. La Figure 124 représente la variation de fréquence pour différentes humidités relatives du flux, avec pour référence la fréquence d'oscillation pour l'humidité relative ambiante lors de l'expérience à 25,1 %RH.

La sensibilité à l'humidité mesurée est de **-84 Hz/%RH** pour une surface Au, et **-44 Hz/%RH** pour une surface SiN. En considérant que la saturation d'eau dans l'air ambiant dans les conditions d'expérience vaut 33000 ppmv, les sensibilités sont **0,28 Hz/ppmv sur or** et **0,15 Hz/ppmv sur SiN**.

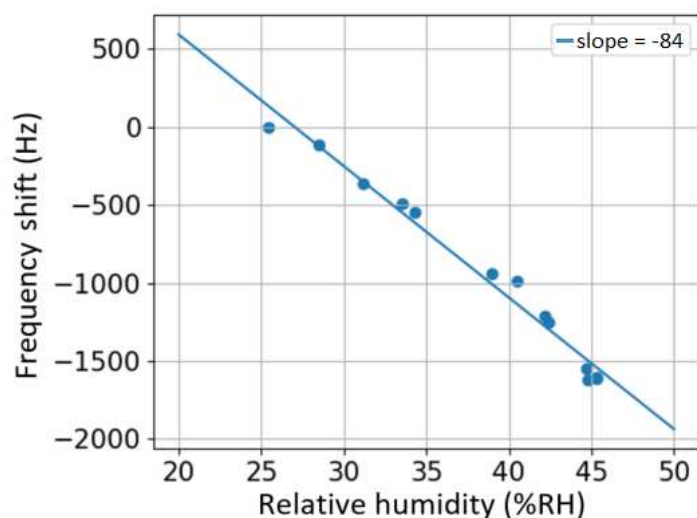


Figure 124 : Variation de fréquence en fonction de l'humidité relative du flux, ici pour une surface or

Il est important de noter que l'humidité relative dépend des conditions environnementales, variables au cours d'une journée ou d'un jour à l'autre, et qu'utiliser les valeurs strictes mesurées ici pour corriger l'ensemble des mesures réalisées sur le banc reposerait sur une forte approximation du comportement des capteurs. Néanmoins, on peut relier ces valeurs aux vérifications effectuées lors des réglages généraux du banc qui nous indiquent une variation d'humidité relative inférieure à 0,9%RH entre l'air ambiant et l'air contenant le COV d'intérêt. D'après la sensibilité mesurée ici, l'impact de l'humidité sur la mesure effectuée serait une variation de fréquence inférieure à 75 Hz pour une surface d'or, ou à 40 Hz pour une surface de SiN. Cette valeur est suffisamment faible pour mesurer les COVs aux concentrations d'intérêt.

## 3.2 Sensibilité à la pression

Les CMUTs sont sensibles à pression : la face avant des membranes est exposée à la pression atmosphérique alors que la face arrière est scellée sous vide. Des dispositifs CMUTs sont d'ailleurs utilisés comme capteurs de pression dans la littérature [2]. La pression à laquelle sont exposées les membranes est sujette aux variations usuelles des conditions atmosphériques, ainsi il faut caractériser la sensibilité à la pression des capteurs. Une gamme de pression est réalisée en créant une dépression et une fuite contrôlée, la variation de fréquence est mesurée, relative à la valeur correspondant alors à la pression atmosphérique.

En linéarisant la réponse du capteur, la sensibilité à la pression mesurée est de **-43 Hz/mbar** ou **-0.43 Hz/Pa** (Figure 125). On peut remarquer que cette valeur est comparable à celle fournie par [2] qui annonce **-0.355 Hz/Pa**.

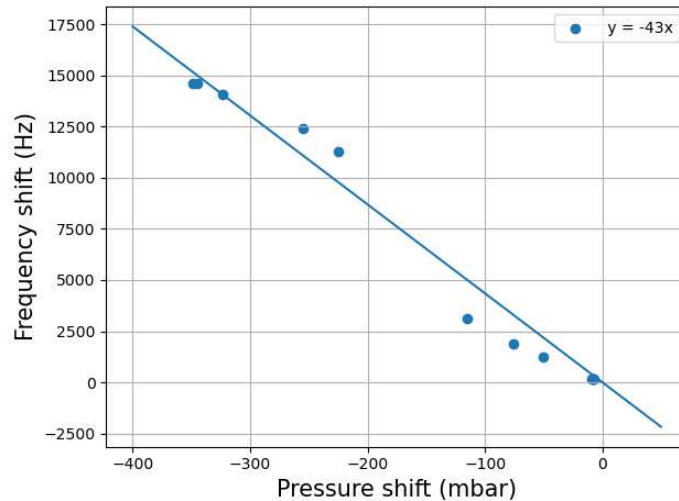


Figure 125 : Variation de fréquence en fonction de la variation de pression

Il est intéressant d'estimer l'impact des variations de pression atmosphérique sur le capteur. Les mesures de la station météorologique de la ville d'Engins (Figure 126), située à 5 km de Grenoble et du banc de mesures, indiquent une variation généralement inférieure à 1 mbar en moins d'une heure. Entre des mesures effectuées la même journée, les variations de pression atmosphériques peuvent causer une variation de la ligne de base de quelques dizaines de hertz. En revanche, la pression atmosphérique ne varie pas sur quelques secondes, soit une échelle de temps comparable à la durée d'adsorption. Elle n'a donc pas d'effet sur la variation de fréquence mesurée.

On peut considérer que la pression atmosphérique est située sur l'ensemble des lieux terrestres entre 950 mbar et 1050 mbar soit 100 mbar de pression. On verra dans la partie dédiée à la sensibilité aux composés quelle est l'influence de la pression atmosphérique absolue sur la sensibilité aux composés.

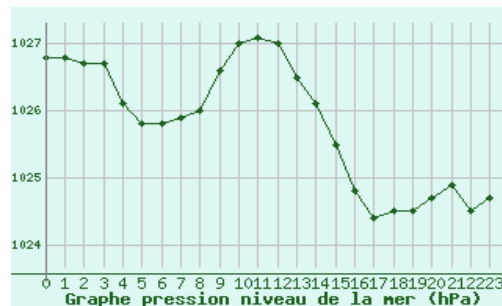


Figure 126 : Relevé de pression au niveau de la station météorologique d'Engins le 24/10/21

## 4 Caractérisations

Les étapes précédentes permettent de régler le banc d'expériences pour obtenir les meilleures performances du capteur ainsi que d'attester la pertinence du signal mesuré. Il est alors possible de caractériser les éléments lors d'une mesure de COV.

## 4.1 Sensibilité à différents composés

La caractérisation principale des capteurs de gaz est leur sensibilité aux composés. Chaque sensibilité est estimée pour un matériau de surface ainsi que pour un COV précis, par exemple on peut chercher à mesurer la sensibilité au butanol des puces à la surface or. Le banc d'expérience est utilisé comme suit : un flacon de COV défini est placé en entrée de la fluidique, le robinet de dilution est réglé sur différentes ouvertures lors des différentes mesures afin de créer un flux contenant successivement plusieurs concentrations du COV d'intérêt.

Une mesure de gaz consiste en une injection de gaz telle qu'illustrée par la Figure 107. Elle se déroule en trois étapes :

- La ligne de base, où le capteur est exposé à un flux d'air ambiant.
- L'injection de COV, où le flux comporte une certaine concentration du COV d'intérêt, porté par de l'air ambiant.
- Le renouvellement de l'air, où de l'air ambiant est à nouveau injecté pour régénérer l'état initial de la surface du capteur.

L'expérience consiste en la réalisation de gammes de concentration de 3 COV qui ont été choisis pour leur propriétés odorantes : le nonane ( $C_9H_{20}$ ), hydrocarbure à l'odeur d'essence, le butan-1-ol ( $C_4H_{10}O$ ), alcool de fermentation fréquemment présent dans la nourriture, et le  $\beta$ -pinène ( $C_{10}H_{16}$ ), à l'odeur caractéristique de forêt de pins. Le nonane possède un seuil olfactif humain de 50, le butanol de 1 à 15 ppmv [9].

La Figure 127 montre pour chaque mesure le saut de fréquence et la concentration en COV du flux pour une expérience de 20 mesures. Une régression linéaire est calculée et tracée pour chaque composé. Sa pente donne la sensibilité au COV.

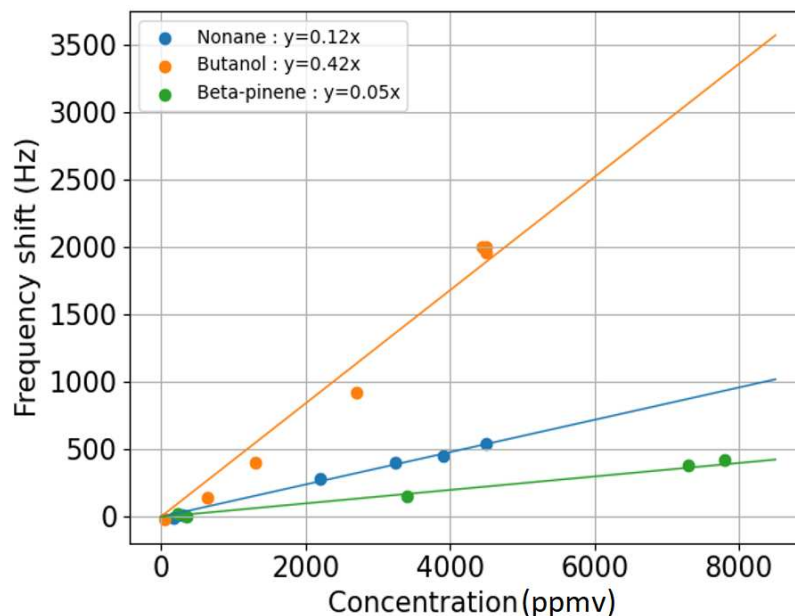


Figure 127 : Sensibilité par des mesures pour une gamme de concentration de 3 COV sur une puce surface or

Cette expérience a été répliquée sur plusieurs jours pour un même capteur avec finition or ainsi que sur un élément d'une puce avec une finition SiN. Les moyennes des sensibilités obtenues lors de ces expériences sont consignées dans le Tableau 18. Des limites de détection sont calculées pour un signal considéré significatif au-delà du bruit, de 7 Hz d'après le Tableau 17.



Les mesures indiquent des sensibilités significativement différentes pour les trois COV testés, c'est attendu et essentiel pour la réalisation d'un nez électronique. Cela confirme que le signal est imputable à des stimuli différents entre chaque composé et ne correspond pas à une mesure « parasite » de l'air ambiant, qui n'aurait pas été vérifiée au préalable, comme l'humidité. Les mesures répétées sur le capteur avec finition or ont montré une variabilité de 15% à 30% sur la variation de fréquence en hertz. C'est un résultat attendu car inhérent aux mesures en air ambiant. On doit ajouter à cette valeur l'incertitude qui provient de la mesure du PID. Des valeurs comparables sont observées sur des nez électroniques plus matures basés par exemple sur la SPRi ou les MZI. Il faudrait assurer que les sensibilités varient avec la même tendance pour différents capteurs actionnés simultanément, ce qui permettrait de générer la même signature une fois les réponses normalisées. Enfin, les sensibilités aux différents composés sont différentes pour les différentes surfaces de capteur. Les valeurs calculées ici proviennent de capteurs non fonctionnalisés, donc correspondent à des valeurs nominales pour chaque surface, que la fonctionnalisation viendra normalement moduler.

Les variations de sensibilité peuvent provenir de l'utilisation de surfaces non fonctionnalisées, et donc sujettes à la pollution naturelle et évolutive causée par leur environnement, qui serait plus faible dans le cas d'usage final sur capteurs fonctionnalisés.

Composé	Finition Or		Finition SiN	
	Sensibilité (Hz/ppmv)	Limite de détection (ppmv)	Sensibilité (Hz/ppmv)	Limite de détection (ppmv)
Butanol	0,37 ± 15%	17	0,50	14
Nonane	0,12 ± 16%	60	0,12	60
β-pinène	0,05 ± 28%	140	0,12	60

Tableau 18 : Sensibilités des capteurs aux différents COV

Pour les nez électroniques CMUT de la littérature, on peut citer la plus grande plage de sensibilité pour différents composés dans un même article : 0,01 Hz/ppmv à 2 Hz/ppmv [5] ; et les meilleures sensibilités obtenues avec plus de 1000 Hz/ppmv pour du DMMP (méthylphosphonate de diméthyle) [8], composé mortel extrêmement peu volatil, au seuil olfactif non significatif (phosphite de triméthyle dans [9]). On pourrait montrer sur ces capteurs des limites de détection bien plus faibles en choisissant des COV peu volatils. Par exemple des expériences réalisées avec de l'octanol montrent un signal de l'ordre du kilohertz, pour une concentration non détectée par le PID utilisé ici, c'est-à-dire inférieure à 40 ppmv, soit une sensibilité supérieure à 25 Hz/ppmv et une limite de détection de 300 ppbv.

La sensibilité à un COV dépend de plusieurs facteurs : la sensibilité massique du capteur, la masse molaire du COV, la pression de vapeur saturante d'après les travaux de Langmuir [10], [11], et le coefficient d'adsorption spécifique de la surface de l'élément et du COV.

$$S_{cov} \propto S_m * M * \frac{1}{P_{sat}} * K_{a,elt/cov}$$

Le Tableau 19 contient, en plus de la sensibilité réelle extraite des mesures précédentes, la masse molaire et la pression de vapeur saturante des composés testés. Les sensibilités sont ici corrigées et ne sont plus en ppmv équivalent isobutylène, pour que le commentaire sur les quantités adsorbées soient pertinents. Les coefficients de corrections appliqués, pour le PID utilisé possédant une lampe de 10,6 eV sont 4.7 pour le butanol, 1,4 pour le nonane et 0,37 pour le β-pinène. La pression de vapeur saturante est liée à la volatilité d'un composé, plus elle est élevée, plus ce composé peut être présent en grande proportion dans le flux. Or, les travaux de Langmuir nous apprennent que le nombre de molécules adsorbées diminue à concentration

égale lorsque la pression partielle du composé augmente [10], [11], donc que la sensibilité est inversement corrélée à la pression de vapeur saturante d'un COV.

Ainsi, le tableau souligne un comportement contre-intuitif de deux effets sur la sensibilité aux composés : la masse des molécules et la volatilité. On s'attend pour un capteur gravimétrique à observer la sensibilité augmenter avec la masse molaire des composés, ou avec l'augmentation du nombre de sites occupés, ici représenté à travers la pression de vapeur saturante, or ces deux paramètres varient dans le sens inverse de celui attendu pour les trois composés observés. On en déduit que l'effet de l'adsorption, au sens de l'équilibre entre la quantité de COV en phase gaz et adsorbé en surface, modélisé par  $K_{a,elt/COV}$ , est significatif. Ce résultat souligne surtout la complexité des phénomènes survenant à la surface et la difficulté à relier les valeurs de sensibilité obtenues à des grandeurs qui y paraîtraient directement proportionnelles.

Composé	Sensibilité équivalente (Hz/ppmv)	Sensibilité corrigée (Hz/ppmv)	Masse molaire (g/mol)	Pression de vapeur saturante à 20°C (kPa)
Butanol	0,37	1,74	76	0,93
Nonane	0,12	0,17	128	0,71
$\beta$ -pinène	0,05	0,02	136	0,39

Tableau 19 : Sensibilité sur or et propriétés physico-chimiques des différents COV

Les mesures peuvent indiquer la quantité de molécules adsorbées en utilisant l'équation (13)

(13)

$$\frac{\Delta f}{f} = -\frac{\Delta m}{2M}$$

A partir de la mesure représentée sur la Figure 127 par le point à 2005 Hz pour 4253 ppmv pour le butanol : la fréquence nominale  $f$  de 20.11 MHz, la variation induite par le COV  $\Delta f$  de -2000 Hz, et une masse théorique de la membrane  $M$  d'après son empilement et sa géométrie de  $1.10^{12}$  kg, on estime la masse adsorbée  $\Delta m$  à  **$2.10^{-16}$  kg** ou 200 fg. D'après la masse molaire du butanol de 74 g/mol et la surface de la membrane, en supposant une masse uniformément répartie, en moyenne 5 molécules sont adsorbées par nanomètre carré. Ce résultat est en mettre en parallèle avec le diamètre moléculaire du butanol de 0,558 nm. Ces résultats sont en cohérence et les conditions d'expériences semblent proches de la formation d'une monocouche, correspondant typiquement à 4 molécules / nm<sup>2</sup>.

Aucun plateau de réponse n'a été observé, la saturation a donc lieu à des concentrations supérieures. En conditions réelles, les concentrations attendues d'odeurs sont généralement en deçà de la relative forte concentration utilisée dans cet exemple. Les concentrations attendues lors d'expériences en air ambiantes sont donc vraisemblablement dans la plage de réponse du capteur.

On profitera de cette observation pour souligner le caractère raisonnable des hypothèses utilisées dans la partie modélisation du chapitre 2 qui conduit à l'équation (13) en supposant une masse ajoutée faible devant la masse de la membrane : on a ici un rapport entre ces masses de 1/20000. L'hypothèse de couche répartie uniformément est également raisonnable : la surface est supposée offrir une surface uniforme sans site d'adsorption privilégié et le nombre de molécules adsorbées est estimé à 1,65 milliards, soit suffisant pour supposer une répartition statistiquement uniforme.

## 4.2 Sensibilité à différents composés en fonction de la pression

Les variations de pression atmosphérique changent la fréquence de résonance du capteur, comme on l'a vu lors des caractérisations des effets de l'environnement. Néanmoins, bien qu'une augmentation de la pression induise une baisse de fréquence d'oscillation, il serait faux d'assimiler la pression en face avant de la membrane à un dépôt de masse. La pression est une force surfacique et non une masse surfacique, ainsi la sensibilité à la pression n'est pas analogue à la sensibilité aux composés ou à la sensibilité à l'humidité. Les variations de pression modifient les caractéristiques mécaniques de la membrane à travers le paramètre de déflexion  $x_{DC}$  du modèle piston. L'instrument de mesure est modifié lorsque les conditions de pression évoluent, la sensibilité aux composés peut donc être elle-même sensible à la pression.

La Figure 128 représente des mesures de butanol effectuées dans différentes conditions de pression. La gamme de pression a été effectuée à l'aide du pilotage de la pompe et de restrictions de débit, car une dépression et une fuite contrôlée ne permettait pas l'injection de composé dans le flux. Le débit est identique pour les différentes conditions à 5% près. L'ordonnée à l'origine non nulle s'explique par le saut de pression qui a lieu lors de l'injection entre le flux de ligne de base à pression atmosphérique et le flux de composé qui subit la dépression, seule la pente est ici pertinente.

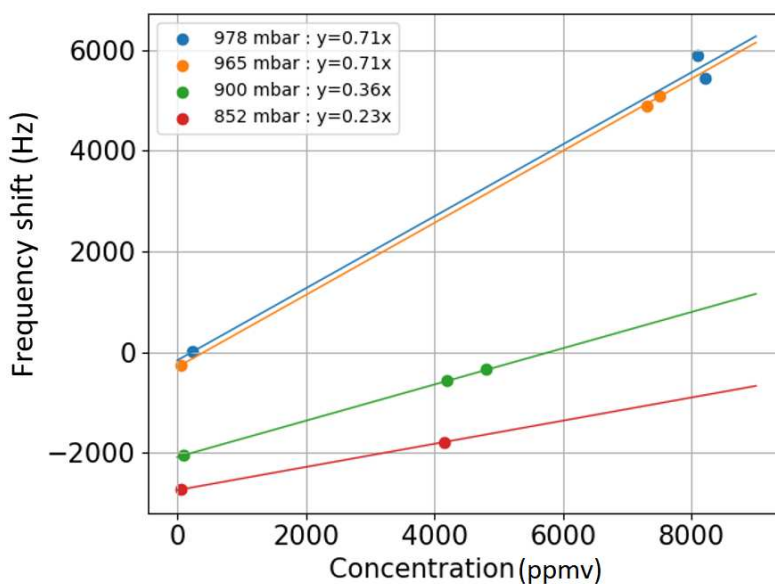


Figure 128 : Sensibilité aux composés en fonction de la pression en face avant de la membrane

Lorsque la pression chute dans le flux, on observe que la sensibilité aux COV décroît. Cela s'explique par la relation entre les pressions partielles et totale, et le nombre de molécules du COV d'intérêt et total :

$$\frac{p_{COV}}{p_{tot}} = \frac{n_{COV}}{n_{tot}}$$

A concentration égale, le ratio présenté est constant : si  $p_{tot}$  diminue, alors  $p_{COV}$  diminue également. Pour rappel, d'après les travaux de Langmuir, le nombre de molécules adsorbées diminue si la pression partielle diminue. Sur l'expérience montrée sur la Figure 128, la pression

totale diminue, donc la pression partielle du COV diminue. On a donc une diminution du nombre de molécules adsorbées à ppmv constant, donc une diminution de la masse adsorbée. Comme la sensibilité massique (Hz/kg), intrinsèque au capteur, reste constante, la sensibilité aux composés (Hz/ppmv) diminue quand la pression diminue.

En traçant la sensibilité aux composés, en fonction de la pression mesurée (Figure 129), on obtient une relation linéaire qui permet d'estimer l'influence de la pression sur la sensibilité. La variation de sensibilité en fonction de la pression estimée est de 0.004 Hz/ppmv/mbar sur la plage [850 – 975 mbar]. On peut rappeler que les pressions atmosphériques usuelles en France se situent entre 950 mbar et 1050 mbar, différence qui entraînerait 0.4 Hz/ppmv d'écart de sensibilité. L'influence de la pression atmosphérique sur la sensibilité d'un même capteur CMUT n'est donc pas négligeable.

Cette dépendance à la pression est à relativiser dans le cas particulier d'un nez électronique. Si toutes les sensibilités perdent 10% entre une expérience réalisée à 985 mbar, et une réalisée à 1013 mbar, alors les signatures olfactives normalisées qui en découlent sont identiques.

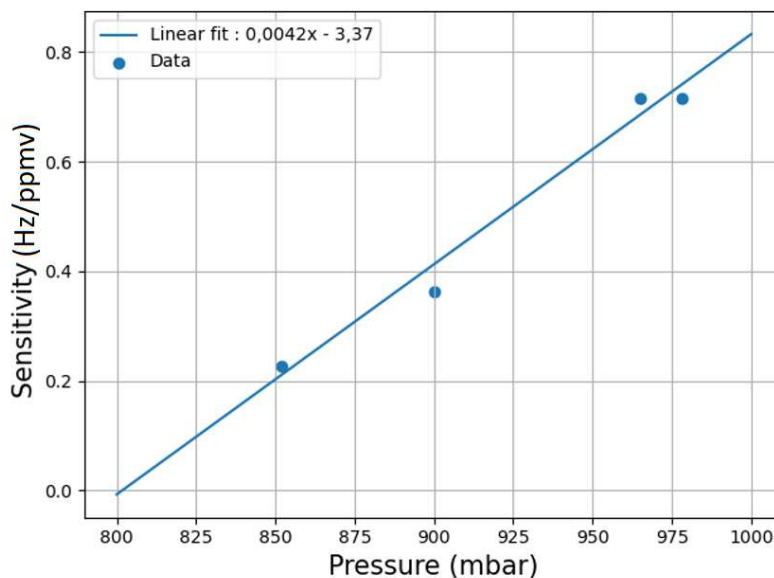


Figure 129 : Sensibilité aux composés en fonction de la pression du flux

## 4.3 Temps de réponse

Au vu des expériences préliminaires, notamment la réponse du signal à un changement de  $V_{DC}$ , on peut affirmer que le délai de réponse de l'électronique est très faible devant la cinétique chimique en surface des éléments.

Le suivi temporel de la fréquence lors d'une injection décrit donc la réaction chimique en surface du capteur. Pour les COVs et les concentrations utilisés, le temps d'adsorption est de l'ordre de la seconde. La Figure 107 montre par exemple que le signal atteint 90% de sa variation maximale en moins de 500 ms. Le renouvellement de surface est également complet et rapide, moins de 500 ms pour recouvrer 90% de la fréquence. La fréquence d'oscillation après injection est très proche de celle du capteur avant l'injection. Il arrive sur une certaine proportion des mesures que la remontée de fréquence ne soit pas complète, phénomène difficile à caractériser que l'on peut imputer à des réactions chimiques non maîtrisées ou à une pollution. Des expériences menées dans des conditions fluidiques différentes peuvent fournir

des informations sur l'influence des tuyaux ou de la position des capteurs sur ces supposées désorptions partielles

La Figure 130 [12] illustre la plage de sensibilité pour différents nez électroniques de la littérature, ainsi que la plage de temps de réponse correspondante [8], [13]–[17]. Si les sensibilités obtenues ici sont parmi les plus faibles de ce comparatif, quoique d'un ordre de grandeur comparable à la plupart, les temps de réponses sont significativement plus bas, d'un facteur 10 à 1000.

Ce comportement s'explique par l'utilisation pour les travaux présentés ici d'une fonctionnalisation peptidique de surface, contre un dépôt de polymères pour les autres capteurs. Les capteurs fonctionnalisés par peptides interagissent avec les composés volatils par adsorption, phénomène de surface, tandis que les couches de polymères utilisent l'absorption, phénomène de volume. Le temps d'assimilation des molécules au sein d'un réseau topologique est plus long, mais il permet de capter un plus grand nombre de molécules, donc une meilleure sensibilité. Il existe donc un compromis entre temps de réponse et sensibilité, et en ce sens, les capteurs présentés ici possèdent un temps de réponse exceptionnellement bas au vu de leurs sensibilités aux composés.

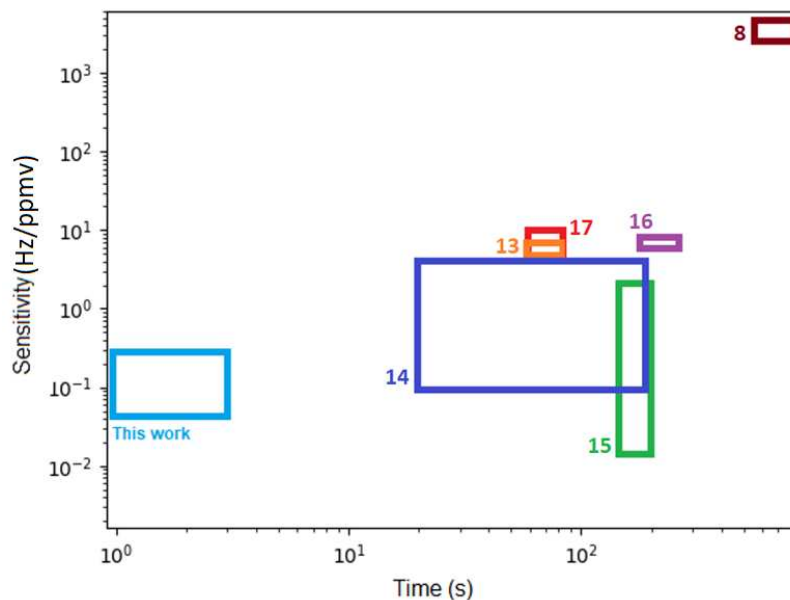


Figure 130 : Sensibilité en fonction du temps de réponse à 90% pour les principaux nez électroniques de la littérature.

[8] Lee 2010

[13] Barauskas 2015

[14] Stedman 2017

[15] Park 2018

[16] Seok 2019

[17] Yoon 2019

## 5 Conclusion

Dans un premier temps, on a montré que le banc d'expériences, après réglages, était apte à fournir un signal pertinent représentant le suivi de la fréquence d'oscillation des membranes de l'élément considéré. Au niveau de l'électronique, une tension alternative de 1 V et une tension continue 20V ont été choisies. Au niveau de la fluidique, il est nécessaire d'équilibrer

les pertes de charges entre les différentes voies d'injection, et de laisser les humidités s'équilibrer entre les voies. Cela permet d'éviter tout signal parasite causée par une variation de pression ou d'humidité lors d'une mesure.

En effet, les éléments ont montré une sensibilité « parasite » à la pression de -43 Hz/mbar et à l'humidité de -44 et -84 Hz/%RH, ou 0,15 Hz/ppmx et 0,28 Hz/ppmv pour respectivement les surfaces SiN et Au. Ce sont des valeurs proches des sensibilités au COVs, pour une masse volumique de l'eau typiquement 5 à 10 fois inférieure à celle d'un COV. Les volumes d'eau adsorbés semblent donc importants.

Au niveau de leur performances en tant que capteur de gaz, les éléments caractérisés présentent des caractéristiques satisfaisantes pour être utilisés comme partie sensible du système.

Les sensibilités aux composés sont estimées entre 0.1 et 1 Hz/ppmv pour des COV usuels et pertinents d'un point de vue de l'analyse d'odeurs. Ces valeurs font partie de la plage basse des performances relatées dans la littérature mais s'expliquent par le phénomène d'adsorption utilisé ici. Il a également été vérifié que les sensibilités diffèrent pour des espèces différentes, ce qui permettra de former des signatures olfactives. Les sensibilités aux composés varient lorsque la pression atmosphérique change, ces variations peuvent modifier la sensibilité d'un facteur deux dans la plage de pression atmosphérique terrestre. On considère que les conditions d'humidité ne modifient pas la sensibilité aux composés.

Il existe un compromis entre la cinétique et la sensibilité, ici les sensibilités moyennes s'expliquent par un cinétique très rapide. Le temps caractéristique d'adsorption et de désorption des composés en surface est typiquement de l'ordre de la seconde. Cela distingue fortement les capteurs utilisés ici de la littérature, où les couches de détection polymère présente des cinétiques de l'ordre de la minute ou plus.

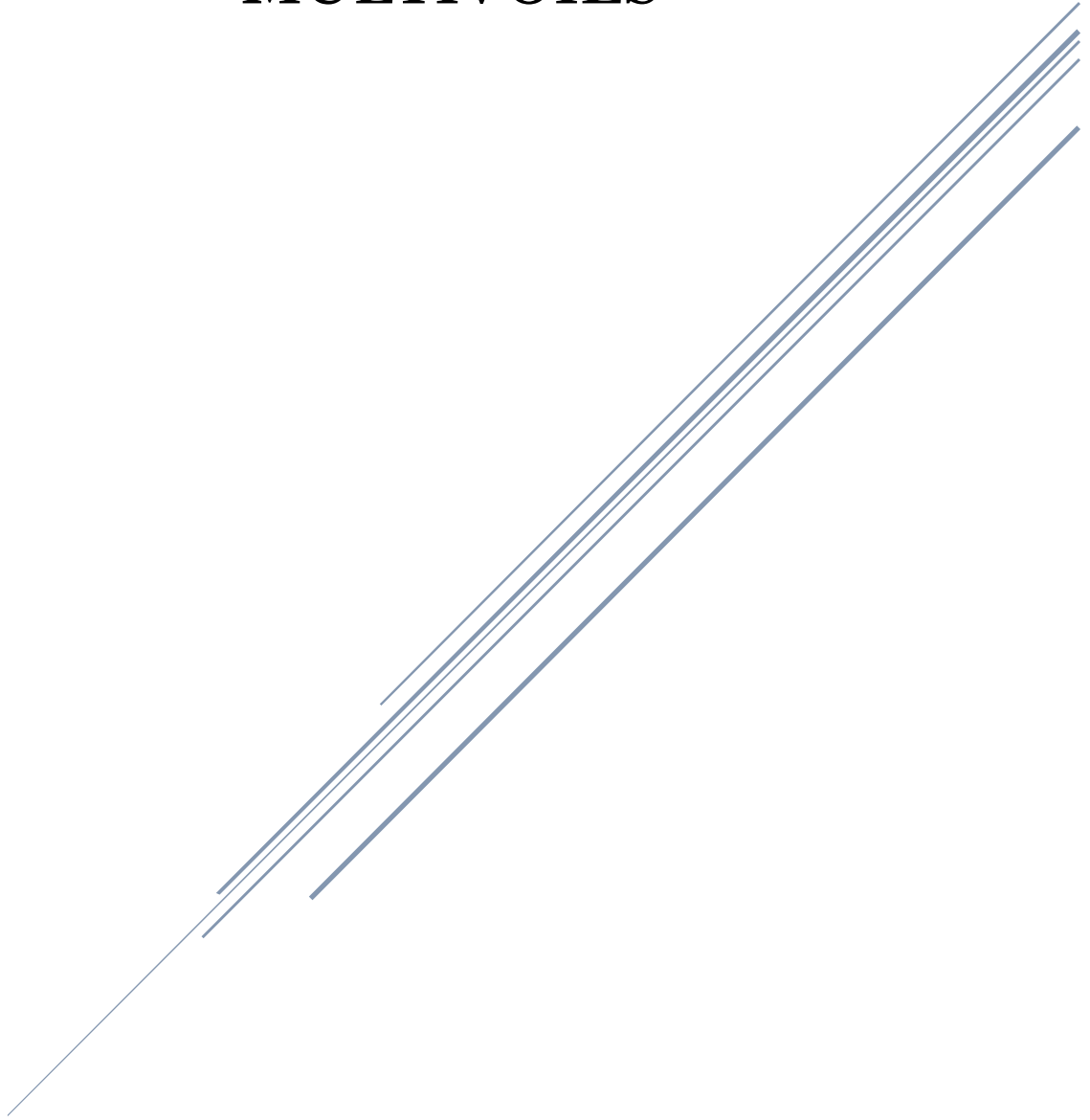
Les expériences ont montré dans le cas usuel une bonne réversibilité du capteur. La fréquence retourne à sa valeur d'avant la mesure après l'injection.

Compte tenu du bruit de l'électronique utilisée ici de 7 Hz, les limites de détection pour les composés considérés se situent entre 15 et 140 ppmv. Ces valeurs pourraient être facilement améliorées avec des composés peu volatils comme l'octanol. La plage de réponse du capteur s'étend jusqu'aux concentrations maximales obtenues dans les flux de gaz, jusqu'à 10 000 ppmv, sans que des effets de saturation n'ait pu être observés et en montrant des réponses linéaires, c'est-à-dire une sensibilité constante.

# Bibliographie

- [1] V. Bochenkov et G. Sergeev, « Sensitivity, selectivity, and stability of gas-sensitive metal-oxide nanostructures », in *Metal Oxide Nanostruct. Appl.*, vol. 3, 2010, p. 31-52.
- [2] D. Barauskas, D. Virzonis, D. Pelenis, G. Sergalis, et E. Sapeliauskas, « Research of wide range resonant pressure sensor », in *INTELLIGENT TECHNOLOGIES IN LOGISTICS AND MECHATRONICS SYSTEMS - ITELMS'2015*. KAUNAS UNIV TECHNOLOGY PRESS, K DONELAICIO 73, KAUNAS LT 3006, LITHUANIA, p. 51-55, 2015.
- [3] P. Maho, C. Herrier, T. Livache, P. Comon, et S. Barthelmé, « Real-time gas recognition and gas unmixing in robot applications », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 330, p. 129111, mars 2021, doi: 10.1016/j.snb.2020.129111.
- [4] Z. Zheng, G. Zhang, X. Wang, et X. Kong, « Comparative Study of Gravimetric Humidity Sensor Platforms Based on CMUT and QCM », *Micromachines*, vol. 13, n° 10, p. 1651, sept. 2022, doi: 10.3390/mi13101651.
- [5] S. Park *et al.*, « CMUT-based resonant gas sensor array for VOC detection with low operating voltage », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 273, p. 1556-1563, nov. 2018, doi: 10.1016/j.snb.2018.07.043.
- [6] S. Ampuero et J. O. Bosset, « The electronic nose applied to dairy products: a review », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 94, n° 1, p. 1-12, août 2003, doi: 10.1016/S0925-4005(03)00321-6.
- [7] E. Sage, « New concept of mass spectrometer based on arrays of resonating nanostructures », Université de Grenoble, 2013.
- [8] H. J. Lee, K. K. Park, M. Kupnik, O. Oralkan, et B. T. Khuri-Yakub, « Highly Sensitive Detection of DMMP Using a CMUT-based Chemical Sensor », in *2010 IEEE SENSORS*, 345 E 47TH ST, NEW YORK, NY 10017 USA, 2010, p. 2122-2126. doi: 10.1109/ICSENS.2010.5690493.
- [9] M. Falcy et S. Malard, « Comparaison des seuils olfactifs de substances chimiques avec des indicateurs de sécurité utilisés en milieu professionnel ». INRS, 2005.
- [10] I. Langmuir, « CHEMICAL REACTIONS AT LOW PRESSURES. <sup>1</sup> », *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 37, n° 5, p. 1139-1167, mai 1915, doi: 10.1021/ja02170a017.
- [11] S. Brunauer, L. S. Deming, W. E. Deming, et E. Teller, « On a Theory of the van der Waals Adsorption of Gases », *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 62, n° 7, p. 1723-1732, juill. 1940, doi: 10.1021/ja01864a025.
- [12] C. Boutonnet *et al.*, « Characterization of a cMUT as a gas sensor for a fast-response electronic nose », in *2022 Smart Systems Integration (SSI)*, Grenoble, France, avr. 2022, p. 1-4. doi: 10.1109/SSI56489.2022.9901410.
- [13] D. Barauskas *et al.*, « CMUT for high sensitivity greenhouse gas sensing », in *2015 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS)*, Taipei, Taiwan, oct. 2015, p. 1-4. doi: 10.1109/ULTSYM.2015.0472.
- [14] Q. Stedman, K. K. Park, et B. T. Khuri-Yakub, « An 8-Channel CMUT Chemical Sensor Array on a Single Chip », in *2017 IEEE INTERNATIONAL ULTRASONICS SYMPOSIUM (IUS)*, 345 E 47TH ST, NEW YORK, NY 10017 USA, 2017.
- [15] S. Park *et al.*, « CMUT-based resonant gas sensor array for VOC detection with low operating voltage », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 273, p. 1556-1563, nov. 2018, doi: 10.1016/j.snb.2018.07.043.
- [16] C. Seok, M. M. Mahmud, M. Kumar, O. J. Adelegan, F. Y. Yamaner, et O. Oralkan, « A Low-Power Wireless Multichannel Gas Sensing System Based on a Capacitive Micromachined Ultrasonic Transducer (CMUT) Array », *IEEE Internet Things J.*, vol. 6, n° 1, p. 831-843, févr. 2019, doi: 10.1109/JIOT.2018.2861330.
- [17] I. Yoon, G. Eom, S. Lee, B. K. Kim, S. K. Kim, et H. J. Lee, « A Capacitive Micromachined Ultrasonic Transducer-Based Resonant Sensor Array for Portable Volatile Organic Compound Detection with Wireless Systems », *Sensors*, vol. 19, n° 6, p. 1401, mars 2019, doi: 10.3390/s19061401.

# CHAPITRE 5 : EXPERIENCES MULTIVOIES



La réalisation de mesures multivoies en simultané, sur plusieurs capteurs exposés à un passage de gaz, est la première expérience réalisée qui correspond à l'utilisation d'un nez électronique tel que pensée tout au long de la réalisation de ces travaux. Les raisons et les objectifs de la lecture multivoies seront énoncés dans une première partie.

Ce chapitre décrit ensuite les premières mesures multivoies obtenues avec chacune des électroniques, en soulignant les limites de chacune.

Les modèles sont riches en enseignements quant à la méthode à suivre et aux leviers d'améliorations pour la réalisation d'un système final dédié, aux niveaux électroniques et microélectroniques.



# Table des matières

<b>1. CONTEXTE DES MESURES MULTIVOIES</b>	<b>149</b>
<b>2. EXPERIENCES</b>	<b>149</b>
<b>2.1 ELECTRONIQUE DPOD</b>	<b>149</b>
<b>2.2 ELECTRONIQUE DISCRETE</b>	<b>152</b>
2.2.1 MESURES EN BOUCLE OUVERTE	152
2.2.2 LIMITES	156
2.2.3 MESURES A 4 VOIES	157
2.2.4 EXPERIENCES 4 VOIES, RESULTATS ET ANALYSE	160
<b>2.3 ELECTRONIQUE AVEC ASIC</b>	<b>163</b>
2.3.1 MESURES EN BOUCLE OUVERTE	163
2.3.2 MESURE 4 VOIES	165
<b>2.4 ETUDE SUR LA DISPERSION ENTRE ELEMENTS</b>	<b>166</b>
<b>3. MODELISATIONS</b>	<b>170</b>
<b>3.1 MODELES ELECTRONIQUES</b>	<b>170</b>
<b>3.2 AMELIORATION DU DESIGN DES ELEMENTS D'APRES LE MODELE ANALYTIQUE</b>	<b>174</b>
<b>4. CONCLUSION SUR LES MESURES MULTIVOIES</b>	<b>177</b>

# 1. Contexte des mesures multivoies

L'étude des performances des éléments en tant que capteurs de gaz, a permis de vérifier qu'ils possèdent une sensibilité suffisante aux COVs, qui varie selon le composé injecté. La seconde étape est de mesurer plusieurs éléments en simultanément et de comparer leurs signaux individuels afin de créer une signature olfactive représentant la mesure de COV.

Les enjeux principaux de la mesure multivoies sont les suivants :

- Comment la mesure simultanée de plusieurs éléments modifie le comportement individuel de chacune des voies ?
- Les réponses obtenues seront-elles suffisamment différentes d'un élément à l'autre pour permettre la création de signatures olfactives pertinentes ?
- Les réponses obtenues pour différents COV permettront-elles de les différencier ?

Les bancs d'expériences utilisés dans ce chapitre correspondent aux deuxième et troisième versions d'électroniques décrits dans le chapitre 3. En résumé, le principe d'actionnement et de lecture de la fréquence repose sur des boucles auto-oscillantes, une version est réalisée avec des composants discrets, et la suivante avec des composants intégrés sur un ASIC. Les systèmes peuvent adresser 4 éléments en parallèle, par des chaînes de lecture entièrement découplées au niveau des cartes électroniques. Au fil des avancées, certaines expériences destinées à caractériser ou régler les boucles sont réalisées sur des versions modifiées de l'électronique conçue initialement et correspondant aux schémas électroniques du chapitre 3. Les détails de ces modifications seront précisés dans les sous-parties concernées.

## 2. Expériences

Cette partie présente les résultats d'expériences montrant la détection simultanée sur plusieurs éléments du passage d'un VOC, pour chaque électronique de lecture.

### 2.1 Electronique DPOD

La DPOD est ici utilisée avec deux chaînes de lecture. Elle n'utilise qu'une seule PLL pour actionner les deux chaînes, qui se partagent donc l'asservissement dans le temps. La DPOD délivre les deux signaux en permanence, pendant la première moitié du cycle, la PLL suit l'élément de la première chaîne, puis pendant la seconde moitié, l'élément de la seconde chaîne. La durée d'un cycle est ici de 700 ms. Si l'on suit un de deux signaux on a donc, pendant 350 ms, le signal en boucle fermée qui suit la fréquence de l'élément de la chaîne considérée, puis pendant 350 ms, le signal en boucle ouverte, à une fréquence réglée dans le logiciel.

Sur les figures d'illustration cette fréquence a été réglée proche de la ligne de base pour faciliter la visualisation et réduire le saut de fréquence à réaliser lors de la fermeture de la boucle, car il y'a un dépassement. La Figure 131 montre en bleu le signal fourni par la DPOD pour la chaîne 1 : alternativement, le suivi de la fréquence de l'élément par la PLL, puis la fréquence de boucle ouverte. On distingue bien les allers-retours. Une première étape de filtrage donne la courbe orange, cela consiste simplement à ne considérer que les points

mesurés pendant les 350 ms de boucle fermée. En plus de cela, on distingue un overshoot avant de tendre vers une fréquence qui correspond à la fréquence à suivre. Une deuxième étape de traitement consiste donc à prendre le dernier point de chaque cycle de boucle fermée, c'est-à-dire une fois que la fréquence s'est stabilisée. On obtient ainsi un signal significatif composé d'un unique point pour chaque cycle de 700 ms pour chaque élément. Le temps pour un cycle a été choisi comme compromis entre l'échantillonnage et le dépassement à chaque fermeture de boucle.

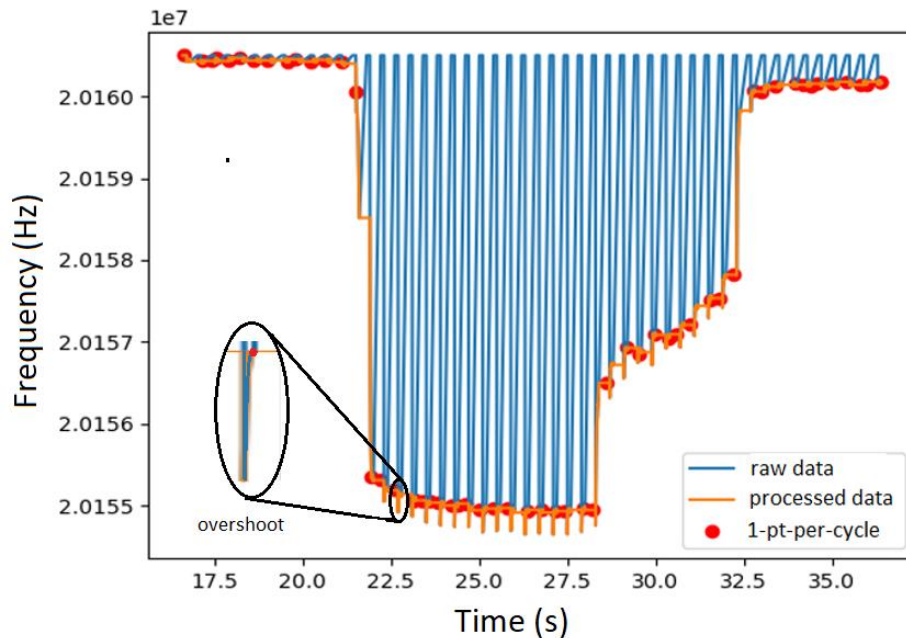


Figure 131 : Signal délivré par la DPOD lors d'une mesure multivoies à 2 éléments, et deux étapes de traitement

La Figure 132 illustre les signaux traités des deux signaux lus en quasi-simultané sur les deux chaînes de lecture. Une exposition à un VOC a lieu entre les temps 24 secondes et 28 secondes. Le signal extrait de la chaîne 1 (en bleu sur la figure b) présente une évolution plus lisse que la chaîne 2 (en orange sur la figure b) qui apparaît bruitée, lors de la ligne de base comme lors du plateau. C'est en accord avec les mesures monovoies effectuées sur la DPOD qui n'utilisaient que la chaîne 1 car elle présentait un bruit bien plus faible. La mesure multivoie ne semble donc pas dégrader la résolution en fréquence, si ce n'est pour l'échantillonnage passant de 1000 kHz à environ 1 Hz. La mesure présentée ici montre avec une confiance raisonnable la détection simultanée par deux éléments du passage du composé. Cependant il est difficile de commenter plus finement la mesure et d'affirmer que la chaîne 2 montre une sensibilité double de la chaîne 1, tant elle présente un bruit supérieur à la chaîne 1.

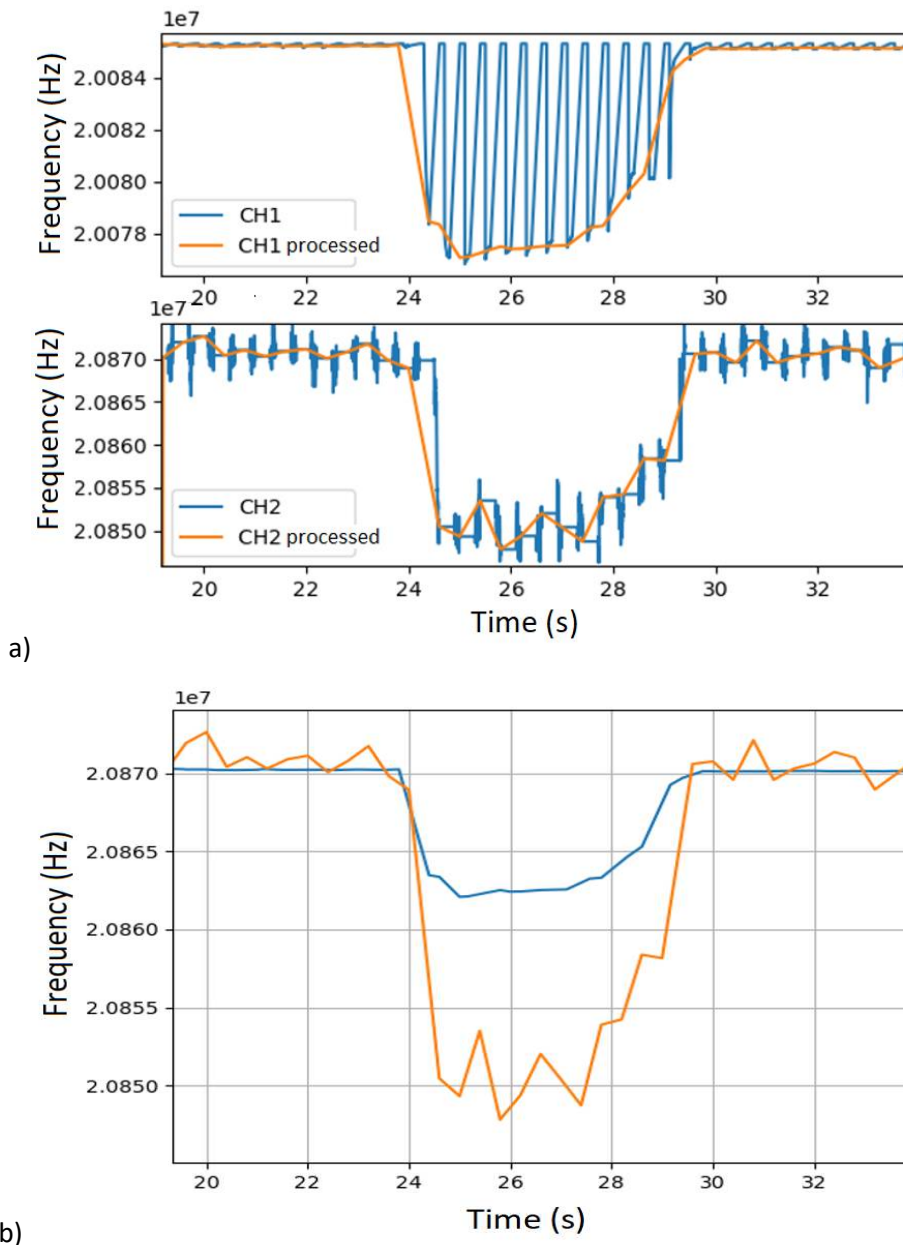


Figure 132 : Détection de VOC simultanée sur deux éléments.  
 a) Deux signaux simultanés délivrés par la DPOD, signal traité = 1 point par cycle de 700 ms.  
 b) Superposition des signaux traités, chaîne 1 en bleu, chaîne 2 en orange

Les expériences réalisées sur la DPOD n'iront pas plus loin en multivoies pour les raisons détaillées dans le chapitre 3 ; la conception de l'électronique DPOD, basée sur un actionnement simultané de tous les éléments et de chaînes de compensation individuelles, engendrait une chute d'intensité du courant traversant les éléments. Les réglages sur l'électronique DPOD ont été jugés trop peu généralisables pour quatre éléments simultanés. Le choix de poursuivre les expériences multivoies sur une électronique à boucles auto-oscillantes indépendantes a été fait.

## 2.2 Electronique discrète

L'électronique discrète est composée de quatre chaînes de lecture indépendantes, et on décrit ici les expériences qui ont permis de détecter le passage d'un composé sur quatre éléments en simultanément avec un rapport signal sur bruit important.

Dans un premier temps, on présente une caractérisation en boucle ouverte indiquant la fonctionnalité attendue des différentes configurations utilisables, quels éléments de quelles puces, et quelles chaînes électroniques. On explique ensuite les limites de cette électronique pour la réalisation d'un système multivoies. Enfin, on utilise la meilleure configuration pour réaliser une première expérience de reconnaissance de gaz.

Les différences entre les configurations sont :

- La chaîne électronique lue
- La génération de puce
- L'élément mesuré
- La fonctionnalisation de la surface
- La tension de polarisation
- Certaines valeurs de composants discrets, notamment les capacités de réglage du gain et de la phase

Il peut exister des configurations analogues, comme deux éléments de même taille et de même fonctionnalisation, sur une même puce ou sur deux puces différentes. Cela fournit des résultats sur la répétabilité intra-puce et inter-puces.

### 2.2.1 Mesures en boucle ouverte

Les premières mesures présentées correspondent au comportement de l'électronique en boucle ouverte. Les caractéristiques des courbes obtenues donnent des indications sur la fonctionnalité de la boucle auto-oscillante pour une configuration testée. Dans un premier temps, on acquiert la réponse fréquentielle en boucle ouverte, puis on note la fonctionnalité effective de la boucle auto-oscillante en boucle fermée.

#### 2.2.1.1 Respect des critères d'auto-oscillation

Pour que la boucle entre en oscillation, la réponse en boucle ouverte doit répondre à deux critères :

- Le gain doit être supérieur à 1 : le signal électrique à la fréquence considérée doit avoir une tension supérieure à la tension d'excitation
- Le déphasage doit être nul : le signal à la fréquence considérée doit être en phase avec l'excitation

On souhaite que ces deux critères soient respectés à la fréquence de résonance de l'élément considéré.

La Figure 133 montre les courbes obtenues lors du balayage en fréquence pour un élément ESA2 de 387 membranes, avec finition or, non fonctionnalisé, polarisé à 50V. L'amplitude est

ici sans unité parce qu'elle est normalisée par l'excitation afin de vérifier la validité du premier critère. La ligne horizontale noire représente le gain égal à 1. On voit ici que lors du pic de résonance, le gain dépasse un, le critère est donc respecté. Le déphasage avec l'excitation est quant à lui strictement négatif à toutes fréquences. Pour respecter le critère, il faut que la courbe atteigne la ligne horizontale noire qui représente un déphasage nul, or ici à la résonance, le déphasage vaut -12,5 degrés. D'après ces mesures en boucle ouverte, on déduit que la configuration présente n'entraînera pas d'auto-oscillation car le second critère n'est pas respecté strictement.

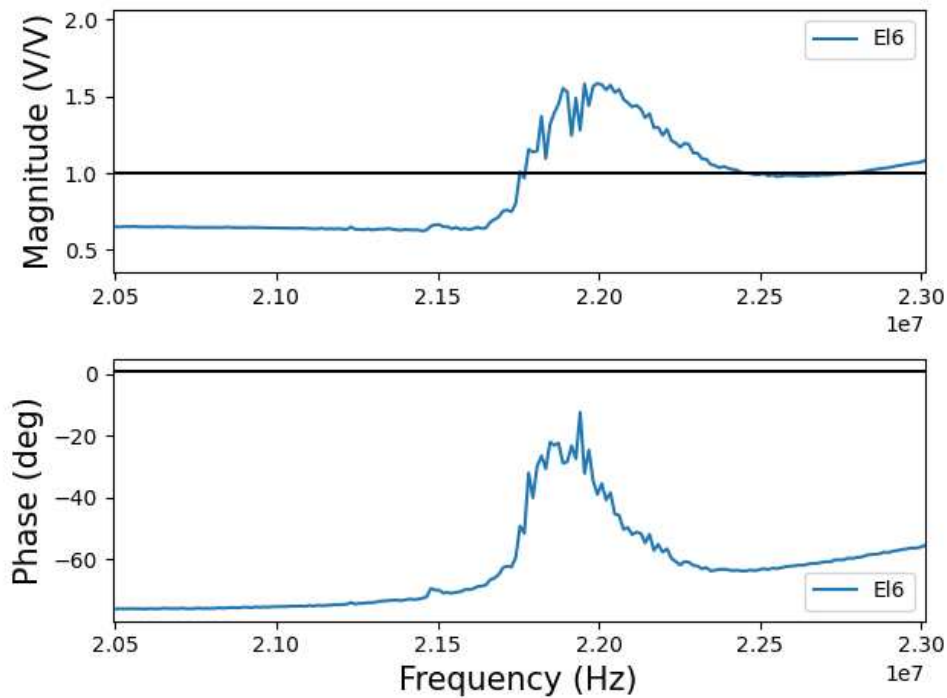


Figure 133 : Mesure boucle ouverte pour un élément ESA2 de 387 membranes, finition or

Expérimentalement, ces conditions font entrer la boucle en auto-oscillation stable. Le critère sur la phase est donc supposé souple. Par exemple, ici, il semble que suffisamment d'énergie soit transmise à la boucle pour qu'elle entre en auto-oscillation malgré 12,5 degrés de déphasage. On remarque aussi que les critères peuvent être respectés à une fréquence légèrement différente de celle correspondant à la résonance, peut-être alors que la mesure qui aurait lieu hors du pic de résonance ne serait pas optimale en termes de suivi de la résonance, de bruit en phase, de sensibilité. Une simulation qui va en ce sens est présentée en partie 3.0.

### 2.2.1.2 Résultats de caractérisation

Les mesures boucles ouvertes sont particulièrement intéressantes pour observer les tendances lorsqu'un paramètre est modifié.

La Figure 134 montre les courbes obtenues pour une gamme de tension de polarisation, de 20V à 50V, par pas de 5V. L'élément considéré ici est de type ESA2, 762 membranes, finition or. Comme attendu d'après les équations comportementales, et comme observé lors des caractérisations électriques hors électronique discrète, le maximum d'amplitude de l'impédance se déplace vers des fréquences plus basses et atteint une valeur plus élevée lorsque la tension de polarisation augmente. De même la remontée de phase est plus importante pour

les tensions plus élevées. L'utilité de ce graphe où les critères à respecter sont matérialisés par les lignes noires horizontales est qu'il est clair que l'augmentation de la tension de polarisation favorise l'auto-oscillation des boucles.

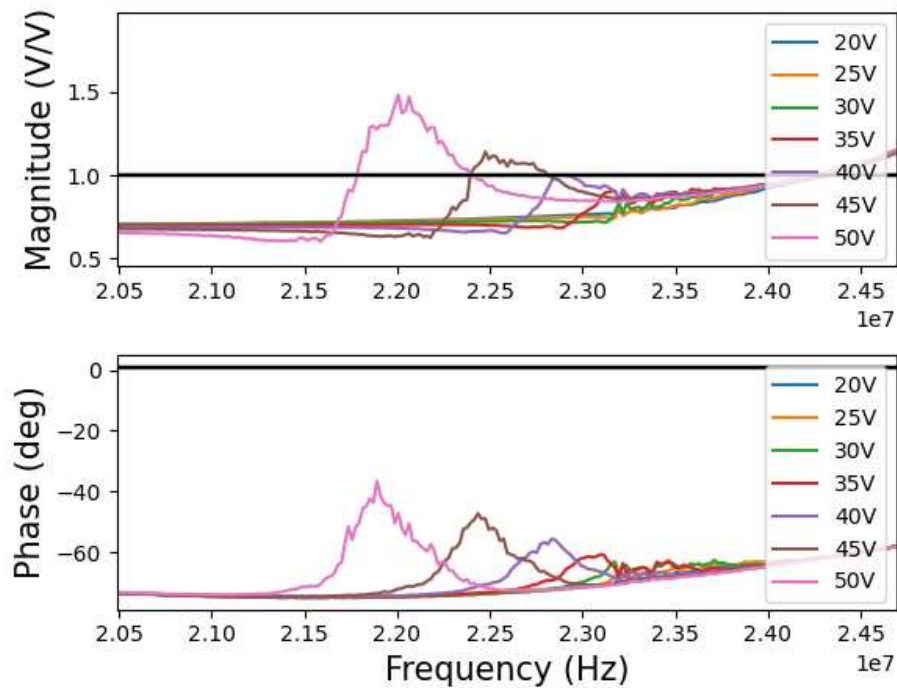


Figure 134 : Mesure boucle ouverte sur un élément ESA2 de 762 membranes lors d'une gamme de tension de polarisation

Des mesures en boucles ouvertes ont également été réalisées sur les quatre éléments identiques d'une même puce, afin de vérifier la similarité des réponses fréquentielles. La Figure 135 montre les courbes obtenues pour 4 éléments de 387 membranes d'une puce ESA2 avec finition or. Ils ont la caractéristique d'être chacun relié à une chaîne électronique de lecture.

La réponse de l'élément 11 semble bien distinct des réponses des autres éléments : son gain est environ double à tout instant, et sa phase est 15 degrés plus faible. Une expérience similaire sur une autre puce donne les mêmes résultats avec les mêmes valeurs pour l'élément relié à la même chaîne. On en déduit que la différence de comportement peut être attribuée à la chaîne n°3, dont on a vérifié la similarité aux autres chaînes au niveau des composants de la carte mère. On s'attend à un comportement en boucle fermée pour la chaîne 3 différent de celui des autres chaînes.

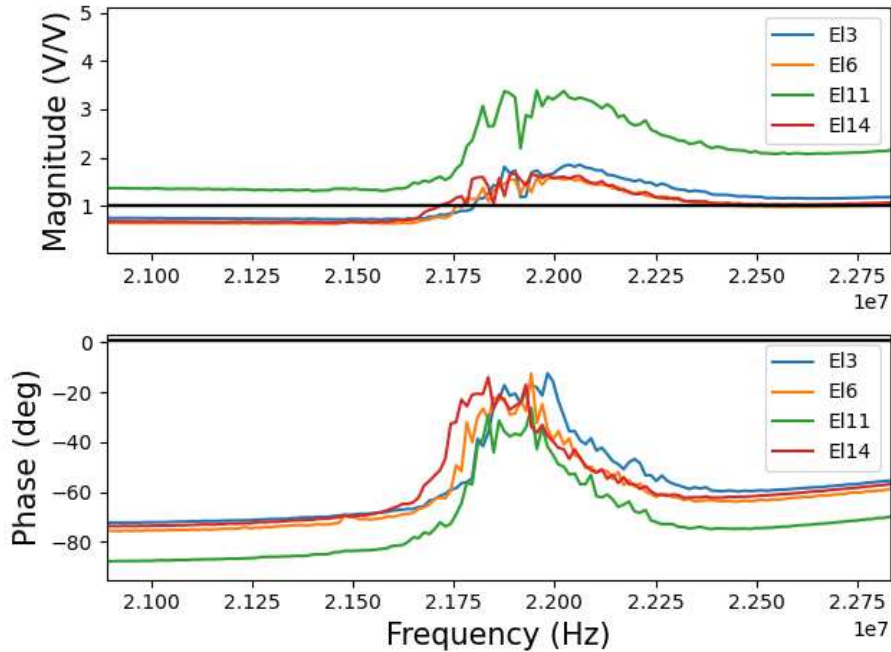


Figure 135 : Mesures boucle ouverte sur 4 éléments ESA2 de 387 membranes, un relié chaque chaîne

Seules trois expériences ont été décrites ici à des fins d'illustration de la méthode expérimentale et des déductions possibles d'après les courbes. Les expériences réalisées ont couvert l'ensemble des conditions énumérées en introduction de cette partie 2.2. et les conclusions sont les suivantes.

Concernant le respect des critères théoriques :

- Le critère de gain supérieur à 1 est fréquemment respecté
- Le critère de phase égale à zéro n'est presque jamais atteint
- Augmenter la tension de polarisation favorise le respect des critères
- Augmenter le nombre de membranes qui compose l'élément lu favorise le respect des critères
- Les puces ESA1 ont tendance à plus respecter les critères que les puces ESA2
- Les capacités de réglage n'aident pas à respecter les critères :
  - o Augmenter la capacité prévue pour le réglage du gain fait remonter le gain mais diminuer la phase
  - o Augmenter la capacité prévue pour le réglage de la phase fait diminuer le gain et la phase

Des résultats empiriques :

- Le respect des critères en boucle ouverte n'est pas relié de manière évidente à l'auto-oscillation en boucle fermée
  - Un critère « souple » sur la phase, à environ 20 degrés près, expliquerait beaucoup de cas d'auto-oscillation
  - On peut attendre de la chaîne 3 un comportement différent de celui des trois autres

En conclusion, les conditions d'auto-oscillations sont réunies dans un nombre limité de cas. La prochaine sous-partie décrit les limites de ce système et la suivante une expérience réalisée dans la meilleure configuration fonctionnelle.



## 2.2.2 Limites

On a vu les limites de fonctionnalité du système utilisé pour la réalisation d'études sur la lecture multivoies de CMUTs. Ces résultats sont causés par l'électronique, les puces CMUT utilisées, mais en particulier l'adéquation entre les deux.

### 2.2.2.1 Puces fonctionnelles

On constate en boucle fermée qu'un très grand nombre de configurations ne permettent pas de faire entrer l'électronique en auto-oscillation. Au-delà de toute question de performance lors d'exposition à des composés, cela signifie qu'il est simplement impossible de réaliser une mesure de fréquence d'oscillation. La plupart de ces cas se comprennent d'après les tendances observées sur les mesures boucles ouvertes décrites précédemment. Ainsi, les puces ESA2 présentent un gain trop faible et une remontée de phase insuffisante, aucune d'entre elles ne possède d'élément qui oscille. Pour les puces ESA1, réduire le nombre de membranes a un fort impact sur gain et phase, et au final seuls les plus gros éléments, composés de 1463 membranes font entrer la boucle en auto-oscillation.

Le système présenté ici ne permet donc pas d'études sur les puces ESA2, normalement optimisées par rapport aux puces ESA1, et aux possibilités de fonctionnalisation plus nombreuses, ni d'étude sur l'impact du nombre de membranes d'un élément sur ses performances sous gaz, expérience essentielle pour estimer les possibilités de miniaturisation d'un nez électronique à base de CMUT.

### 2.2.2.2 Tension acceptable

On observe une claire tendance à l'augmentation des cas d'auto-oscillation lorsque la tension de polarisation augmente. En général l'oscillation survient entre 40V et 50V. Or, deux raisons empêchent de travailler à des tensions plus élevées. La première est que la carte électronique a été conçue pour fonctionner sur la plage 20V-50V, et que les composants physiquement présents sur la carte sont garantis jusqu'à 50V. La seconde raison est que 50V est une tension proche de la tension de pull-in des CMUTs utilisés. Le cas d'usage est différent ici mais il est connu que, lorsqu'ils sont utilisés en émission, les CMUT sont d'autant plus performants qu'ils sont polarisés proche de leur tension de pull-in, car alors leur coefficient de couplage électromécanique est maximal, c'est-à-dire que le maximum d'énergie mécanique est créé de l'énergie électrique fournie. On verra plus tard qu'augmenter ce coefficient est également bénéfique ici, donc que les CMUT sont performants proche de leur tension de pull-in. Or, pour les tensions proches du pull-in, le mouvement oscillant de la membrane la fait entrer en contact avec le fond de la cavité, emprisonnant des charges électriques dans l'oxyde de fond de cavité. Cet effet de charge se manifeste sur les expériences avec un effet similaire à une augmentation de la tension de polarisation. Cette augmentation de la tension de polarisation apparente approche encore plus le CMUT du pull-in, créant une boucle de rétroaction positive. Le travail proche du pull-in crée donc des conditions idéales pendant quelques secondes avant de s'emballer et de rendre les CMUTs inopérants. Les charges mettent plusieurs heures à être évacuées.

Pour résoudre ces problèmes il faut concevoir des dispositifs CMUTs dont la réponse fréquentielle en boucle ouverte est meilleure dès les basses tensions, ou qui présente une réponse comparable à celles mesurées ici en fonction de la tension mais qui possède un pull-in nettement plus haut. Il est également nécessaire d'utiliser une électronique compatible avec les tensions souhaitées. Des leviers de design identifiés pour améliorer cela sont présents en 3.2.

### 2.2.3 Mesures à 4 voies

Cette partie présente des mesures de suivi de fréquence de résonance en fonction du temps lors d'une injection de composé. Elles sont réalisées en boucle fermée sur 4 voies, sur différents éléments de plusieurs puces, lors d'expositions à différents COVs.

On a vu précédemment que la fréquence d'oscillation de base peut différer d'un élément à l'autre. Cette différence atteint sur les quatre éléments utilisés ici, 110 kHz lors de ces expériences. Afin de représenter la variation de fréquence causée par le gaz lors de l'injection, de l'ordre du kilohertz. On représente donc sur les figures la variation de fréquence, par rapport à la première valeur de fréquence mesurée sur cette même chaîne. Ainsi tous les signaux commencent à zéro. La fréquence d'oscillation est notée pour chaque élément dans la légende avec quatre chiffres significatifs.

La Figure 136 représente le suivi de la fréquence d'oscillation de quatre éléments en simultané, lors de l'injection de Nonane à 2200 ppmv et de Butanol à 4000 ppmv sur une puce avec finition SiN.

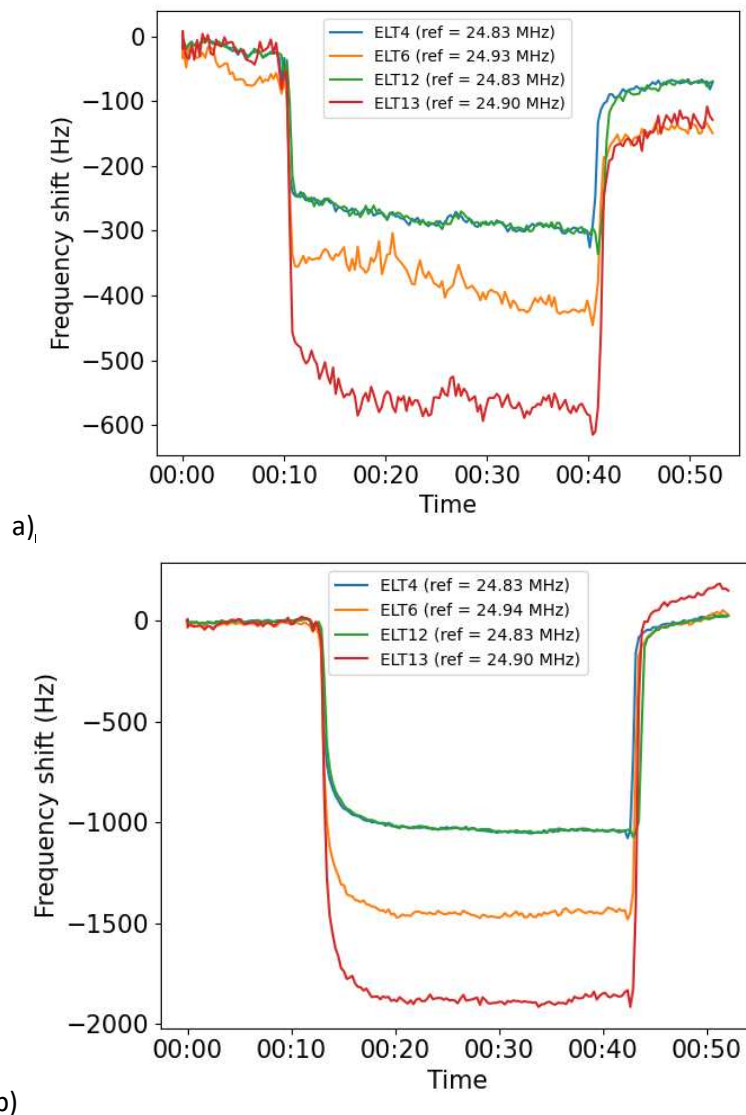


Figure 136 : Suivi de la fréquence d'oscillation de 4 éléments en simultané.  
a) Nonane à 2200 ppmv b) Butanol à 4000 ppmv

On observe que le signal individuel de chacun des capteurs correspond au comportement attendu : une baisse de la fréquence de résonance lors de l'injection de composé jusqu'à un plateau, une fréquence stable hors injection, et un retour de la fréquence de résonance à son niveau initial après l'injection, relié à la désorption du composé en surface. La baisse de fréquence lors de l'injection du composé est visible en simultané sur les quatre courbes, de même que la désorption.

La différence entre les deux figures montre les différences entre les configurations possibles. En pratique, les sauts de fréquence, le bruit en fréquence, la similarité entre les chaînes varient en fonction des composés injectés dans le flux, de la puce utilisée, des éléments sélectionnés. Comme expliqué précédemment dans les limites de ce système, plusieurs configurations ne permettent même pas de faire osciller les boucles, tandis que la Figure 136-b) représente la combinaison qui présente les signaux individuels pour chaque capteur les plus propres vis-à-vis du comportement attendu, en rapport signal sur bruit, en stabilité temporelle.

Les variations de fréquence de résonance lors de l'injection sont importantes. Par exemple, sur la Figure 136-b), la variation de fréquence de résonance est très différente entre l'élément 13, l'élément 6, et les éléments 12 et 4. La différence atteint 100%, c'est une différence qui ne s'explique par aucune dispersion dans les caractéristiques électromécaniques des membranes. Un signal double lors d'une même exposition à un composé correspond à une sensibilité double. Les sensibilités à un même composé entre différents éléments en simultané peuvent dépendre de la sensibilité massique des éléments, ou de leurs propriétés chimiques d'adsorption, or ces deux paramètres n'expliquent pas l'écart observé. Un tel écart de sensibilité massique qui proviendrait physiquement des éléments est exclu par les caractérisations, car il nécessiterait une masse des membranes double d'un élément à l'autre. Cette différence pourrait provenir de la quantité de composé adsorbée en surface des capteurs. Les éléments observés ici ne sont pas fonctionnalisés mais on peut noter que les expériences d'Aryballe réalisées sur des dispositifs avec finitions or fonctionnalisés ont montré une modification des propriétés d'adsorption de l'ordre de 5% entre différentes fonctionnalisations. Les différences observées sont donc plus importantes qu'attendues, même après modification des propriétés chimiques par des peptides. Une hypothèse serait une pollution irréversible des éléments non fonctionnalisés, entraînant une forte diminution du nombre de sites d'adsorption disponibles, variant localement, donc diminuant de manière différenciées les sensibilités aux composés des différents éléments. Cette hypothèse indiquerait que la sensibilité d'une surface fonctionnalisée, donc protégée, serait supérieure à celles observées ici. Cette hypothèse semble invalidée par les différences intra-puces plus importantes qu'inter-puces ; la chaîne 4 est systématiquement celle qui donne un signal double de la chaîne 1, or il est hautement improbable que les éléments se polluent avec la même répartition sur des puces disjointes. Finalement, il ne reste qu'une différence électronique entre les chaînes pour expliquer ce phénomène. Les différences observées en boucle ouverte entre les chaînes pour expliquer ces observations, pourraient donc induire une différence de sensibilité aux COVs. Une simulation qui va en ce sens est présentée en partie 3.3.

On peut imaginer calibrer les différences de sensibilités entre les chaînes à l'aide d'un composé qui posséderait une sensibilité quasi-identique sur un large panel de fonctionnalisations. Alors, on peut normaliser les réponses de chacune des chaînes d'après cette mesure, tout en conservant les modulations permises par des fonctionnalisations différentes sur chaque élément. Néanmoins, dans le cas d'un bruit en fréquence équivalent sur les différentes chaînes avant calibration, cette méthode ne résout pas les disparités de performances en SNR entre les chaînes.

La fréquence d'oscillation mesurée pour les éléments 4 et 12, en bleu et vert, est la même à chaque instant. Un comportement identique à ce point, pour la fréquence en valeur absolue,

comme pour les variations, semble indiquer un « couplage » entre les éléments. Ce phénomène est problématique car deux dimensions sur les quatre disponibles sont parfaitement corrélées, réduisant ainsi de une le nombre de dimensions pertinentes des signatures olfactives.

Il a été observé avec certitude sur l'électronique discrète et sur l'électronique avec ASIC, sur plusieurs puces avec finition or et SiN, de génération ESA1 et ESA2. Il n'est pas systématique dans les configurations où il survient, si bien qu'il n'a pas été possible de définir des règles strictes dans lesquelles il se produit. Le couplage est observé entre 2 ou 3 éléments parmi les 4 chaînes. Les éléments actionnés en simultanément, généralement de même taille, sont souvent à proximité sur les puces, en particulier sur ESA1, toutefois, les éléments couplés ne sont pas forcément les plus proches géométriquement, et sont même parfois de part et d'autre d'un élément non couplé.

Ce phénomène de couplage manifeste une interférence entre les deux éléments. Au-delà d'un phénomène de « cross-talk » ou diaphonie, qui signifie qu'une partie d'un signal se répercute sur un autre, on a ici une similitude totale entre les mesures. Les éléments ne se comportent pas de la même manière lorsqu'ils sont actionnés seul ou à 4, comme l'a montré la sous-partie précédente. On ne peut donc pas affirmer que le signal lu correspond au comportement individuel d'un de deux éléments, ou qu'il est un signal autre, mélange du comportement des deux éléments.

Les hypothèses sur les origines de ce phénomène sont principalement :

- Une transmission d'onde mécanique par le silicium

Le silicium est un matériau rigide dans lequel peut se propager une onde mécanique. Il existe des dispositifs électroniques séparés par des tranchées pour éviter ces phénomènes. En considérant le fonctionnement des boucles auto-oscillantes : il est possible qu'une contribution parasite d'un élément, initialement d'amplitude faible, se retrouve mécaniquement dans l'oscillation d'un élément voisin, et que le filtrage de la boucle amplifie fortement cette fréquence particulière pour la rendre prépondérante. Le couplage observé entre des éléments non consécutifs est en revanche un argument contre cette hypothèse.

- Une transmission d'onde acoustique par l'air au-dessus des éléments

Les CMUTs peuvent être utilisés comme des émetteurs d'onde acoustique dans l'air [1]. La chambre fluide mesure 160 microns. Il est possible que le mouvement d'un élément émette une onde qui se répercute contre le capot et vienne modifier la charge acoustique en face avant d'un élément voisin à une fréquence correspondante. L'éloignement entre les éléments et la géométrie des réseaux de membranes rendent peu probable la génération d'une telle onde influente à une telle distance.

- Une transmission électrique par les pistes

Les longues pistes des puces peuvent agir comme des antennes et entrer en résonance à une fréquence correspondant au signal d'une piste voisine. On a jusqu'ici considéré que les signaux lus représentaient effectivement la fréquence d'oscillation physique des éléments mais il est également possible que ce soit uniquement le signal d'un élément qui soit lu par une autre chaîne de lecture, qui transmettrait alors une deuxième fois le signal de cet élément, et non une représentation fidèle de l'élément à laquelle elle est connectée.

Une expérience qui fournirait des indications quant aux raisons de ce couplage peut être réalisée à l'aide des appareils de caractérisation électronique sous pointe. Il faut utiliser une première puce, composée de deux éléments côte à côte, et une seconde puce, clivée de telle manière à séparer physiquement deux éléments mais placés néanmoins au plus proche sans que le silicium ne se touche. Il faut alors pour chacune des puces actionner un élément à sa

fréquence de résonance, et lire le signal sur l'autre élément, comme l'illustre la Figure 137. Si l'on mesure un mouvement des membranes de l'élément lu mais non actionné dans le premier cas et plus dans le second, à une fréquence correspondant à celle du signal d'actionnement, alors du signal se transmet d'un élément à l'autre, sans se propager par le silicium.

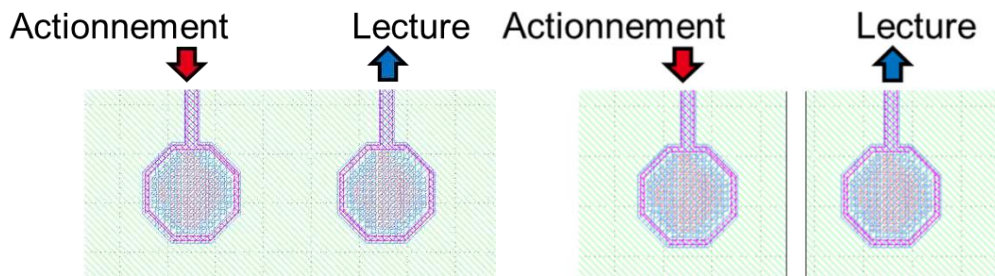


Figure 137 : Expérience pour invalider la propagation d'une onde par le silicium

Pour éviter ce phénomène aujourd'hui, sans en avoir identifié la cause, il faut actionner les éléments successivement pour que seul l'élément mesuré soit actionné à sa fréquence de résonance. Il est possible de réaliser cela avec une carte d'actionnement qui peut appliquer une tension de polarisation différente à chaque élément. Lorsqu'un élément est mesuré, il est polarisé à la tension choisie pour les expériences, tandis que les autres sont polarisés à une tension différente, les faisant osciller à une fréquence différente par effet de softening [2]. L'actionnement séquentiel présente un défaut majeur. Il entraîne un temps nécessaire pour la mesure sur chaque élément, diminuant la fréquence d'échantillonnage des données acquises lors d'une mesure en temps réel, d'autant plus que le nombre de chaînes de lecture est important. S'il faut 60 millisecondes pour actionner un élément et décaler les autres, que cet élément atteigne la fréquence d'intérêt et que la mesure soit enregistrée avec une incertitude faible, un nez à 16 éléments fournirait pour chaque élément un seul point par seconde.

## 2.2.4 Expériences 4 voies, résultats et analyse

Les conditions qui fournissent les signaux les plus stables et les moins bruités sont choisies pour réaliser une expérience de comparaison et de répétabilité des passages de gaz en multivoies. Ces conditions correspondent à l'utilisation d'une puce ESA1 avec finition SiN, non-fonctionnalisée. On utilise en particulier quatre éléments de 1463 membranes.

La mesure élémentaire présentée jusqu'ici, consistant à mesurer quatre éléments lors d'un passage de composé, a été reproduite cinq fois pour chacun des quatre COV suivants : Nonane (A),  $\beta$ -pinène (B), Butanol (C), Octanol (O).

Les réponses brutes obtenues sont pour chaque mesure, quatre variations de fréquences, une pour chacune des chaînes. La Figure 138 illustre ces signatures brutes à quatre dimensions pour une mesure de chaque composé parmi les 5 réalisées pour l'expérience présentée ici. Ces signatures sont ensuite normalisées : on extrait les variations de fréquences brutes pour chacun des éléments pour former un vecteur : par exemple la Figure 136-b) correspond environ au vecteur à quatre dimensions (-1000 Hz ; -1500 Hz ; -1000 Hz ; -2000 Hz). On normalise les valeurs obtenues au sein du vecteur en renvoyant la plus faible variation à 0, la plus forte à 1, et les variations intermédiaires à une valeur proportionnelle à leur écart brut. Par exemple, la signature précédente devient (0 ; 0,5 ; 0 ; 1). Cela permet de s'affranchir des variations de concentrations entre différentes mesures, par exemple, une injection à une concentration double de celle-ci, en supposant des sensibilités aux COV en Hz/ppmv identiques, donnerait

(-2000 Hz ; -3000 Hz ; -2000 Hz ; -4000 Hz), ce qui donne également (0 ; 0,5 ; 0 ; 1). La signature olfactive est ainsi une représentation du composé, indépendante de sa concentration pour un capteur linéaire. On peut voir sur les réponses C et O que les réponses relatives sont fortement comparables, quand l'intensité varie fortement. On attend de deux alcools qu'ils aient une signature olfactive proche, mais les volatilités, donc les concentrations dans le flux de ces deux composés diffèrent. Ce point souligne le rôle de la normalisation pour s'affranchir de la dépendance à la concentration des composés.

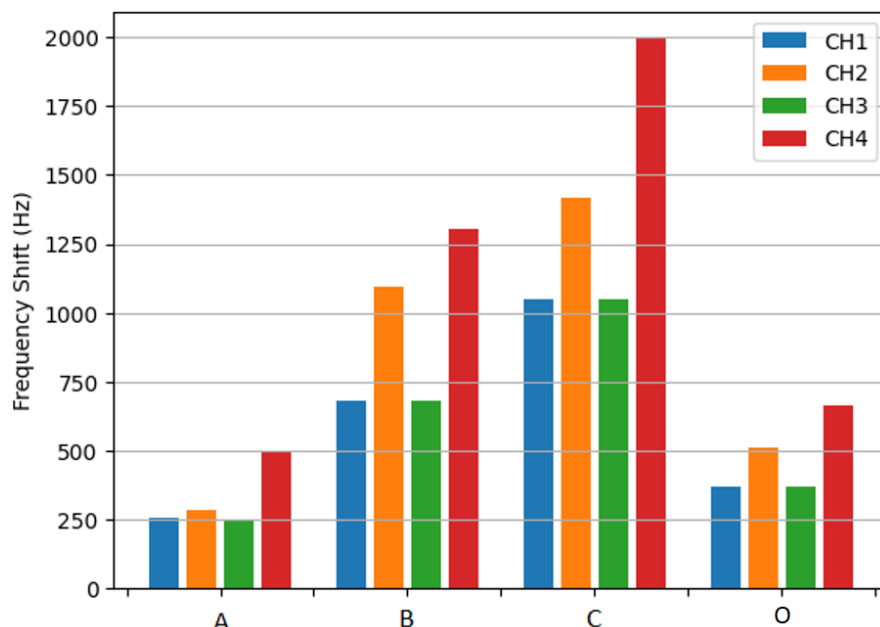


Figure 138 : 4 signatures brutes, un exemple par COV.

Pour quantifier la discrimination, on peut calculer la matrice de distance réduite entre les COVs. Cela consiste en un calcul de distance euclidienne entre chacune des mesures normalisées, qui forme la matrice de distance, puis en la moyenne de toutes les mesures d'une catégorie avec les autres, qui forme la matrice de distance réduite. La matrice de distance réduite de l'expérience décrite précédemment se trouve dans le Tableau 20. Par exemple, on y lit qu'en moyenne les vecteurs des mesures de Nonane sont en moyenne à une distance de 0.365 des autres vecteurs de Nonane (case A-A), contre une distance de 0.555 des vecteurs de  $\beta$ -pinène (case A-B). Une matrice de distance témoignant d'une excellente discrimination entre les classes de composé aurait des distances très faibles sur la diagonale, et très élevées en dehors de la diagonale.

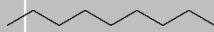



	A: Nonane 	B: $\beta$ -pinène 	C: Butanol 	O: Octanol 
A	0,365	0,555	0,562	0,758
B	0,555	0,556	0,494	0,631
C	0,562	0,494	0,098	0,287
O	0,758	0,631	0,287	0,386

Tableau 20 : Matrice de distance réduite

Sur cette matrice on lit notamment que :

- Les mesures de nonane et butanol sont plus proches entre elles que de n'importe quelle autre classe de COV.
- Les mesures de butanol sont la classe de composé la plus proche avec elle-même
- Les alcools (butanol et octanol) sont proches entre eux, cohérent avec leur nature chimique proche.

Ces trois résultats sont assez visuels sur l'analyse en composantes principales (ACP) présentée en Figure 139 : les signatures olfactives extraites des 20 mesures peuvent être visualisées par cet outil de traitement de données. Il consiste en la réduction du nombre de dimensions, selon les axes les plus discriminants d'après les données traitées. Ici on réduit les vecteurs de 4 dimensions à 2 nouvelles dimensions, combinaisons linéaires des 4 d'origine. Une ACP à deux dimensions permet de représenter les données dans un plan, choisi pour disperser au mieux les données.

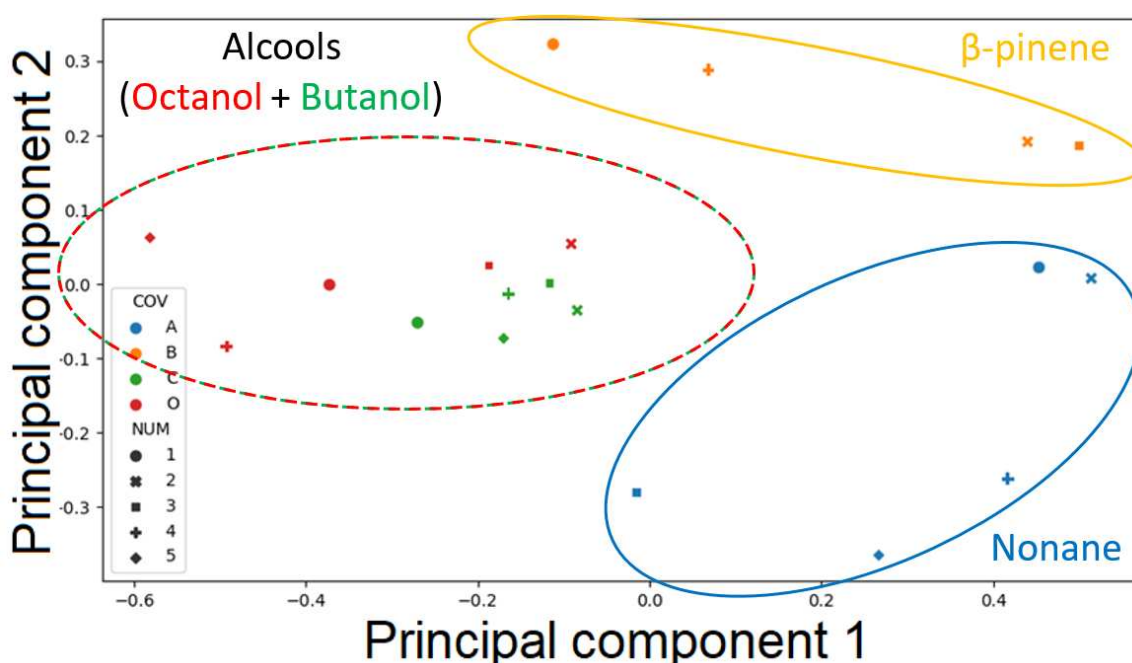


Figure 139 : Analyse en composantes principales de l'ensemble des mesures lors d'une expérience de passages de gaz

Sur la Figure 139, un code couleur distingue les données correspondant à chaque type de COV. Des zones sont dessinées pour souligner une séparation entre les alcools, le Nonane, et le  $\beta$ -pinene. On peut voir sur cette ACP que les mesures correspondant aux différents composés sont séparées entre elles, ce qui est un résultat de discrimination de COV positif. Les cinq mesures de butanol sont très proches entre elles, et proches des cinq mesures d'octanol, ce qui s'explique par la similarité de ces molécules faisant partie de la classe des alcools. Les mesures de nonane ne sont pas particulièrement proches les unes des autres mais se situent dans une même partie de l'espace de représentation, séparé des mesures d'autres espèces. Le même commentaire peut être fait à propos du  $\beta$ -pinene.

Certes, le discernement visuel de groupes de COV est fortement influencé par les couleurs et les cercles pointillés : il serait compliqué de les distinguer intuitivement sans la connaissance préalable de la correspondance entre les COV et les points. Cependant, les données sont ici composées originellement de 4 dimensions non différenciées chimiquement, et un système final est destiné à être composé de 16 à 64 dimensions. De plus, deux capteurs ont été

systématiquement couplés, comme on le voit sur la Figure 136, réduisant le nombre de dimensions pertinentes à 3. Pour un système de mesure fournissant des signatures olfactives à trois dimensions, une distinction est observée. On peut la nuancer par la méthode de l'ACP qui peut créer des artefacts de discrimination des composés, par exemple par l'intensité des signaux, même après normalisation. Des résultats robustes nécessitent sans aucun doute l'utilisation de plus de dimensions et un plus large panel de composés testés.

On peut la comparer avec une ACP de la littérature présentée par Stedman *et al* en 2017 et reproduite en Figure 140. Elle est réalisée avec un nez électronique CMUT composé de 7 éléments, donc 7 dimensions. Les classes de composés sont visuellement très proches entre elles, la discrimination est bonne. Cependant, l'axe de différenciation horizontal n'est qu'une détection binaire de l'eau, qui peut être fournie par une dimension à détection spécifique. Il faut donc être vigilant avec les résultats obtenus uniquement d'après une ACP.

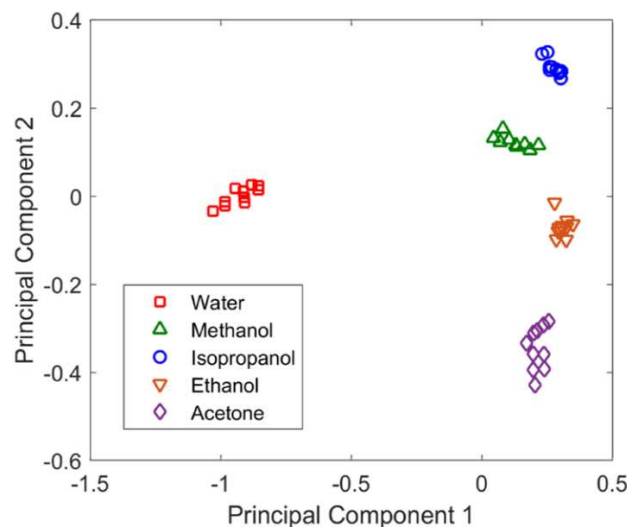


Figure 140 : Analyse en composantes principales réalisée sur un nez électronique CMUT présenté par Stedman [2]

## 2.3 Electronique avec ASIC

L'électronique avec ASIC permet une troisième étape dans la réalisation de mesures multivoies. Le principe de fonctionnement est celui des boucles auto-oscillantes, il est donc attendu un comportement analogue à celui obtenu avec l'électronique discrète. Des améliorations sont attendues grâce à l'intégration électronique plus complète qui permet en théorie d'augmenter la similarité entre les 4 chaînes, ainsi que de diminuer les capacités parasites du circuit, donc d'améliorer le signal électrique mesuré.

### 2.3.1 Mesures en boucle ouverte

Des mesures en boucle ouverte ont été effectuées pour évaluer les tendances de comportement des éléments en fonction des variables disponibles entre toutes les configurations de puces et de réglage, de manière analogue aux plans d'expériences réalisés avec l'électronique discrète. La Figure 141 illustre deux expériences réalisées : le graphe a)



montre une gamme de tension de polarisation sur un élément ESA1 et le graphe b) l'influence de la capacité de réglage du gain sur un élément ESA2.

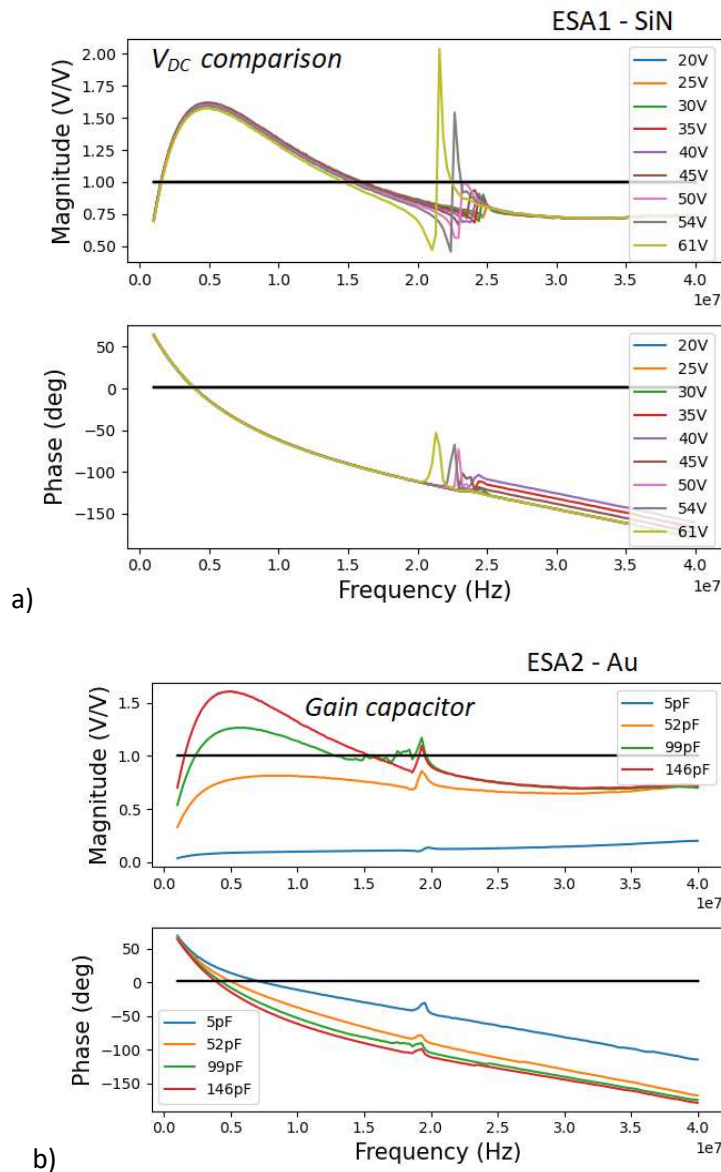


Figure 141 : Mesures en boucle ouverte et respect des critères d'oscillation  
 a) Gamme de tension de polarisation sur ESA1  
 b) Gamme de capacité de réglage de gain sur ESA2

Sur la Figure 141-a), on constate la tendance attendue au respect des critères lorsque la tension de polarisation augmente. Exceptionnellement, sur la génération ESA1, il a été possible de prendre des mesures rapides aux tensions de 54V et 61V. Comme attendu, l'accroissement des modules et phases est important pour ces tensions élevées, ce qui souligne l'importance de la tension de pull-in dans le design des éléments car la tension de polarisation influence beaucoup sur les performances. La Figure 141-b) illustre le compromis à réaliser au niveau du réglage de l'électronique lors du choix des composants, ici un condensateur, entre respecter le critère de gain et celui de déphasage. Sur la génération ESA2 il est ici évident avec le cas 5 pF que même avec une phase remontée au maximum, le critère de gain n'a aucune chance d'être respecté.

Ces mesures boucles ouvertes sont à mettre en face des observations en boucle fermée : avant réglage des capacités, réalisé à la suite des mesures boucles ouvertes, aucun élément n'entraîne en oscillation. Après un réglage des capacités de gain et de phase pour optimiser le respect des critères, un point de fonctionnement en boucle fermée a été trouvé sur trois éléments d'une puce ESA1 (Figure 142) avec finition SiN. Il est survenu à une tension de polarisation trop proche de son pull-in, ce qui a causé l'instabilité de l'auto-oscillation au bout de quelques secondes. Pour ESA2, en concordance avec les mesures boucles ouvertes moins favorables au respect des critères, aucun compromis n'a permis d'obtenir de point de fonctionnement en boucle fermée.



Figure 142 : Auto-oscillation brève pour puce Nu1

## 2.3.2 Mesure 4 voies

Dans la partie 3, une méthode basée sur des simulations de l'électronique est présentée. D'après les résultats obtenus et les modifications du circuit adéquates, il a été possible de faire fonctionner de manière stable une puce ESA2. Ces résultats sont présentés ici.

La Figure 143 représente une injection de nonane à 1500 ppmv sur quatre éléments de 1262 membranes d'une puce ESA2 avec finition or. On peut lire 4 signaux distincts, sur lesquels l'injection de COV est visible par une diminution de la fréquence d'oscillation. La sensibilité que l'on peut calculer pour chaque chaîne présente une forte variabilité : les valeurs se situent entre 0,66 Hz/ppmv et 4,33 Hz/ppmv. Ce sont des sensibilités plus importantes que celle mesurées sur les électroniques DPOD et à composants discrets.

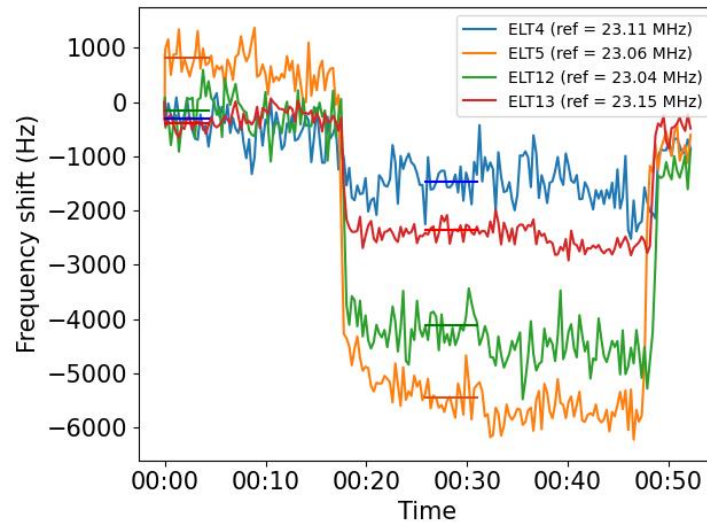


Figure 143 : Suivi de la fréquence d'oscillation de 4 éléments en simultané.

Les mesures réalisées sur ce système lors d'une expérience comparable à celle présentée précédemment dans la partie 2.2.4 n'ont pas permis de générer des résultats pertinents à analyser. Cela s'explique par des points de fonctionnements instables, une chaîne de lecture bruitée et un couplage omniprésent entre deux chaînes. Les signatures olfactives obtenues avec au maximum 3 dimensions se montrent moins pertinentes que celles présentées avec l'électronique discrète.

En conclusion, l'électronique à ASIC montre sa capacité à générer des signatures olfactives à 4 voies avec des sensibilités satisfaisantes (Figure 143). Le système électronique nécessite des réglages et des réparations avant de permettre la réalisation d'une expérience de reconnaissance de COVs satisfaisantes, la possibilité d'obtenir 4 dimensions distinctes promet des résultats de discriminations supérieurs à ceux présentés dans la matrice du Tableau 20 ou sur la Figure 139.

## 2.4 Etude sur la dispersion entre éléments

La réalisation de la fonction nez électronique se base sur les différences de comportement entre les éléments qui composent la puce. Il est cependant essentiel de pouvoir attribuer ces différences au comportement chimique et aux différentes fonctionnalisations. Les caractérisations réalisées après la fabrication indiquent déjà une différence de comportement entre les éléments bruts, sans fonctionnalisation et non connectés à une électronique.

Les caractérisations sous pointes réalisées sur les 4 éléments de 1262 membranes d'une puce ESA2, finition or, montrent un écart-type dans les fréquences de résonance de **0,15 %** et un écart maximal de **0,28 %**.

Il est à ce stade possible de quantifier la dispersion des comportements pour des contextes correspondant au plus proche à leur utilisation dans un système multivoies. L'expérience consiste en mesurer une réponse lors d'un stimulus maîtrisé et purement électromécanique, pour éviter les différences causées par des phénomènes chimiques. Le signal mesuré est la variation de fréquence de résonance, en réponse à une gamme de tension de polarisation. La plage utilisée est 20V – 50V, par pas de 5V. La fréquence d'oscillation chute lorsque la tension

augmente comme le prévoit l'effet de softening. Un exemple de mesure est présent en Figure 144, chaque palier horizontal correspond à une tension de polarisation. Sur la courbe on voit le passage par 20V, obligatoire par construction de l'électronique, entre chaque tension de la gamme, ainsi qu'un dépassement momentané qui survient lors du changement de tension.

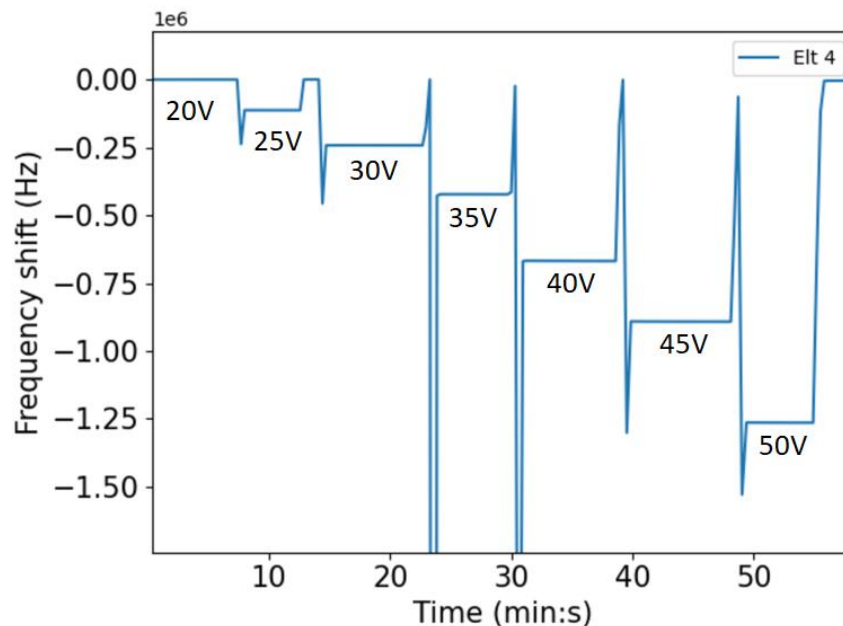


Figure 144 : Mesure de fréquence lors d'une gamme de  $V_{DC}$  pour un élément seul

Les configurations testées ici sont :

- Les différences entre éléments d'une même puce, sur le banc actionné par l'électronique discrète
  1. Connectés individuellement
  2. Actionnés à 4 en simultané
- Les différences pour un même élément entre deux expériences identiques successives, sur le banc actionné par l'électronique discrète
  3. Lorsque connecté seul
  4. Lorsque les 3 autres éléments sont connectés
  5. Entre son comportement seul et son comportement à 4 éléments connectés

Les écarts entre les variations de fréquences mesurées dans les différentes configurations sont résumés dans le Tableau 21. Toutes les configurations sont réalisées sur 1 ou 4 éléments de 1463 membranes d'une puce ESA1 finition or.

La configuration 1 compare les mesures réalisées individuellement pour 4 éléments de la même puce, chacun relié à une chaîne de lecture différente. Lors d'une mesure, les 3 autres éléments ne sont pas connectés pour obtenir le comportement pur du couple élément/chaîne considéré. On cherche ici à quantifier la variabilité entre les éléments d'une même puce. Les résultats sont un écart moyen entre les variations de fréquence de **1,7 %**, et un écart maximal de **5 %**. L'écart moyen entre les éléments d'une même puce est plus important que ce qu'indiquaient les caractérisations électriques. On peut observer des différences de saut de fréquence jusqu'à 5 % entre deux éléments imputables à un même stimulus. L'actionnement par l'électronique a dégradé la similarité entre les éléments d'une même puce, peut-être que l'on peut voir ici une indication sur la dissemblance des chaînes de lecture.

La configuration 2 est comparable à la première, à ceci près que les mesures des 4 éléments sont réalisées en simultanément. On cherche à observer une influence de l'actionnement multivoies en simultanément des 4 voies. Sur la Figure 145, les lignes horizontales non superposées pour un même palier montrent les différences entre les variations de fréquence. L'écart moyen entre les variations de fréquence est de **4 %** et l'écart maximal de **11 %**. L'actionnement en simultanément détériore la similarité des éléments d'une même puce.

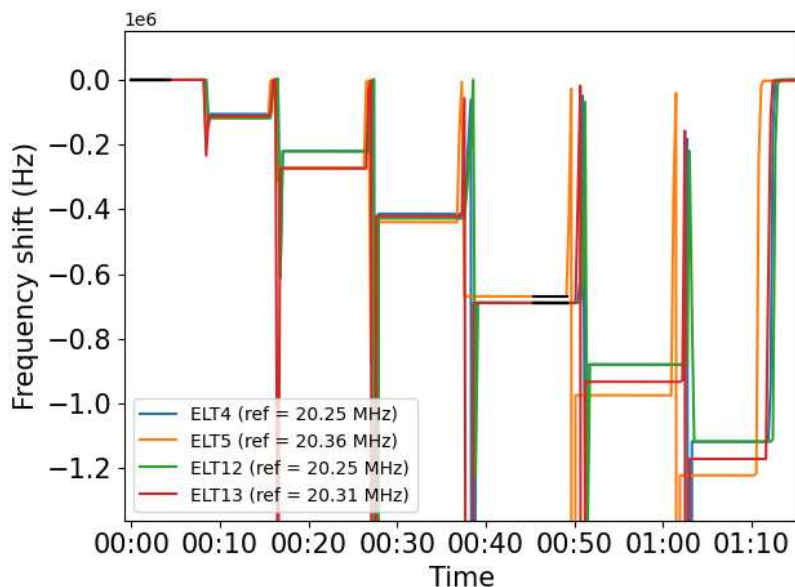


Figure 145 : Gamme de  $V_{DC}$  pour 4 éléments en simultanément

Il est souhaitable d'imputer les différences observées entre les chaînes lors d'un passage de composé uniquement aux phénomènes chimiques se déroulant en surface. Toutefois, il est de toute façon prévu que l'on observe un comportement différent pour chaque chaîne, même si en théorie la différence est causée par la chimie de surface des éléments, et qu'ici d'autres phénomènes électroniques engendrent des différences de comportements entre les capteurs. Les différences observées dans les configurations 1 et 2 ne sont donc pas préjudiciables à la capacité de la puce à créer des signatures olfactives pertinentes, c'est peut-être même le contraire si chaque élément a son comportement spécifique. En revanche, si les différences observées viennent des éléments et non des chaînes, elles sont un désavantage lors de comparaisons de signatures olfactives réalisées sur des puces différentes. Les configurations suivantes concernent la comparaison entre des signatures olfactives générées successivement sur une même puce : on compare deux mesures réalisées sur le même élément.

La configuration 3 compare deux gammes réalisées successivement sur le même élément, actionné seul. La Figure 146 illustre les mesures. Les résultats montrent un écart moyen de **0,6 %** et un écart maximal de **2 %**.

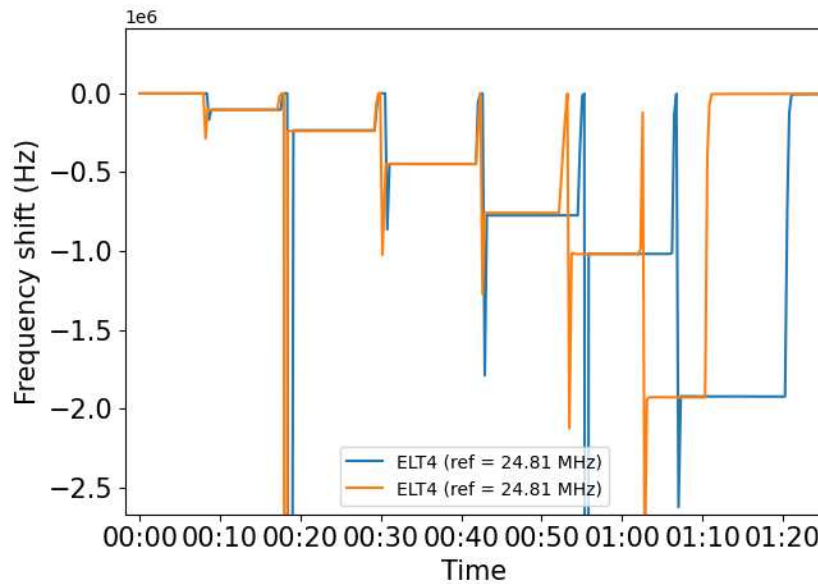


Figure 146 : Deux gammes de  $V_{DC}$  pour un même élément, actionné seul

La configuration 4 est comparable à la précédente, mais correspond encore plus aux conditions d'expériences souhaitées, puisque les gammes de  $V_{DC}$  sont réalisées avec 4 éléments connectés. Cependant on compare toujours l'élément n°4 avec lui-même. Les résultats montrent un écart moyen de **0,6 %** et un écart maximal de **3 %**. Il y'a une légère influence négative de la mesure multivoies en simultané. La reproductibilité est satisfaisante et l'expérience montrée ici est un bon argument de la pertinence de comparer des signatures olfactives successives réalisées sur une même puce car les différences observées entre COVs sur les mesures brutes peuvent atteindre 400%. On peut en déduire qu'une différence inférieure à 3% entre deux mesures ne peut pas être imputée avec certitude au comportement chimique en surface.

La configuration 5 compare deux gammes réalisées sur un même élément : la première, actionné seul, et la seconde, actionné à 4 en simultané. Les résultats montrent un écart moyen de **5 %** et un écart maximal de **14 %**. Ces mesures soulignent l'importance de comparer des mesures réalisées dans la même configuration : pour comparer aujourd'hui des mesures avec la meilleure précision, il faut tâcher de ne faire varier que le VOC utilisé, il faut utiliser la même puce avec les mêmes éléments connectés.

Configuration n°	Description	Ecart moyen	Ecart maximal
1	Variabilité entre éléments, actionnés seuls	1,7 %	5 %
2	Variabilité entre éléments, actionnés en simultané	4 %	11 %
3	Répétabilité d'un élément, actionné seul	0,6 %	2 %
4	Répétabilité d'un élément, 4 chaînes connectées	0,6 %	3 %
5	Différence de comportement entre actionné seul et à 4	5 %	14 %

Tableau 21 : Ecart entre les variations de fréquences mesurées dans les différences configurations

En conclusion, les mesures montrent que l'utilisation en simultané des éléments détériore leur reproductibilité par rapport aux mesures où les éléments sont actionnés un par un. Toutefois, une même mesure répétée en multivoie présente des valeurs dont la différence est inférieure à 3%, ce qui permet d'attribuer toute différence de plus de 3% à une différence de phénomène chimique. Ces mesures montrent également la nécessité, pour le banc actuel, de comparer des mesures réalisées avec la même puce et les mêmes éléments en même temps.

On a donc constaté que l'utilisation du banc électronique augmentait la dispersion, cette dispersion a donc toutes les chances d'être réduite sur une électronique dont les chaînes sont plus similaires entre elles. A ce stade des expériences, l'électronique ASIC ne permettait pas de réaliser la variété de configurations présentée ici, mais tout indique que les mêmes expériences montreraient des écarts plus faibles.

## 3. Modélisations

### 3.1 Modèles électroniques

Cette partie consiste en la réalisation de simulations des boucles électroniques de l'ASIC afin de prédire l'auto-oscillation d'après le respect des critères de Barkhausen. Les simulations sont réalisées sur le logiciel ELDO qui permet de réaliser les études fréquentielles avec la finesse nécessaire pour vérifier les conditions recherchées.

La simulation prend en compte le circuit de lecture complet, on attend donc une correspondance entre le respect des critères et l'auto-oscillation effective supérieure à celle obtenue lors des mesures boucles ouvertes expérimentales, lors desquelles les appareils de mesure et les points de branchement entraînaient un signal mesuré ne représentant pas parfaitement le comportement en boucle fermée.

Le modèle utilisé pour simuler la boucle initiale, correspondant au système utilisé lors des mesures expérimentales sur électronique ASIC présentées précédemment est décrit par la Figure 147. Les capacités  $C_{\text{gain}}$  et  $C_{\text{pha}}$  sont les capacités de réglage ayant en théorie un effet prépondérant sur respectivement le gain et la phase, composants discrets précédemment évoqués lors des réglages des différentes électroniques.  $R_{\text{hv}}$  et  $C_{\text{hv}}$  réalisent un découplage de la haute tension  $V_{\text{DC}}$  entre la boucle auto-oscillante et l'élément connecté. L'élément est modélisé par un Butterworth Van-Dyke.  $C_{\text{par}}$  et  $C_{\text{parhv}}$  sont des modélisations de la capacité électrique totale provenant de l'électronique, dite « parasite », correspondant aux différentes capacités en parallèle du Butterworth Van-Dyke de la Figure 153-b.

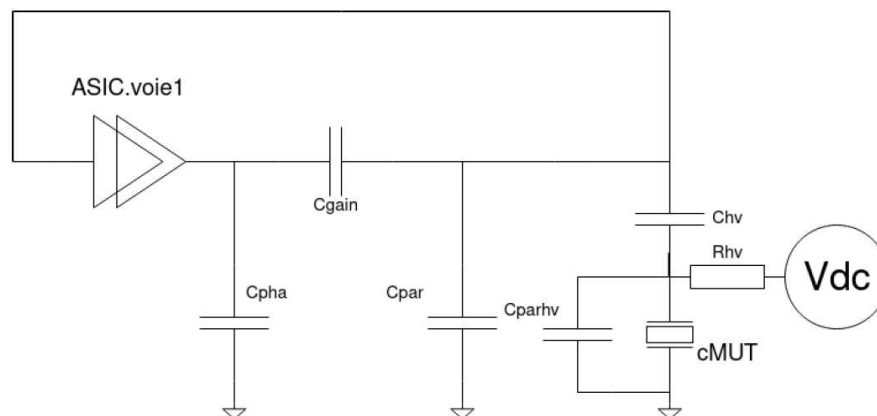


Figure 147 : Modèle initial de la chaîne de lecture

Pour les valeurs utilisées lors de la simulation :

- L'ASIC répond à un modèle type fourni par Asygn.
- Les composants discrets sont de valeur connue.

- Le CMUT est décrit par des valeurs estimées d'après les caractérisations électriques et le modèle correspondant aux mesures, comme présenté dans le chapitre 2
- La capacité électrique parasite est un degré de liberté du modèle, on adapte sa valeur pour faire coïncider le respect des critères avec l'auto-oscillation de l'électronique vérifiée expérimentalement. Par cette valeur, le modèle fournit une indication sur ce paramètre mis en évidence comme essentiel dans la sous-partie précédente.

On prend pour exemple les simulations réalisées sur un élément de 1262 membranes d'une puce ESA2, finition SiO2, polarisée à 50V. Les valeurs utilisées pour la modélisation du CMUT sont tirées des caractérisations électriques et présentes dans le Tableau 22. La Figure 148 illustre les résultats de la simulation pour un modèle tel que celui décrit en Figure 147. Dans cette configuration, il est attendu que les conditions ne soient pas respectées puisque l'expérience montre que la boucle n'entre pas en auto-oscillation. On ajuste la capacité parasite à une valeur de 20 pF pour  $C_{par}$  et de 70 pF pour  $C_{parhv}$  pour que la simulation ne respecte pas les critères.

Les courbes montrent alors que pour une phase nulle, survenant à 20,12 MHz, le gain de la boucle est de -1.19 dB. Les conditions d'auto-oscillation ne sont donc pas remplies.

Paramètre	$R_{m,elt}$	$L_{m,elt}$	$C_{meq,elt}$	$C_{e,elt}$	$R_{accès}$
Valeur	12 $\Omega$	8,61 $\mu$ H	7,58 pF	60 pF	10 $\Omega$

Tableau 22 : Paramètres d'un élément 1262 membranes, ESA2, finition SiO2, à 50V

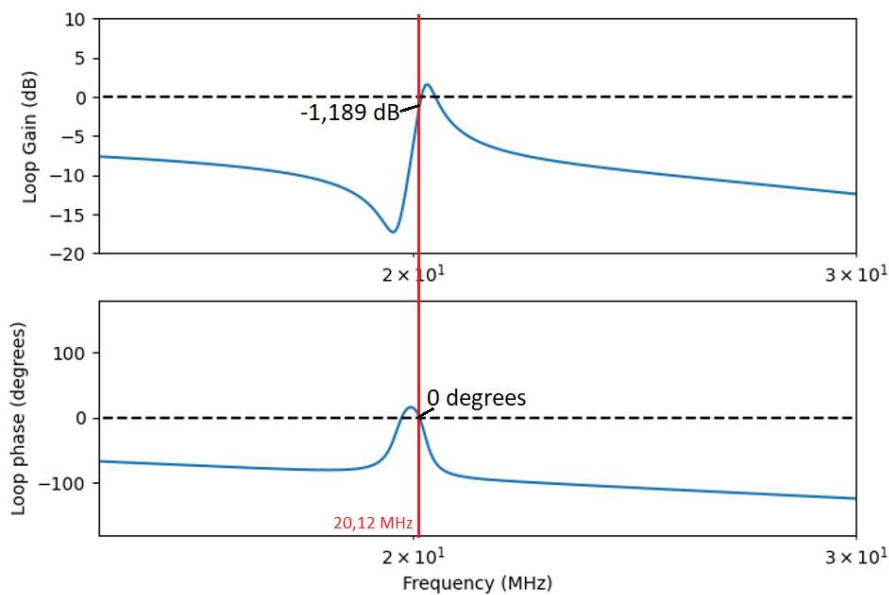


Figure 148 : Impédance simulée pour le modèle initial de la boucle avec un élément ESA2-SiO2

Après de nombreuses simulations intermédiaires, la configuration trouvée pour respecter les critères est celle modélisée par la Figure 149. Par rapport au modèle initial, l'ASIC seul est remplacé par deux ASIC en parallèle, un filtre passe bande permet de sélectionner les fréquences amplifiées autour de la valeur de résonance de l'élément. Le filtre est réalisé par un circuit LC de paramètres  $L_{bpf}$  et  $C_{bpf}$ .



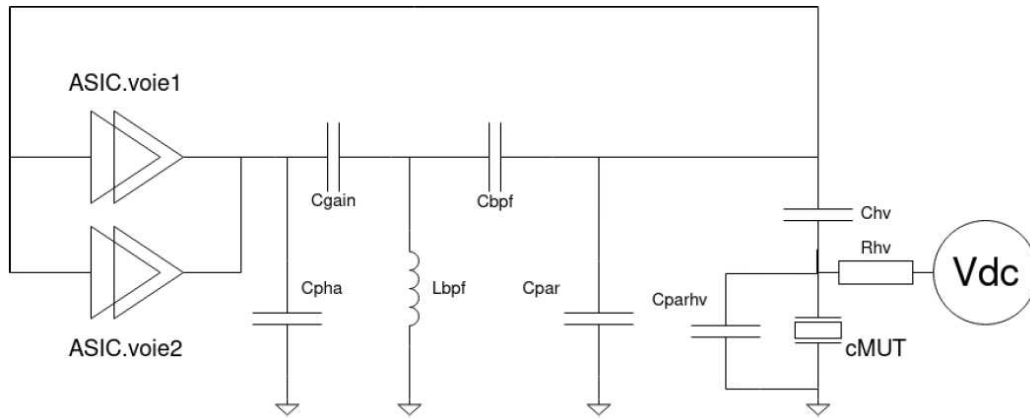


Figure 149 : Modèle final fonctionnel de la chaîne de lecture

Dans cette configuration, les simulations donnent les courbes de la Figure 150.

Lorsque la phase vaut 0, à 22,66 MHz, le gain est positif et vaut +1,61 dB. Les conditions d'auto-oscillation sont remplies et on suppose que la boucle oscillera à cette fréquence. En pratique, le circuit a été modifié pour correspondre au modèle évolué, c'est-à-dire composé de deux ASIC en parallèle et d'un filtre passe-bande dont les composants correspondent aux valeurs du modèle. À la suite de ces modifications, l'élément est effectivement entré en oscillation.

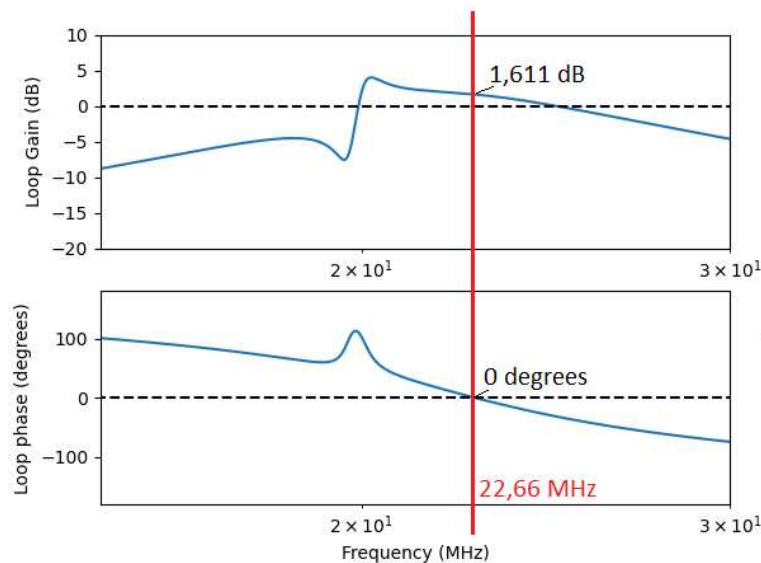


Figure 150 : Impédance simulée pour le modèle avec 2 ASIC et un filtre passe-bande avec un élément ESA2-SiO2

La fréquence d'oscillation ne correspond pas au pic de résonance de l'élément. Des simulations sont réalisées pour estimer la sensibilité massique dans cette configuration. En pratique cela est modélisé en faisant varier l'inductance  $L_{m,elt}$  du modèle, analogue de la masse des membranes de l'élément. La sensibilité massique est calculée en fonction de la variation de fréquence relative  $\Delta f/f$ , calculée par la simulation causée par la variation d'impédance choisie, équivalente à la variation de masse relative  $\Delta m/m$ . Pour rappel le rapport théorique  $\Delta f/f/\Delta m/m$  entre la variation de fréquence relative et la variation de masse relative vaut  $-1/2$ . Les simulations montrent un rapport de  $-0.03$  au point de fonctionnement illustré par la Figure 150. Les simulations pour une configuration comparable, mais oscillant très proche de la fréquence de résonance de l'élément, montrent un rapport de  $-0.46$  (Figure 151).

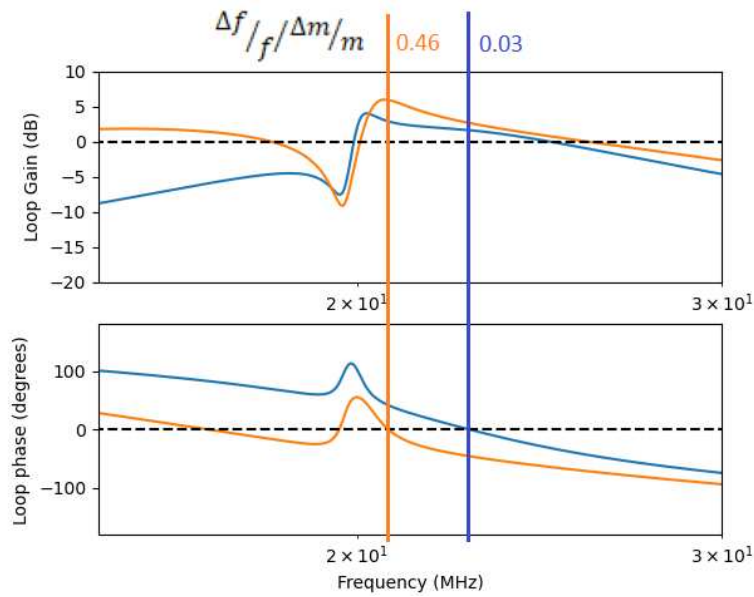


Figure 151 : Impédance simulée pour deux configurations oscillant proche ou loin du pic de résonance

Ces simulations fournissent ici un résultat très important dans la compréhension du comportement des chaînes de lecture : la sensibilité est fortement impactée par la fréquence à laquelle sont respectés les critères. Ce phénomène, conjugué aux différentes intrinsèques entre les couples chaînes/éléments observé, peut expliquer les importantes différences de sensibilité constatées lors des passages de composé, par exemple sur la Figure 136. Les boucles n'ont pas été modifiées pour fonctionner à la fréquence optimale de l'élément connecté et il est possible que les chaînes où l'on mesure la meilleure sensibilité possèdent un point de fonctionnement plus proche des pics de résonance que les autres chaînes.

Une autre conclusion de ces simulations est que les résultats obtenus ont un pouvoir prédictif correct sur l'auto-oscillation des boucles en fonction des critères. Le lien a été établi pour d'autres configurations que celle illustrée ci-avant, comme pour les puces ESA2 avec finition SiN polarisées à 50V, pour lesquelles un point de fonctionnement a également été trouvé suite à la simulation de différents modèles et l'implémentation physique du modèle qui respectait les critères sur la carte mère. Ici, les incréments du modèle ont eu recours à des configurations complexes, comme la parallélisation des ASIC ou l'ajout de filtres. Cela est dû à la contrainte imposée à cette expérience d'utiliser un Asic existant, au comportement fréquentiel figé. Lors de la conception de nouvelles puces CMUTs, la possibilité d'étudier conjointement le design des membranes CMUTs et celui de l'ASIC offrirait plus de degrés de liberté pour concevoir un système électronique d'actionnement qui peut entrer en auto-oscillation dans un grand nombre de configurations souhaitées, pour différents nombres de membranes ou finitions de puces. De plus, le point de fonctionnement des boucles semble expliquer les différences de comportement entre les chaînes. Il est important qu'il existe un réglage possible de la fréquence d'oscillation pour éviter que les différences attendues dans les réponses fréquentielles entre les éléments n'entraînent des écarts excessifs de sensibilité massique, idéalement un réglage permettant d'osciller au pic de résonance.

La partie suivante présente des leviers de design pour concevoir des éléments qui respecteraient les conditions d'auto-oscillation de manière plus aisée.

## 3.2 Amélioration du design des éléments d'après le modèle analytique

La fonctionnalité des CMUT branchés sur l'électronique passe par le respect des critères de Barkhausen énoncés précédemment. Au niveau de la phase, dans les cas présentés ici, sa valeur est négative, et lors de la résonance se produit une remontée dont on souhaite qu'elle atteigne zéro. Le non-respect des critères peut être causé par une remontée trop faible, donc une phase qui reste strictement négative à la résonance.

Pour éviter ce problème, il faut maximiser le saut de phase. La Figure 152 montre des simulations de l'impédance de membranes CMUT. Le point d'inflexion de la phase ascendante du saut de phase se situe à la fréquence de résonance du CMUT, et le point d'inflexion de la phase descendante du saut de phase se situe à la fréquence d'antirésonance. On quantifie l'écart entre la pulsation de résonance  $\omega_r$  et d'antirésonance  $\omega_{ar}$  par le coefficient de couplage électromécanique  $k_t^2$  [3]:

(14)

$$k_t^2 = 1 - \left(\frac{\omega_r}{\omega_{ar}}\right)^2$$

Entre ces deux fréquences, la phase croît jusqu'à une valeur maximale, en théorie après un déphasage de  $2\pi$ . La pente du saut de phase dépend du facteur de qualité  $Q$ .

On comprend donc que pour atteindre le saut de phase maximal il faut augmenter le facteur de qualité et l'écart entre les fréquences de résonance et d'antirésonance. La Figure 152 montre un résonateur Z1 dont les facteurs  $Q$  et  $k_t^2$  sont inférieurs à ceux d'un autre résonateur Z2. Sur les courbes de phase, la pente du saut de phase augmente, de même que l'écart entre les fréquences  $\omega_r$  et  $\omega_{ar}$ , ce qui conduit à un saut de phase plus important.

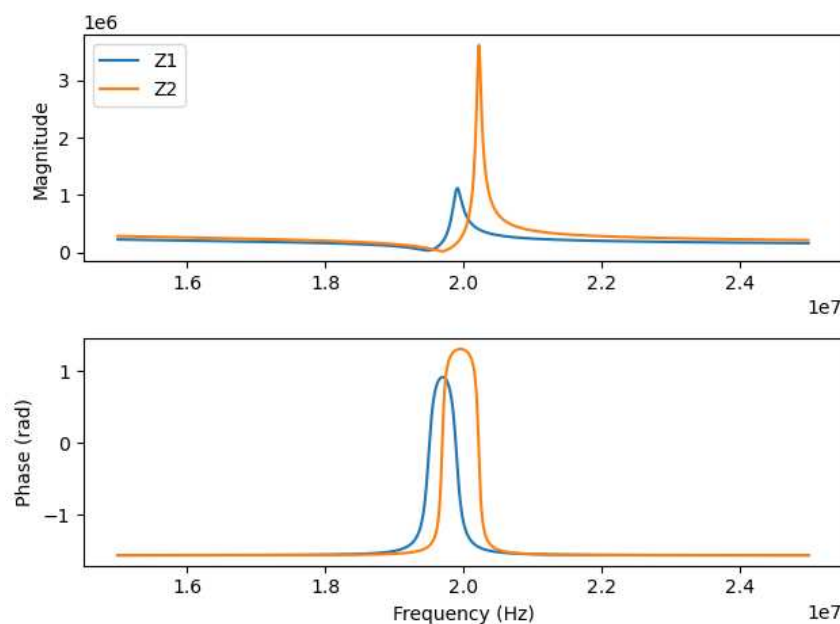


Figure 152 : Modélisation de l'impédance de deux CMUTs avec  $(k_t^2 * Q)_{Z1} = 7$  et  $(k_t^2 * Q)_{Z2} = 19$

On considère maintenant un élément dans son ensemble, notamment les capacités électriques dues aux pistes, aux ancrages, ainsi qu'à toute la connectique présente sur la carte mère. L'ensemble des capacités électriques en parallèle de la branche mécanique sont réunies dans une capacité électrique totale de l'élément  $C_{eTOT,elt}$ .

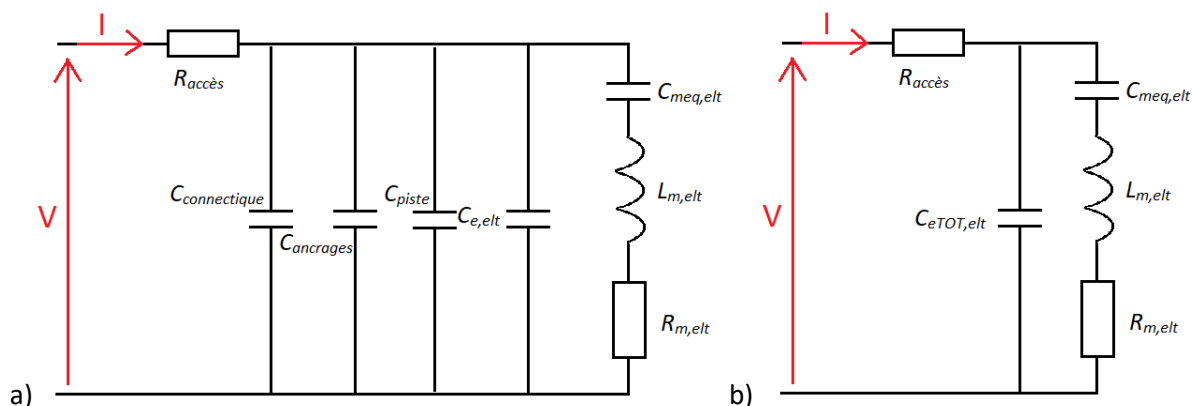


Figure 153 : Schémas électriques équivalents d'un élément avec les capacités électriques et parasites

Le facteur de qualité  $Q_{elt}$  peut être amélioré par deux aspects. En premier lieu il représente les pertes des CMUTs. Parmi les différents facteurs de pertes, les pertes mécaniques aux ancrages sont prépondérantes. Comme l'ont montré les caractérisations du chapitre 2, les membranes du pourtour du réseau ont un comportement différent et leur seule différence avec les membranes de l'intérieur du réseau est le silicium du voisinage qui doit engendrer des pertes différentes. Un deuxième effet a été démontré dans le chapitre 2 : le facteur de qualité de l'ensemble d'un élément souligne la dispersion des membranes qui le compose. Un réseau formé de membranes plus similaires à un facteur de qualité plus grand.

Les variantes fabriquées avec le procédé shortloop présentent des caractéristiques positives sur ces deux aspects : les ancrages des membranes sont plus nets que ceux engendrés par le procédé classique. On suppose que leur fabrication et notamment les différences au niveau des ancrages entraînent à la fois moins de pertes et plus d'homogénéité entre les cavités du réseau, car les caractérisations (Figure 154) permettent d'estimer un facteur de qualité nettement supérieur, ici de 458, à ceux des dispositifs standard, environ 100 à 200. Les dispositifs shortloop caractérisés ici n'ont pas été utilisés pour les travaux présentés dans cette thèse car leur fonctionnalité optimale nécessite une tension de polarisation de plus de 100V. Néanmoins, pour améliorer le facteur de qualité, donc le saut de phase, un prochain lot de fabrication doit être réalisé avec le procédé de fabrication shortloop. La conception de tels dispositifs doit viser une tension de polarisation plus faible, elle pourra s'appuyer sur la simulation éléments finis, qui permet justement de modéliser avec plus de succès le modèle correspondant au procédé shortloop.

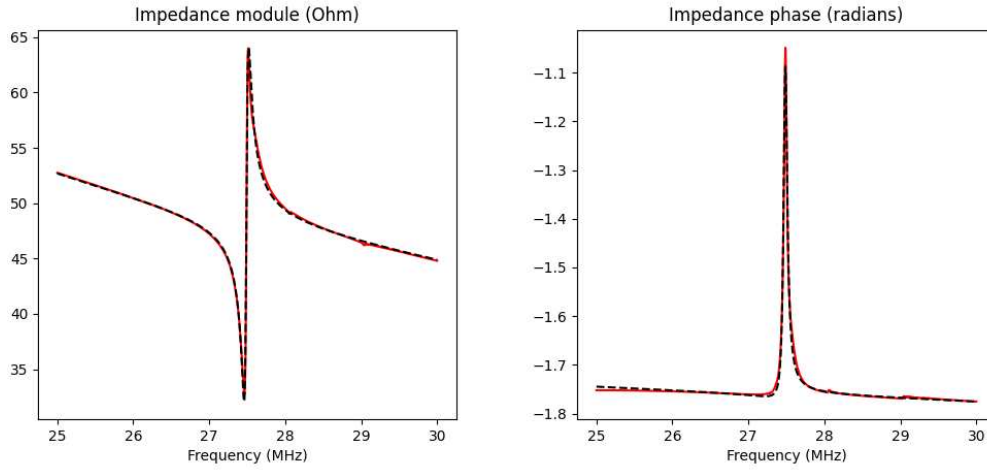


Figure 154 : Mesure électrique et modèle sur un élément shortloop à 120V, facteur de qualité calculé de 458

La résonance et l'antirésonance surviennent lorsque l'impédance tend respectivement vers zéro et vers l'infini. D'après le modèle analytique présenté dans le chapitre 2 et les calculs développés en annexe 1, en considérant le facteur de qualité très important, on obtient les expressions suivantes pour les pulsations  $\omega_r$  et  $\omega_{ar}$  :

(15)

$$\omega_r = \omega_0 = \frac{1}{\sqrt{L_{m,elt} C_{meq,elt}}}$$

$$\omega_{ar}^2 = \omega_0^2 + \frac{1}{L_{m,elt} C_{eTOT,elt}}$$

On peut donc réécrire  $k_t^2$

(16)

$$k_t^2 = \frac{C_{meq,elt}}{C_{meq,elt} + C_{eTOT,elt}}$$

Pour augmenter le coefficient de couplage électromagnétique, il faut diminuer la capacité électrique par rapport à la capacité mécanique. Une première action pragmatique est de ne pas modifier les caractéristiques des membranes CMUT individuelles comme  $C_{e,elt}$ , car ces paramètres proviennent du design et sont primordiaux dans le fonctionnement du CMUT. Il faut concentrer les efforts sur les capacités parasites extérieures aux matrices de membranes. Pour celles causées par l'électronique, il faut réduire la connectique, cela passe par l'intégration des composants réalisant les boucles auto-oscillantes et les filtres. Une amélioration est également possible au niveau de la puce en réduisant les pistes, dont la longueur vient des reprises de contact électriques en face avant à l'extérieur du capot. Une solution peut être de réaliser des pistes traversant les puces et des reprises de contact en face arrière. Pour un nouveau design du CMUT, dans la mesure où son intégrité physique et sa fonctionnalité sont maintenus, il faut chercher à diminuer sa capacité électrique  $C_{e,elt}$  vis-à-vis de sa capacité mécanique  $C_{meq,elt}$ .

## 4. Conclusion sur les mesures multivoies

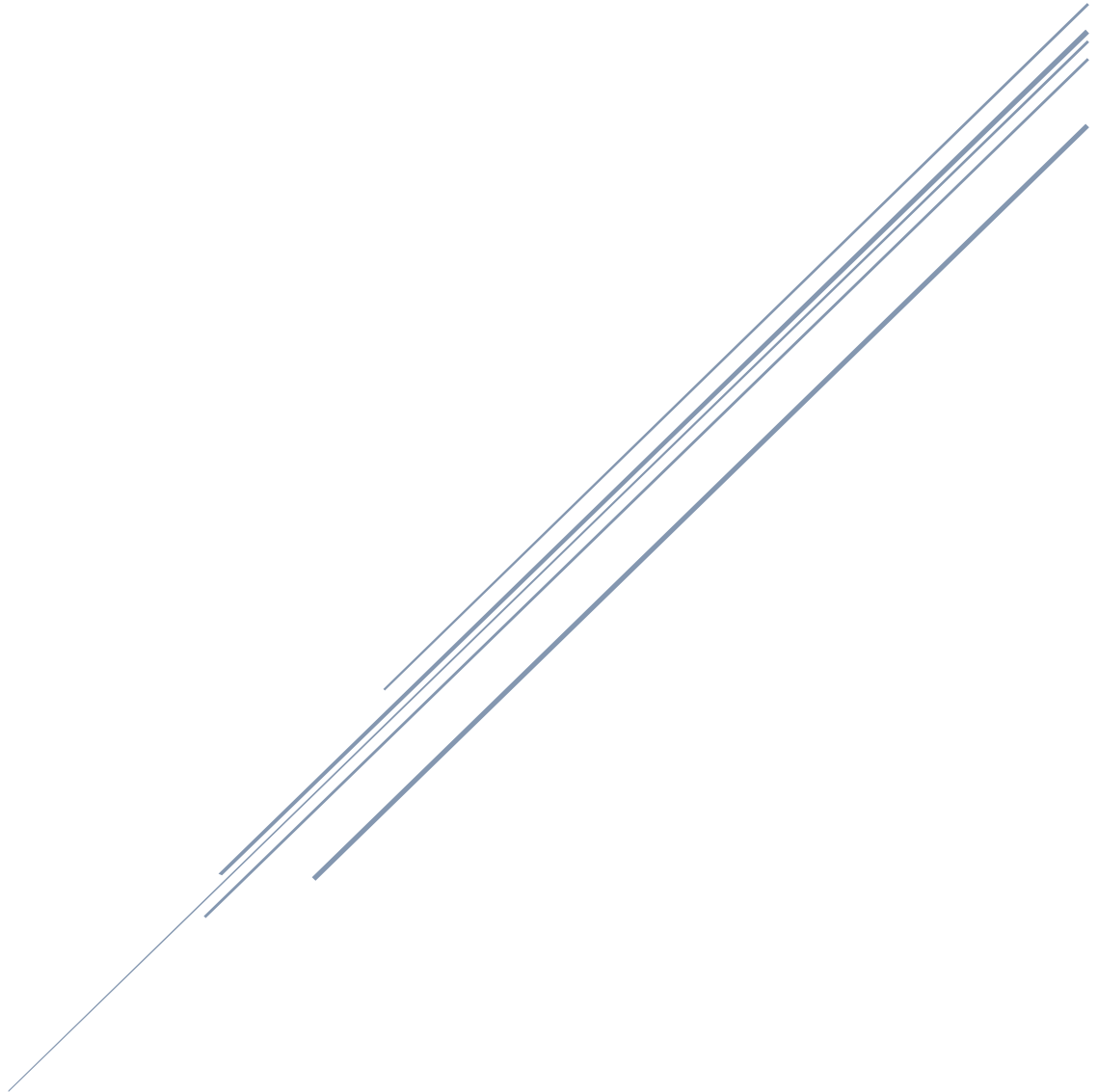
Les résultats présentés dans ce chapitre représentent les expériences de nez électronique les plus abouties réalisées lors de cette thèse. Trois systèmes successifs ont fait évoluer les capacités de lecture des éléments CMUTs en multivoies. Un système basé sur l'électronique discrète a permis de réaliser une expérience de génération de signatures olfactives qui a mis en évidence la capacité de séparer des COVs par un traitement de données basique. L'électronique à ASIC a montré la capacité de générer des signatures olfactives et nécessite un approfondissement de la conception conjointe de l'électronique et des puces. Des modélisations ont permis de mettre en évidence une méthode de vérification du fonctionnement du système, ainsi que les leviers à utiliser pour concevoir des puces qui maximisent la vérification des conditions d'auto-oscillation.

Les conclusions générales quant à la réalisation d'un nez électroniques et les perspectives offertes par ce travail sont détaillées dans le chapitre 6.

# Bibliographie

- [1] D. W. Greve, W. Wu, et I. J. Oppenheim, « 3G-4 Modes and Damping in cMUT Transducers for Acoustic Emission », in *2006 IEEE Ultrasonics Symposium*, Vancouver, BC, Canada, 2006, p. 661-664. doi: 10.1109/ULTSYM.2006.180.
- [2] Q. Stedman, K. K. Park, et B. T. Khuri-Yakub, « An 8-Channel CMUT Chemical Sensor Array on a Single Chip », in *2017 IEEE INTERNATIONAL ULTRASONICS SYMPOSIUM (IUS)*, 345 E 47TH ST, NEW YORK, NY 10017 USA, 2017.
- [3] G. G. Yaralioglu, A. S. Ergun, B. Bayram, E. Haeggstrom, et B. T. Khuri-Yakub, « Calculation and measurement of electromechanical coupling coefficient of capacitive micromachined ultrasonic transducers », *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 50, n° 4, p. 449-456, avr. 2003, doi: 10.1109/TUFFC.2003.1197968.

# CHAPITRE 6 : CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES



Ce chapitre présente les conclusions obtenues ainsi que les perspectives offertes par les travaux présentés tout au long de cette thèse quant à la réalisation d'un nez électronique basé sur la technologie CMUT.

La première partie développe la méthode employée, les procédés et outils validés par les résultats. La deuxième partie résume les performances obtenues sur les puces CMUTs. La troisième déduit d'observations expérimentales et de l'état de l'art technologique quelle miniaturisation est possible pour le système utilisé aujourd'hui, et quel potentiel offrent les propositions de design et procédé effectuées pour réduire la taille du système complet. La quatrième partie évoque des designs réalisés qui n'ont pas été détaillés ou testés, et qui permettent de répondre à certains aspects de la modélisation ou de l'utilisation des puces CMUTs. Une dernière partie exprime une conclusion générale personnelle sur le travail effectué.



# Table des matières

<b><u>1</u></b>	<b><u>METHODE DE CONCEPTION DU SYSTEME ELECTRONIQUE ET MICRO-ELECTRONIQUE</u></b>	<b><u>181</u></b>
<b><u>2</u></b>	<b><u>PERFORMANCES EN CAPTEUR DE GAZ ET EN NEZ ELECTRONIQUE</u></b>	<b><u>182</u></b>
<b><u>3</u></b>	<b><u>POTENTIEL DE MINIATURISATION DU SYSTEME COMPLET</u></b>	<b><u>183</u></b>
<b><u>4</u></b>	<b><u>VARIANTES TECHNOLOGIQUES ENVISAGEES</u></b>	<b><u>187</u></b>
<b><u>5</u></b>	<b><u>CONCLUSION GENERALE</u></b>	<b><u>187</u></b>

# 1 Méthode de conception du système électronique et micro-électronique

Les travaux présentés dans ce document montrent un statut avancé dans la mise en place du système souhaité.

En premier lieu, le procédé de fabrication est maîtrisé et adapté aux besoins spécifiques des puces CMUT pour nez électronique. Les dispositifs fabriqués ont été caractérisés lors de la fabrication ce qui a permis la correction de défauts mineurs et la réalisation de dispositifs fonctionnels. Des dispositifs fonctionnels lors des caractérisations sous pointes ont été fabriqués lors des lots présentés ici avec une épaisseur de membrane de 100 nm, soit identique à l'état de l'art des CMUT aujourd'hui [1], présageant une marge d'amélioration significative des performances des puces, notamment en sensibilité. On peut ajouter que le suivi de fabrication réalisé permet une meilleure compréhension du comportement des membranes grâce à la prise en compte des incertitudes géométriques observées, en particulier des effets de softening variant fortement pour les différentes profondeurs de cavités mesurées.

Ces incertitudes trouvent leur intérêt lors de la modélisation des dispositifs. Les simulations ont atteint, lors de ces trois années, une pertinence qui leur donne une place centrale dans la conception des dispositifs futurs. La modélisation par éléments finis, jusqu'ici insatisfaisante sur les simulations du procédé standard, a permis de mettre en lumière la création d'interfaces entre matériaux à la géométrie différent des modèles initiaux au niveau des ancrages, qui n'entravent pas la fonctionnalité des dispositifs mais entraînaient une différence significative entre les CMUT conçus et le comportement réel. Le procédé shortloop est quant à lui décrit de manière satisfaisante par les simulations COMSOL, qui pourront être utilisées pour concevoir des dispositifs au comportement maîtrisé : résonant à une fréquence choisie, avec une tension de pull-in adéquate, et une sensibilité massique optimisée. Au niveau des simulations, il faut également souligner la mise en place d'un protocole de modélisation des boucles auto-oscillantes, qui repose sur un modèle de CMUT extrait des caractérisations électriques. Ces simulations permettent de vérifier le respect des critères d'auto-oscillation et à l'avenir de concevoir un ASIC spécifique aux puces CMUTs désigné pour optimiser les performances de la chaîne de lecture. Pour conclure sur la modélisation, les outils de modélisation analytiques semblent suffisamment développés pour décrire de nombreux phénomènes observés, ou souligner les paramètres importants dans les performances électromécaniques des capteurs, comme le lien entre l'augmentation du coefficient de couplage électromécanique  $k_t^2$ , le facteur de qualité Q et la dispersion des membranes d'un élément.

Les prochaines étapes dans la réalisation du système sont le design et la caractérisation d'éléments fabriqués par le procédé shortloop possédant une tension de pull-in convenable. Ce procédé vient remplacer le procédé standard car sa réalisation en salle blanche est plus rapide et moins couteuse, le comportement des dispositifs fabriqués correspond aux simulations, et les performances sont améliorées par les ancrages nets et reproductibles, ce qui a été quantifié par des mesures de facteur de qualité. De telles membranes peuvent être conçues aujourd'hui avec les avancées du procédé de fabrication qui permet de réduire l'épaisseur des membranes. Les nouveaux éléments pourront être lus par une connexion en face arrière. Cette technologie à un fort potentiel de diminution des capacités parasites par la suppression des longues pistes reliant les éléments aux contacts hors du capot. Leur géométrie améliore donc les performances de la puce, et permet une forte miniaturisation de la puce totale en supprimant les pistes en face avant. Une fois les éléments réalisés et modélisés à la suite des caractérisations électriques, le système complet nécessitera le design d'un ASIC spécifique, développé avec les puces, sur lesquels les simulations attesteront de la mise en auto-oscillation des boucles de lecture.

## 2 Performances en capteur de gaz et en nez électronique

Une phase préliminaire d'étude des éléments en tant que capteur de gaz a été réalisée sur une électronique monovoie dédiée. La chaîne de lecture possédait un taux d'échantillonnage qui a permis de mesurer la déviation d'Allan et de mettre en évidence les bruits auxquels étaient sensibles les éléments, en particulier un bruit blanc en fréquence. La valeur de bruit minimale obtenue était de  $3 \cdot 10^{-7}$  à 1s, comparable aux performances de certains nez de la littérature [2], et à comparer avec la meilleure performance relatée de  $5 \cdot 10^{-9}$  [3]. Les mesures réalisées l'ont été avec l'air ambiant comme gaz porteur, ce choix se justifie par une volonté de se rapprocher des conditions d'utilisation de l'appareil et d'éviter des caractérisations de laboratoire déconnectées de la réalité de l'environnement de travail d'un nez électronique tel qu'il a été présenté lors de la création de ce projet. Une sensibilité des éléments aux stimuli parasites a été calculée, en particulier la sensibilité à la pression n'a pas d'influence sur les mesures de gaz et la sensibilité à l'humidité est d'une valeur comparable à la sensibilité aux COV, elle doit donc être traitée comme une composante pertinente des odeurs de l'air ambiant ou traitée de manière comparable à de nombreux autres capteurs de gaz [4] à l'aide de systèmes de compensation de l'humidité disponibles par exemple chez Aryballe, qui utilisent généralement un capteur d'humidité spécifique.

La valeur de performance prépondérante des capteurs est leur sensibilité aux composés. On a mesuré des valeurs situées entre 0.1 Hz/ppmv et 5 Hz/ppmv, ce qui correspond à des limites de détection avec l'électronique utilisée d'environ 4 ppmv à 200 ppmv. Les ordres de grandeur de sensibilité sont comparables ou légèrement inférieurs aux nez électroniques de la littérature. Un moyen simple d'augmenter la sensibilité massique est de diminuer la masse des membranes élémentaires. Il est à noter que la sensibilité varie de plusieurs ordres de grandeurs selon les molécules adsorbées et que les composés testés ici ont été choisis pour leur pertinence olfactive, leur différentes catégories chimiques ou encore la sécurité de leur utilisation lors d'expérimentations, et non pour obtenir les sensibilités élevées ou des limites de détection faibles. Il est également à noter que la plage dynamique pertinente de détection des membranes, jusqu'à saturation par une monocouche de COV sur l'ensemble de la surface, s'étend jusqu'à environ 5 000 ppmv à 10 000 ppmv, ce qui peut relativiser les limites de détection supérieures à certains capteurs de gaz. A titre d'exemple, le PID utilisé en ligne sur le banc d'expérience possède une plage dynamique de 40 ppmv à 4000 ppmv, tandis que sa variante adaptée aux concentrations inférieures a pour plage dynamique 1 ppbv – 40 ppmv [5]. L'obtention de sensibilités distinctes pour différents COV est indispensable pour produire des signatures olfactives propres à chacun. Il a été montré lors des mesures de sensibilité aux composés, et cela a fait l'objet d'une publication et d'une présentation à un congrès en 2022, que les capteurs fabriqués ici ont des temps caractéristiques de réponse et de renouvellement de surface inférieurs de plusieurs ordres de grandeurs aux autres nez de la littérature. Les phénomènes chimiques d'interaction sont complexes et restent à approfondir. Ils laissent aujourd'hui penser qu'il y'a un compromis à trouver entre temps de réponse et sensibilité, les performances des CMUTs présentés ici peuvent être considérés comme très prometteurs pour un usage en situation réelle, surtout dans un cas d'usage sur des durées de l'ordre de la seconde.

Ces travaux préliminaires ont permis de commencer la mise au point d'un premier système multivoies, basé sur des composants discrets, qui a ensuite évolué vers plus d'intégration des circuits de lecture. Les chaînes de lectures basées sur des boucles auto-oscillantes ont été modélisées et modifiées pour permettre une lecture satisfaisante des éléments. Le système réalisé ici peut lire jusqu'à 4 éléments en simultanément, qui montrent une

baisse de fréquence d'oscillation sur les 4 chaînes au même instant lors du début de l'injection comme lors de sa fin. Malgré l'absence de fonctionnalisations différenciées, les différences dans les variations de fréquences obtenues permettent de construire des signatures olfactives à 4 dimensions. Un traitement de données simple des signatures olfactives montre une certaine capacité partielle à différencier les composés. Le pouvoir de discrimination vient du nombre d'éléments donc de dimensions de la signature, ce nombre est ici trop faible pour espérer des performances comparables à des objets commerciaux. Ici, des effets de pollution, ou de comportement particulier des éléments peuvent expliquer la discrimination partielle mais souligne la nécessité de la compréhension de la chimie de surface pour mettre en place des méthodes de discrimination qui seront robustes pour une grande variété de gaz.

La continuation de ce travail doit résoudre les problèmes suivants. La sensibilité obtenue lors d'une lecture basée sur l'auto-oscillation dépend fortement de la fréquence de fonctionnement de la boucle. Or, les mesures prises ici n'ont pas cherché à optimiser cette fréquence. Il existe donc une incertitude quant à la sensibilité à attendre du système, avec un potentiel d'amélioration. Dans le cadre de la maîtrise de ces chaînes de lecture, il faut aussi réussir à adresser l'ensemble des variantes fabriquées ; les chaînes utilisées étaient réglées trop spécifiquement sur un type d'élément pour réaliser des études fondamentales comme le lien entre les performances et le nombre de membranes d'un élément. Également, aucune expérience n'a permis de mettre en évidence la fonctionnalisation sur les puces. Les protocoles de chimie suivis indiqueraient que la réalisation mécanique de la fonctionnalisation a bien eu lieu, mais aucune expérience électronique n'a pu le prouver. Cela est dû en grande partie aux fortes différences de sensibilité entre les chaînes, au-delà des différences espérées par la fonctionnalisation, qui viennent du réglage des boucles auto-oscillantes. On rappelle que la fonctionnalisation des puces permet de moduler les sensibilités entre les éléments, mais aussi d'améliorer la reproductibilité des signatures olfactives au cours du temps, ainsi que réalisées sur différentes puces. Il est à noter que le protocole de fonctionnalisation n'a pas détérioré les performances des dispositifs. On peut enfin citer le constat d'un couplage entre éléments, phénomène dont il faut tout d'abord comprendre les conditions d'apparition, puis qu'il faut résoudre. Le couplage n'a pas été observé sur l'électronique ASIC.

### 3 Potentiel de miniaturisation du système complet

L'ensemble des résultats évoqués concernent les performances du système, les sensibilités aux différents stimuli, la capacité à générer des signatures olfactives pertinentes dans le cadre de la reconnaissance de composés. Au-delà de ses performances, le développement d'un nez électronique possède un autre axe de développement essentiel : l'intégration des composants dans un système compact.

Les travaux réalisés lors de cette thèse sont poursuivis par le CEA-Leti dans le cadre de projets collaboratifs européens dont notamment un ayant pour but la réalisation d'une preuve de concept de prothèse contre l'anosmie, c'est-à-dire la perte d'odorat. L'enjeu de ce projet est la miniaturisation suffisante d'un nez électronique fonctionnel pour un usage intra-nasal, au moins pour la partie sensible du système, avec le reste du système portatif. Il est pertinent, pour conclure cette phase initiale de développement d'un nez électronique de commenter l'aspect de la miniaturisation.

La Figure 156, extraite du chapitre 3, représente les composants utilisés dans la version la plus aboutie du banc d'expérience. Le système est celui qui possède le plus fort degré

d'intégration des différentes parties. Commentons le potentiel de miniaturisation de l'ensemble par rapport à la situation actuelle (Figure 155).

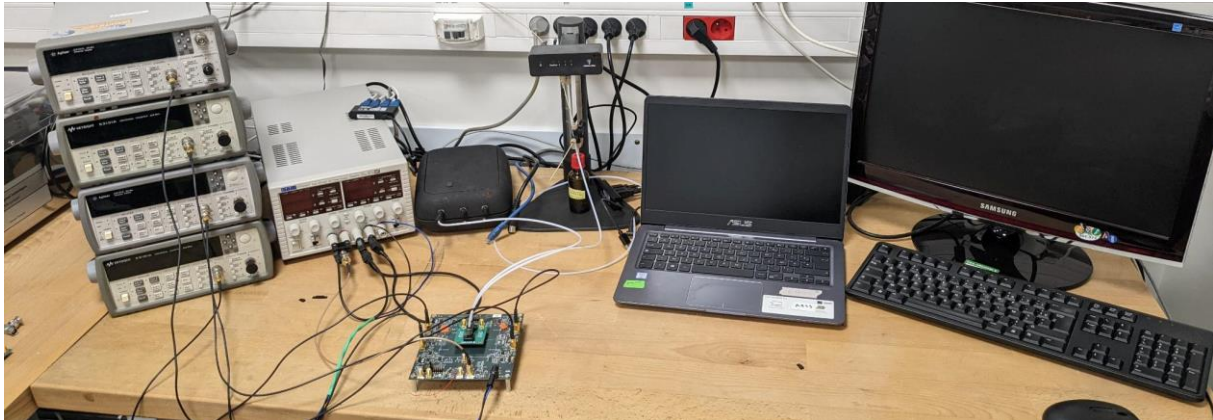


Figure 155 : Banc d'expérience dans la configuration finale des travaux de cette thèse

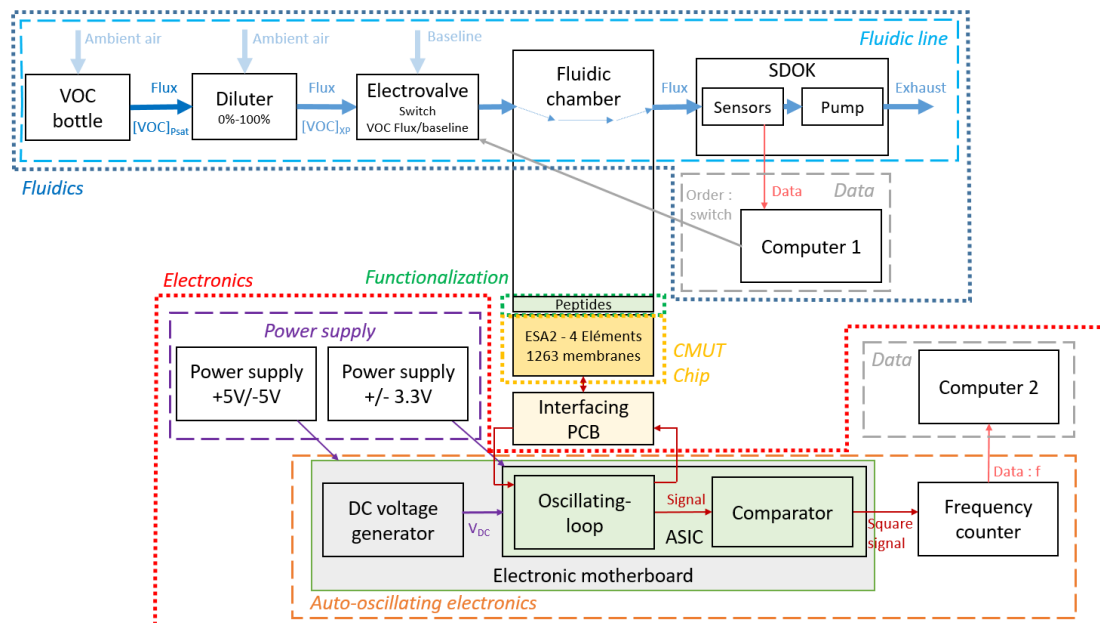


Figure 156 : Schéma bloc du système électronique intégré utilisé

La partie la plus spécifique aux mesures expérimentales préliminaires réalisées ici est la fluïdique. En situation réelle, le composé en entrée, le robinet de dilution et l'électrovanne disparaissent pour faire aspirer au système l'air ambiant d'intérêt. Dans le cadre d'expériences de laboratoire avec des composés et des concentrations précises pour des études spécifiques ou des calibrations, ces trois composants représentent une préparation d'échantillon, on peut donc les considérer comme un système extérieur au nez électronique. Le rôle de l'électrovanne est de créer une mesure relative à une situation initiale pour créer les signaux. Le CMUT peut présenter l'avantage d'obtenir des signaux dont l'intensité peut être absolue, et c'est le un avantage sur un système basé sur la mesure d'un déphasage comme les MZI. On peut comparer ce système extérieur de préparation des échantillons aux concentrateurs utilisés par certaines solutions commerciales d'analyses de gaz. La nécessité de recourir à ce type de système proviendrait d'un manque de performance des capteurs, en particulier en limite de détection. Pour le reste de la fluïdique, l'utilisation de capteurs en ligne est particulière aux recherches effectuées lors d'un développement du nez, un système final peut s'en passer, ou les réduire à un capteur de contrôle par exemple de l'humidité. La pompe est le seul élément indispensable

pour réaliser un appareil de laboratoire, il sera nécessaire de la choisir et la positionner de manière à éviter des vibrations majeures qui se retrouvent sur le signal, ou de filtrer l'influence de la pompe sur le système si celle-ci est connue. Une prothèse nasale peut compter sur le flux créé mécaniquement par la respiration du sujet équipé et ne nécessite donc pas de pompe. La nécessité d'une chambre fluidique doit être étudiée, en effet, la plupart des capteurs environnementaux réalisent des mesures in situ, sans fluidique spécifique.

Pour les composants réalisant la partie électronique, les alimentations peuvent être toutes remplacées par une pile ou un branchement secteur et des circuits de transformation de la tension vers les valeurs nécessaires pour les cartes électroniques. Une fois le design des boucles auto-oscillantes figé, l'ASIC peut intégrer les boucles auto-oscillantes, les comparateurs, les compteurs de fréquence et la génération de la tension continue. Un interposeur peut réaliser la connexion entre l'ASIC et la puce CMUT avec les dimensions optimisées pour la miniaturisation du système.

Le design des composants électroniques peut être figé une fois les choix effectués quant à la puce CMUT. Les leviers de miniaturisation de la puce sont les suivants :

- L'utilisation de connexions par la face arrière, avec ou sans capot. Cela permet de supprimer les emplacements des pistes électriques de la surface totale
- Le nombre d'éléments souhaités, c'est-à-dire de dimensions des signatures olfactives. Il a été estimé par Aryballe que 16 éléments permettent d'obtenir des signatures robustes avec une grande diversité de fonctionnalisations.

- La taille d'un élément, fonction du nombre de membranes qui forment son réseau et de la géométrie de la membrane élémentaire. Aucune mesure de gaz n'a été réalisée pour des tailles d'éléments autres que les plus grandes de chaque puce pour des raisons de réglage de l'électronique. Néanmoins, les caractérisations électriques et les mesures en boucle ouverte des éléments sur l'électronique de lecture ont montré certaines tendances pour les performances des éléments en fonction du nombre de membranes. Lors des mesures connectées à l'électronique, on a vu que diminuer le nombre de membranes compliquait le respect des critères d'oscillation : le saut de phase est moins important et le pic d'amplitude est très faible. Lors des caractérisations électriques du chapitre 2, on a vu que le facteur de qualité augmentait légèrement quand le nombre de membranes diminuait. On peut relier ça à la dispersion des membranes d'un même réseau, plus faible avec moins de membranes, jusqu'à un certain nombre où le facteur de qualité chute drastiquement, le comportement des quelques membranes individuelles ne correspondant plus au modèle Butterworth Van Dyke 4 éléments. En conclusion, il existe un compromis entre la taille d'un élément et la facilité de l'actionner, il semble exister une limite basse en deçà de laquelle les performances ne sont plus suffisantes, cette limite dépend probablement des capacités parasites du circuit et des performances de l'ASIC. Sur les dispositifs utilisés sur les systèmes disponibles ici, une telle limite semble se situer d'après les caractérisations entre 138 et 387 membranes, soit un diamètre de l'élément de respectivement 600  $\mu\text{m}$  et 910  $\mu\text{m}$ .

La zone sensible d'une puce composée de 16 éléments de 387 membranes (Figure 157) identiques à ceux utilisés sur les puces présentées ici pourrait prendre la forme d'un carré de 5 mm de côté. C'est ici une valeur très conservatrice, un ASIC conçu spécifiquement et des éléments connectés par la face arrière offrent un potentiel de fonctionnement pour des éléments significativement plus petits à l'avenir, composés d'un nombre inférieur de membranes plus petites. Les données peuvent être récupérées et traitées par un microprocesseur, qui peut s'accompagner d'une interface pour un utilisateur.

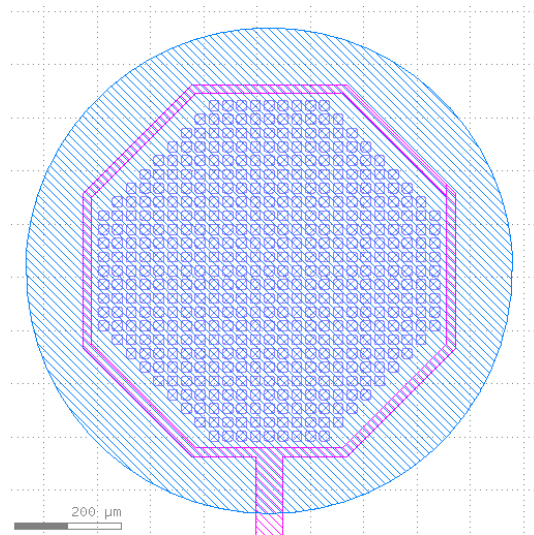


Figure 157 : Un élément ESA2 de 387 membranes mesure 910 μm de diamètre

Un système miniaturisé pourrait être représenté par le schéma de la Figure 158. Il est réduit à une carte électronique sur laquelle sont connectés un ASIC et la puce CMUT, alimentée par une pile et envoyant des données à un microprocesseur, et éventuellement une chambre fluïdique et une pompe pour la fluïdique. Pour la taille globale du système, on vient de décrire une puce CMUT de 25 mm<sup>2</sup>, on peut choisir une pile bouton de capacité 90 mAh qui mesure 20 mm de diamètre, la pompe utilisée dans ce système mesure 15x30 mm et possède un débit nominal très supérieur au minimum requis, on peut imaginer que les circuits de l'ASIC rentrent dans un capot de taille moyenne SOIC-14 de 9x4 mm. Il semble raisonnable d'affirmer que le système peut être miniaturisé jusqu'à une taille caractéristique de quelques centimètres, dont quelques millimètres pour la partie sensible seule sans dispositif fluïdique. Ces dimensions peuvent faire écho aux dimensions internes d'une narine humaine, inférieures au centimètre.

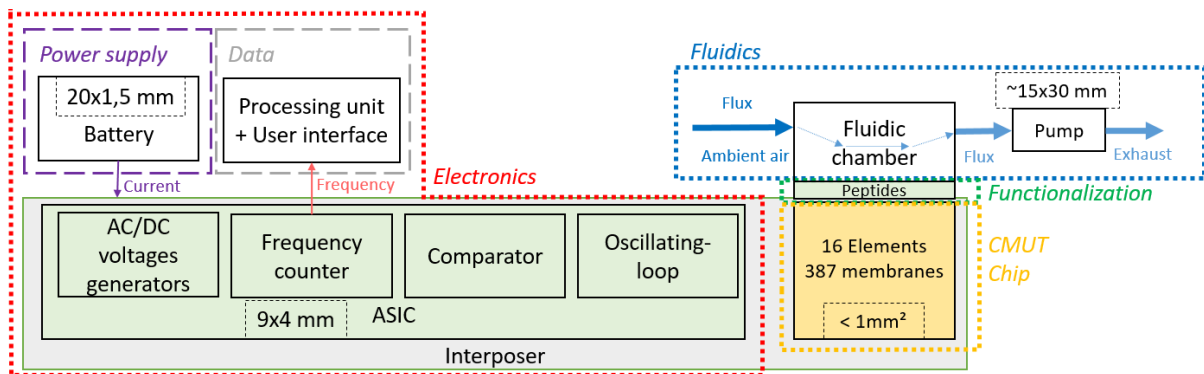


Figure 158 : Schéma bloc du système attendu après miniaturisation

Dimensions : Pile bouton CR2016 [6]

Boîtier ASIC SOIC-14 [7]

Pompe à membranes KNF [8]

## 4 Variantes technologiques envisagées

Lors de la conception du lot de fabrication ESA2, de nombreuses variantes ont été ajoutées, chacune étant reliée à une idée permettant d'améliorer les performances ou la compréhension du comportement des CMUTs. La nécessité d'un réglage spécifique des électroniques de lecture n'a pas permis de les tester sous gaz mais on peut évoquer ici des résultats partiels et les raisons de leur fabrication.

Certaines variantes ont pour but l'amélioration des performances des éléments.

- 1) L'existence de différentes tailles d'élément a pour but de quantifier le nombre minimal de membranes dont pourrait être constitué un élément fonctionnel et le compromis en termes de performances que cela représente.
- 2) Des plaques ont été fabriquées avec des membranes d'une épaisseur de 100 nm, pour correspondre aux CMUTs les plus fins de la littérature. La sensibilité massique est proportionnelle à la masse de la membrane et cette épaisseur permet une réduction de plus d'un ordre de grandeur de la masse de la membrane. Le suivi de fabrication et les caractérisations sous pointes ont montré que les éléments sont mécaniquement fonctionnels.
- 3) Afin d'augmenter la sensibilité des capteurs, des puces ont subi un traitement visant à créer une surface 3D sur les membranes, pour capturer un plus grand nombre de molécules. Ces dispositifs seront testés en 2023.

Certaines variantes permettent d'affiner la modélisation des dispositifs. Des éléments ont été réalisés à l'identique, à l'exception de la longueur de leur piste d'accès. Les caractérisations sous pointes ont permis d'obtenir une valeur précise de la capacité parasite linéique et de la résistance d'accès associée aux pistes qui relient les contacts électriques aux éléments, ces valeurs sont visibles dans le modèle utilisé en partie 2. du chapitre 5.

Enfin, on peut citer une idée qui n'a pas été mise en place mais pour laquelle existent des puces dites « de multiplexage ». Leur principe de lecture repose sur un changement de philosophie fort de la lecture des différents éléments. La puce « multiplexage » est composée de quatre éléments, reliés entre eux par une même piste électrique. Les membranes composant les éléments sont identiques au sein d'un réseau, mais différentes d'un élément à l'autre, de manière à posséder des fréquences de résonance distinctes. Le principe du multiplexage est de ne lire qu'un seul signal, au sein duquel les comportements des quatre éléments pourraient être extraits car situés à des fréquences différentes. Une étape de simulation a été nécessaire pour déterminer l'écart souhaité entre les fréquences de résonance afin d'éviter que les signaux d'un élément ne se retrouvent sur la plage de fréquence d'un autre. Le fonctionnement de cette puce nécessiterait sûrement une longue phase de recherche mais elle représentait une première idée pour contourner la croissance du nombre de circuits de lecture avec le nombre d'éléments d'une puce, et une piste de solution à un éventuel couplage mécanique de par les différences de fréquence d'oscillation entre les éléments.

## 5 Conclusion générale

D'un point de vue général, cette thèse correspond aux premiers travaux réalisés au CEA sur le thème des mesures en milieu gaz utilisant des CMUTs. Beaucoup de progrès ont été faits dans la compréhension du comportement des CMUTs en général et présagent d'avancées intéressantes pour le futur : on peut souligner l'utilisation d'un modèle analytique étayé, et de simulations éléments finis. Les avancées les plus significatives l'ont probablement été dans le



domaine de l'électronique d'actionnement et de lecture. C'est, avec le recul, la partie du système réalisé qui a nécessité de réaliser le plus de progrès avant l'obtention d'un système satisfaisant. Des procédés de fabrication de CMUT fonctionnels étaient acquis par le CEA avant cette thèse et des méthodes de designs sont maîtrisées pour être enseignées en interne. Le travail d'adaptation de la ligne fluïdique, provenant de banc d'expériences dédiés à des puces MZI ou SPRi a été facilité par la relation avec Aryballe. En revanche, la conception et l'adaptation de l'électronique dédiée à l'usage cherché ici a nécessité un travail d'apprentissage long et encore en cours. La maîtrise du système électronique implique de comprendre les objectifs et limites des architectures utilisées, les leviers pertinents sur lesquels se concentrer, et la mise en place d'une méthode de modélisation dont le simple besoin fut le résultat d'une longue réflexion.

Aujourd'hui, les résultats sont positifs, le système génère des signatures olfactives que l'on peut attribuer à un COV, et les perspectives de réaliser des dispositifs performants à moyen terme sont bonnes. Il faut tout de même préciser que du travail reste à fournir pour atteindre les performances de reconnaissance de gaz de l'état de l'art, et cela passera par l'augmentation du nombre de dimensions des signatures, donc de chaînes de lectures. Une fois un système fiable possédant quelques dizaines de dimensions réalisé, les enjeux de la reproductibilité des mesures au fil du temps, d'un appareil à l'autre, le traitement de données ou la création de bases de données de signatures olfactives seront autant d'enjeux à scruter avant de rendre possible l'utilisation par le public d'un tel nez électronique.

Ce travail a été très enrichissant et formateur. Le sujet était situé à l'interface de nombreux domaines de recherche et d'application. Il a fallu concilier compréhension précise de chaque partie et recul global sur les tâches à réaliser pour unifier les progrès. Le suivi d'un projet sur une si longue période permet de réaliser des avancées significatives, il s'inscrivait néanmoins suffisamment en amont de l'industrialisation pour que la commercialisation d'un système abouti paraisse lointaine. Au niveau de la méthodologie, il est nécessaire de souligner la pertinence d'utiliser, à toutes les étapes d'un projet de développement technologique, la modélisation analytique. Son influence sur la compréhension du système étudié et de son fonctionnement est immense : elle commence lors du questionnement initial à propos d'un modèle simple pertinent et de ses variables principales, et se poursuit jusqu'à expliquer des tendances observées sur des mesures expérimentales d'un dispositif *in situ*.

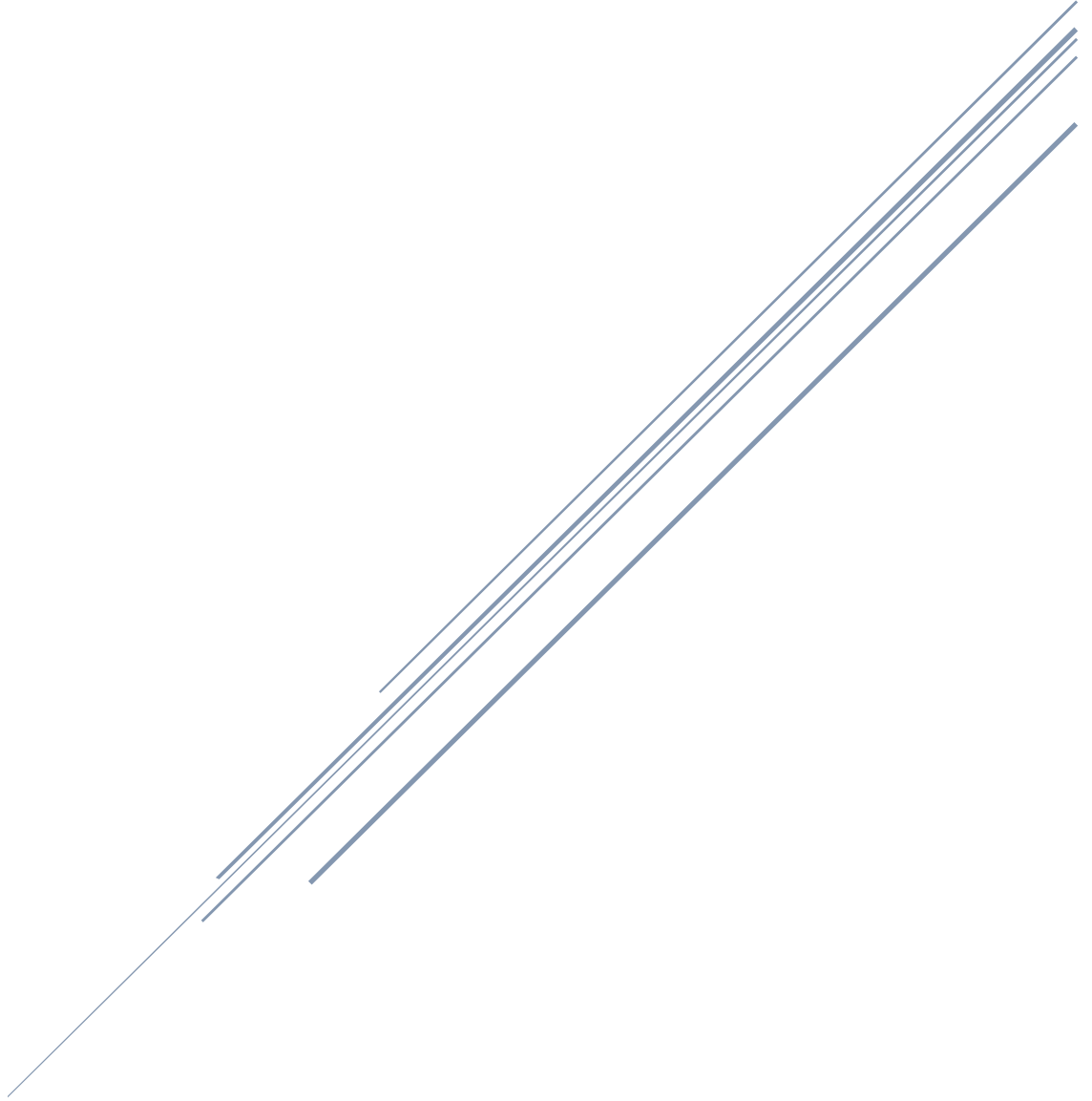
Des projets industriels et de recherche vont poursuivre ces travaux dans le but de proposer un jour une solution biomédicale opérationnelle. L'espoir de résoudre un jour une pathologie médicale comme l'anosmie a été une inspiration forte lors de ces trois années de travail et présage d'une motivation durable des scientifiques dans la poursuite de la réalisation de ce projet.

# Bibliographie

- [1] M. J. G. Mølgaard, M. Laustsen, M. H. Jakobsen, T. L. Andresen, et E. V. Thomsen, « Combined colorimetric and gravimetric CMUT sensor for detection of benzyl methyl ketone », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 275, p. 483-489, déc. 2018, doi: 10.1016/j.snb.2018.07.136.
- [2] C. Seok, M. M. Mahmud, M. Kumar, O. J. Adelegan, F. Y. Yamaner, et O. Oralkan, « A Low-Power Wireless Multichannel Gas Sensing System Based on a Capacitive Micromachined Ultrasonic Transducer (CMUT) Array », *IEEE Internet Things J.*, vol. 6, n° 1, p. 831-843, févr. 2019, doi: 10.1109/JIOT.2018.2861330.
- [3] Q. Stedman, J. D. Fox, et B. T. Khuri-Yakub, « Improved Interface Circuits for CMUT Chemical Sensors », oct. 2019, p. 989-992. doi: 10.1109/ULTSYM.2019.8926206.
- [4] R. Lyle et D. Walters, « Commercialization of silicon-based gas sensors », *TRANSDUCERS 97 - 1997 INTERNATIONAL CONFERENCE ON SOLID-STATE SENSORS AND ACTUATORS, DIGEST OF TECHNICAL PAPERS, VOLS 1 AND 2*. I E E E, 345 E 47TH ST, NEW YORK, NY 10017, p. 975-978, 1997.
- [5] « PID Sensors », *Alphasense*, 21 novembre 2022. <https://www.alphasense.com/products/pid/>
- [6] « List of battery sizes », *Wikipedia*, 17 janvier 2023. [https://en.wikipedia.org/wiki/List\\_of\\_battery\\_sizes](https://en.wikipedia.org/wiki/List_of_battery_sizes)
- [7] « Composants CMS », *jelectronique*, 17 janvier 2023. <http://wiki.jelectronique.com/doku.php?id=cms>
- [8] « NMP05 datasheet », *knf*, 17 janvier 2023. [https://knf.com/fileadmin/Global\\_files/Downloads/Product\\_OEM\\_Process/Datasheets/DB\\_NM\\_P05\\_EN\\_11112021.pdf](https://knf.com/fileadmin/Global_files/Downloads/Product_OEM_Process/Datasheets/DB_NM_P05_EN_11112021.pdf)



# ANNEXES



# ANNEXE 1 – Modèle électrique équivalent d'une membrane puis d'un élément

## 1. Comportement mécanique ; Modèle piston

Pour son comportement mécanique, on peut assimiler la membrane CMUT individuelle à un oscillateur amorti, de mouvement perpendiculaire à la surface de la membrane. En considérant un mouvement vertical uniforme à la manière d'un piston, on peut modéliser le comportement mécanique de la membrane par un système à un degré de liberté (Figure 159) dont les paramètres sont :

- $x$ , déplacement de la membrane
- $M_1$ , masse de la membrane
- $k_1$ , raideur mécanique de la membrane
- $c_1$ , amortissement
- $g$ , gap effectif, dépendant de la profondeur de la cavité
- $F_{rappel}$ , force de rappel du ressort
- $F_{elec}$ , force électrostatique

On considère ici la force de gravité négligeable devant les autres forces. L'amortissement vient ici modéliser les pertes qui surviennent lors du mouvement de la membrane : par exemple l'amortissement de l'air en face avant, les pertes aux ancrages sur le pourtour de la membrane et les ondes générées en surface dont l'énergie n'est pas récupérée par les membranes.

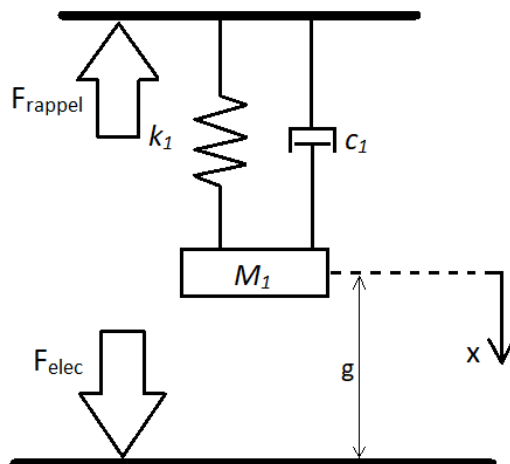


Figure 159 : Modèle 1D du comportement de la membrane CMUT

Lorsque les deux électrodes sont soumises à une tension  $V$  qui induit une force électrostatique  $F$  sur le système, le déplacement  $x$  de la membrane répond à l'équation différentielle (17) qui correspond au schéma électrique équivalent présent sur la Figure 29.

(17)

$$F(V) = M_1 \ddot{x} + c_1 \dot{x} + k_1 x$$

$$F(V) = \ddot{x} + \frac{\omega_0}{Q} \dot{x} + \omega_0^2 x$$

Avec  $\omega_0 = \sqrt{\frac{k_1}{M_1}}$ , pulsation propre et  $Q = \frac{\sqrt{k_1 M_1}}{c_1}$ , facteur de qualité

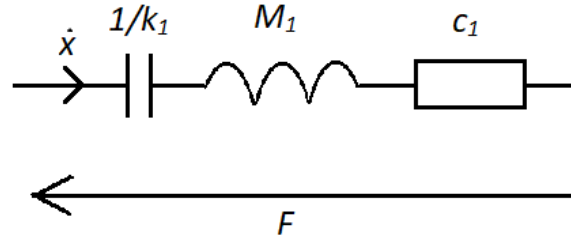


Figure 160 : Schéma électrique équivalent modélisant le déplacement de la membrane

L'équation différentielle (17), en explicitant la force électrostatique, vaut :

(18)

$$\frac{\varepsilon_0 AV^2}{2(g-x)^2} = M_1 \ddot{x} + c_1 \dot{x} + k_1 x$$

Dans laquelle on peut séparer la contribution au déplacement de la tension de polarisation continue  $V_{DC}$  de la tension alternative d'actionnement  $V_{AC}$ . Lors de ce calcul, on remarque que des termes en  $V_{AC}^2$  et  $x_{AC}^2$  vont apparaître, induisant, pour une tension d'excitation de fréquence  $f$ , une contribution au mouvement de fréquence  $2f$ . La tension continue permet de linéariser cette équation en rendant négligeable cette contribution lorsque  $V_{DC} \gg V_{AC}$ . On peut noter que le terme  $x_{DC}$  correspond à la déflexion statique, et prend donc en compte l'effet de la tension de polarisation, mais également l'effet de la différence de pression entre la cavité fermée et la face avant.

(19)

$$\begin{aligned} V &= V_{DC} \\ x &= x_{DC} + x_{AC} \\ \text{avec } \dot{x}_{DC} \text{ et } \ddot{x}_{DC} &= 0 \end{aligned}$$

$$\frac{\varepsilon_0 A (V_{DC} + V_{AC})^2}{2(g - (x_{DC} + x_{AC}))^2} = M_1 \ddot{x}_{AC} + c_1 \dot{x}_{AC} + k_1 (x_{DC} + x_{AC})$$

Or :

(20)

$$\begin{aligned} (V_{DC} + V_{AC})^2 &= V_{DC}^2 + 2 * V_{DC} * V_{AC} + V_{AC}^2 \\ (V_{DC} + V_{AC})^2 &\approx V_{DC}^2 \\ (x_{DC} + x_{AC})^2 &\approx x_{DC}^2 \end{aligned}$$

Cela conduit à l'équation différentielle suivante :

(21)

$$\varphi V_{AC} = M_1 \ddot{x}_{AC} + c_1 \dot{x}_{AC} + k_{eq,1} x_{AC}$$

Avec

$$k_{eq,1} = k_1 - k_{soft,1}; \quad k_{soft,1} = \frac{\varepsilon_0 AV_{DC}^2}{(g - x_{DC})^3}$$

Et

$$\varphi = \frac{\varepsilon_0 A V_{DC}}{(g - x_{DC})^2}$$

Ce modèle a pour fréquence propre :

(22)

$$f_{0,1} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k_{eq,1}}{M_1}}$$

Dans le cas d'une masse additionnelle  $\Delta m$  négligeable devant la masse de la membrane  $M_1$ , que l'on considère répartie uniformément sur la membrane, et à raideur  $k_1$  constante, la dérivée de l'équation (1) donne l'équation (23), qui combinée à cette même équation (1) donne l'équation (3) la variation de fréquence  $\Delta f$  en fonction de la masse additionnelle  $\Delta m$ .

(23)

$$\frac{\Delta f}{\Delta m} = -\frac{1}{2} \frac{\sqrt{k_{eq,1}} \sqrt{M_1}}{2\pi M_1}$$

(24)

$$\frac{\Delta f}{f_{0,1}} = -\frac{\Delta m}{2M_1}$$

Pour considérer un modèle piston qui représente au plus fidèle les valeurs de la membrane physique, ancrée sur son pourtour, il faut corriger la masse en mouvement. Le déplacement vertical de la membrane réelle est maximal en son centre, et quasi-nul sur son pourtour, toute la matière de la membrane ne contribue donc pas de manière maximale à la masse en mouvement. Il faut introduire la notion de masse équivalente  $M_{eq,1}$ , proportionnelle à la masse physique  $M_1$  d'un coefficient  $\alpha$ , dépendant de la géométrie de la membrane. Au final, l'équation (1) devient :

(25)

$$M_{eq,1} = \alpha M_1$$

$$2\pi f_0 = \sqrt{\frac{k_{eq,1}}{M_{eq,1}}}$$

Pour les estimations de masses additionnelles  $\Delta m$  basées sur l'équation (3), on remarque qu'une masse uniforme sur la membrane contribue également à la masse de la membrane avec un facteur de correction  $\alpha$ . Les coefficients se simplifient donc dans le terme de droite et l'équation reste valide. L'équation est donc vraie quelle que soit la forme de la membrane, en supposant une masse répartie uniformément, petite devant la masse de la membrane.

## 2. Comportement électromécanique

Une membrane CMUT répond à l'équation :

(26)

$$q = C_{e,1}V$$

Avec  $q$  la charge entre les électrodes de la membrane,  $C_{e,1}$  la capacité électrique d'une membrane et  $V$  la tension aux bornes du cMUT.

La dérivée par rapport au temps de (26) sépare le comportement du CMUT en deux branches : une branche électrique, traversée par le courant  $I_{e,1}$ , et une branche mécanique, traversée par le courant motionnel  $I_{m,1}$  :

(27)

$$\begin{aligned} I &= \frac{dq}{dt} = \frac{dC_{e,1}}{dx} \frac{dx}{dt} V + C_{e,1} \frac{dV}{dt} \\ I &= \frac{dq}{dt} = \varphi \dot{x} + j\omega C_{e,1} V_{AC} \\ I &= I_{m,1} + I_{e,1} \end{aligned}$$

Avec  $\varphi = \frac{dC_e}{dx} V$ , coefficient de transformation électromécanique,  
 $I_{m,1} = \varphi \dot{x}$ , courant motionnel correspondant à la branche mécanique du CMUT,  
 $I_{e,1} = C_{e,1} \frac{dV}{dt} = C_{e,1} V_{AC}$ , courant correspondant à la branche électrique du CMUT.

De (7), on a :

(28)

$$\varphi V_{AC} = M_1 \ddot{x}_{AC} + c_1 \dot{x}_{AC} + k_{eq,1} x_{AC}$$

Ou, en séparant l'effet de softening :

(29)

$$\varphi V_{AC} = M_1 \ddot{x}_{AC} + c_1 \dot{x}_{AC} + (k_1 - k_{soft,1}) x_{AC}$$

Ce qui nous donne une fonction de transfert électromécanique :

(30)

$$x = \varphi \frac{1/M_1}{\left(\frac{k_1}{M_1} - \frac{k_{soft,1}}{M_1}\right) - \omega^2 + j\omega \frac{c_1}{M_1}} V$$

De laquelle on obtient une expression du courant motionnel:

(31)

$$I_{m,1} = \varphi \dot{x} = j\omega \frac{\varphi^2 / M_1}{\left(\frac{k_1}{M_1} - \frac{k_{soft,1}}{M_1}\right) - \omega^2 + j\omega \frac{c_1}{M_1}} V$$



L'équation (31) nous permet de modéliser la membrane élémentaire par les schémas électriques de la Figure 161 :

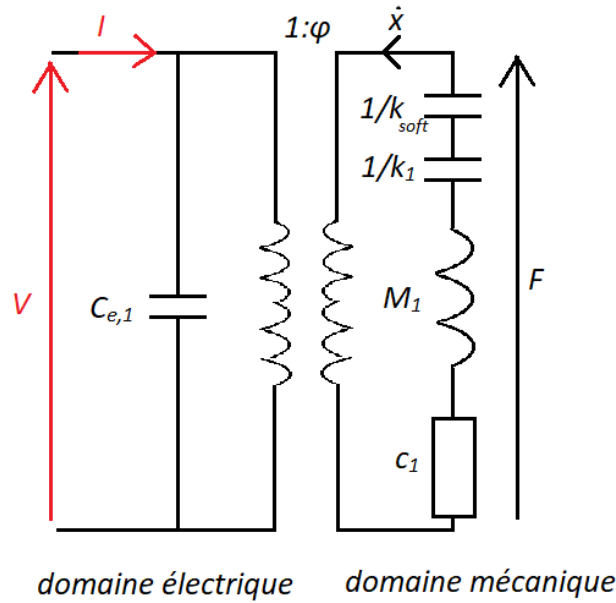


Figure 161 : Schéma équivalent d'une membrane : domaines électrique et mécanique

Ou l'équation (32) le schéma de la Figure 162 exprimé entièrement dans le domaine électrique en introduisant les équivalents dans le domaine électrique des paramètres mécaniques :

(32)

$$I_{m,1} = j\omega \frac{1/L_{m,1}}{\frac{1}{L_{m,1}C_{m,1}} - \frac{1}{L_{m,1}C_{soft,1}} - \omega^2 + j\omega \frac{R_{m,1}}{L_{m,1}}} V$$

Avec

$$L_{m,1} = M_1 / \varphi^2$$

$$C_{m,1} = \varphi^2 / k_1$$

$$R_{m,1} = c_1 / \varphi^2$$

$$C_{soft,1} = \varphi^2 / k_{soft,1}$$

Où

$$I_{m,1} = j\omega \frac{1/L_{m,1}}{\frac{1}{L_{m,1}C_{meq,1}} - \omega^2 + j\omega \frac{R_{m,1}}{L_{m,1}}} V$$

Avec

$$C_{meq,1} = \frac{C_{soft,1}C_{m,1}}{C_{soft,1} + C_{m,1}}$$

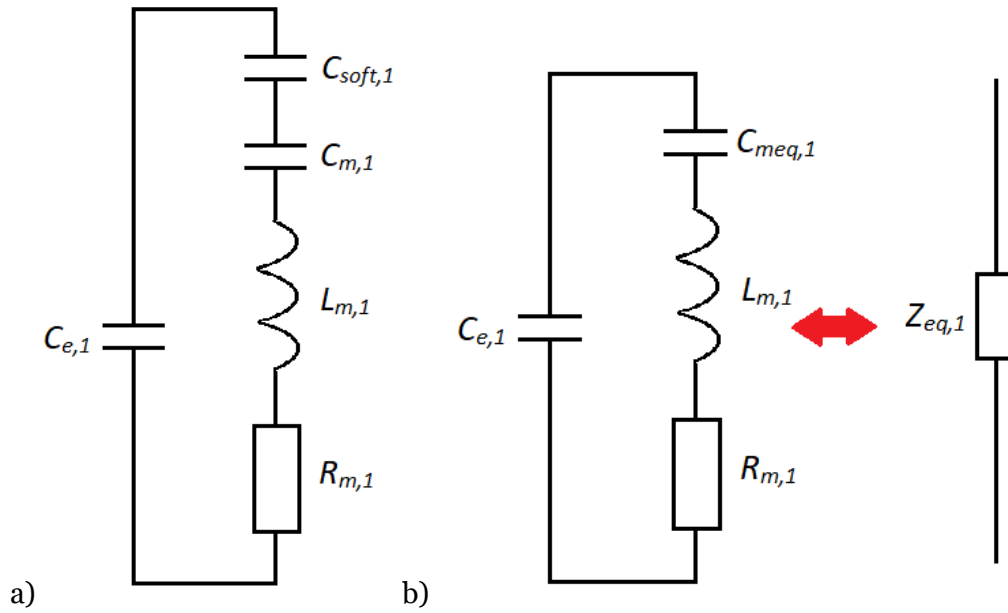


Figure 162 : Schéma électrique équivalent d'une membrane  
 a) En séparant l'effet de softening b) En intégrant l'effet de softening à la raideur de la membrane

On appelle Figure 162-b) modèle Butterworth-Van Dyke 4 éléments, et son impédance équivalente, représentant une membrane CMUT unitaire, vaut :

(33)

$$Z_{eq,1} = \frac{1}{j\omega C_{e,1}} // (R_{m,1} + j\omega L_{m,1} + \frac{1}{j\omega C_{meq,1}})$$

Où

$$Z_{eq,1} = \frac{1}{j\omega \left( C_{e,1} + \frac{1/L_{m,1}}{\frac{1}{L_{m,1}C_{meq,1}} - \omega^2 + j\omega \frac{R_{m,1}}{L_{m,1}}} \right)}$$

Soit

$$Z_{eq,1} = \frac{1}{j\omega \left( C_{e,1} + \frac{G}{\omega_0^2 - \omega^2 + j\frac{\omega\omega_0}{Q}} \right)}$$

Avec

$$G = 1/L_{m,1}$$

$$Q = \frac{1}{R_{m,1}} \sqrt{\frac{L_{m,1}}{C_{meq,1}}}$$

$$\omega_0 = 1/\sqrt{L_{m,1}C_{meq,1}}$$

### 3. Généralisation à un élément composé de N membranes

La création d'un élément est produite par un réseau de membranes dont l'ensemble des électrodes supérieures, respectivement inférieures, sont reliées physiquement et exposées au même potentiel. Un élément est donc composé de plusieurs membranes en parallèle. Pour modéliser le comportement d'un élément, on peut montrer que le modèle Butterworth-Van Dyke 4 éléments est encore valable avec des paramètres qui dépendent des paramètres d'une membrane individuelle définis sur la Figure 162, du nombre de membranes  $N$ , et de la tension de polarisation à travers  $\varphi$ .

Pour un élément composé de  $N$  membranes en parallèles,

On a un courant électrique qui vaut :

$$I_{e,elt} = N * I_{e,1} = N * j\omega C_{e,1} V = j\omega C_{e,elt} V_{AC} \quad (34)$$

Avec  $C_{e,elt} = N * C_{e,1}$ , capacité électrique totale d'un élément de  $N$  membranes

On a un courant motionnel qui vaut :

$$I_{m,elt} = N * I_{m,1} = N * j\omega \frac{1/L_{m,1}}{\frac{1}{L_{m,1}C_{m,1}} - \frac{1}{L_{m,1}C_{soft,1}} - \omega^2 + j\omega \frac{R_{m,1}}{L_{m,1}}} V$$

$$I_{m,elt} = j\omega \frac{1/L_{m,elt}}{\frac{1}{L_{m,elt}C_{m,elt}} - \frac{1}{L_{m,elt}C_{soft,elt}} - \omega^2 + j\omega \frac{R_{m,elt}}{L_{m,elt}}} V \quad (35)$$

Avec

$$L_{m,elt} = L_{m,1}/N$$

$$C_{m,elt} = C_{m,1} * N$$

$$R_{m,elt} = R_{m,1}/N$$

$$C_{soft,elt} = C_{soft,1} * N$$

$$C_{meq,elt} = \frac{C_{m,elt} + C_{soft,elt}}{C_{m,elt}C_{soft,elt}}$$

D'autres paramètres viennent modéliser les effets électriques de la géométrie complète d'un élément :

- $R_{accès}$ , représentant la résistance des pistes d'accès entre le point de mesure et les membranes
- $C_{para}$ , représentant l'ensemble des capacités parasites autres que celles des membranes

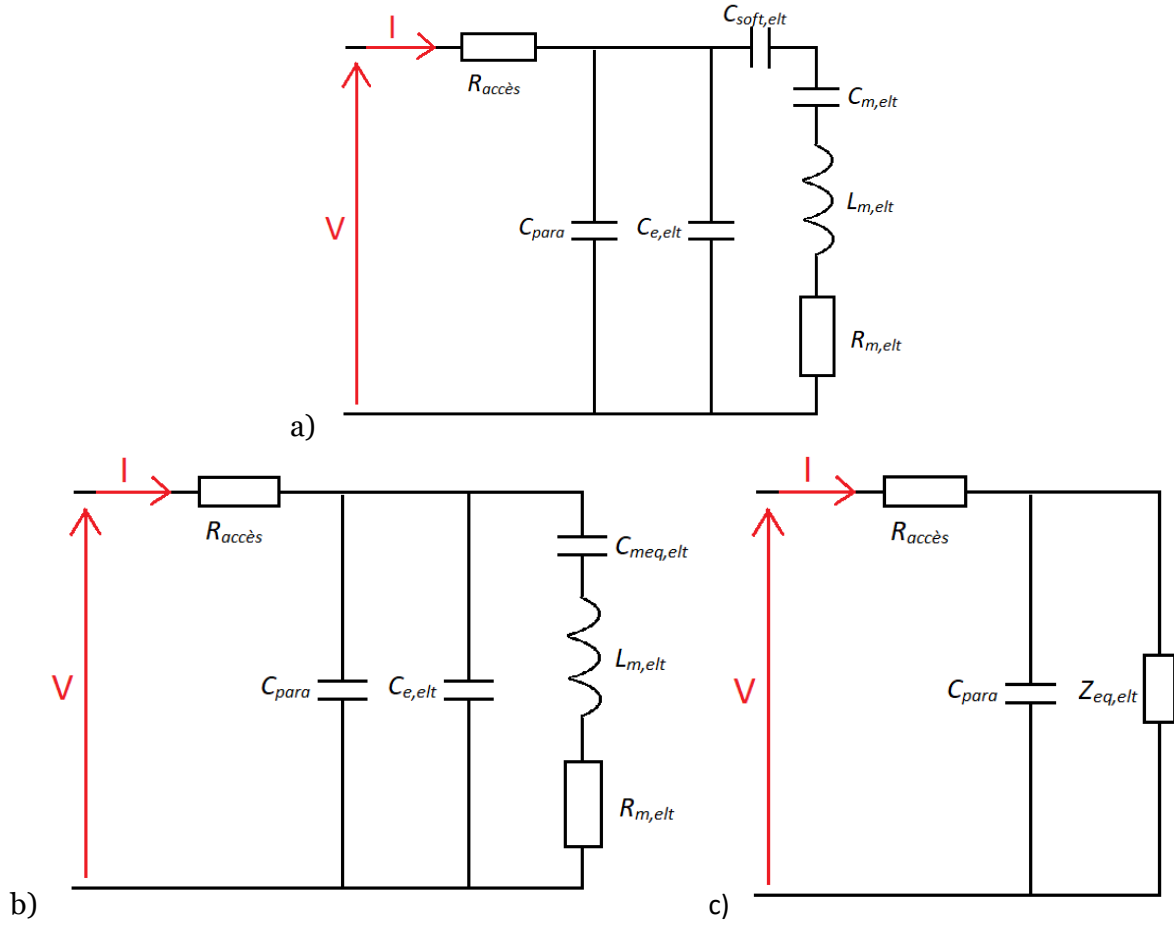


Figure 163 : Schéma électrique équivalent d'un élément

L'impédance équivalente du circuit de la Figure 163-c) vaut

(36)

$$Z_{eq,elt} = \frac{1}{j\omega C_{e,elt}} // (R_{m,elt} + j\omega L_{m,elt} + \frac{1}{j\omega C_{soft,elt}} + \frac{1}{j\omega C_{m,elt}})$$

$$Z_{eq,elt} = \frac{1}{j\omega C_{e,elt}} // (R_{m,elt} + j\omega L_{m,elt} + \frac{1}{j\omega C_{meq,elt}})$$

$$Z_{eq,elt} = \frac{1}{j\omega \left( C_{e,elt} + \frac{G_{elt}}{\omega_0^2 - \omega^2 + j \frac{\omega \omega_0}{Q_{elt}}} \right)}$$

Avec

$$G_{elt} = 1/L_{m,elt}$$

$$Q_{elt} = \frac{1}{R_{m,elt}} \sqrt{\frac{L_{m,elt}}{C_{meq,elt}}}$$

$$\omega_0 = 1/\sqrt{L_{m,elt} C_{meq,elt}}$$

## 4. Adapter un modèle aux mesures

Des paramètres utiles pour relier les mesures au modèle peuvent être introduits.

Les mesures fournissent des valeurs en fonction de  $N$  et de  $V_{DC}$ , or  $\varphi$  est proportionnel à  $V_{DC}$ ,

En posant

$$\begin{aligned} L &= L_{m,1} * V_{DC}^2 \\ R &= R_{m,1} * V_{DC}^2 \\ C &= C_{m,1} * \left(\frac{1}{V_{DC}}\right)^2 \\ C_{soft} &= C_{soft,1} * \left(\frac{1}{V_{DC}}\right)^2 \end{aligned} \quad (37)$$

On peut écrire les paramètres qui décrivent le système en fonction de  $N$  et de  $V_{DC}$  :

$$\begin{aligned} L_{m,elt} &= L / N * V_{DC}^2 \\ R_{m,elt} &= R / N * V_{DC}^2 \\ C_{m,elt} &= C * N * V_{DC}^2 \\ C_{soft,elt} &= C_{soft} * N * V_{DC}^2 \end{aligned} \quad (38)$$

On peut réécrire les coefficients du schéma de la Figure 163 :

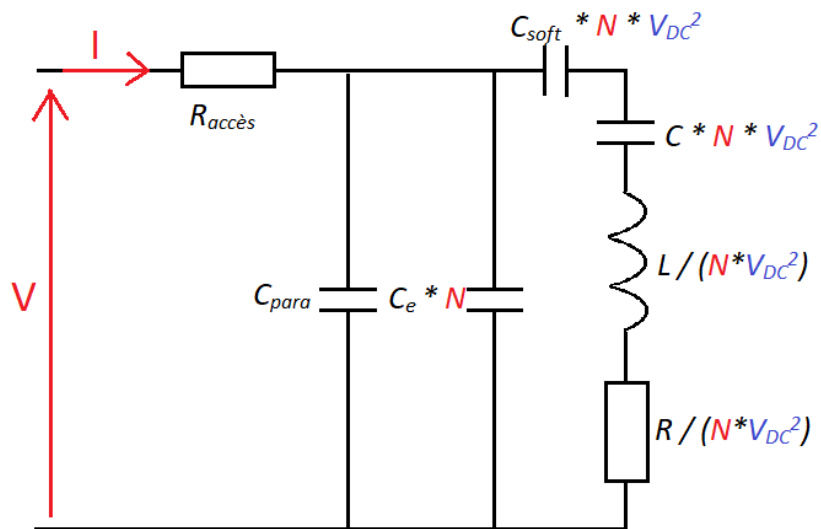


Figure 164 : Schéma équivalent avec paramètres en fonction de  $N$  et  $V_{DC}$

D'après les courbes d'impédance obtenues lors des caractérisations électriques on peut estimer des valeurs caractéristiques  $\omega_0$ ,  $G_{elt}$  et  $Q_{elt}$  à partir de l'équation (33) rapportée ci-dessous.

$$Z_{eq,elt} = \frac{1}{j\omega \left( C_{e,elt} + \frac{G_{elt}}{\omega_0^2 - \omega^2 + j \frac{\omega\omega_0}{Q_{elt}}} \right)}$$

En connaissant  $N$  et  $V_{DC}$ , et l'équation (36) on peut extraire  $L_{m,1}$ ,  $C_{meq,1}$  et  $R_{m,1}$ .

Pour extraire  $C_{soft,1}$ , on peut utiliser les mesures d'impédances pour une plage de  $V_{DC}$  pour tracer une courbe de  $f_0^2$  en fonction de  $V_{DC}^2$ . Les points peuvent être modélisés d'après les équations (21) et (25) par la fonction affine

(39)

$$f_0^2 = \frac{1}{4\pi^2} \frac{k_1}{M_{eq,1}} - \frac{1}{4\pi^2} \frac{1}{M_{eq,1}} \frac{\varepsilon_0 A}{(g - x_{DC})^3} V_{DC}^2$$

De laquelle on déduit  $C_{soft,1}$  que l'on peut exprimer

(40)

$$C_{soft,1} = \varphi^2 / \left( \frac{\varepsilon_0 A}{(g - x_{DC})^3} * V_{DC}^2 \right)$$

On peut alors déduire  $C_{m,1}$  d'après la définition de  $C_{meq,1}$  en (35).

## ANNEXE 2 : MODELE PLAQUE ET AJOUT D'UNE COUCHE D'OR – CALCULS

On cherche à estimer la fréquence propre par :

$$f_i = \frac{\lambda_i^2}{2\pi a^2} \sqrt{\frac{D_{eq}}{\mu_{eq}}} \quad (41)$$

Avec les propriétés de l'empilement complet :

$$D_{eq} = \sum_{i=1}^N D_i = \sum_{i=1}^N (Y_i^* I_i) = \sum_{i=1}^N Y_i^* t_i \left[ z_{i-1}^2 + z_{i-1} t_i + \frac{t_i^2}{3} - z_{N,i} z_{NA} \right] \quad (42)$$

$$\mu_{eq} = \sum_{i=1}^N \rho_i t_i$$

Où

$$z_{NA} = \frac{\sum_{i=1}^N Y_i^* t_i z_{N,1}}{\sum_{i=1}^N Y_i^* t_i}$$

D'après les propriétés de chaque couche :

- Densité massique du matériau (kg/m<sup>3</sup>) :  $\rho_i$
- Module d'Young du matériau (N/m<sup>2</sup>) :  $Y_i$
- Coefficient de Poisson (sans unité) :  $\nu_i$
- Module d'Young ajusté pour plaque (N/m<sup>2</sup>) :  $Y_i^* = Y_i / (1 - \nu_i^2)$
- Epaisseur de couche (m) :  $t_i = z_i - z_{i-1}$
- Hauteur de l'axe neutre de la couche individuelle (m) :  $z_{N,i} = z_{i-1} + t_i/2$
- Second moment d'inertie de la couche relatif à l'axe neutre de la couche (m<sup>3</sup>) :  $I_{N,i} = t_i^3/12$
- Second moment d'inertie de la couche relatif à l'axe neutre de l'empilement complet (m<sup>3</sup>) :  $I_i = I_{N,i} + (z_{N,i} - z_{NA})^2 t_i$

ANNEXES

Pour le modèle standard :

Ces calculs avec un empilement composé de 2 µm de SiO<sub>2</sub>, 800 µm de Si, 50 µm de SiN, 10 µm de Cr et 0, 20 ou 50 µm d’Au utilisent les valeurs du Tableau 23 et donnent les valeurs du Tableau 24 : résultats en relatif pour s’affranchir du  $\lambda_i$ , inconnu mais identique pour les différentes configurations. On suppose le silicium isotrope et on prend les valeurs de la direction (100).

Paramètres	Couche 1 (SiO <sub>2</sub> )	Couche 2 (Si)	Couche 3 (SiN)	Couche 4 (Cr)	Couche 4 v1 (Au)	Couche 4 v2 (Au)	Couche 4 v3 (Au)
$Y_i$ (N/m <sup>2</sup> )	7,00E+10	1,69E+11	2,50E+11	2,89E+11	7,00E+10	7,00E+10	7,00E+10
$\nu_i$	0,17	0,28	0,23	0,21	0,44	0,44	0,44
$\rho_i$ (kg/m <sup>3</sup> )	2200	2330	3100	7190	19300	19300	19300
$t_i$ (m)	2,00E-09	8,00E-07	5,00E-08	1,00E-08	<b>0,00E+00</b>	<b>2,00E-08</b>	<b>5,00E-08</b>
$Y_i^*$ (Pa)	7,21E+10	1,83E+11	2,64E+11	3,02E+11	8,68E+10	8,68E+10	8,68E+10
$z_{N,i}$ (m)	1,00E-09	4,02E-07	8,27E-07	8,57E-07	8,62E-07	8,72E-07	8,87E-07

Tableau 23 : Paramètres de chaque couche de l'empilement

	Sans Au	Au = 20 nm	Diff (%)	Au = 50 nm	Diff (%)
$z_{NA}$ (m)	4,57E-07	4,49E-07	2,82%	4,56E-07	4,41%
$D_{eq}$ (N.m)	8,59E-09	1,09E-08	8,35%	1,14E-08	13,47%
$\mu_{eq}$ (kg/m <sup>2</sup> )	2,06E-03	2,48E-03	22,63%	3,06E-03	51,25%
$f_0$ relatif	<b>1</b>	<b>0,940</b>	<b>-6,00%</b>	<b>0,866</b>	<b>-13,38%</b>

Tableau 24 : Estimation des fréquences propres et différence entre sans et avec couche d'or

Pour le modèle shortloop :

Ces calculs avec un empilement composé de 10 µm de SiO<sub>2</sub>, 810 µm de Si, 50 µm de SiN, 10 µm de Cr et 0, 20 ou 50 µm d’Au utilisent les valeurs du Tableau 25 et donnent les valeurs du Tableau 26. Les résultats sont exprimés en relatif pour s’affranchir du  $\lambda_i$ , inconnu mais identique pour les différentes configurations. On suppose le silicium isotrope et on prend les valeurs de la direction (100).

Paramètres	Couche 1 (SiO <sub>2</sub> )	Couche 2 (Si)	Couche 3 (SiN)	Couche 4 (Cr)	Couche 4 v1 (Au)	Couche 4 v2 (Au)	Couche 4 v3 (Au)
$Y_i$ (N/m <sup>2</sup> )	7,00E+10	1,30E+11	2,50E+11	2,89E+11	7,00E+10	7,00E+10	7,00E+10
$\nu_i$	0,17	0,28	0,23	0,21	0,44	0,44	0,44
$\rho_i$ (kg/m <sup>3</sup> )	2200	2330	3100	7190	19300	19300	19300
$t_i$ (m)	1,00E-08	8,10E-07	5,00E-08	1,00E-08	<b>0,00E+00</b>	<b>2,00E-08</b>	<b>5,00E-08</b>
$Y_i^*$ (Pa)	7,21E+10	1,41E+11	2,64E+11	3,02E+11	8,68E+10	8,68E+10	8,68E+10
$z_{N,i}$ (m)	5,00E-09	4,15E-07	8,45E-07	8,75E-07	8,95E-07	8,95E-07	8,95E-07

Tableau 25 : Paramètres de chaque couche de l'empilement

	Sans Au	Au = 20 nm	Diff (%)	Au = 50 nm	Diff (%)
$z_{NA}$ (m)	4,57E-07	4,60E-07	2,75%	4,67E-07	4,30%
$D_{eq}$ (N.m)	8,59E-09	1,14E-08	8,23%	1,19E-08	13,27%
$\mu_{eq}$ (kg/m <sup>2</sup> )	2,06E-03	2,52E-03	22,18%	3,10E-03	50,23%
$f_0$ relatif	<b>1</b>	<b>0,941</b>	<b>-5,88%</b>	<b>0,868</b>	<b>-13,17%</b>

Tableau 26 : Estimation des fréquences propres et différence entre sans et avec couche d'or



## ANNEXE 3 : DEVIATION D'ALLAN

Une mesure de la stabilité en fréquence d'un oscillateur est la déviation d'Allan, racine carrée de la variance d'Allan, expression de la variance entre des valeurs de fréquence au cours du temps, en fonction de différents temps d'intégrations de ces valeurs. Sa méthode de calcul est explicitée par l'équation (43). Sa valeur indique la variation de fréquence à différentes échelles de temps, la forme de la courbe indique le type de bruits affectant l'oscillateur.

(43)

$$\sigma_y^2(\tau) = \frac{1}{2} \langle (y_{n+1} - y_n)^2 \rangle$$

Avec les  $y_n$  des échantillons successifs d'écart de fréquence, et  $\tau$  le pas d'échantillonnage.

D'après des mesures de phase à fréquence fixe, sur une plage de fréquence où la phase est linéaire, la conversion depuis les données de phase vers des valeurs de fréquence est effectuée par une équivalence à un facteur près, dépendant du facteur de qualité du résonateur, d'après l'équation (44)

(44)

$$\frac{\Delta f}{f} \approx \frac{\Delta \varphi}{2Q}$$

Avec  $f$  la fréquence de résonance et  $\Delta f$  ses variations estimées,  $\Delta \varphi$  les variations de phase mesurées, et  $Q$  le facteur de qualité.



