



# THÈSE

En vue de l'obtention du

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par *l'Université Toulouse III - Paul Sabatier*  
Discipline ou spécialité : *MicroNano Systèmes*

---

Présentée et soutenue par *Hamida HALLIL*  
Le *16/11/2010*

Titre : *Conception et réalisation d'un nouveau capteur de gaz passif communicant à transduction RF.*

---

### JURY

*M. Patrick AUSTIN, Président du jury*  
*M. Dominique REBIERE, Rapporteur*  
*M. Serge VERDEYME, Rapporteur*  
*M. Nico DE ROOIJ, Examineur*  
*M. Jean-Paul ABADIE, Examineur*

---

Ecole doctorale : *GEET*  
Unité de recherche : *LAAS-CNRS*  
Directeur de Thèse : *Pierre TEMPLE-BOYER*  
Co-directeur de Thèse : *Philippe MENINI*



*À Toufik*  
*À tous ceux qui me sont chers,...*



## Remerciements

Le travail présenté dans ce manuscrit de thèse, à été effectué au sein du groupe *Microdispositifs et microsystèmes de détection (M2D)* du *Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes (LAAS)* du *Centre de Recherche Scientifique (CNRS)* à *Toulouse*. Je tiens en premier lieu à remercier les personnes qui ont mis en œuvre tous les moyens nécessaires à son bon déroulement :

- *Monsieur Raja CHATILA*, directeur de ce laboratoire (*LAAS-CNRS*) qui m'a accueilli et de m'avoir permis de réaliser ce travail.
- *Monsieur Pierre TEMPLE-BOYER*, responsable du groupe *M2D* pour m'avoir intégré dans son groupe de recherche.

Je remercie vivement mon directeur de thèse *Philippe MENINI*, qui a encadré mes travaux pendant ces trois années. Je tiens à exprimer ma profonde gratitude pour son dévouement, ses conseils éclairés, et son suivi universitaire. Malgré ses lourdes responsabilités, il a su répondre à toutes mes sollicitations, l'aide et la confiance qu'il a su m'accorder ont largement contribué à l'avancement de mes travaux. Je le remercie aussi pour le temps qu'il a passé à la relecture de mon manuscrit de thèse, avec les corrections et suggestions pertinentes qui ont suivi...

J'exprime toute ma gratitude à *Hervé AUBERT* encadrant de la thèse au sein du groupe *Micro et Nanosystèmes pour les Communications sans fils (MINC)*, pour sa disponibilité, la manière avec laquelle il a su me guider dans mes recherches et son soutien durant ces trois années de travail. Je le remercie pour ses grandes compétences techniques et ses qualités humaines que j'ai appréciées aussi bien dans les moments de réussites que dans les périodes de doute. L'appui sans réserve qu'il m'a apporté fut déterminant dans la progression de ces travaux de thèse.

Je remercie bien évidemment *Pierre TEMPLE-BOYER* de m'avoir encadré tout au long de ces trois années de thèse, pour ses conseils, son aide et pour les nombreuses précisions formulées pour la correction de mon manuscrit.

Je remercie les membres du jury qui ont accepté d'évaluer ce travail.

Je remercie les membres du jury qui ont accepté d'évaluer ce travail.

Je remercie *Monsieur Patrick AUSTIN*, Professeur à l'université *Paul Sabatier* et au laboratoire *LAAS-CNRS*, qui m'a fait l'honneur de présider ce jury.

Je remercie *Monsieur Dominique REBIERE*, Professeur à l'université de *Bordeaux* et au laboratoire *IMS*, et *Monsieur Serge VERDEYME*, Professeur à l'université de *Limoges* et au laboratoire *XLIM*, d'avoir accepté la tâche de rapporteur sur ce travail. Je tiens à les

remercier pour leur lecture attentive du manuscrit ainsi que pour leurs remarques pertinentes et discussions constructives.

Je remercie Monsieur Nico DE ROOIJ, Professeur à l'École Polytechnique Fédérale de Lausanne et au laboratoire STI IMT-NE SAMLAB (Suisse) pour sa contribution et l'intérêt qu'il a porté à mes travaux.

Je remercie Monsieur Jean-Paul ABADIE, Ingénieur à ELTA-AREVA pour sa participation et l'intérêt qu'il a manifesté pour ce travail.

Ces travaux de thèse ayant eu parfois un caractère multidisciplinaire, Je tiens maintenant à dire un grand merci à toutes les personnes qui m'ont apporté leur aide durant ces trois années :

- Merci à toutes les personnes de la salle blanche, en particulier Véronique CONEDERA et Djaffar BELHARET, pour leurs conseils et leurs soutien moral et pour les nombreuses précisions formulées pour la rédaction de mon manuscrit.
- Un grand merci aux équipes du CIRIMAT pour leur collaboration dans ce travail dont les contacts et les discussions ont été précieux et formateurs: Alicia WEIBEL, Lionel PRESMANES et Guillaume DROVAL pour leur aide et leur expertise sur l'élaboration du matériau ( $TiO_2$ ) sensible aux gaz.
- J'adresse également mes remerciements à tous les services techniques, logistiques et administratifs du laboratoire qui ont œuvré au bon déroulement de cette thèse, et tout particulièrement à Alexandre, Antony, Xavier, Christian, Arlette, Christina, Laurent, Marie, Brigitte,...

Je ne terminerai pas ces remerciements sans saluer tous mes collègues et amis que j'ai côtoyés pendant ces trois années avec qui je garde de très bons souvenirs :

Commençons par Franck (Coluche : je t'explique), Tonio (italien hors norme), Mehdi (fondateur: RF Sensor Team), Sofiene (Bon courage), Koukos (mon grec préféré), Thierry (trop sympa), Mathieu (Pu..), Marine, Christophe, François, Jérôme, Jonathan, Shym...

Ensuite, poursuivons avec la bande de compatriotes, Hamada (Titeuf), Samir (la flemme), Ahmed (le gaulois), Mourad, Hakim et Djaàfar (Araw tamourth), Hakim (le zen), Samy (moujtahid), Assia, Mina et Nadia (cha n goulek)...

Je m'excuse auprès de ceux que j'oublie et les remercie pour leur rôle qu'ils ont pu jouer ces trois années de thèse.

Enfin, je remercie chaleureusement ma famille. Athawendinigh Thanmirth tsamoukrent: i Toufik abichoune, i yamma ath vava, i Basset, i Malek, i Hassina, i Nadira, i Samy, i zouina, i àlim, i fodil, i douda,...akni ma thalem , thanmirthenwen.

# Table des matières

## Introduction générale

|     |                  |   |
|-----|------------------|---|
| I.1 | Références ..... | 5 |
|-----|------------------|---|

## 1. Problématique & Solution proposée

|         |   |    |
|---------|---|----|
| 1.1     | Problématique.....  | 7  |
| 1.2     | Solution proposée.....  | 11 |
| 1.2.1   | Matériaux sensibles aux gaz compatibles microondes.....                     | 12 |
| 1.2.1.1 | Mécanismes de polarisation [45-46] .....                                    | 14 |
| 1.2.1.2 | Permittivités d'un diélectrique [45-46].....                                | 15 |
| 1.2.1.3 | Relaxation diélectrique [45-46].....  | 17 |
| 1.2.2   | Circuits hyperfréquences RF.....  | 21 |
| 1.2.2.1 | Filtres à bande passante étroite.....                                       | 21 |
| 1.2.2.2 | Technologies mises en œuvre pour la réalisation de fonctions de filtrage... | 22 |
| 1.3     | Synthèse .....  | 26 |
| 1.4     | Références .....  | 28 |

## 2. Conception d'un filtre à base d'un résonateur diélectrique à modes de galerie : Application à la détection de gaz

|         |   |    |
|---------|---|----|
| 2.1     | Conception du capteur de gaz passif sans fil.....   | 33 |
| 2.1.1   | Filtre à base d'un résonateur diélectrique à modes de galerie (WGM).....                          | 34 |
| 2.1.1.1 | Présentation des modes de galerie.....  | 34 |
| 2.1.1.2 | Avantage des modes de galerie pour la détection de gaz.....                                       | 36 |
| 2.1.2   | Capteur à base de modes de galerie résonant en bande millimétrique.....                           | 37 |
| 2.1.3   | Détermination des paramètres géométriques et physiques des lignes coplanaires micro-usinées ..... | 40 |
| 2.1.4   | Détermination des paramètres géométriques du dispositif .....                                     | 44 |
| 2.2     | Résultats de simulation du capteur complet.....   | 45 |
| 2.2.1   | Influence des paramètres géométriques .....   | 48 |
| 2.2.1.1 | Influence de l'épaisseur du RD sur le couplage.....   | 48 |
| 2.2.1.2 | Influence de la hauteur de la cale sur le couplage.....   | 51 |
| 2.3     | Application à la détection de gaz .....   | 53 |
| 2.3.1   | Influence de l'humidité sur un RD en $\text{TiO}_2$ .....   | 54 |
| 2.3.2   | Influence de l'éthylène sur un RD en $\text{SnO}_2$ .....   | 57 |
| 2.4     | Conclusion.....   | 60 |
| 2.5     | Références .....  | 61 |

## 3. Fabrication du dispositif

|         |   |    |
|---------|---|----|
| 3.1     | Introduction.....   | 65 |
| 3.2     | Réalisation des lignes coplanaires sur membrane.....            | 65 |
| 3.2.1   | Masques.....  | 66 |
| 3.2.2   | Description du procédé technologique.....                       | 66 |
| 3.2.2.1 | Substrat.....   | 67 |
| 3.2.2.2 | Réalisation de la membrane diélectrique .....                   | 68 |
| 3.2.3   | Réalisation des conducteurs métalliques (procédé lift-off)..... | 69 |

|         |   |     |
|---------|---|-----|
| 3.2.3.1 | Ouverture de la membrane face arrière .....                       | 70  |
| 3.3     | Elaboration de Résonateur Diélectrique.....                       | 72  |
| 3.3.1   | Choix du résonateur diélectrique à base de TiO <sub>2</sub> ..... | 73  |
| 3.3.1.1 | Cahier des charges.....   | 73  |
| 3.3.1.2 | Propriétés diélectriques du TiO <sub>2</sub> .....                | 74  |
| 3.3.1.3 | Paramètres d'influence.....                                       | 76  |
| 3.3.2   | Elaboration d'un Résonateur Diélectrique .....                    | 81  |
| 3.3.2.1 | La poudre de TiO <sub>2</sub> .....                               | 82  |
| 3.3.2.2 | Stéréolithographie à partir de TiO <sub>2</sub> (CTTC) [54].....  | 85  |
| 3.3.2.3 | Frittage par SPS et CSM .....                                     | 86  |
| 3.3.2.4 | RD avec la cale en céramique(TEMEX).....                          | 94  |
| 3.3.2.5 | Elaboration d'une couche sensible sur le RD.....                  | 97  |
| 3.4     | Assemblage du capteur.....  | 97  |
| 3.4.1   | Assemblage du RD avec la cale .....                               | 97  |
| 3.4.2   | Assemblage du RD sur les lignes coplanaires.....                  | 98  |
| 3.5     | Conclusion.....   | 99  |
| 3.6     | Références .....  | 101 |

## **4. Validation expérimentale et analyse de la tenue en gaz par hyperfréquences-Application à la détection de gaz sans fil**

|         |  |     |
|---------|--|-----|
| 4.1     | Caractérisations hyperfréquences.....  | 105 |
| 4.1.1   | Banc de test RF et la technique de mesure [1-10].....  | 105 |
| 4.1.1.1 | Pointes RF .....   | 106 |
| 4.1.1.2 | Analyseur de réseaux Vectoriels .....  | 106 |
| 4.1.1.3 | Calibrage SOLT (Short/Open/Load/Thru).....   | 106 |
| 4.2     | Résultats de mesures des premiers prototypes .....   | 107 |
| 4.3     | Caractérisation hyperfréquence du capteur de gaz avec film nanométrique.....                         | 109 |
| 4.4     | Détection de gaz .....   | 111 |
| 4.4.1   | Caractéristiques des solvants utilisés .....   | 113 |
| 4.4.2   | Caractérisation hyperfréquence des capteurs à base de BaSmTiOxide en présence de solvants.....       | 113 |
| 4.4.2.1 | 1 <sup>ère</sup> hypothèse .....   | 118 |
| 4.4.2.2 | 2 <sup>ème</sup> hypothèse .....   | 119 |
| 4.4.3   | Caractérisation hyperfréquence du capteur de gaz avec film nanométrique en présence de solvants..... | 121 |
| 4.5     | Interrogation RADAR.....   | 124 |
| 4.5.1   | Interrogation des capteurs passifs par le RADAR-FMCW.....  | 124 |
| 4.6     | Conclusion.....  | 128 |
| 4.7     | Références .....   | 130 |

## **Conclusion générale & Perspectives ..... 133**

## **Annexes ..... 137**

## **Production scientifique..... 141**



---

# Introduction générale

---



Le monde des capteurs de gaz a subi une profonde mutation liée à l'introduction des microtechnologies à partir des années 1980. Ces nouvelles techniques de fabrication collective issues de la micro-électronique ont permis de réduire le coût et la taille de ces dispositifs (effet de la miniaturisation). Ceux-ci sont aujourd'hui largement utilisés pour des applications industrielles ou grand public. La détection des espèces gazeuses dans l'atmosphère constitue un élément de base pour l'industrie (chimique, pétrochimique, agroalimentaire), l'environnement et la sécurité des lieux publics. Les espèces gazeuses peuvent être toxiques (CO, SO<sub>2</sub>, NO<sub>x</sub>), corrosives (Cl<sub>2</sub>, F<sub>2</sub>, HF) ou encore explosives (hydrocarbures, composés nitrés). Une étude importante traite des différentes technologies de détection de gaz ou d'évaluation des concentrations en gaz. Les mesures de détection peuvent être directes ou indirectes.

Les mesures directes regroupent les chromatographes et spectromètres [1–3], les spectroscopes submillimétriques [4-5] et l'utilisation d'un spectromètre micro-onde à cavité résonante pour déterminer la concentration en oxyde d'éthylène par exemple [6].

Les mesures indirectes par transducteurs sont généralement basées sur l'utilisation d'un matériau sensible ; les capteurs de gaz les plus courants sont résonants ou piézoélectriques [7,8], chimiques [9–12], ou à effet de champ [13].

Par ailleurs, l'explosion du marché des télécommunications a permis de voir apparaître de nouveaux capteurs de gaz autonomes sans fil aux fréquences millimétriques qui s'appuient sur la disponibilité, d'une part, d'éléments sensibles petits et performants et, d'autre part, de nouveaux circuits électroniques de communication à faible coût entre 300MHz et 3GHz. Ces composants répondent à la demande croissante pour des réseaux de capteurs communicants, autonomes, pour des applications distribuées de surveillance, d'analyse, de diagnostic, etc....

En effet, quelques capteurs résonants micro-ondes [14] et prototypes de capteurs nanométriques à base de transistors à nanotubes de carbone [15-17] ont également été réalisés. Pour ces capteurs, le signal micro-onde réfléchi par un élément résonant en présence d'un gaz est comparé au signal micro-onde incident. C'est à la fréquence de résonance de l'élément sensible que la présence du gaz est mise en évidence. Par conséquent, l'utilisation d'un signal micro-onde dans une large bande de fréquence permet d'obtenir beaucoup plus d'informations et de données sur l'interaction entre le gaz et le matériau sensible utilisé, permettant ainsi une meilleure sensibilité du gaz.

Ainsi, la communauté scientifique en charge du développement des capteurs de gaz communicants doit réussir à associer les compétences issues de différents domaines tels que : la microélectronique, les télécoms et les matériaux. Comme nous le verrons, les principaux

verrous de cette technologie résident dans la conception et la réalisation de microcapteurs autonomes (faible consommation), dans l'élaboration du matériau sensible aux gaz (toujours à la recherche d'amélioration des performances en termes de sensibilité, sélectivité et stabilité) et enfin dans les techniques de mesure, d'interrogation ou d'identification. Leur mise en œuvre exige donc, progrès technologiques qui nécessitent l'exploitation des connaissances issues des trois domaines : les matériaux, les microsystèmes et les hyperfréquences. Relier la détection de gaz aux hyperfréquences est un enjeu important dans de nombreux domaines que ce soit pour les applications environnementales, spatiales, militaires, métrologique ou pour la télécommunication en général. Les interactions micro-ondes/détection de gaz tirent profit des énormes progrès réalisés sur les composants micro-ondes, l'élaboration de nouveaux matériaux sensibles aux gaz et des phénomènes physico-chimiques qui ont permis d'envisager le mariage des hyperfréquences et la détection de gaz.

Aujourd'hui, les capteurs de gaz sans fil semblent atteindre les limites de leurs performances sur les plans énergie, encombrement, technique d'analyse et interrogation à distance (limitation de la portée) pour développer des réseaux de capteurs. Le besoin de réalisation, par des techniques innovantes de ces nouveaux capteurs autonomes fait appel à des fonctions passives en radiofréquence (RF). Si l'on résume la situation au niveau des capteurs de gaz fonctionnant aux micro-ondes, on trouve tout d'abord toutes les technologies de résonateurs piézoélectriques : résonateurs à ondes de volume (BAW : Bulk Acoustic Wave), de surface (SAW : Surface Acoustic Wave) et résonateurs micro-usinés FBAR (Film Bulk Acoustic Resonator) ou SMR (Surface Mounted Resonator). Ils permettent d'obtenir de bons facteurs de qualité dans de faibles volumes (Les SAW présentent de bons facteurs de qualité de 2 à 5GHz), mais restent limités en termes d'autonomie énergétique et de fréquence de fonctionnement. Ces capteurs sont principalement basés sur la modification de la propagation d'une onde au travers d'un matériau sensible au gaz ou bien sur la variation de fréquence de résonance d'un circuit. Dans le domaine des circuits microondes, aux fréquences supérieures, on trouve toutes les classes de résonateurs diélectriques (RD) excités par différents modes (modes conventionnels TEM (Transverse Electromagnetic) TE (Transverse Electric) ou TM (Transverse Magnetic) et les modes de galerie WGM (Whispering Gallery Modes). Ces résonateurs sont souvent d'un volume important (quelques millimètres). Ceci est particulièrement intéressant pour l'application visée : la détection de gaz directement par transduction RF. C'est cette piste que nous avons voulu exploiter dans cette thèse pour réaliser un nouveau transducteur permettant la détection de gaz au travers des variations de caractéristiques diélectriques d'un RD en fonction du gaz environnant. Le matériau diélectrique doit être à la fois destiné aux hyperfréquences et à la détection de gaz.

C'est dans cette optique compliquée que s'inscrit notre étude pour la conception et la réalisation d'un nouveau capteur de gaz passif et communicant en visant de grandes performances en termes de sensibilité et si possible de sélectivité et en restant à faible coût.

La première partie de ce manuscrit est une description des capteurs de gaz déjà étudiés et une évaluation des performances de leur autonomie énergétique ainsi que de leur technique d'interrogation aux hyperfréquences. Elle décrit également la problématique dans laquelle notre équipe de recherche au sein du LAAS-CNRS s'est impliquée afin de concevoir des nouveaux principes originaux pour la mesure des quantités physiques (pression et température) en transduction RF et d'une nouvelle technique d'interrogation et d'identification des capteurs telle que l'interrogation RADAR à longue distance (40m). De plus, dans cette partie, nous présenterons des principes de base qui existent déjà, dans le domaine des micro-ondes, de la microélectronique et des matériaux, afin de proposer un principe original pour la conception d'un nouveau capteur de gaz à transduction RF.

La deuxième partie concerne le choix du composant micro-ondes. Ce dernier est constitué d'un RD excité en modes de galerie par des lignes coplanaires micro-usinées déjà étudié dans la littérature. En revanche, l'originalité de cette conception s'appuie sur l'optimisation du couplage entre les différentes parties de ce design en utilisant des outils de simulation tels que HFSS<sup>TM</sup>, l'ensemble pour une nouvelle application liée à la détection de gaz.

La troisième partie détaille la réalisation du capteur de gaz ainsi conçu. La réalisation du dispositif s'effectue en deux parties. La première concerne la réalisation des lignes coplanaires micro-usinées (CPW) par les techniques de la microélectronique. La seconde partie, propose une étude approfondie sur l'élaboration des RD à base de matériaux diélectriques et des techniques utilisées pour cette élaboration. Nous verrons au cours de cette étude les difficultés rencontrées lors d'élaboration du RD à base d'un oxyde métallique et la solution proposée afin de contourner ces problèmes. Enfin, l'assemblage des deux parties, RD et CPW, sera présenté.

Dans la quatrième partie, nous allons caractériser les prototypes réalisés afin de les valider expérimentalement. Dans un premier temps, nous présenterons le banc de caractérisation en hyperfréquences utilisé pour mesurer les paramètres de transmission, sans présence de gaz, de nos prototypes capteurs. Ensuite, nous comparons les résultats de mesure obtenus pour les différents types de capteurs réalisés exposés à l'air et à différents solvants : eau, éthanol et isopropanol. Une étude détaillée au préalable en simulation (HFSS<sup>TM</sup>) de l'influence des solvants présentés sur la réponse du capteur en transmission, a été réalisée afin d'assurer, la cohérence de l'interprétation des résultats.

Grâce à ces derniers résultats, nous verrons que les prototypes réalisés montrent une sensibilité remarquable aux différents solvants: notamment à l'éthanol et l'isopropanol. Enfin, la faisabilité d'un capteur de gaz passif et sans fil sera prouvée par l'interrogation RADAR-FMCW, ce qui laisse présager un avenir prometteur à ce nouveau type de capteurs.

## I.1 Références

- [I.1] Jeannette M. Perr, Kenneth G. Furton, José R. Almirall. “Gas chromatography positive chemical ionization and tandem mass spectrometry for the analysis of organic high explosives”. *J. Talanta*.Vol.67, pp.430–436, 2005.
- [I.2] Ivan R. Medvedev, Markus Behnke and Frank C. De Lucia “Fast analysis of gases in the submillimeter/terahertz with “absolute”specificity”. *J APPLIED PHYSICS LETTERS*, Vol.86,No.154105 pp.1-3, 2005.
- [I.3] Ulrike Willer , Mohammad Saraji, Alireza Khorsandi, Peter Geiser, Wolfgang Schade. “Near- and mid-infrared laser monitoring of industrial processes, environment and security applications”.*J. Optics and Lasers in Engineering*, Vol.44, No.6, pp.699-710, 2006.
- [I.4] Ashley T. Wilks, Michael Thompson, John F. Alder\*, John G. Baker “Quantitative millimetre wavelength spectrometry at pressures approaching atmospheric: Determination of oxygen at atmospheric pressure”; *J. Analytica Chimica Acta*, Vol.468, pp.323-333, 2002.
- [I.5] John E. Wessel and Donald Boucher “Comparison Between Cross-Track and Conical Scanning Microwave Window Channels Near 90 GHz”; *IEEE. TRANSACTIONS ON GEOSCIENCE AND REMOTE SENSING*, Vol.36, No.1, pp.16-24, 1998.
- [I.6] Z. Zhu, C. Gibson, A. H. Samuel, and I. P. Matthews “Measurement of Gas Concentrations by Means of the Power Saturation Technique in a Microwave Cavity Spectrometer”; *IEEE TRANSACTIONS ON INSTRUMENTATION AND MEASUREMENT*, VOL. 43, No.1,pp.86-89, 1994.
- [I.7] Cyril Million « Contribution à l'étude de procédés de réalisation de structures métal/PZT/métal sur silicium pour microsystèmes piézoélectriques », Thèse de doctorat de l'INSA de Lyon.2003.
- [I.8] Y. Li, C. Vancura, D. Barrettino, M. Graf, C. Hagleitner, A. Kummer, M. Zimmermann, K.-U. Kirstein, A. Hierlemann “ Monolithic CMOS multi-transducer gas sensor microsystem for organic and inorganic analytes”; *J. Sensors and Actuators B*, Vol. 126, pp. 431–440,2007.
- [I.9] Noboru Yamazoe, Kengo Shimano “New perspectives of gas sensor technology”;*J. Sensors and Actuators B*, Vol.138; pp. 100-107, 2009.
- [I.10] Noboru Yamazoe “Toward innovations of gas sensor technology”; *J. Sensors and Actuators B* Vol. 108; pp. 2-14, 2005.
- [I.11] Roderick Shepherd, Stephen Beirne, King Tong Laub, Brian Corcoran, Dermot Diamond “Monitoring chemical plumes in an environmental sensing chamber with a wireless chemical sensor network”; *J. Sensors and Actuators B* , Vol.121, No.11, pp. 142–149, 2007.
- [I.12] Yong Shin Kim, Seung-Chul Ha, Kyuwon Kim, Haesik Yang, Sung-Yool Choi, and Youn Tae Kim “Room-temperature semiconductor gas sensor based on nonstoichiometric tungsten oxide nanorod film”; *APPLIED PHYSICS LETTERS* , Vol.86, No213105, pp.1-3, 2005.
- [I.13] Jian Zhang, Anthony Boyd, Alexander Tselev, Makarand Paranjape, and Paola Barbaraa “Mechanism of NO<sub>2</sub> detection in carbon nanotube field effect transistor chemical sensors”; *J. APPLIED PHYSICS LETTERS* , Vol.88, No123112, pp.1-3, 2006.
- [I.14] S. Chopra and A. Phama “Carbon-nanotube-based resonant-circuit sensor for ammonia”; *J. APPLIED PHYSICS LETTERS* , Vol.80, No24, pp.1-3, 2002.

- [I.15] M. Dragoman, A.Muller, D. Neculoiu, G.Konstantinidis, K.Grenier, D.Dubuc, L.Bary, R. Plana, H. Hartnagel, E.Fourn, E. Flahaut “Carbon Nanotubes-Based Microwave and Millimeter Wave Sensors”; IEEE Proceedings of EUMA Conference, Germany, 2007.
  
- [I.16] Trang Thai, Amil Haque, Justin Ratner, Gerald R. DeJean, and Manos M. Tentzeris “Development of a Fully-Integrated Ultrasensitive Wireless Sensor Utilizing Carbon Nanotubes and Surface Plasmon Theory”; IEEE Proceedings of ECT Conference, 2008.
  
- [I.17] M. P. McGRATH and A. PHAM “Carbon Nanotube based Microwave Resonator Gas Sensors”; J. High Speed Electronics and Systems, Vol. 16, No4, pp. 913-935, 2006.



## *CHAPITRE 1.*

### **Problématique & Solution proposée**

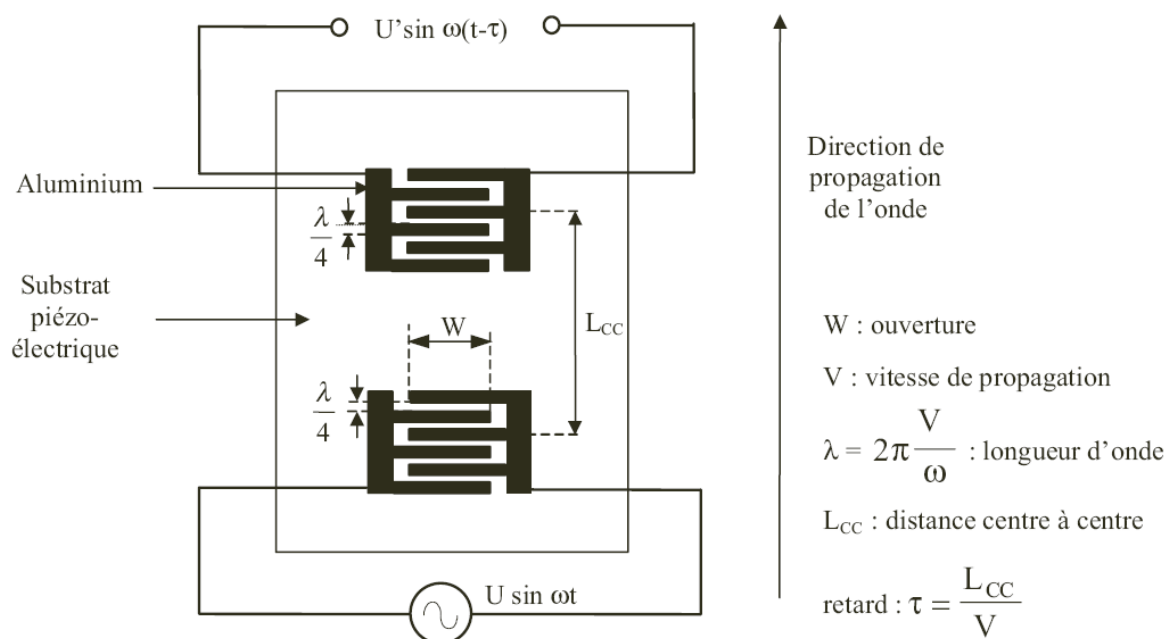


## 1.1 *Problématique*

L'inconvénient majeur des microcapteurs de gaz actuels réside dans la limitation de leur autonomie énergétique. En effet, les transducteurs utilisés pour convertir la grandeur mesurée en signal électrique exploitable, utilisent généralement une transduction impédancemétrique (capacité, résistance) ou potentiométrique (tension) qui nécessite une alimentation électrique. Dans le cas des capteurs à oxyde métallique, il faut y ajouter un apport de puissance pour faciliter l'adsorption et la désorption du gaz. Le signal doit ensuite être conditionné, amplifié, numérisé pour être finalement transmis. Ces différentes fonctions sont réalisées à l'aide de circuits électroniques dont la consommation dépend du type de transduction, de conditionnement mais aussi de la quantité d'information à transmettre et enfin, de la distance de la liaison [1-3].

La majorité des recherches visant à augmenter l'autonomie des capteurs se focalisent d'une part sur la réduction de la consommation des cellules sensibles et des circuits électroniques et d'autre part sur la disponibilité de l'énergie embarquée. Dans ce cas, plusieurs axes de recherche sont explorés : la récupération de l'énergie environnant le capteur (piézoélectrique, photovoltaïque, mécanique, thermoélectrique, électromagnétique), le développement de nouvelles sources électriques miniatures (électrochimique, nucléaire, thermoélectriques, thermo-ionique, ...). Bien que séduisantes, toutes ces solutions potentielles présentent des inconvénients majeurs tels que la complexité des dispositifs à mettre en œuvre, des courants disponibles très bas ou encore une faible quantité d'énergie stockée. L'autonomie énergétique des capteurs de gaz sans fil est donc un enjeu majeur notamment pour les générations de réseaux de capteurs distribués.

À partir des années 1990, de nouveaux types de capteurs passifs ont été réalisés en utilisant des composants à ondes acoustique de surface (SAW) [4-18]. Un résonateur acoustique est obtenu en excitant, à l'aide d'électrodes métalliques inter-digitées, un substrat piézo-électrique. La propagation de cette onde acoustique peut être modifiée par les conditions environnementales (gaz) avec une très grande sensibilité. L'interrogation de ces capteurs peut être obtenue à l'aide d'une onde électromagnétique qui excite les électrodes métalliques inter-digitées et génère ainsi l'onde acoustique. L'analyse de l'onde électromagnétique réfléchi par le capteur permet d'obtenir une information sur la grandeur qui a modifié la propagation de l'onde acoustique. La fréquence (électromagnétique et acoustique) de fonctionnement du capteur est fixée par le pas des électrodes inter-digitées (voir figure 1). Typiquement un pas de  $5\mu\text{m}$  à  $0,5\mu\text{m}$  permet d'obtenir une gamme de fréquence de 300MHz à 3GHz.



**Figure 1.** Exemple de capteur de gaz SAW [12]

Ces capteurs souffrent d'une faible distance d'interrogation (quelques dizaines de centimètres en général) et ne permettent pas d'envisager leur utilisation dans des réseaux de capteurs distribués spatialement par exemple. Une autre contrainte concerne la fréquence d'utilisation qui est limitée par le pas des électrodes métalliques inter-digitées. En effet, les ondes acoustiques de surface sont confinées à la surface du matériau piézoélectrique (au maximum à une longueur d'onde au dessus de la surface). Cette zone, qui permet de modifier la propagation de l'onde et qui favorise la détection de gaz, est ainsi réduite d'autant plus que la fréquence est élevée. Enfin, la contrainte majeure liée aux SAW réside dans les pertes dues à la double conversion d'ondes : le signal d'interrogation électromagnétique doit être converti une première fois en onde acoustique puis reconverti de nouveau en onde électromagnétique pour la lecture (retour signal). De plus, ce même signal doit couvrir deux fois la distance entre l'émetteur/récepteur (E /R) et le capteur, et cela sans amplification. Dans ce cas, l'atténuation est deux fois plus importante comparée à un système de capteur alimenté par batterie. Il en résulte que l'amplitude du signal reçu par l'E/R est beaucoup plus faible que l'amplitude du signal d'interrogation émis au départ [14].

Par ailleurs, nous assistons aujourd'hui à l'explosion du marché des capteurs RFID [19-26]. L'abréviation RFID signifie « Radio Frequency IDentification », en français, « Identification par Radio Fréquence ». Cette technologie permet d'identifier un objet ou de mesurer une grandeur physique à distance grâce à une étiquette émettant des ondes radio, attachée ou

incorporée à l'objet. L'étiquette radiofréquence (transpondeur, étiquette RFID), est composée d'une puce reliée à une antenne, encapsulée dans un support (RFID Tag ou RFID Label). Elle est lue par un lecteur qui capte et transmet l'information. La figure suivante montre l'ensemble des parties constituant le capteur RFID.

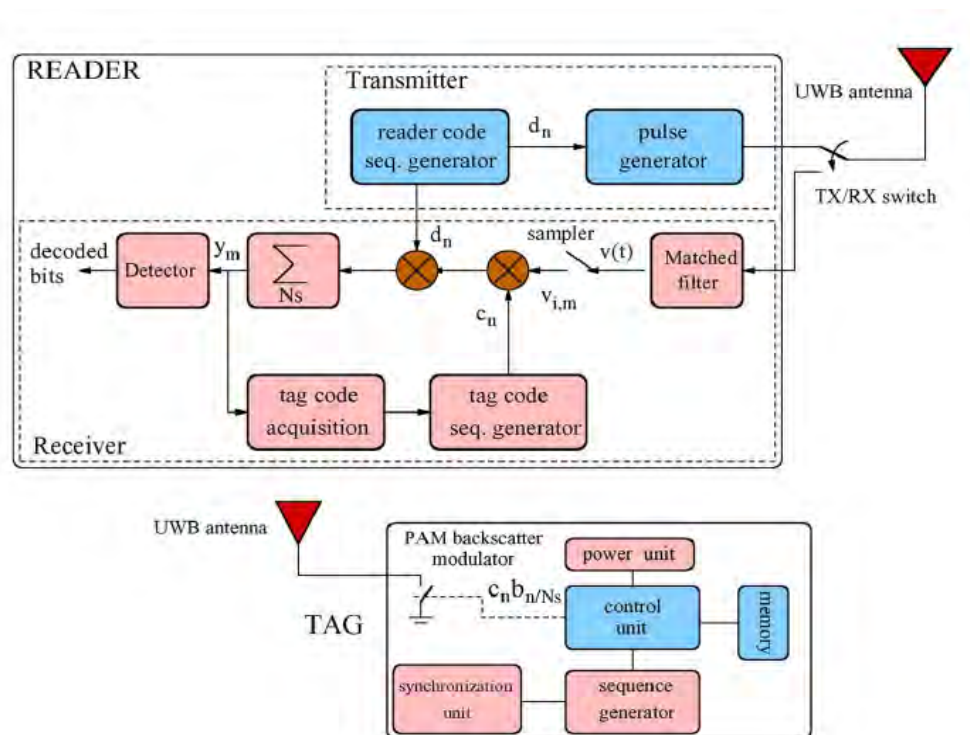


Figure 2. Principe des systèmes RFID [26]

Il existe deux grandes familles d'étiquettes RFID :

- Les étiquettes actives, reliées à une source d'énergie embarquée (pile, batterie, etc.). Elles possèdent une meilleure portée à des fréquences centimétriques (3GHz) mais à un coût plus élevé et avec une durée de vie restreinte.
- Les étiquettes passives, utilisent l'énergie propagée à courte distance par le signal radio de l'émetteur. Ces étiquettes, à moindre coût, sont généralement plus petites et possèdent une durée de vie quasi-illimitée. En contrepartie, elles nécessitent une quantité d'énergie non négligeable de la part du lecteur pour pouvoir fonctionner.

Cependant, Les systèmes RFID s'appuient sur différents standards en termes de bande de fréquence de transmission ou de puissance nécessaire. Cela dépend des fonctionnalités exigées par les processus métier et par certaines contraintes locales.

En effet, les RFID qui fonctionnent en mode de propagation d'ondes louent certaines bandes de fréquences bien spécifiques et réglementées. Par exemple dans la bande UHF, les systèmes RFID fonctionnent soit à 868-950MHz, soit à 2,45GHz. Dans le 1<sup>er</sup> cas (868MHz), la communication est limitée à une distance de lecture d'un mètre, ce qui rend leur portée très

faible. Si on s'intéresse maintenant au 2<sup>ème</sup> cas (2,45GHz), nous constatons que cette fréquence est la même que celle utilisée par les normes Bluetooth et Wi-Fi. Par conséquent, le standard RFID est confronté à des difficultés telles que la gestion de l'anticollision et des réflexions parasites.

De plus, dans la bande de fréquence UHF allouée aux RFID, de nombreux éléments externes souvent difficiles à cerner, entrent en ligne de compte tels que les phénomènes d'absorption dépendant de l'humidité ambiante ou encore le problème d'autonomie d'énergie [19]. Enfin, pour cette technologie RFID UHF, deux sérieux défis doivent être relevés ; le premier concerne les portées radio de plusieurs dizaines, voire centaines de mètres (aujourd'hui les portées sont inférieures à 15m) et le second défi concerne l'autonomie d'énergie (l'énergie nécessaire à la transmission qu'il faut minimiser).

Afin de remédier à ces différents problèmes, notre équipe de recherche s'est intéressée à de nouveaux modes de transduction hyperfréquence qui s'affranchissent complètement des besoins énergétiques embarqués et qui permettent d'envisager une interrogation des capteurs sur des distances de plusieurs dizaines de mètres.

Pour cet objectif, le LAAS a débuté, dans le cadre de la thèse de M Jatlaoui [27-29], le développement d'un capteur de pression pour lequel le principe de conception a été complètement repensé. Ce capteur se base sur un nouveau mode de transduction complètement passif qui ne nécessite pas d'énergie embarquée et qui peut être interrogé à grande distance (plusieurs mètres à quelques dizaines de mètres) par Radar. Son principe de fonctionnement est original : il est basé sur l'interaction, à l'échelle micrométrique, entre le déplacement d'une membrane en silicium et un circuit résonant microonde.

En utilisant le même système d'interrogation, en collaboration avec Georgia Tech, notre équipe a pu réaliser un nouveau capteur de température passif par interrogation RADAR [30]. Par ailleurs, le développement de solutions pour l'extraction, à distance, de la variation du mesurande (pression ou de la température) détectée au niveau du capteur est étudié. Ces solutions sont basées sur l'utilisation d'un radar FMCW (Frequency Modulated Continuous Wave) à ondes continues modulées en fréquence et sur l'analyse de la signature équivalente radar (SER) du système de mesure (Capteur avec antenne) [31-33]. Ce radar FMCW a été conçu et réalisé dans la bande Ka [25 à 31GHz] par Franck Chebila (doctorant au LAAS-CNRS) dans le cadre de sa thèse (voir figure 3). Récemment, cette technique d'interrogation par radar a été validée pour une cible jusqu'à 50m [34-36]. Ce résultat très encourageant montre bien que nous pouvons remédier au problème de portée qui limite aujourd'hui les capteurs RFID.

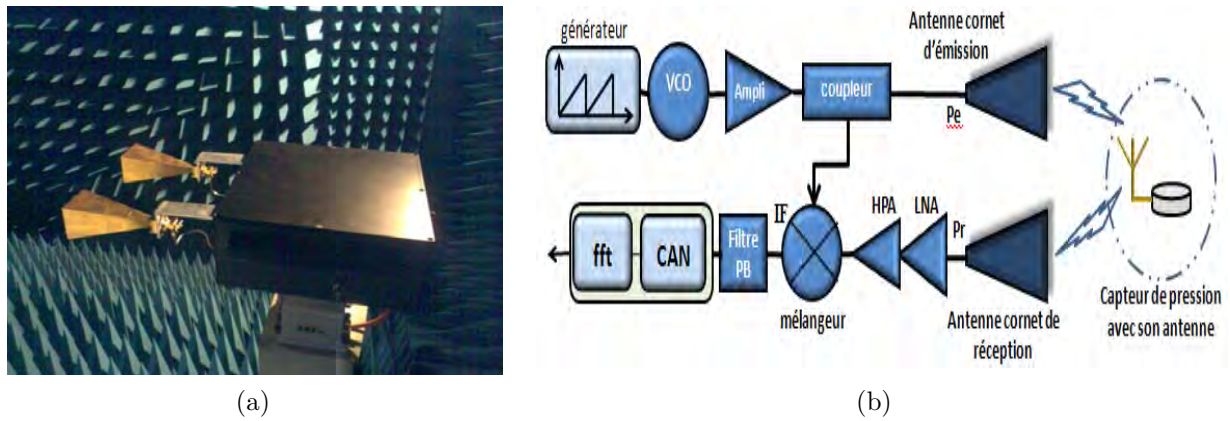


Figure 3. (a) Radar FMCW réalisé au LAAS et (b) schéma de fonctionnement du Radar

Dans ce contexte, les objectifs de cette thèse portent sur l'évaluation de la faisabilité d'un nouveau mode de transduction pour la détection de gaz, la conception et la réalisation de ce nouveau système en utilisant le radar FMCW pour la communication. Ainsi, notre but est de valider l'ensemble de la chaîne de mesure (émission radar, réflexion de l'onde électromagnétique par le capteur, analyse de l'onde réfléchie).

### 1.2 Solution proposée

Pour bien comprendre l'évolution proposée, rappelons tout d'abord que la plupart des capteurs existants utilisent des transductions (conversion de la grandeur à mesurer en grandeur électrique) qui nécessitent une alimentation électrique. Puis l'information est conditionnée et envoyée à l'aide de circuits électroniques qui consomment également de l'énergie dont le schéma synoptique est présenté sur la figure 4.

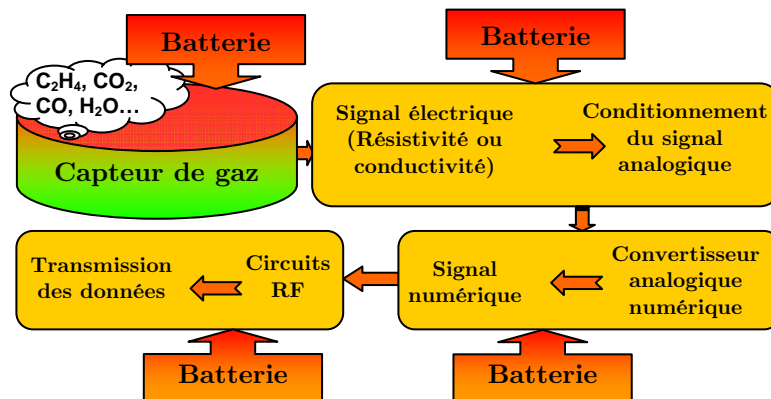
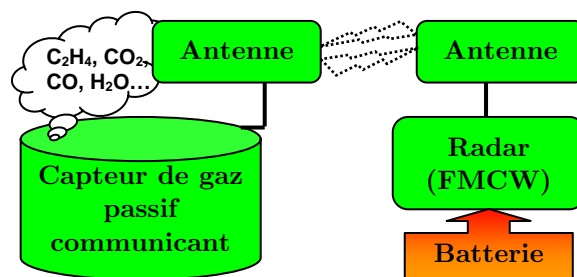


Figure 4. Schéma synoptique de la chaîne de mesure du capteur de gaz actuel accompagné d'un module de transmission sans fil

L'objectif de cette thèse est d'étudier un nouveau mode de transduction totalement passif qui permet de supprimer les modules électroniques de transformation et de transmission ainsi que les consommations énergétiques associées. Le principe de cette nouvelle transduction est basé

sur la modification du signal électrique du capteur passif communicant en présence de gaz et qui sera identifié et mesuré par un radar comme cela est illustré en figure 5.



*Figure 5. Schéma synoptique de la chaîne de mesure du nouveau capteur passif sans fil.*

Une étude bibliographique détaillée a été effectuée, dans un premier temps nous avons cherché la relation physique existant entre un matériau sensible au gaz et sa possible variation dans le domaine des micro-ondes. Ensuite, nous avons étudié les structures micro-ondes qui nous permettaient d'avoir le meilleur signal à transmettre et enfin, nous avons sélectionné la meilleure technique d'interrogation et d'identification de ces nouveaux capteurs passifs communicants.

### **1.2.1 Matériaux sensibles aux gaz compatibles micro-ondes**

Dans le domaine de la détection de gaz, les capteurs chimiques sont les plus répandus. Ces derniers offrent plusieurs avantages par rapport aux autres capteurs : leur faible encombrement, leur faible consommation énergétique (comparé aux capteurs optiques), leur faible coût et les temps de réponse relativement courts.

Les capteurs chimiques sont généralement des systèmes simples constitués d'une couche sensible permettant la reconnaissance du gaz avec lequel elle interagit et d'un système transducteur transformant l'interaction chimique en un signal électrique. Souvent, les deux fonctions sont intimement liées.

Les capteurs à oxydes métalliques semi-conducteurs ont l'avantage de s'insérer facilement dans des circuits électroniques classiques et se prêtent particulièrement bien à l'emploi des technologies de fabrication de la microélectronique. Ces capteurs sont constitués d'une couche sensible à base d'oxyde métallique dont la conductivité dépend de la composition de l'atmosphère qui l'entoure. Le signal est donc une simple résistance variable.

La plupart des oxydes métalliques utilisés dans ces capteurs de gaz présentent une sensibilité maximum à un gaz pour une température de fonctionnement donnée. Le tableau 1 regroupe des exemples de quelques matériaux sensibles et la température de fonctionnement optimale du capteur, ainsi que les gaz détectés [37-44]. Dans ce tableau, nous avons également ajouté



la valeur de la permittivité à une fréquence de travail donnée. Sachant que cette permittivité est un des paramètres clé pour un système microonde.

**Tableau 1.** Caractéristiques de quelques matériaux sensibles utilisés pour la détection de gaz

| Matériaux sensibles          | Gaz à détecter  | Température (°C)     | Permittivité à la fréquence de mesure |
|------------------------------|---|----------------------|---------------------------------------|
| <b>SnO<sub>2</sub></b>       | O <sub>2</sub> , CH <sub>4</sub> , CO, H <sub>2</sub> , NH <sub>3</sub> , C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> | 300                  | 24 à 3 GHz                            |
|                              | SO <sub>2</sub> , Cl <sub>2</sub>   | 350                  |                                       |
| <b>TiO<sub>2</sub></b>       | O <sub>2</sub> , CO, H <sub>2</sub> , C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> , Nf <sub>3</sub>                   | 500                  | 80 à 3 GHz                            |
|                              | SO <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> S  | 450                  |                                       |
| <b>SrTiO<sub>3</sub></b>     | O <sub>2</sub> , CH <sub>4</sub> et CO <sub>2</sub>   | 700-1100, 650 et 619 | 250 à 2 GHz                           |
| <b>WO<sub>3</sub></b>        | O <sub>2</sub> , CO, H <sub>2</sub> , C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> , NH <sub>3</sub>                   | 500                  | 30 à 1 MHz                            |
|                              | H <sub>2</sub> S, NO <sub>2</sub>   | 450                  |                                       |
| <b>ZnO</b>                   | NO <sub>2</sub>   | 300                  | 3.3 à 3 KHz                           |
| <b>CuO-BaTiO<sub>3</sub></b> | CO <sub>2</sub>   | 450-600              | 2500 à 1 GHz                          |

D'après ce tableau, nous constatons que la majorité de ces matériaux sensibles aux différents gaz sont également des diélectriques. Ainsi, nous avons pu trouver une relation entre leurs constantes diélectriques et la fréquence dans la littérature. En effet, dans les années 60, des études révèlent l'existence de phénomènes de relaxation diélectrique dans le matériau en présence de gaz dans le domaine des microondes [45]. L'explication de ce phénomène est donnée par l'évolution de la permittivité aux hyperfréquences, autrement dit les propriétés diélectriques du matériau sensible varient de manière conséquente avec la composition de l'atmosphère gazeuse. La réponse fréquentielle de l'élément sensible met en évidence les phénomènes de relaxations diélectriques des espèces gazeuses adsorbées. Les fréquences de relaxations diélectriques étant fortement dépendantes de la structure moléculaire (taille et nature des atomes, fonctions), la caractérisation diélectrique de l'élément sensible à des fréquences microondes assurait la sélectivité et la quantification des espèces adsorbées.

Grâce à cette relation, nous sommes convaincus que ce phénomène physique a une relation complète et évidente entre le matériau sensible aux gaz et les microondes. Par conséquent, nous avons adopté la relaxation diélectrique comme mode de transduction pour la conception de notre nouveau capteur de gaz communicant. Dans la partie suivante, nous allons présenter ce phénomène avec plus de détails.

### 1.2.1.1 Mécanismes de polarisation [45-46]

Sous l'action d'un champ électrique  $\vec{E}$ , un milieu diélectrique homogène et isotrope supposé sans charges de conduction (milieu à pertes diélectriques uniquement : conductivité  $\sigma = 0$  S/m sans charge électrique libre et mobile) acquiert une polarisation  $\vec{P}$  statique : on dit que le diélectrique se polarise. La polarisation  $\vec{P}$  définit implicitement l'apparition de pôles électriques opposés ou dipôles (un dipôle électrique est constitué par un ensemble de deux charges opposées  $+q$  et  $-q$ ) selon cette relation :

$$\vec{P} = q \vec{r} \quad (1)$$

Où  $q$  le module de la charge d'un des deux pôles et  $\vec{r}$  le vecteur orienté de la charge négative vers la charge positive et de module la distance entre les deux charges.

$\vec{P}$  doit son existence à l'apparition d'un champ électrique  $\vec{E}$  externe. Il existe une relation qui lie le moment dipolaire  $\vec{P}$  et  $\vec{E}$  présentée comme suit :

$$\vec{P} = \alpha \vec{E} \quad (2)$$

Où  $\alpha$  est défini comme la polarisabilité assimilable à un volume ( $\text{m}^3$ ), elle est donc une propriété qui est spécifique à chaque édifice microscopique et elle traduit l'aptitude d'un édifice à être déformé sous l'influence d'un champ.

$\vec{P}$  est la somme vectorielle de tous les moments dipolaires (qui peuvent être de nature différente). Il existe plusieurs mécanismes de polarisation (figure 6) qui apparaissent à des niveaux différents de l'édifice structurel d'un matériau et qui contribuent à la polarisation globale du diélectrique :

- La polarisation par charges d'espace  $P_c$  (ou interfaciale) provient de la migration, sous l'action d'un champ électrique, des charges résiduelles se trouvant dans les domaines macroscopiques du diélectrique. Ces charges sont dues aux impuretés et aux défauts du réseau cristallin. Elles ont tendance à se concentrer aux interfaces des grains du matériau et au niveau des défauts.
- La polarisation dipolaire  $P_0$ , qui n'existe que dans les milieux polaires, est liée à l'orientation dans le sens du champ électrique des dipôles permanents. Une molécule formée par plusieurs atomes de types différents possède parfois un moment dipolaire permanent spontané (existant même en l'absence de champ) orienté de façon aléatoire. Cependant, en présence d'un champ, tous les moments des molécules du diélectrique tendent à s'aligner dans la direction et le sens du champ ce qui donne lieu à une polarisation résultante dite d'orientation.

- La polarisation ionique  $P_i$  est liée aux déplacements en sens inverse des ions de signe contraire lorsqu'un champ électrique est appliqué. Ce type de polarisation apparaît dans les cristaux ioniques.
- La polarisation électronique ou atomique  $P_e$  rend compte du déplacement des charges présentes dans chaque atome (électrons et noyaux) sous l'action d'un champ électrique. La polarisation électronique traduit en fait l'aptitude à la déformation du nuage électronique. Le centre de gravité des atomes ne coïncide plus avec celui qui existait sans la présence du champ.

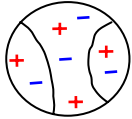
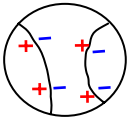
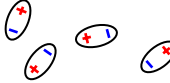
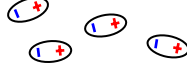
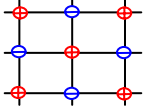
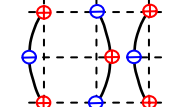
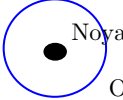
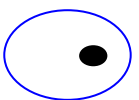
| Type de polarisation   | $E=0$   | $\oplus \xrightarrow{E \neq 0}$   |
|------------------------|---|---|
| Interfaciale ( $P_c$ ) |  Charges réparties de façon aléatoire  |    |
| Dipolaire ( $P_o$ )    |  Dipôle                                |    |
| Ionique ( $P_i$ )      | <br>$\oplus$ Ion +<br>$\ominus$ Ion - |   |
| Electronique ( $P_e$ ) |  Noyau<br>Orbitale S                 |  |

Figure 6. Les différents types de polarisation [46].

L'association de ces quatre contributions engendre une polarisation totale  $P$  telle que :

$$P = P_c + P_o + P_i + P_e \tag{3}$$

### 1.2.1.2 Permittivité d'un diélectrique [45-46]

Dans le vide, le vecteur induction ou excitation  $D$  et le vecteur champ électrique  $E$  sont associés dans la formule suivante:

$$D = \epsilon_0 E \tag{4}$$

Où  $\epsilon_0$  définit la permittivité absolue du vide en F/m.

À l'échelle macroscopique, si l'on considère le matériau diélectrique dans une vision globale (pas de considération aux niveaux des édifices atomiques, ioniques ou moléculaires) il apparaît de manière phénoménologique que  $E$  et  $P$  ne sont pas indépendants et se trouvent en relation par l'intermédiaire d'une grandeur que l'on nomme susceptibilité diélectrique  $\chi$  :

$$P = \chi E = \epsilon_0 \chi_r E \tag{5}$$

En sachant que  $\chi = \epsilon_0 \chi_r$  et avec  $\chi$  et  $\chi_r$  sont respectivement les susceptibilités absolue et relative du milieu. La susceptibilité rend compte de la facilité avec laquelle un matériau libère une charge sous l'influence d'un champ.

Dans un milieu matériel isotrope, la relation (4) doit revêtir un caractère plus général pour tenir compte des phénomènes de polarisation du matériau; elle devient donc :

$$D = \epsilon_0 E + P \quad (6)$$

En remplaçant P par son expression donnée dans la relation (5) nous avons:

$$D = \epsilon_0 E + P = \epsilon_0 E + \epsilon_0 \chi_r E = \epsilon_0 (1 + \chi_r) E = \epsilon_0 \epsilon_r E = \epsilon E \quad (7)$$

Avec  $\epsilon = \epsilon_0 \epsilon_r$  et  $\epsilon_r = (1 + \chi_r)$ .  $\epsilon$  et  $\epsilon_r$  sont appelées respectivement permittivités absolue et relative du milieu.

On notera que la permittivité du matériau se manifeste communément par l'augmentation de la capacité qui est liée à l'aptitude du matériau à se polariser dans un champ à cause des déplacements en sens opposés des charges positives et négatives. La permittivité traduit donc l'aptitude du matériau à accumuler des charges dans un composant.

Dans un cas général (milieux anisotropes) la permittivité est une matrice (ou tenseur de permittivité) qui lie les vecteurs D et E selon la relation suivante :

$$D = [\epsilon] E \quad (8)$$

Avec :  $[\epsilon]$  est une matrice qui représente la permittivité du milieu ou tenseur de permittivité.

#### a) *Permittivité complexe et tangente de l'angle de pertes*

En réalité, les diélectriques se révèlent imparfaits, ils sont en particulier le siège de courants de fuite et d'autres phénomènes d'origines diverses (existence de porteurs libres ou liés) entraînant des pertes qui se traduisent par un échauffement du matériau diélectrique.

Deux termes imaginaires sont introduits dans la définition de la permittivité. On définit alors la permittivité complexe absolue  $\epsilon_A$  d'un matériau de la manière suivante :

$$\epsilon_A = \epsilon_0 \cdot \epsilon_r' - j \epsilon_0 \cdot \epsilon_d - j \frac{\sigma}{\omega} \quad (9)$$

Avec :  $\epsilon_r'$  est la permittivité relative du milieu diélectrique,  $\epsilon_d$  est relative aux pertes d'origine diélectrique (phénomènes dans le diélectrique),  $\frac{\sigma}{\omega}$  traduit les pertes liées aux courants de fuite dans le matériau,  $\sigma$  est la conductivité du matériau et  $\omega$  la pulsation du champ électrique auquel est soumis le diélectrique.

En regroupant les termes dus aux pertes et en divisant la permittivité complexe par  $\epsilon_0$ , on définit alors la permittivité complexe relative  $\epsilon_r$  du matériau :

$$\epsilon_r = \epsilon_r' - j \epsilon_r'' \text{ avec } \epsilon_r'' = \epsilon_d + \frac{\sigma}{(\epsilon_0 \cdot \omega)} \quad (10)$$

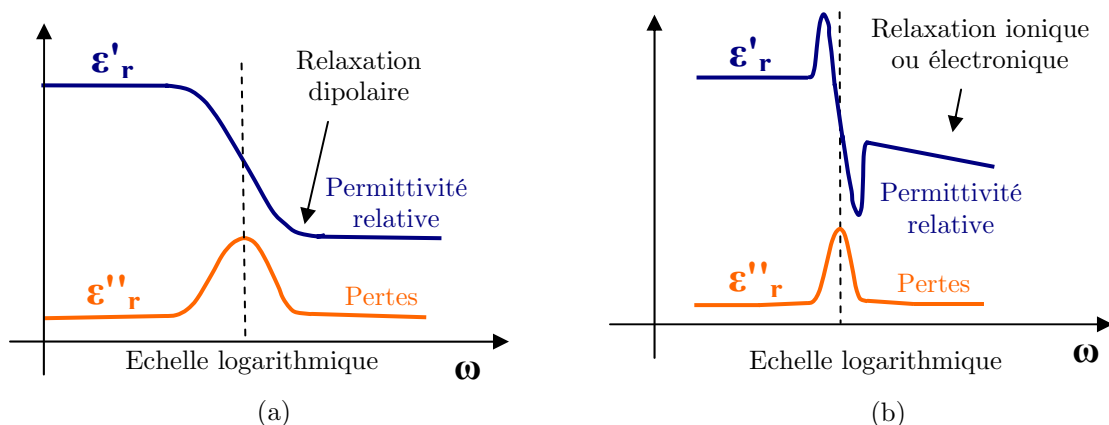
$\epsilon_r''$  représente les pertes relatives totales du matériau.

De manière générale, un diélectrique est aussi caractérisé par sa tangente de pertes  $\tan \delta$  représentée dans la formule suivante :

$$\tan \delta = \frac{\epsilon_r''}{\epsilon_r'} \quad (11)$$

### 1.2.1.3 Relaxation diélectrique [45-46]

Chaque type de phénomène de polarisation apparaît sur un certain spectre de fréquence et est dépendant de cette dernière. Lorsque la fréquence augmente, le nombre de mécanismes participant à la polarisation diminue. Au delà de quelques Hertz ne subsistent que les polarisations dipolaires, ioniques et électroniques. Lorsque la fréquence se situe aux environs de quelques MHz, les dipôles n'arrivent plus à s'orienter à la fréquence imposée par le champ électrique : il y a relaxation dipolaire. Le même phénomène se produit pour les ions de signes opposés qui ne peuvent plus se déplacer en sens inverse à la vitesse imposée par des fréquences allant des hyperfréquences à l'infrarouge (des GHz au THz) : il y a alors relaxation ionique. Au niveau atomique, le mouvement des charges s'amortit fortement à partir de fréquences de l'ordre de  $10^{15}$  Hertz : il y a alors relaxation électronique. Pour des fréquences encore plus élevées, le champ électrique oscille avec une très grande rapidité et n'a plus aucune action sur quelque élément polarisable que ce soit. En définitive, l'amplitude de la polarisation  $\mathbf{P}$  décroît en fonction de la fréquence à chaque fois qu'une relaxation se manifeste. Finalement, pour des fréquences très élevées, l'amplitude de  $\mathbf{P}$  va tendre à disparaître. Etant donné que la permittivité d'un matériau est directement liée à la polarisabilité, son évolution en fonction de la fréquence sera similaire: la permittivité diminue lorsque la fréquence augmente.

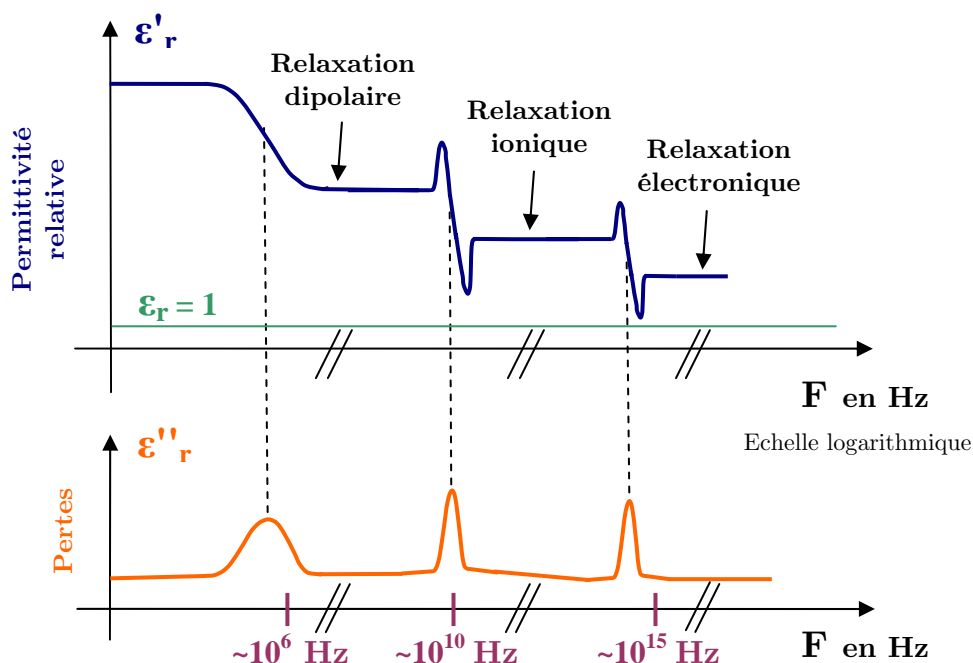


**Figure 7.** (a) Evolution de la permittivité relative et des pertes dans le cas d'une relaxation dipolaire, (b) Evolution de la permittivité relative et des pertes dans le cas de relaxations ionique et électronique

Chaque phénomène de relaxation se trouve toujours accompagné d'un mécanisme de pertes dans le diélectrique (pic d'absorption) et se résume alors par les figure.7 [46]. Ces deux figures décrivent le comportement de la permittivité relative et des pertes d'un matériau en fonction de la fréquence centrée sur une relaxation, dipolaire (fig.7.a) et ionique/électronique (fig.7.b). On peut remarquer dans le cas d'une relaxation ionique/électronique qu'un phénomène de résonance apparaît avant la décroissance stable de la permittivité. Cette manifestation est due aux pulsations propres respectivement des ions et des électrons lorsque ces dernières correspondent à la pulsation imposée par le champ électrique polarisant.

**a) Dépendance en fréquence de la permittivité complexe-Relations de Kramers-Krönig**

Les descriptions précédentes permettent d'établir la dépendance théorique en fonction de la fréquence de la permittivité  $\epsilon_r$  et des pertes  $\epsilon''$  d'un matériau comme cela est illustré dans la figure 8.



**Figure 8.** Evolution théorique de la permittivité relative et des pertes d'un matériau diélectrique sur un large spectre de fréquence [46]

Nous remarquons que lorsque la relaxation électronique a eu lieu, la permittivité  $\epsilon_r$  tend vers 1 (la permittivité absolue du matériau tend vers celle du vide). Pour des fréquences supérieures à  $10^{19}$  Hz, le matériau peut présenter une permittivité inférieure à 1 : ceci indique que la vitesse de phase des signaux propagés dans le diélectrique est supérieure à la vitesse de la lumière. La vitesse de phase étant égale au rapport de la vitesse de la lumière sur la racine

carré de la permittivité pour des matériaux purement diélectriques. Pour la partie basse du spectre, il est parfois nécessaire de rajouter la contribution due à la polarisation interfaciale.

Dans tout milieu (milieu diélectrique par exemple) qui comporte des pertes, les parties réelle  $\epsilon'_r$  et imaginaire  $\epsilon''_r$  de la permittivité complexe relative sont liées l'une à l'autre par les relations de Kramers-Krônig qui peuvent être établies quelle que soit l'origine du mécanisme de polarisation.

$$\epsilon'_r(\omega) = \epsilon'_{r\infty} + \frac{2}{\pi} \int_0^{\infty} \frac{\Omega \cdot \epsilon''_r(\Omega)}{\Omega^2 - \omega^2} d\Omega \quad (12)$$

$$\epsilon''_r(\omega) = -\frac{2 \cdot \omega}{\pi} \int_0^{\infty} \frac{\epsilon'_r(\Omega) - \epsilon'_{r\infty}}{\Omega^2 - \omega^2} d\Omega \quad (13)$$

$\epsilon'_{r\infty}$  est la valeur limite de la permittivité relative aux très hautes fréquences.

$\Omega$  est la variable d'intégration.

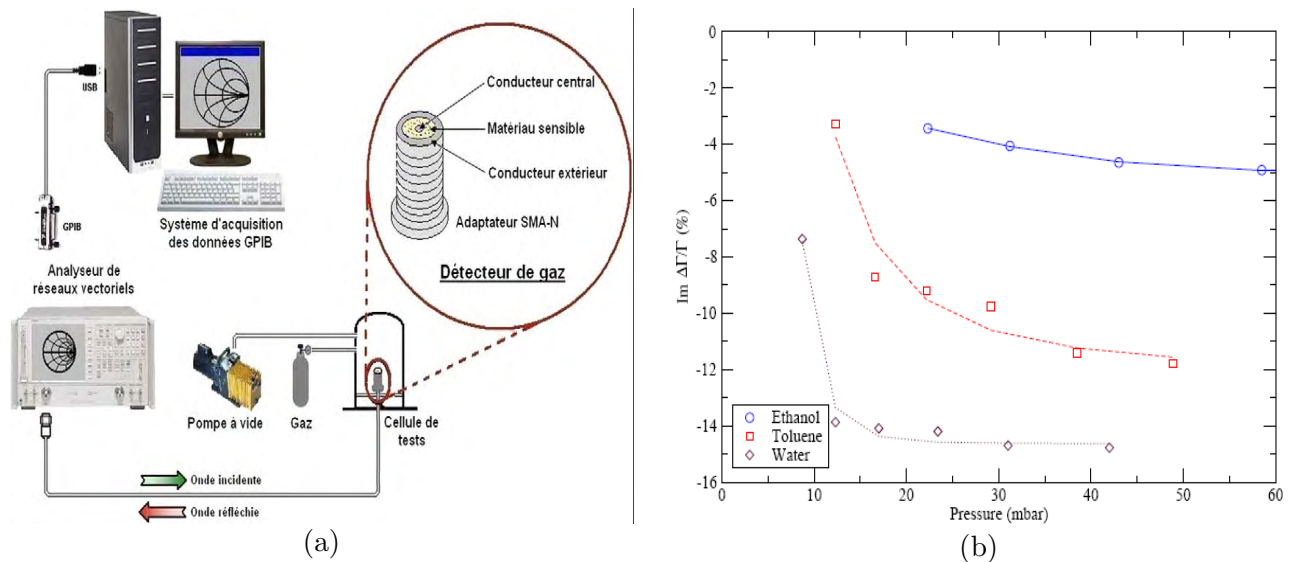
$\omega$  est la pulsation temporelle.

D'autres paramètres peuvent modifier les caractéristiques diélectriques ( $\epsilon'_r$  et  $\epsilon''_r$ ) d'un matériau comme la température par exemple [47-48].

Dernièrement, la relaxation diélectrique a été exploitée par plusieurs auteurs pour des applications en microélectronique telles que : des capacités MIM intégrées dans des transistors ou des fonctions passives dans les circuits intégrés hyperfréquences avancés [46]. Ainsi, nous pouvons retrouver ce principe de détection (relaxation diélectrique) dans le domaine biomédical, par exemple la détection d'une protéine dans des tissus biologiques à des fréquences millimétriques. Par ailleurs, des capteurs de gaz micro-ondes ont été réalisés en s'appuyant sur ce phénomène de relaxation diélectrique présent dans le matériau sensible.

Parmi ces travaux, nous pouvons citer l'étude d'un capteur micro-onde à base de  $\text{SrTiO}_3$  dans la bande de fréquence [1, 3GHz] pour la détection de l'eau, de l'éthanol et du toluène [49]. Ce détecteur s'appuie sur la mesure du coefficient de réflexion d'un câble coaxial rempli par du  $\text{SrTiO}_3$ . La figure 9 montre les variations du coefficient de réflexion après adsorption de gaz par le matériau sensible.

D'après ces études bibliographiques, ce phénomène de relaxation diélectrique peut être utilisé comme principe de transduction dans un système de détection microondes. Les variations des propriétés diélectriques (ses permittivités) d'un matériau vont engendrer une variation de fréquence dans le domaine des hyperfréquences.



**Figure 9.** Développement d'un nouveau capteur de gaz basé sur la détection à large bande micro-onde [66], (a) Schéma du montage expérimental utilisé pour tester le capteur de gaz micro-onde ; (b) Evolution de la partie imaginaire de  $\Delta\Gamma$  (coefficient de réflexion) en fonction de différentes pressions de vapeur saturante d'éthanol, de toluène et d'eau à 2 GHz ( $SrTiO_3$ ) [49].

En revanche, le choix du matériau sensible n'est pas évident, puisque nous sommes confrontés à deux problématiques. La première concerne les exigences imposées par le domaine de la microélectronique d'une part et des sciences des matériaux d'autre part. En effet, les techniques de microélectroniques sont très avancées et surtout adaptées aux matériaux classiques, tels que le Silicium et ses dérivées, les métaux ou les substrats en verre avec un bon contrôle des dimensions à l'échelle du micromètre. Les sciences des matériaux nous permettent d'élaborer des matériaux diélectriques (céramiques) tels que le  $SrTiO_3$  ou  $BaTiO_3$  mais avec une limitation dans le contrôle des paramètres de dépôt ou de moulage [50-51]. Ce qui complique l'intégration de ces matériaux dans des circuits microélectronique ou leur exploitation pour notre capteur.

La deuxième problématique concerne le domaine des micro-ondes qui est très exigeant en terme de choix de matériaux destinés aux fonctions hyperfréquences. Les matériaux utilisés dans les télécommunications doivent remplir plusieurs critères tels que la connaissance de leurs permittivités, leurs faibles pertes diélectriques et leur bon coefficient de stabilité en température [52-53].

Pour cela, nous avons fait une étude bibliographie approfondie qui sera détaillée par la suite dans la partie réalisation du capteur et élaboration de matériau (chapitre III). Parmi les matériaux proposés dans le tableau I.1, nous avons choisi le  $TiO_2$  puisque ce dernier remplit le cahier des charges exposé précédemment. Ainsi le  $TiO_2$  va nous permettre de détecter plusieurs gaz et nous pouvons l'intégrer dans un circuit micro-onde.



Enfin, après avoir fait le choix du matériau, nous présenterons dans la partie suivante le choix de la structure micro-onde qui nous permettra l'intégration de ce matériau.

### **1.2.2 Circuits hyperfréquences RF**

La transduction hyperfréquence est basée sur la modification, par la grandeur à mesurer, de la fréquence de résonance d'un résonateur hyperfréquence. Plusieurs types de résonateurs peuvent être envisagés : des résonateurs planaires en technologie coplanaire ou microruban ou encore des résonateurs diélectriques. Pour chacun de ces types, il s'agira d'analyser les différents moyens de modifier cette fréquence de résonance et de proposer des solutions adaptées aux différentes grandeurs à mesurer comme par exemple : l'utilisation du capteur comme un élément variable d'un filtre dont nous lisons la fréquence caractéristique avec un facteur de qualité le plus élevé possible pour avoir la meilleure sensibilité.

Mais en fonction de l'analyse qui sera faite par la suite, certaines de ces grandeurs peuvent être éliminées et d'autres retenues.

#### **1.2.2.1 Filtres à bande passante étroite**

Largement réservé aux applications militaires à l'origine, le domaine des transmissions par onde électromagnétique hyperfréquence s'est fortement répandu ces dernières années avec l'émergence de nouvelles applications. Le domaine d'activité ayant subi l'essor le plus important est le domaine des communications, qu'elles soient fixes ou mobiles, terrestres ou spatiales. Le nombre sans cesse grandissant d'utilisateurs du spectre de fréquence a engendré de nouvelles contraintes sur les éléments d'extrémité des systèmes de télécommunication. Des performances électriques sans cesse améliorées, une sélectivité accrue, un encombrement et un coût réduits constituent les contraintes principales. Devant celles-ci, la conception des filtres planaires apparaît de plus en plus comme un des points compliqués dans la démarche de conception. Dans ce contexte, le développement des filtres planaires très sélectifs, possédant de faibles niveaux de pertes et bien sûr faible coût est à l'heure actuelle un domaine d'activité d'un intérêt fondamental. Ainsi, si on s'intéresse à l'application de ces filtres planaires pour la détection de gaz, la problématique s'avère encore plus compliquée vu la difficulté d'intégration de nouveaux matériaux.

Lors de la conception de tels filtres, la précision (finesse de conception), qui est directement liée au degré de sélectivité, est l'un des paramètres les plus importants. Cette précision se retrouve tant au niveau de la démarche de conception qu'au niveau des moyens de réalisation des dispositifs. Si l'on s'intéresse, dans un premier temps, aux problèmes liés à la conception,

deux types d'approches peuvent être décrits : l'approche circuit électromagnétique et l'approche capteur de gaz.

La conception de filtres à bande étroite présentant de faibles pertes conduit donc inévitablement à l'étude de structures soit planaires soit volumiques. Ainsi, le choix de la topologie du filtre s'avère primordiale du point de vue des performances électriques d'une part et pour l'application détection de gaz d'autre part.

#### ***a) Critères de choix topologiques et technologiques***

Le choix de la topologie et de la technologie du filtre à réaliser se fait selon un certain nombre de paramètres classés par critères :

##### *Critère Electrique*

- Largeur de bande passante et fréquences de résonances (dans la bande de Radar)
- Pertes dans la bande passante et facteur de qualité
- Passif et interrogeable par RADAR (30GHz)

##### *Critère Physico-chimique pour la détection de gaz*

- Intégration de matériau sensible au gaz
- Une grande surface exposée au gaz
- Impact de la mesure de gaz sur les caractéristiques du filtre

##### *Critère Physique*

- Encombrement
- Poids
- Tenue en puissance
- Stabilité mécanique
- Sensibilité en température

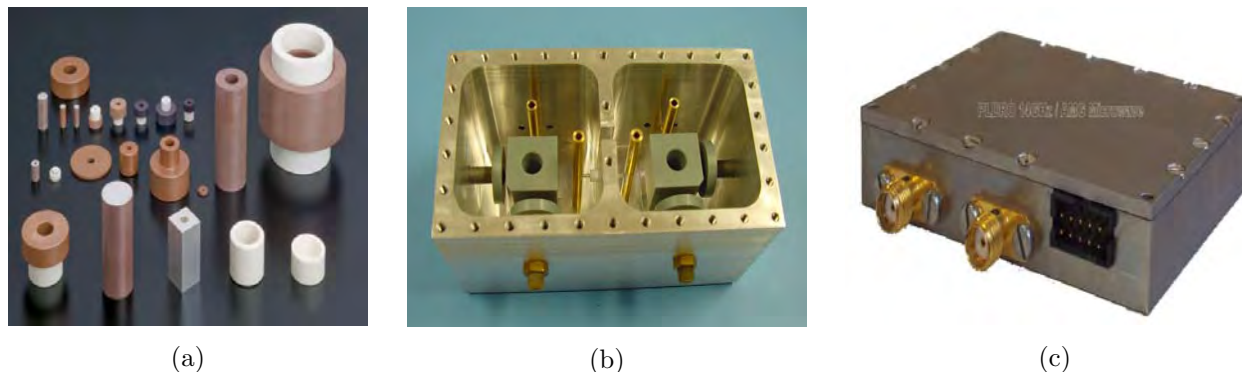
#### ***1.2.2.2 Technologies mises en œuvre pour la réalisation de fonctions de filtrage***

De nombreuses technologies sont disponibles pour la réalisation de fonction de filtrage. Ces technologies peuvent être classées selon deux grandes catégories : les technologies volumiques et planaires. Chacune de ces catégories trouvant leur intérêt en fonction des besoins réels des systèmes dans lesquels les fonctions seront implantées [54]. Dans la suite de ce paragraphe, nous allons décrire les différents avantages et inconvénients de chacune de ces technologies pour la conception d'un capteur de gaz sans fil et passif.

##### ***a) Les technologies volumiques***

Elles sont basées sur l'utilisation de guides d'ondes rectangulaires ou circulaires, de cavités métalliques ou de résonateurs diélectriques (Figure 10 (a) et (b)). Ces technologies sont les plus adaptées au filtrage à bande étroite. Si on s'intéresse plus particulièrement aux

résonateurs diélectriques (RD), dans le domaine des micro-ondes, ils prennent place dans différents systèmes, aussi bien passifs, qu'actifs, comme par exemple, les oscillateurs (figure 10 (c)). Ces systèmes qui les intègrent sont de plus en plus performants par le fait que le matériau utilisé fait l'objet d'un sujet de recherche d'actualité.



**Figure 10.** Technologies volumiques : (a) résonateurs diélectriques à base de céramiques (NTK Technologies Incorporated)[55], (b) Filtre à base de résonateur diélectrique [56] et (c) Oscillateur à résonateur diélectrique 2-26 GHz(AMG microwave)[57].

L'élaboration du résonateur diélectrique à base d'un matériau sensible au gaz tel qu'un oxyde métallique s'avère possible. D'autre part, leur section est relativement grande, ce qui favorise l'échange gaz-RD. L'utilisation de nouveaux procédés de fabrication donne accès à une grande diversité de caractéristiques intrinsèques comme la permittivité et l'angle de pertes de la structure cristallographique du matériau. Cette partie sera détaillée dans le chapitre III.

En contre partie, le principal inconvénient des résonateurs diélectriques réside dans leur excitation. Cette dernière se fait généralement par des guides d'ondes qui rendent le dispositif encombrant.

### ***b) Les technologies planaires***

L'utilisation de technologies planaires constitue une solution pour remédier aux problèmes d'encombrement liés aux technologies volumiques. Parmi ces technologies, nous pouvons distinguer les technologies microruban, coplanaires, multicouche-multi-technologies et membrane, chacune d'entre elles ayant ses spécificités propres tant d'un point de vue géométrique que physique [54].

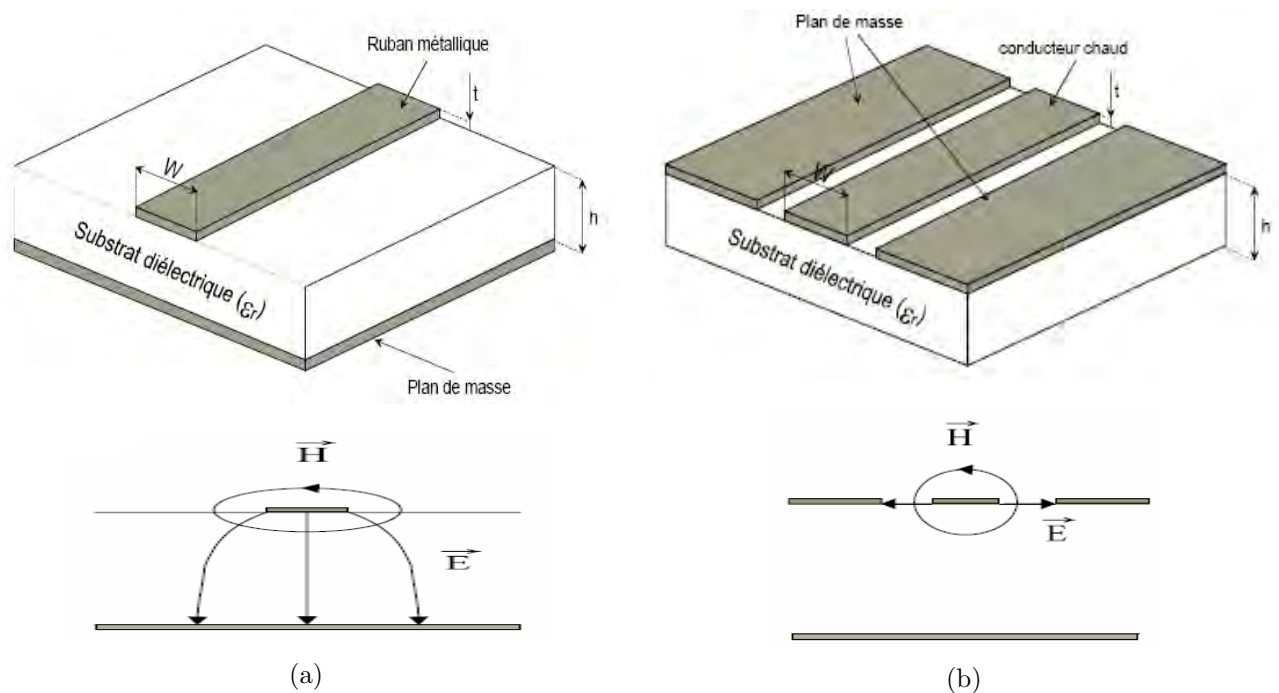
#### *Technologie microruban*

La structure microruban est couramment utilisée pour la réalisation de circuits hyperfréquences. Elle est composée d'un conducteur chaud situé sur la face supérieure d'un substrat diélectrique, le plan de masse étant situé sur la face inférieure (figure 11.a). Le procédé technologique mis en œuvre pour la réalisation des motifs est relativement simple,

toutefois il comporte un certain nombre d'inconvénients. En effet, si la connexion des composants en série reste simple, il n'en est pas de même pour leur implantation en parallèle compte tenu de la présence du plan de masse en face arrière. La réalisation de court-circuit par retour à la masse se fait à l'aide de trous métallisés. L'influence de tels trous métallisés sur les performances électriques du circuit n'est pas négligeable compte tenu des effets parasites qu'ils génèrent.

### Technologie coplanaire

La technologie coplanaire [54] repose sur des structures où le plan de masse et le ruban chaud sont situés sur la même face du substrat comme le montre la figure 11 (b). Compte tenu de sa géométrie, les lignes de transmission coplanaires possèdent deux modes fondamentaux dont les lignes de champs électriques et magnétiques sont représentées sur la figure 11.b.



**Figure 11.** Technologie planaire : (a) lignes microruban et (b) lignes coplanaires [54].

Le mode pair de la ligne coplanaire est un mode quasi-TE dispersif et le mode impair est un mode quasi-TEM peu dispersif. Même si l'utilisation conjointe des deux modes n'est pas à négliger, c'est en général le mode impair qui est utilisé du fait de sa faible dispersion. Afin de filtrer le mode pair, il est nécessaire de forcer le potentiel entre les deux plans de masse à la même valeur. Au-delà de cette contrainte, il convient d'ajouter la pauvreté des bibliothèques des modèles présents dans les logiciels de simulation des circuits courants.

Malgré ces inconvénients, la technologie coplanaire possède tout de même de réels avantages :

- La facilité de report de composants (actifs ou passifs) en parallèle ou en série.
- L'élimination des trous métallisés et par conséquent des effets parasites associés.
- La possibilité d'assurer un fort découplage entre les lignes compte tenu de la présence du plan de masse sur la même face du substrat.
- La souplesse de conception liée à la possibilité de réaliser plusieurs impédances caractéristiques avec différents dimensionnements de lignes.

Les lignes coplanaires sont moins dispersives que les lignes microruban, ce qui est un atout indéniable pour une utilisation aux fréquences millimétriques. Pour cela, notre choix s'est porté sur les lignes coplanaires.

### Filière membrane

La technologie membrane (voir figure 12), telle qu'elle est développée en couche mince au LAAS, est réalisée à l'aide d'un support très fin (bicouche de diélectrique SiO<sub>2</sub> ( $\epsilon_r=3,82$ ,  $h=0,8\mu\text{m}$ ) et SiNx ( $\epsilon_r=7,8$ ,  $h=0,6\mu\text{m}$ )) sur lequel reposent les rubans métalliques [58]. La couche d'air placée sous cette membrane constitue alors le substrat diélectrique de la ligne ainsi réalisée. Le substrat est transparent vis-à-vis de l'onde guidée et la permittivité relative effective de la ligne de transmission équivalente est proche de l'unité. L'avantage principal de ce type de technologie est la minimisation des pertes des lignes. En effet, l'épaisseur très faible du substrat implique une forte diminution des pertes diélectriques. De plus, la permittivité effective proche de celle de l'air conduit à des largeurs de rubans importantes lors de la synthèse d'impédances caractéristiques. Cette augmentation des dimensions réduit la sensibilité des structures vis-à-vis de la précision technologique, réduisant par conséquent les erreurs commises sur les paramètres électriques des structures. Ces différents avantages font de la filière technologique sur membrane une alternative intéressante en vue de la montée en fréquence des dispositifs. On se place alors dans les conditions les plus favorables de propagation d'un mode TEM [58-60].

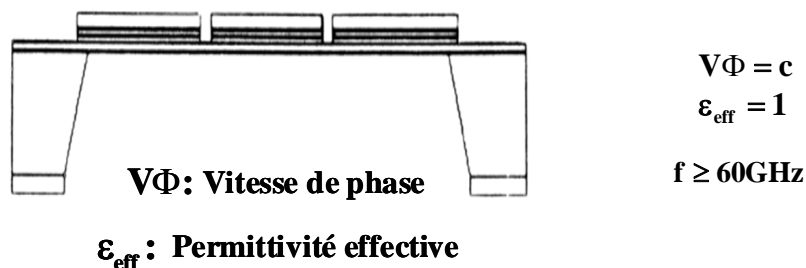
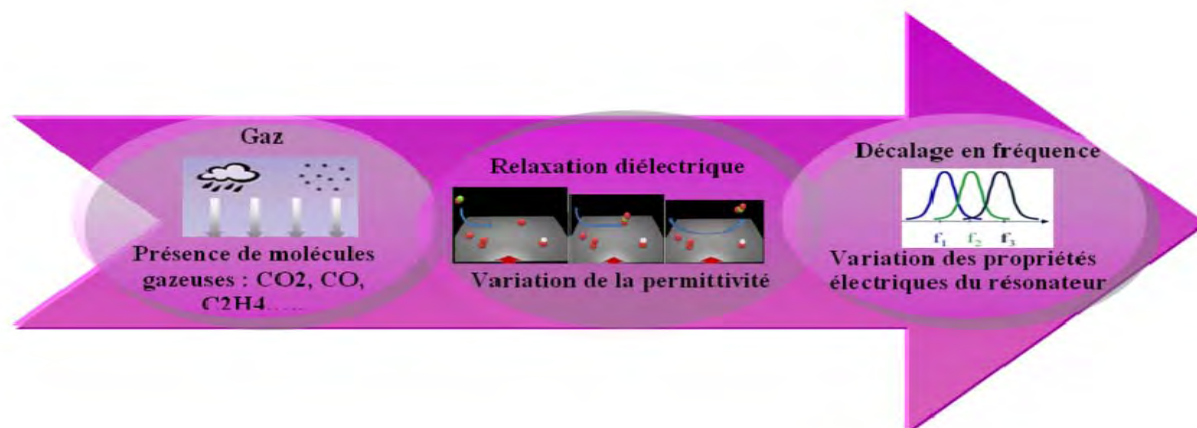


Figure 12. ligne coplanaire sur membrane.

Vu les avantages qu'apporte cette technologie, nous constatons qu'elle est intéressante pour la réalisation des lignes coplanaires sur membrane à la place des guides d'ondes, ce qui rend possible l'excitation d'un résonateur diélectrique à base d'un matériau sensible au gaz sans encombrement.

### 1.3 Synthèse

Après avoir présenté toutes les technologies existantes pour la réalisation des filtres passifs, nous avons choisi le design du circuit hyperfréquence communicant. Ce dernier est constitué d'un RD à base d'un oxyde métallique excité par des lignes coplanaires sur membrane. À partir de ce choix du composant RF, nous pouvons mettre en œuvre un nouveau mode de transduction RF pour la détection de gaz. Le schéma de principe est présenté dans la figure 13.



**Figure 13.** Schéma du nouveau mode de transduction RF pour la détection de gaz

En effet, ce schéma de fonctionnement de notre capteur proposé est composé de deux parties. La première partie a une relation directe avec le matériau sensible au gaz. Ce dernier met en relation la concentration de gaz avec la variation de permittivité grâce au phénomène de relaxation diélectrique. Cette relation peut être interprétée par une équation du type :

$$\epsilon_r = f_1([c]) \quad (14)$$

Avec  $\epsilon_r$  la permittivité de l'oxyde métallique constituant le RD et  $[c]$  la concentration de gaz. La dérivée de cette relation correspond à la sensibilité de la transduction physique.

En revanche, la 2<sup>ème</sup> partie donne une relation entre la fréquence de résonance (signal électrique de sortie) et la permittivité du matériau par l'intermédiaire d'un circuit micro-onde (filtre dans notre cas). Cette 2<sup>ème</sup> relation est une sensibilité de transducteur. L'équation de cette transduction électromagnétique fait apparaître une 2<sup>ème</sup> sensibilité de la transduction électromagnétique. Ainsi, l'équation de cette transduction peut s'écrire sous la forme suivante:

$$F_r = f_2(\epsilon_r) \quad (15)$$

Avec  $F_r$  : la fréquence de résonance du filtre et  $\epsilon_r$  : la permittivité du RD.

De la même manière, la dérivée de cette 2<sup>ème</sup> équation représente la sensibilité du transducteur qui sera essentiellement liée au facteur de qualité du filtre.

Par conséquent, nous pouvons en déduire la sensibilité globale du capteur à partir du produit de composition des deux fonctions précédentes (14 et 15).

Il conviendra également de fixer une fréquence de résonance des résonateurs hyperfréquences retenus qui soit commune aux différents concepts afin de réaliser une interrogation radar générique à tous les capteurs développés. Cette fréquence devra par ailleurs être choisie en tenant compte de l'environnement du capteur et de ces caractéristiques géométriques (taille, matériaux, forme) et des solutions potentielles pour l'extraction de la signature radar du capteur.

L'originalité de ce nouveau capteur de gaz communicant est basée sur la modification de la fréquence de résonance d'un résonateur hyperfréquence (entre quelques GHz et plusieurs dizaines de GHz) à la présence de gaz. Cela se fait par l'intermédiaire d'un matériau à base d'oxyde métallique dont la permittivité varie en présence d'un gaz par l'effet de la relaxation diélectrique. Les avantages potentiels de ce type de transducteur sont :

- Une réduction importante des pertes de signal grâce à la modulation directe du signal hyperfréquence par la grandeur à mesurer.
- Une grande sensibilité de la propagation électromagnétique à l'environnement mise à profit pour réaliser la fonction capteur.
- Une grande résolution spatiale et temporelle grâce à la fréquence élevée de fonctionnement.
- Un choix plus souple de la fréquence de fonctionnement qui peut s'adapter aux différentes contraintes d'utilisation du capteur
- Une facilité de son intégration dans une chaîne de mesure (Radar et antennes).

## 1.4 Références

- [1.1] L E Cordova-Lopez, A Mason, J D Cullen, A Shaw and A I Al-Shamma'a "Online vehicle and atmospheric pollution monitoring using GIS and wireless sensor networks"; J. of Physics: Conference Series 76 012019, pp1-7, 2007
- [1.2] Dean Jeutter, Fabien Josse, Michael Johnson, Michael Wenzel, Jeanne Hossenlopp, and Richard Cernosek "Design of a Portable Guided SH-SAW Chemical Sensor System for Liquid Environments"; IEEE Proceedings of FCSE, pp59-68, 2005.
- [1.3] Chenming Zhou, James Downey, Daniel Stancil, and Tamal Mukherjee "A Compact Positioning and Velocity RF Sensor for Improved Inertial Navigation" IEEE Proceedings MTT, pp.1421-1424, 2009.
- [1.4] Chi-Yen Shen, Yung-Hsi Cheng, Shih-Han Wang "A Nitrogen Dioxide Surface Acoustic Wave Sensor Based on Polyaniline/Tungsten Oxide Nanocomposite" IEEE Proceedings ICIC, pp.204-207, 2009.
- [1.5] N. Y. Kozlovski and D. C. Malocha "Multi-track Low-loss SAW Tags with Flexible Impedance Matching for Passive Wireless Sensor Applications". IEEE Proceedings FCS, pp.279-286, 2010.
- [1.6] Xiangwen Zhang, Fei-Yue Wang "Key Technologies of Passive Wireless Sensor Networks Based on Surface Acoustic Wave Resonators". IEEE Proceedings ICNSC, pp. 1253-1258, 2008.
- [1.7] Yumei WEN, Ping LI and Zhikun ZHOU "A Passive Coding Resonant Wireless SAW Temperature Sensor Array". IEEE Sensors Proceedings, pp. 872-875, 2004.
- [1.8] J. M. Pavlina, and D.C. Malocha "Chipless RFID SAW Sensor System-Level Simulator", IEEE Proceedings ICRFID, pp. 252-259, 2010.
- [1.9] Changbao Wen, Changchun Zhu, Yongfeng Ju, Hongke Xu, and Yanzhang Qiu "A Novel Dual Track SAW Gas Sensor Using Three-IDT and Two-MSR"; IEEE J. Sensors, Vol.9, No12, pp.2010-2015, 2009.
- [1.10] Mateusz Pasternak "Overtone Oscillator for SAW Gas Detectors"; IEEE J. Sensors, Vol.6, No6, pp.1497-1501, 2006.
- [1.11] Catherine Bernou, Dominique Rebière, Jacques Pistre "Microwave sensors: a new sensing principle. Application to humidity detection", J. Sensors and Actuators B, Vol.68, pp. 88-93, 2000.
- [1.12]. Grégory Tortissier, «Étude et développement d'une plateforme de détection chimique à ondes acoustiques de surface pour environnement sévère haute température». Thèse de doctorat de l'Université BORDEAUX 1, 2009.
- [1.13] Franz Seifert, Wolf-Eckhart Bulst, Clements Ruppel "Mechanical sensors based on surface acoustic waves", J. Sensors and Actuators, A, Vol.44, pp. 231-239, 1994.
- [1.14] L. Reindl, A. Pohl, G. Scholl, R. Weigle " A wireless pressure measurement system using a saw hybrid sensor " IEEE MTT-S, vol. 48, no. 12 pp. 2730-2735.2000
- [1.15] L. Reindl, A. Pohl, G. Scoll, R. Weigel "SAW based radio sensor system" IEEE Sensor J., Vol.1, No.1, pp. 68-78. 2001
- [1.16] Mateusz Pasternak "Hypersonic generator for SAW gas sensors" IEEE sensors proceeding, pp. 888-891. 2004



- [1.17] A. Stelzer, S. Scheiblhofler, S. Schuster, R. Teichmann “Wireless sensor marking and temperature measurement with SAW identification tags” J. Measurement vol. 41, pp. 579–588. 2008
- [1.18] Jae-Geun Oh, Bumkyoo Choi, Seung-Yop Lee “SAW based passive sensor with passive signal conditioning using MEMS A/D converter ”J. Sensors and actuators A Vol. 41, pp. 631-639. 2008.
- [1.19] “RFID TECHNIQUES, ENJEUX ET ACTEURS”; J. Veille Technologique No. 32 Septembre/Octobre 2005
- [1.20] Jean Charles Bolomey, Santiago Capdevila, Lluís Jofre, Jordi Romeu, “Electromagnetic Modeling of RFID-Modulated Scattering Mechanism. Application to Tag Performance Evaluation”; Proceedings of the IEEE, Vol.98, No.09, pp.1555-1559, 2010.
- [1.21] Sudhir Shrestha, et al. “A Chipless RFID Sensor System for Cyber Centric Monitoring Applications”; IEEE TMTT, Vol.57, No.5, pp.1303-1309, 2009.
- [1.22] RAJIT GADH, et al. “RFIDVA Unique Radio Innovation for the 21st Century”; Proceedings of the IEEE, Vol.98, No.09, pp.1546 -1549, 2010.
- [1.23] Sumit Roy, Vikram Jandhyala, Joshua R. Smith, David J. Wetherall, Brian P. Otis, Ritochit Chakraborty, Michael Buettner, Daniel J. Yeager, You-Chang Ko, and Alanson P. Sample, “RFID: From Supply Chains to Sensor Nets”; Proceedings of the IEEE, Vol.98, No.09, pp.1583 - 1592, 2010.
- [1.24] Li Yang, Rongwei Zhang, Daniela Staiculescu, C. P. Wong, and Manos M. Tentzeris, “A Novel Conformal RFID-Enabled Module Utilizing Inkjet-Printed Antennas and Carbon Nanotubes for Gas-Detection Applications”; IEEE ANTENNAS AND WIRELESS PROPAGATION LETTERS, Vol. 8,, pp.653-656, 2009.
- [1.25] Rahul Bhattacharyya, Christian Floerkemeier, and Sanjay Sarma, “Low-Cost, Ubiquitous RFID-Tag-Antenna-Based Sensing”; Proceedings of the IEEE, Vol.98, No.09, pp.1593 -1600, 2010.
- [1.26] Davide Dardar, Raffaele D’Errico, Christophe Roblin, Alain Sibille, and Moe Z. Win, “Ultrawide Bandwidth RFID: The Next Generation?”; Proceedings of the IEEE, Vol.98, No.09, pp.1570 - 1582, 2010.
- [1.27] M. M. Jatlaoui. « Capteurs passifs à transduction électromagnétique pour la mesure sans fil de la pression ». Thèse de doctorat de l’INPT de Toulouse, 2009.
- [1.28] M.M.Jatlaoui, P.Pons, H.Aubert, “Pressure Micro-sensor based on Radio-Frequency Transducer,” IEEE International Microwave Symposium, June 2008
- [1.29] M.M.Jatlaoui, F.Chebila, I.Gmati, P.Pons, H.Aubert, “New Electromagnetic Transduction Micro-sensor Concept for Passive Wireless Pressure Monitoring Application,” Transducers 2009, 15th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, June 2009.
- [1.30] T.THAI, M. M.JATLAOUI, H.AUBERT, P.PONS, G.R.Dejean, E.TENTZERIS, R.PLANA “A novel passive wireless ultrasensitive RF temperature transducer for remote sensing” IEEE MTT IMS, pp.1-4, 2010.
- [1.31] Toshiharu Itoh “Researches on Radar Technology” ICROS-SICE International Joint Conference pp. 3038-3041, 2009.
- [1.32] Lichuan Liu, Manli E, Zhigang Wang, and MengChu Zhou, “A 3D Self-positioning Method for Wireless Sensor Nodes Based on Linear FMCW and TFDA” IEEE Proceedings ICSMC, pp.2990-2995, 2009.

- [1.33] Prabal K. Dutta et al. "Towards Radar-Enabled Sensor Networks", IEEE. Information Processing in Sensor Networks, pp. 467-474, 2006.
- [1.34] F.CHEBILA, M. M.JATLAOUI, P.PONS, H.AUBERT "Pressure measurement from the RADAR interrogation of passive sensors"; APS, pp.1-4, 2010.
- [1.35] M. M.JATLAOUI, F.CHEBILA, P.PONS, H.AUBERT "New Micro-sensors Identification Techniques Based on Reconfigurable Multi-band Scatterers" APMC, pp.1-4, 2009.
- [1.36] F.CHEBILA , M. M.JATLAOUI , P.PONS , H.AUBERT "Reconfigurable multi-band scatterers for micro-sensors identification" IEEE APS ,pp.1-4.2009.
- [1.37] H. Meixner, U. Lampe "Metal oxide sensors",J. Sensors and Actuators B ,Vol.33 pp.198-202, 1996.
- [1.38] Duk-Dong Lee and Dae-Sik Lee "Environmental Gas Sensors", IEEE SENSORS J., Vol. 1, No. 3, pp.214-224, 2001.
- [1.39] K-TEK, «Dielectric Constants Chart», Technical Documents, Houston, USA.
- [1.40] R. Hoffmann, «Hand book of microwave integrated circuits», Norwood, MA: Artech House, pp.527, 1987.
- [1.41] Jeongmin Oh, Taeho Moon, Tae-Gon Kim, Chunjoong Kim, Jae Hun Lee, Sang Young Lee, Byungwoo Park "The dependence of dielectric properties on the thickness of (Ba,Sr)TiO<sub>3</sub> thin films", Current Applied Physics J. Vol. 7 , pp.168–171, 2007.
- [1.42] C. Malagu, M.C. Carotta, S. Gherardi, V. Guidi, B. Vendemiati, G. Martinelli, "AC measurements and modeling of WO<sub>3</sub> thick film gas sensors", Sensors and Actuators B, Vol.108 pp.70–74, 2005.
- [1.43] Thoria A. Baeraky, "Microwave Measurements of Dielectric Properties of Zinc Oxide at High Temperature" Egypt. J. Solids, Vol.30, No. 1, 2007.
- [1.44] Nobuhiro Kumada , Hideyuki Ogiso, Keiko Shiroki, Satoshi Wada, Yoshinori Yonesaki, Takahiro Takei, Nobukazu Kinomura "Rising Tc in Bi and Cu co-doped BaTiO<sub>3</sub>",J. Materials Letters , Vol.64,pp.383–385, 2010.
- [1.45] G. Boudouris, « Phénomènes de relaxation diélectrique présentés par les gaz dans le domaine des microondes», J. Rivista del Nuovo Cimento, vol. 01, no. 1 pp. 1-56. 1969.
- [1.46] Thierry LACREVAZ « Caractérisation hyperfréquence de matériaux isolants de haute permittivité en vue de l'intégration de fonctions passives dans les circuits intégrés avancés » Thèse de Doctorat de l'université de Savoie, 2005.
- [1.47] B. LICZNEFSKI and K. NITSCH "LOW FREQUENCY CHARACTERISTICS OF TiO<sub>2</sub> :(RUTILE)-GLASS THICK FILMS", Electrocomponent Science and Technology, Vol. 4, pp. 1-7, 1977.
- [1.48] K. Arshak , D. Morris , A. Arshak , O. Korostynska , E. Jafer "Evaluating the suitability of thick-film TiO<sub>2</sub> capacitors for use in a wireless pressure measurement system", Materials Science and Engineering C, Vol 26. pp. 1077-1081. 2006.
- [1.49] Julien Jouhannaud, Jérôme Rossignol and Didier Stuergea "Metal oxide-based gas sensor and microwave broad-band measurements: an innovative approach to gas sensing" Journal of Physics: Conference, Vol.76, No. 012043, pp.1-6, 2007.

- [1.50] Julie GUILLAN « Etude de capacités en couches minces à base d'oxydes métalliques à très forte constante diélectrique, BaTiO<sub>3</sub>, SrTiO<sub>3</sub> et SrTiO<sub>3</sub>/BaTiO<sub>3</sub> déposées par pulvérisation par faisceau d'ions », Thèse de Doctorat de l'université Joseph Fourier, 2005
- [1.51] Benoit GUIGUES « Elaboration de Capacités Variables Ferroélectriques à base de (Ba,Sr)TiO<sub>3</sub> pour Applications RadioFréquences » Thèse de Doctorat de l'École Centrale Paris, 2008.
- [1.52] Pierre FILHOL, "Résonateurs diélectriques", Techniques de l'ingénieur; E1920.
- [1.53] Mailadil. Sebastian, « Dielectric Materials for Wireless communication » ELSEVIER Hardbound, 688 pages -2008.
- [1.54] G Prigent « Méthode de conception de filtres planaires à bande étroite dans les domaines centimétrique et millimétrique. ». Thèse de doctorat de l'Université de Bretagne Occidentale 2002
- [1.55] Site web : <http://www.ntktech.com/>
- [1.56] Samantha Kerr « Dual Mode Dielectric Resonator Filters », Bachelor of Engineering by The university of Queensland.
- [1.57] Site web : <http://www.amg-microwave.com/>
- [1.58] M Saàdaoui « Optimisation des circuits passifs micro-ondes suspendus sur membrane diélectrique ». Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier de TOULOUSE, 2005.
- [1.59] F. Bouchriha « Développement de filières technologiques dédiées à l'intégration de microsystèmes millimétriques sur silicium ». Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier de TOULOUSE, 2005.
- [1.60] B .Bianco, M.Parodi, "Determination of the propagation constant of uniform microstrip lines", Alta Frequenza, vol. XLV, No.2, pp. 135-142, Feb. 1976.



## *CHAPITRE 2.*

**Conception d'un filtre à base d'un résonateur diélectrique à modes de galerie : Application à la détection de gaz**



## 2.1 Conception du capteur de gaz passif sans fil

Le choix du dispositif a été conditionné par tous les avantages qu'apportent les technologies présentées précédemment dans le premier chapitre et en particulier le pouvoir de les utiliser pour la détection de gaz. Ainsi, nous avons repris le dispositif présenté par B. Guillon [1] qui était composé d'une plateforme silicium avec des lignes coplanaires sur membrane. La seconde partie est un résonateur diélectrique (RD) monté sur une cale entre les deux lignes coplanaires. L'ensemble du dispositif était couplé à un amplificateur MMIC qui a permis par la suite de concevoir un oscillateur millimétrique. Nous pouvons constater que le dispositif conçu par B. Guillon était destiné à la réalisation d'un oscillateur ce qui n'est pas le cas pour nous.

En effet, nous avons exploré l'intérêt que peut apporter ce dispositif dans la mesure de faibles fluctuations de la permittivité diélectrique du matériau constituant le RD dues à la présence de gaz. Pour cela, nous avons conçu cette structure avec des outils de simulation plus performants par rapport à ceux qui existaient dans les années 90, puisqu'ils nous permettent de simuler l'ensemble de la structure : lignes coplanaires micro-usinées et RD. Par ailleurs, nous avons redimensionné le dispositif afin d'avoir le meilleur signal de transmission.

Le capteur de gaz est présenté en figure 1, il est constitué de 2 parties : les lignes coplanaires micro-usinées et le résonateur diélectrique maintenu par une cale entre et au-dessus des 2 lignes. Dans la suite de ce chapitre, nous allons détailler le design du dispositif présenté ci-dessous ainsi que les résultats de simulation obtenus à partir de cette structure optimisée.

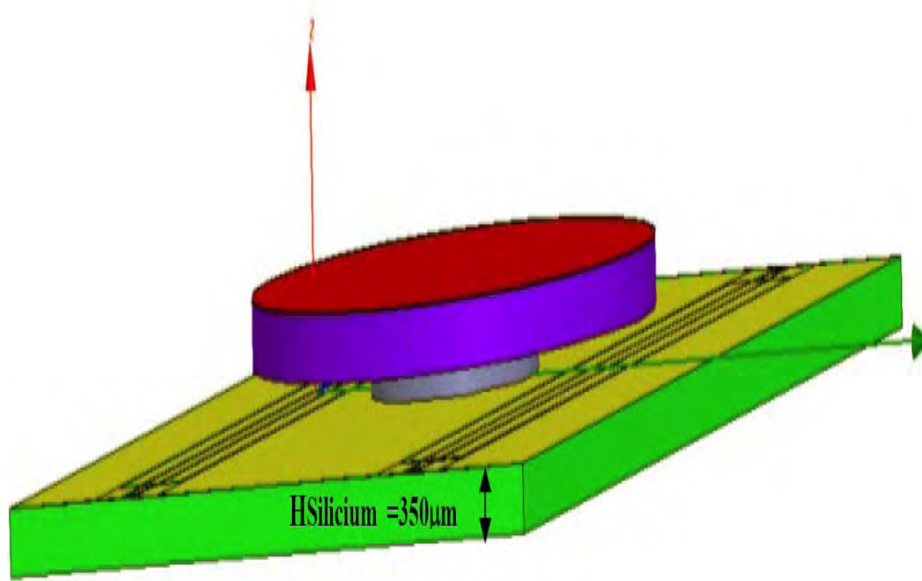


Figure 1. Le design du nouveau capteur de gaz

### 2.1.1 Filtre à base d'un résonateur diélectrique à modes de galerie (WGM)

Aux fréquences des longueurs d'ondes millimétriques, les résonateurs diélectriques (RD) fonctionnant sur des modes dits conventionnels de type TE ou TM rayonnent une partie non négligeable d'énergie [2-3]. Le facteur de qualité dépend alors de l'angle de pertes du matériau diélectrique ainsi que des dimensions du blindage protégeant le résonateur. Afin de s'affranchir des problèmes de dimensions et des pertes par rayonnement aux fréquences millimétriques, nous avons fait le choix d'étudier un résonateur diélectrique excité sur des modes de galerie (ou WGM).

#### 2.1.1.1 Présentation des modes de galerie

Du point de vue électromagnétique, une des caractéristiques essentielles des WGM se situe dans la répartition de l'énergie dans le résonateur. En effet, l'énergie se confine par pôles en périphérie du RD. De plus, l'un des principaux avantages offerts par ce type de mode, c'est la possibilité d'exciter un résonateur diélectrique avec une géométrie surdimensionnée tout en restant aux fréquences millimétriques [4-6]. Ainsi, cet avantage permettra de mesurer l'impact de la présence du gaz sur l'ensemble de son périphérique surdimensionné.

Considérons un cylindre diélectrique circulaire de permittivité  $\epsilon_r$  et de rayon 'a', les modes de galerie sont des modes de bord qui tournent autour du côté concave de la surface latérale. Ces modes se déplacent essentiellement dans une section droite circulaire et l'énergie est principalement confinée entre la surface latérale du cylindre et un cercle intérieur appelé caustique de rayon 'a<sub>c</sub>'. À l'extérieur de cette région ( $r < a_c$ ,  $r > a$ ), les champs électromagnétiques sont évanescents. Ainsi dans le plan radial du résonateur, les champs électromagnétiques des modes de galerie se trouvent concentrés sur la périphérie du résonateur [2].

Utilisant la théorie de la réflexion optique des rayons, la répartition de l'énergie peut être approximée comme indiqué sur la figure 2. (a), où les rayons nodaux sont totalement réfléchis à l'interface diélectrique-air, et sont tangents à la caustique modale de rayon  $r = a_c$ . La géométrie du résonateur peut se limiter à un disque diélectrique dont l'épaisseur h est très faible devant le diamètre 2a (figure 2. (b)). Lorsque le résonateur est excité par une source aux ondes progressives, l'une des deux polarisations circulaires du mode de galerie est privilégiée, ce qui confère globalement une propagation azimutale au mode. La non présence du champ électromagnétique au milieu du RD facilite son intégration dans un circuit micro-ondes. En effet, nous pouvons déposer le RD sur une cale pour permettre son couplage avec les lignes d'excitation.



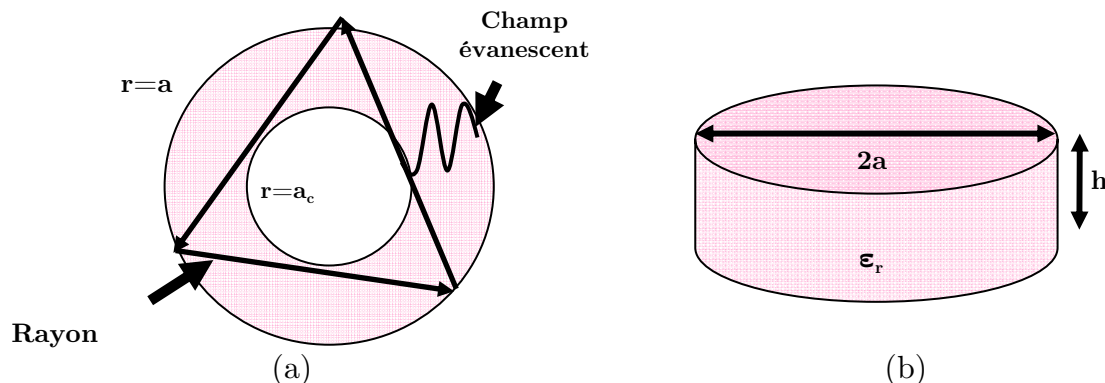


Figure 2. (a) Répartition de l'énergie dans un résonateur diélectrique vue de dessus et (b) disque diélectrique

Les modes de galerie des résonateurs diélectriques sont classés en deux familles : les modes  $WGH_{n,m,l}$  (modes de galerie à champs magnétiques) et  $WGE_{n,m,l}$  (modes de galerie à champs électrique). Cette nomenclature permet d'identifier chaque mode en tenant compte de l'état de polarisation et de l'importance des composantes transversales du champ électromagnétique.

Ainsi, nous distinguons, d'une part, les modes WGE dont la composante axiale du champ est essentiellement magnétique alors que les composantes transverses sont principalement électriques. D'autre part, nous distinguons les modes WGH qui constituent les modes duaux des WGE [1]. La figure 3 représente la classification des modes de galeries suivant leur répartition de champs. Les trois entiers  $n$ ,  $m$  et  $l$  rendent compte de la configuration spatiale du champ électromagnétique à l'intérieur du résonateur (nombre de variations du champ suivant les trois directions du repère cylindrique) :

$n$ : nombre de variations suivant la direction azimutale

$m$ : nombre de variations suivant la direction radiale

$l$ : nombre de variations suivant la direction axiale

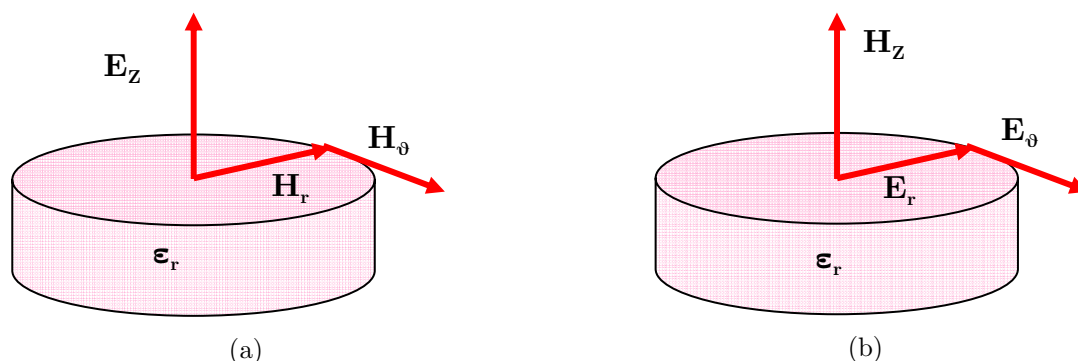


Figure 3. Représentation des directions des champs électriques et magnétiques par rapport au RD, (a)  $WGH_{n,m,l}$  et (b)  $WGE_{n,m,l}$ .

L'influence du nombre azimutal sur le rayon de caustique est présentée sur la figure 4. Nous pouvons remarquer qu'un nombre azimutal élevé se traduit par un rayon caustique plus important et par conséquent par un confinement de l'énergie électromagnétique plus proche de la surface latérale du résonateur [2]. Par exemple, pour  $n=4$ , nous avons 4 variations suivant la direction azimutale soit un nombre total de 8 pôles ( $2n$ ) inscrits entre le rayon  $a$  et  $a_c$ .

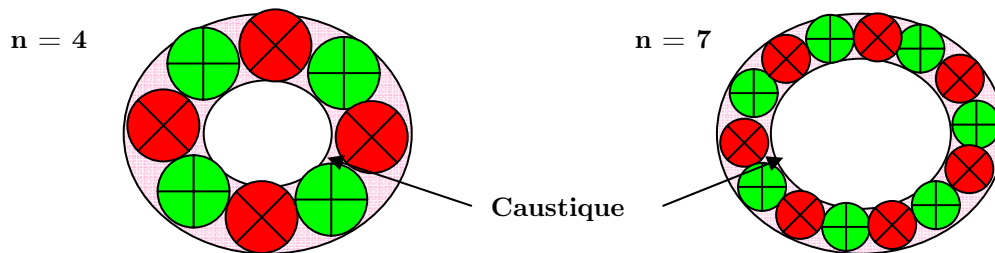


Figure 4. Influence du nombre azimutal sur le rayon de caustique

### 2.1.1.2 Avantage des modes de galerie pour la détection de gaz

Certaines propriétés intrinsèques des modes de galerie entre  $a_c$  et  $a$  constituent des caractéristiques très intéressantes pour la réalisation du capteur de gaz microondes.

Parmi les principaux avantages des modes de galerie, on notera ici les quatre plus importantes pour notre étude. Tout d'abord, les dimensions du résonateur excité sur un mode de galerie sont beaucoup plus grandes que dans les cas des modes conventionnels de type TE ou TM. Le surdimensionnement du résonateur permet d'envisager son emploi aux fréquences millimétriques en facilitant la détection de gaz. D'autre part, grâce au confinement important de l'énergie dans le diélectrique, les facteurs de qualité à vide ne sont pratiquement limités qu'à la tangente de pertes du matériau utilisé [3]. Ainsi ce dernier, sera très sensible à la présence du gaz, ce qui va favoriser sa détection grâce un décalage de la fréquence de résonance d'un mode de galerie. De plus, il est important de noter que les modes de galerie présentent la particularité de ne comporter aucune énergie au centre du résonateur. Cette zone est d'autant plus grande que le nombre azimutal est important. Comme nous l'avons déjà dit, la partie centrale du résonateur peut être utilisée pour fixer le résonateur, nous pourrions y rajouter une cale au circuit afin de le maintenir ou de régler son positionnement par rapport au circuit de couplage (lignes) sans perturber son fonctionnement [7].

Enfin, ces modes ne sont plus stationnaires mais progressifs quand le résonateur est excité par une source à ondes progressives dont la constante de propagation est voisine de celle du mode de galerie (par exemple les lignes coplanaires tangentes au résonateur). Le mode se propage

alors suivant la direction azimutale [2]. Nous verrons par la suite que ce type d'excitation pour les modes de galerie se traduit par un couplage de type directif avec la ligne [4]. Par conséquent, ce couplage permettra d'envisager la conception d'un filtre directif à bande passante étroite qui nous permettra à son tour la mesure de gaz grâce au décalage de sa fréquence de résonance.

### 2.1.2 Capteur à base de modes de galerie résonant en bande millimétrique

L'étude des modes de galerie appliquée aux filtres millimétriques à été initiée par les travaux de P. Guillon, D. Cross et X.H. Jiao [2] [4] [8]. Des filtres coupe-bande et passe-bande à effet directif ont été définis. Afin de définir un capteur de gaz original qui présente de hautes performances en RF, nous allons maintenant tirer profit de l'usinage des lignes coplanaires sur membrane et des caractéristiques des modes de galerie.

Le capteur peut être considéré comme un filtre directif comme défini sur la figure 5. Les paramètres S d'un tel système dépendent du coefficient de couplage entre le RD et chacune des lignes coplanaires, de l'atténuation  $\alpha$  et de la phase  $\phi$  de l'onde qui se propage dans le résonateur [8].

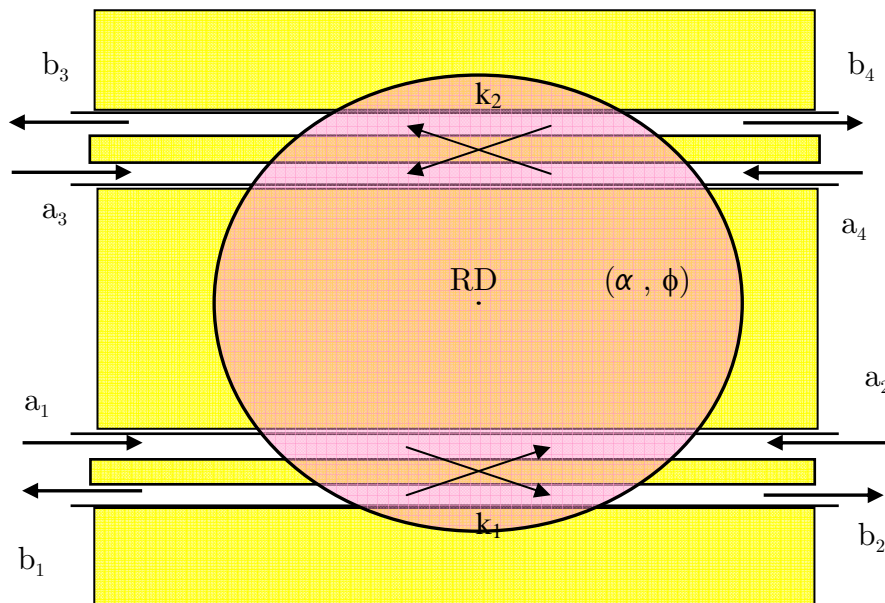


Figure 5. Capteur étudié comme un filtre directif

Soient  $a$  et  $b$ , respectivement, les amplitudes de l'onde incidente et l'onde réfléchiée normalisées dans le plan du couplage du circuit. Si l'on considère un résonateur couplé à une ou deux lignes de transmission, deux phénomènes distincts peuvent être observés :

Un couplage directif s'établit entre chaque ligne et le résonateur diélectrique.

Une propagation de l'onde dans le résonateur produisant une atténuation  $\alpha$  et un déphasage  $\phi$ . A la résonance, cette onde revient en phase sur elle-même et le déphasage est alors  $\phi=2n\pi$  où n représente les variations azimutales du mode.

Dans notre cas, le résonateur diélectrique est couplé à deux lignes coplanaires parallèles. Le schéma de principe du modèle équivalent est présenté sur la figure 6. Les grandeurs  $k_1$  et  $k_2$  représentent respectivement les coefficients de couplage directs entre les deux lignes et le résonateur diélectrique. Les paramètres  $\alpha$  et  $\phi$  représentent l'atténuation et le déphasage de l'onde dans le résonateur [1].

Nous ne développerons pas en détail la théorie du couplage entre le RD et les lignes de transmission. Des travaux ont fait l'objet d'études approfondies sur la détermination des paramètres S [8-17]]. Nous allons simplement reprendre quelques équations importantes pour définir le paramètre  $S_{13}$  (entre  $b_3$  et  $a_1$ ) qui sera le coefficient de transmission étudié tout au long de ce chapitre.

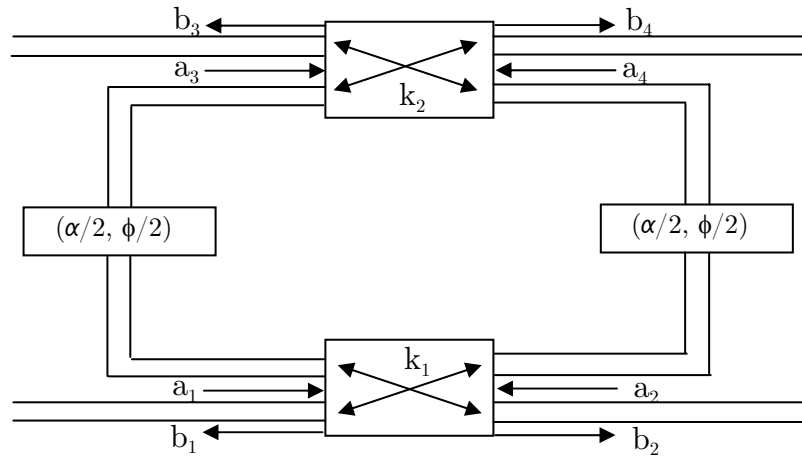


Figure 6. Résonateur circulaire couplé à deux lignes coplanaires parallèles

Selon D. Cross et al. [8] et S.B.Cohn et al. [9], les paramètres S du circuit peuvent être obtenus par la prise en compte de chaque rotation de l'onde aux accès de sortie comme suit :

$$\mathbf{b}_1 = \mathbf{0}$$

$$\mathbf{b}_2 = \frac{\sqrt{1-k_1^2} - \sqrt{1-k_2^2} e^{-(\alpha+j\phi)}}{1 - \sqrt{1-k_1^2} \sqrt{1-k_2^2} e^{-(\alpha+j\phi)}} \mathbf{a}_1 \quad (1)$$

$$\mathbf{b}_3 = \frac{-k_1 k_2 e^{-(\alpha+j\phi/2)}}{1 - \sqrt{1-k_1^2} \sqrt{1-k_2^2} e^{-(\alpha+j\phi)}} \mathbf{a}_1$$

$$\mathbf{b}_4 = \mathbf{0}$$

À la fréquence de résonance, le déphasage autour du résonateur est donné par  $\phi=2n\pi$  donc  $e^{j\phi}=1$ . En plus, il convient de noter que le coefficient de transmission au port 3 est maximum lorsque la relation suivante est satisfaite :

$$\sqrt{1-k_1^2} = \sqrt{1-k_2^2} e^{-\alpha} \quad (2)$$

Donc les paramètres S représentés dans la relation (1) se simplifient comme suit :

$$\begin{aligned} \mathbf{b}_1 &= \mathbf{0} \\ \mathbf{b}_2 &= \mathbf{0} \\ \mathbf{b}_3 &= \sqrt{1 - \frac{1 - e^{-\alpha}}{k_1^2}} \mathbf{a}_1 \\ \mathbf{b}_4 &= \mathbf{0} \end{aligned} \quad (3)$$

Si les pertes diélectriques et métalliques de la structure ne sont pas prises en compte et les pertes par rayonnement étant négligeables, nous avons donc pour  $e^{-\alpha} = 1$ ,  $b_3 = a_1$ .

Le calcul théorique des paramètres S conduit à une réflexion vers la source théoriquement nulle alors que l'accès 4 est découplé par rapport à l'accès 1. Nous constatons bien que  $S_{11}=S_{41}=0$ , ce qui traduit bien l'excitation d'un mode de galerie. Compte tenu de ces résultats précédents, la réponse de notre cavité micro-usinée est donc un filtre passe-bande de type directif vers l'accès 3 et de type coupe-bande (réjecteur) vers l'accès 2.

Nous allons maintenant définir le système de couplage qui s'installe entre le résonateur diélectrique et les lignes coplanaires. Afin de comprendre le couplage mis en œuvre, la figure 7 présente un plan de coupe du dispositif avec la répartition des champs électromagnétiques dans les lignes coplanaires. L'excitation du mode de galerie par une source à ondes progressives va provoquer la propagation azimuthale de celui-ci dans le résonateur. Ce dernier est maintenu sur la structure par une cale qui permet de régler la hauteur du RD donc le couplage. Deux sections micro-usinées sont définies et permettent ainsi de ne pas fragiliser les membranes diélectriques en faisant reposer l'essentiel du résonateur diélectrique sur silicium massif [7].

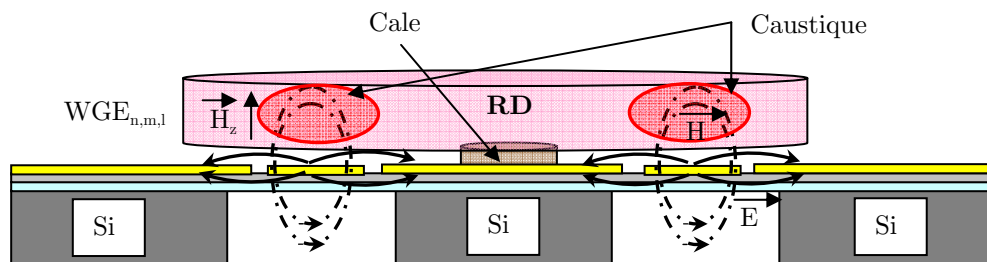


Figure 7. Couplage entre deux lignes coplanaires et un résonateur diélectrique

En accord avec la répartition du champ électromagnétique dans la ligne coplanaire et les composantes du champ d'un WGE, ces derniers sont prioritairement excités dans ce type de structures [2] [13]. Le couplage s'effectue alors entre le champ magnétique de la ligne coplanaire et les champs excités dans un mode  $WGE_{n,m,1}$ .

### ***2.1.3 Détermination des paramètres géométriques et physiques des lignes coplanaires micro-usinées***

Le système étudié repose sur l'utilisation de deux lignes coplanaires sur membrane. Ces lignes servent de support d'excitation pour les modes de galerie d'un résonateur diélectrique. Ainsi l'étude de ces dernières était largement abordée dans la littérature [18-23]. Afin d'étudier et de modéliser les lignes de transmission, deux catégories d'approche peuvent être envisagées : l'analyse quasi-statique et l'analyse électromagnétique [18-20].

Lorsque l'étude quasi-statique devient insuffisante pour l'analyse d'une ligne de transmission, nous avons recours à des outils de simulations électromagnétiques. Ces outils procèdent à une analyse électromagnétique en tenant compte des composantes longitudinales des champs en résolvant les équations de Maxwell en trois dimensions. Parmi les méthodes d'analyse électromagnétique, nous pouvons citer :

- La méthode des lignes
- La méthode des éléments finis
- Des méthodes numériques dans le domaine temporel (la méthode des différences finies dans le domaine temporel (FDTD)).

Dans notre cas, le calcul de l'impédance caractéristique des lignes coplanaires en fonction de ses paramètres géométriques a été fait par la méthode d'analyse électromagnétique numérique avec le logiciel ADS<sup>TM</sup> [24].

Par ailleurs, lors de la conception des lignes coplanaires (CPW) nous avons pris en considération l'étape de caractérisation. En effet, si on veut mesurer le coefficient de transmission du dispositif, le dépôt des pointes RF sur les accès des CPW sur membrane ne sera pas possible à cause de la fragilité de ces dernières ( $H_{\text{membrane}} = 1.4\mu\text{m}$ ). Afin de remédier à ce problème, nous sommes obligés de rajouter des accès sur silicium massif ayant une impédance de  $50\ \Omega$  standard [1] [20].

Lors de la conception des lignes coplanaires sur "linecalc" (module sur ADS<sup>TM</sup>), nous avons constaté que la différence de la permittivité relative entre le silicium (11,6) et l'air (1) ne permet pas d'envisager la conception de structures conservant une impédance caractéristique constante égale à  $50\ \Omega$  sur un dispositif micro-usiné. En effet, une ligne coplanaire de  $50\ \Omega$  sur

silicium massif a une impédance caractéristique proche de  $125 \Omega$  sur la membrane si les mêmes caractéristiques géométriques sont conservées. Une telle ligne possède un conducteur central de largeur  $W=80 \mu\text{m}$  pour une largeur des fentes égale à  $S$  (ou  $G$ )= $50\mu\text{m}$  et avec une épaisseur de métal ( $T$ ) (qui est de l'or dans notre cas) équivalente à  $1\mu\text{m}$  (voir figure 8 (a)). Afin de conserver des topologies de structures réalisables sur membrane et ne présentant pas une désadaptation trop importante, la partie micro-usinée des structures devra être ramenée à des impédances caractéristiques de  $75\Omega$  [1] [20].

L'allure générale d'une ligne coplanaire micro-usinée avec les dimensions géométriques associées est présentée sur la figure 8 (b). La condition sur la largeur des plans de masse pour obtenir la propagation d'un mode coplanaire doit être telle que  $d>W+2S$ . La membrane diélectrique, définie par une couche de  $\text{SiO}_2$  de permittivité relative  $\epsilon_r=3,9$  de hauteur  $0,8\mu\text{m}$  et une couche de  $\text{SiN}_x$  de permittivité relative  $\epsilon_r=7,5$  de hauteur  $0,6\mu\text{m}$ . Grâce à un calcul par approche quasi statique qui était développée en littérature [25-26], nous constatons que la permittivité relative effective de cette ligne coplanaire bicouche est égale à  $1,09$  et son impédance caractéristique est de  $75\Omega$  avec :  $W=330\mu\text{m}$  et  $S=30\mu\text{m}$ ,  $d>500\mu\text{m}$ .

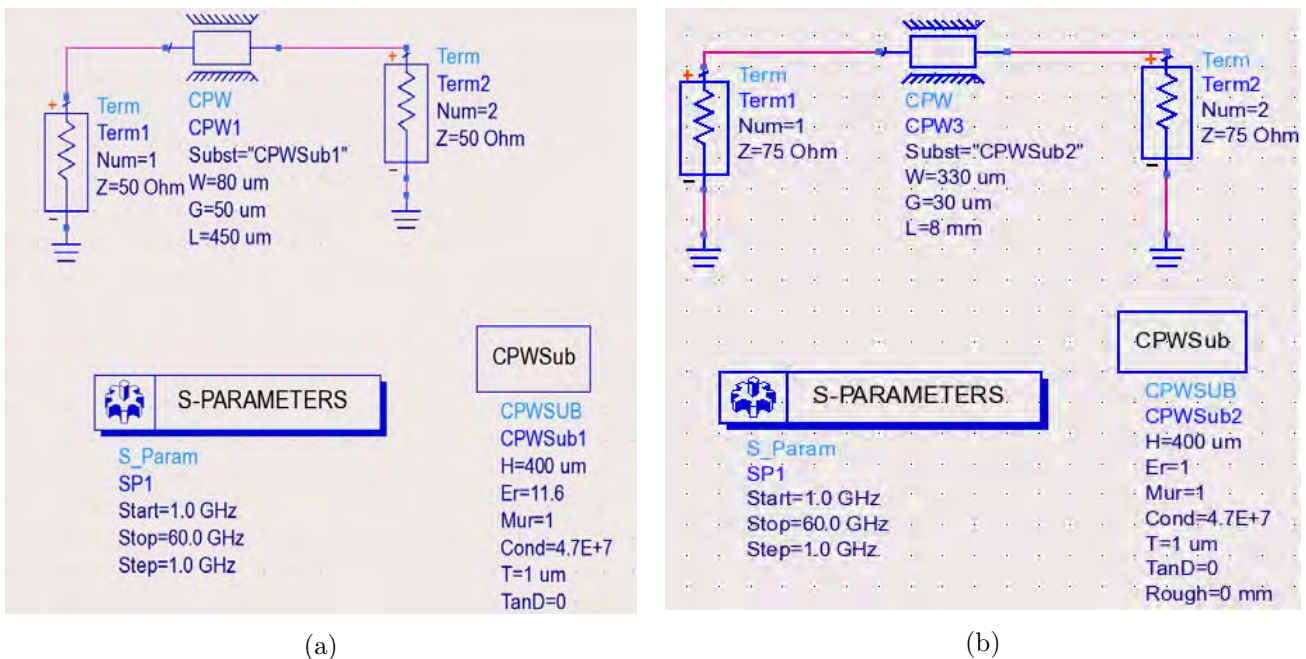


Figure 8. Schéma équivalent et caractéristiques géométriques correspondantes aux lignes coplanaires (CPW) sur ADS : (a) CPW sur silicium et (b) CPW sur membrane

Dans ce cas, la propagation sur membrane est considérée équivalente à celle obtenue en espace libre avec une impédance de  $75\Omega$  et possèdera des accès  $50\Omega$  sur silicium.

Par ailleurs, toujours à l'aide du logiciel commercial ADS (module S-parameters) nous avons simulé la réponse des deux coefficients de transmission  $S_{11}$  et  $S_{12}$  sur une large bande de



fréquence soit : [10, 60GHz]. Pour montrer la réponse en transmission de la ligne CPW sur silicium et de celle de CPW micro-usinée (figures 9. (a) et 9. (b)). Nous observons pour la ligne sur silicium que  $S_{12}$  est de l'ordre de  $-0,03\text{dB}$  et  $-0,06\text{dB}$  à 18GHz et 60GHz respectivement. Pour la ligne coplanaire micro-usinées,  $S_{12}$  est de l'ordre de  $-0,2\text{dB}$  et  $-0,3\text{dB}$  à 18 GHz et 60GHz respectivement.

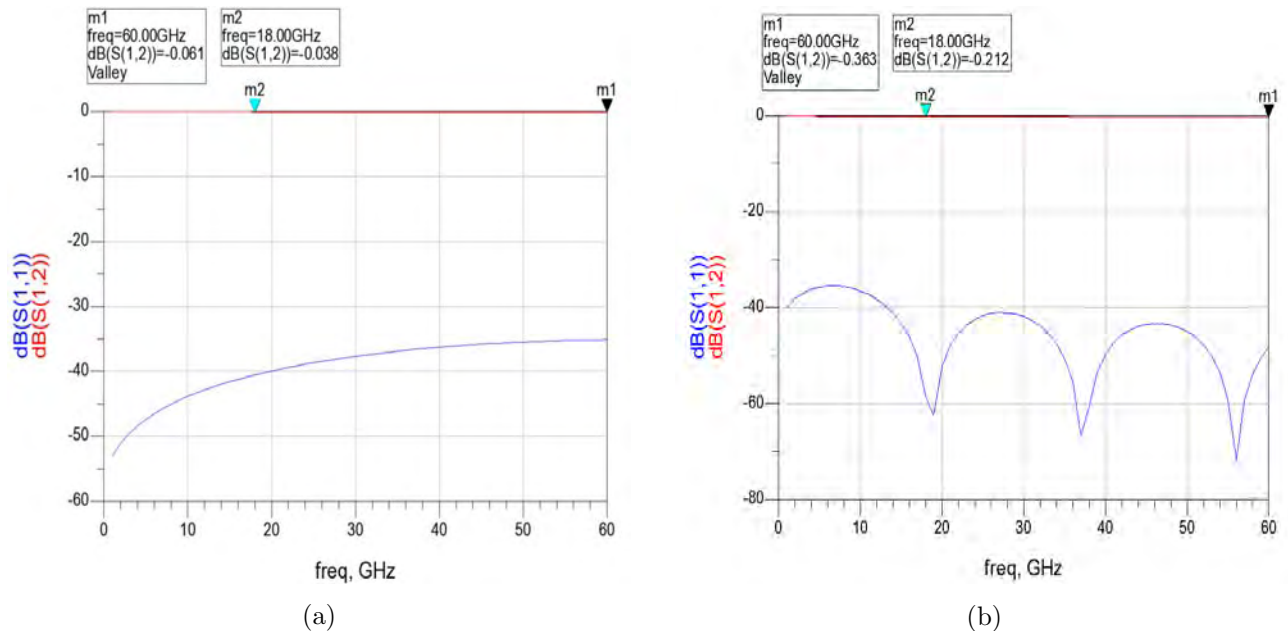


Figure 9. Coefficients de transmission  $S_{11}$  et  $S_{12}$  des CPW sur ADS : (a)  $S_{11}$  et  $S_{12}$  de CPW sur silicium et (b)  $S_{11}$  et  $S_{12}$  de CPW sur membrane.

Après avoir simulé les deux parties : CPW sur Silicium et CPW sur membrane séparément, nous avons simulé les lignes complètes (CPW sur silicium et CPW micro-usinée) avec les mêmes géométries précédentes comme le montre la figure 10.

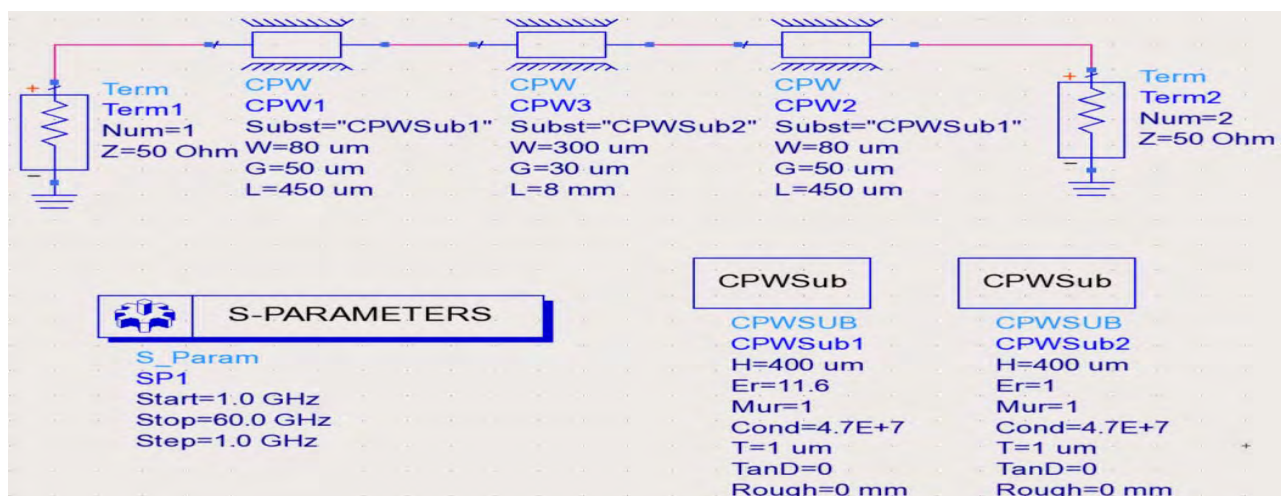


Figure 10. Schéma équivalent et caractéristiques géométriques correspondantes aux CPW sur silicium avec CPW sur membrane sur ADS.



Ainsi, les résultats de simulation des coefficients de transmission  $S_{11}$  et  $S_{12}$  sont représentés sur la figure qui suit. Sur cette figure, nous pouvons remarquer une petite chute de signal de l'ordre de -0,6 dB sur le coefficient  $S_{12}$ . Cette perte en dB est due à la transition abrupte entre la ligne sur silicium ( $50\Omega$ ) et la ligne micro-usinée ( $75\Omega$ ).

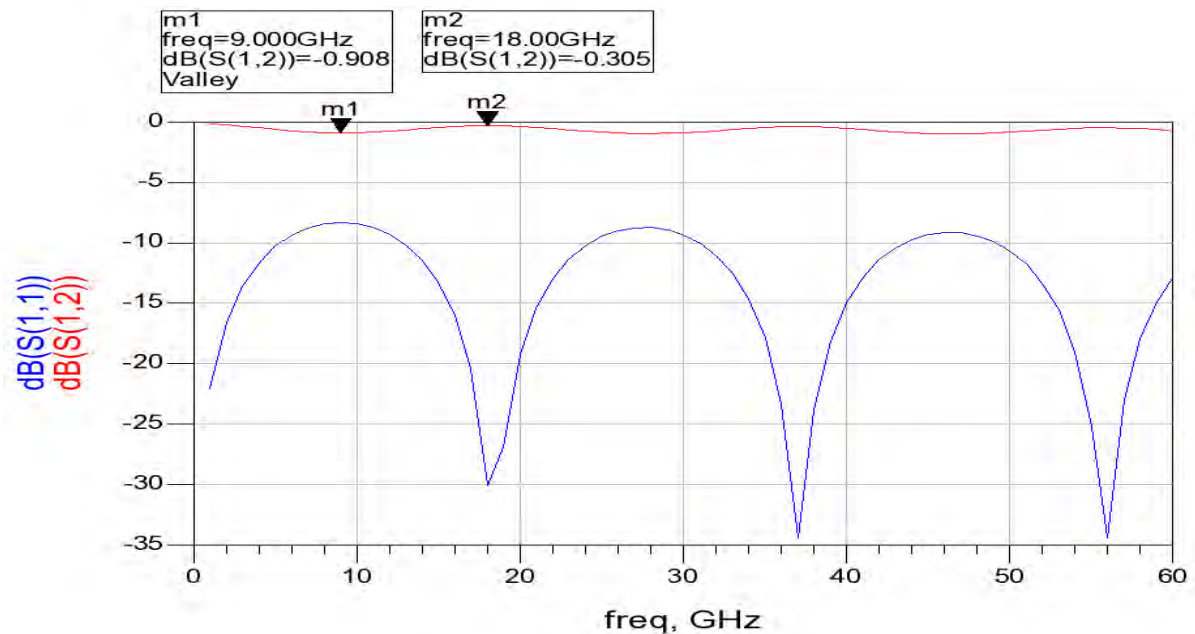


Figure 11. Coefficients de transmission  $S_{11}$  et  $S_{12}$  des deux lignes coplanaires (sur silicium et sur membrane) sur ADS

La globalité du système est ainsi prise en compte mais doit respecter les règles d'électromagnétisme afin de tenir compte de la transition vers le silicium. Pour adapter les deux sections (membrane-silicium) la définition d'une transition est donc une étape essentielle si l'on veut caractériser une structure micro-usinée. Les différentes études précédentes utilisant les techniques de micro-usinage, présentent des caractérisations hyperfréquences utilisant des techniques de calibrations permettant de s'affranchir de la discontinuité [ref29 et Bertrand]. La mesure ainsi effectuée correspond seulement aux parties intrinsèques hyperfréquences déposées sur la membrane diélectrique. L'objectif de l'étude est de pouvoir caractériser de manière globale une structure micro-usinée en effectuant une calibration dans le plan des pointes de mesure. Après avoir vérifié sur ADS les caractéristiques électriques (impédances) et les paramètres de transmission pour une ligne coplanaire micro-usinée avec accès sur Silicium, nous sommes dans l'obligation de rajouter une transition entre la membrane et les accès sur silicium. L'étude de cette transition a été bien approfondie et maîtrisée dans les travaux précédents [1] [20]. Ces études proposent comme solution une transition graduelle avec variation linéaire de la géométrie des lignes en utilisant un « taper » classique sur une distance de  $500\mu\text{m}$ .

La figure 12 présente les caractéristiques géométriques correspondantes aux lignes coplanaires micro-usinées avec transition graduelle sur silicium.

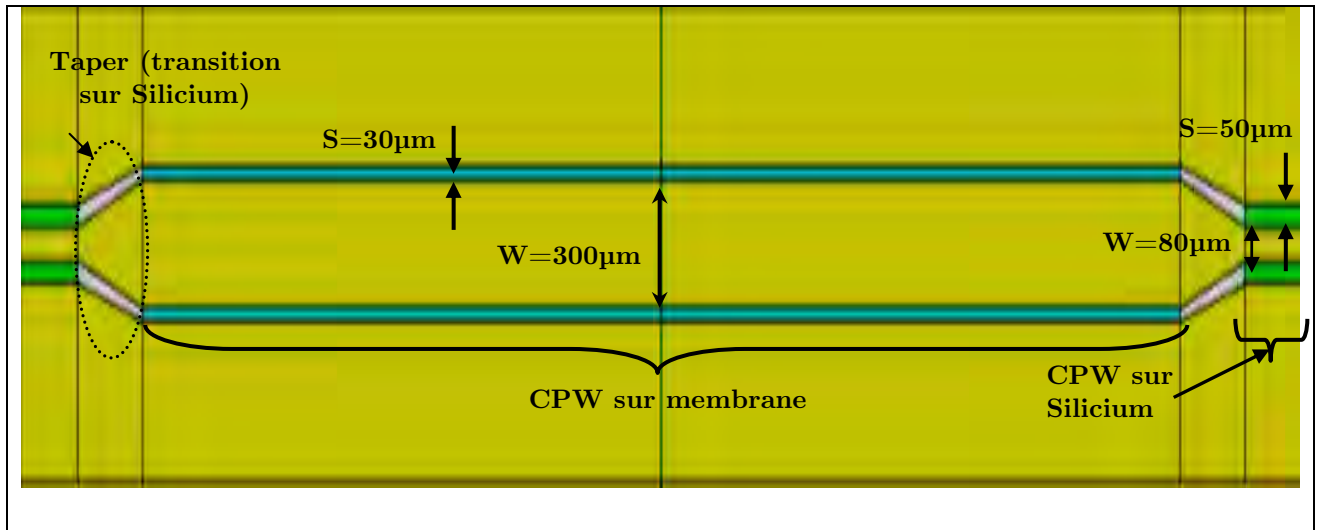


Figure 12. Ligne coplanaire (CPW) micro-usinée avec transition (Taper) sur Silicium

Afin de concevoir les deux lignes coplanaires sur membrane avec transition sur silicium, nous avons changé notre outil de simulation. En effet, le logiciel ADS<sup>TM</sup> ne nous permet pas de concevoir des structures en 3 dimensions. Pour cela, nous avons utilisé le logiciel à élément finis HFSS<sup>TM</sup> [27]. Ce dernier a permis la conception d'un système complet (les lignes coplanaires complètes et le résonateur diélectrique) en 3 dimensions.

#### 2.1.4 Détermination des paramètres géométriques du dispositif

Des simulations en oscillations libres (eigen mode) utilisant HFSS<sup>TM</sup>, appliquées au résonateur diélectriques permettent de déterminer le diamètre, l'épaisseur, la permittivité du résonateur diélectrique ainsi que la répartition du champ électromagnétique nécessaire pour définir la caustique et le couplage optimal avec les lignes coplanaires.

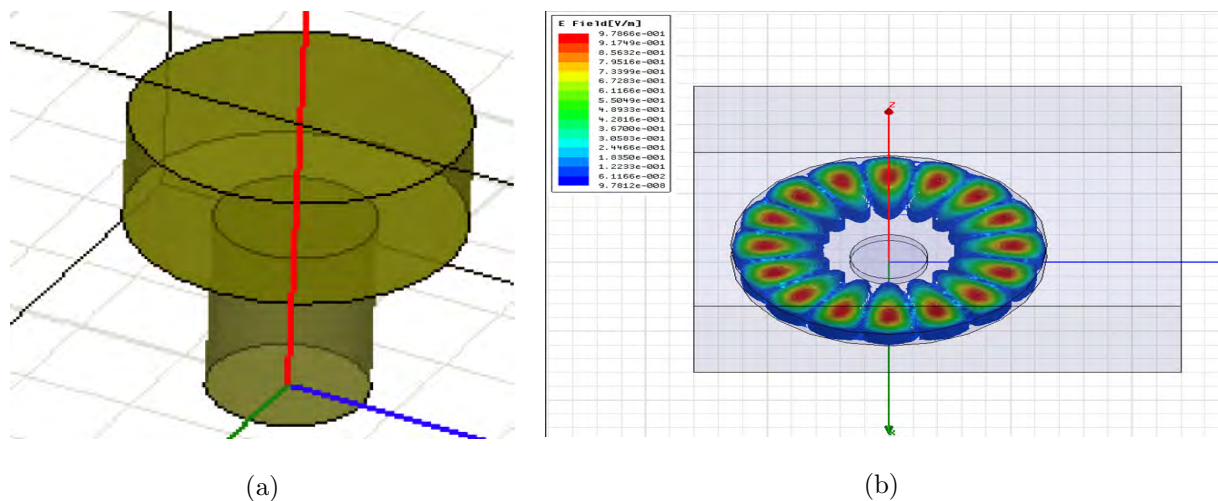
La détermination de la caustique permet d'établir la répartition du champ électromagnétique dans le résonateur. Cette étude conduit à la définition de la position des lignes coplanaires. De plus, le diamètre du résonateur ainsi que le confinement du champ électromagnétique dans celui-ci imposent la distance entre les deux lignes coplanaires micro-usinées.

Dans cette étude, nous avons étudié un résonateur diélectrique de permittivité relative égale à 80 (comme le TiO<sub>2</sub> par exemple) [28] et sans pertes. L'épaisseur et le diamètre du résonateur diélectrique permettent de déterminer les modes et les fréquences de résonances associées.

La fréquence de résonance visée est 30 GHz. Ce choix était fait par rapport à la bande du fonctionnement du Radar FMCW réalisé au LAAS qui va nous permettre d'interroger ces capteurs à distance [29-30].

Les simulations mises en œuvre pour aboutir à ces résultats reposent sur un calcul sans pertes. En s'appuyant sur les dimensions du dispositif excité par les modes de galerie présenté par B.Guillon [1], le diamètre du résonateur est de 6.5 mm pour une épaisseur de 360 $\mu$ m positionné, grâce à un support (figure 13. (a)), à 230 $\mu$ m au dessus d'un plan métallique. Ainsi, le résultat obtenu donne la fréquence de résonance établie et montre la répartition du champ électromagnétique sur l'ensemble du RD à cette fréquence.

Comme cela est illustré sur la figure 13 (b), nous observons que le mode  $WGE_{8,0,0}$  est ainsi isolé autour de 31GHz.



**Figure 13.** (a) Le résonateur dans la cavité avec support et (b) la répartition du champ pour le calcul en eigenmode ( $HFSS^{TM}$ ).

Grâce à cette simulation, nous pouvons définir le diamètre du support selon la caustique du mode de galerie visé. En revanche, comme l'épaisseur du support qui maintient le résonateur sur les lignes coplanaires autorise le réglage du couplage, donc sa définition nécessite une étude de l'ensemble du système : résonateur et lignes coplanaires.

## 2.2 Résultats de simulation du capteur complet

Le système est rappelé sur la figure 14. Nous rappelons que le circuit global représente un filtre directif. Le dispositif est constitué de deux parties (voir figures 14.a et 14.b): (1) les lignes coplanaires (CPW) utilisées pour la propagation du champ électromagnétique et (2) le résonateur diélectrique (RD) utilisé pour le couplage et la détection de gaz. Le RD présente un rayon  $R=3,25$ mm, une épaisseur  $H=360\mu$ m et une permittivité diélectrique relative de 80.

Ce résonateur diélectrique est excité via les deux CPW micro-usinées sur membrane ( $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$ ) avec une transition graduelle sur Silicium. Elles ont les mêmes dimensions géométriques que celles définies avec ADS<sup>TM</sup>:

Membrane :  $L=13\text{mm}$ ,  $W=300\mu\text{m}$ ,  $S=30\mu\text{m}$  et  $H_m=1\mu\text{m}$ . Leur permittivité relative effective est proche de 1 (1,09) et leur impédance caractéristique est de  $75\Omega$ .

Accès sur Silicium :  $L=500\mu\text{m}$ ,  $W=77\mu\text{m}$ ,  $S=50\mu\text{m}$  et  $H_m=1\mu\text{m}$ . La permittivité relative effective du Silicium est de 11,9 avec une hauteur  $H_{\text{Si}}=400\mu\text{m}$ . L'impédance caractéristique de l'accès est de  $50\Omega$ .

Le RD est maintenu sur le plan des lignes par une cale en Alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) de rayon  $R_{\text{CALE}}=0,8\text{mm}$  et de hauteur  $H_{\text{CALE}}=230\mu\text{m}$  (voir figure 14.c). La section usinée autour des lignes coplanaires permet de ne pas fragiliser les membranes en faisant reposer l'essentiel du résonateur diélectrique sur la partie en silicium massif.

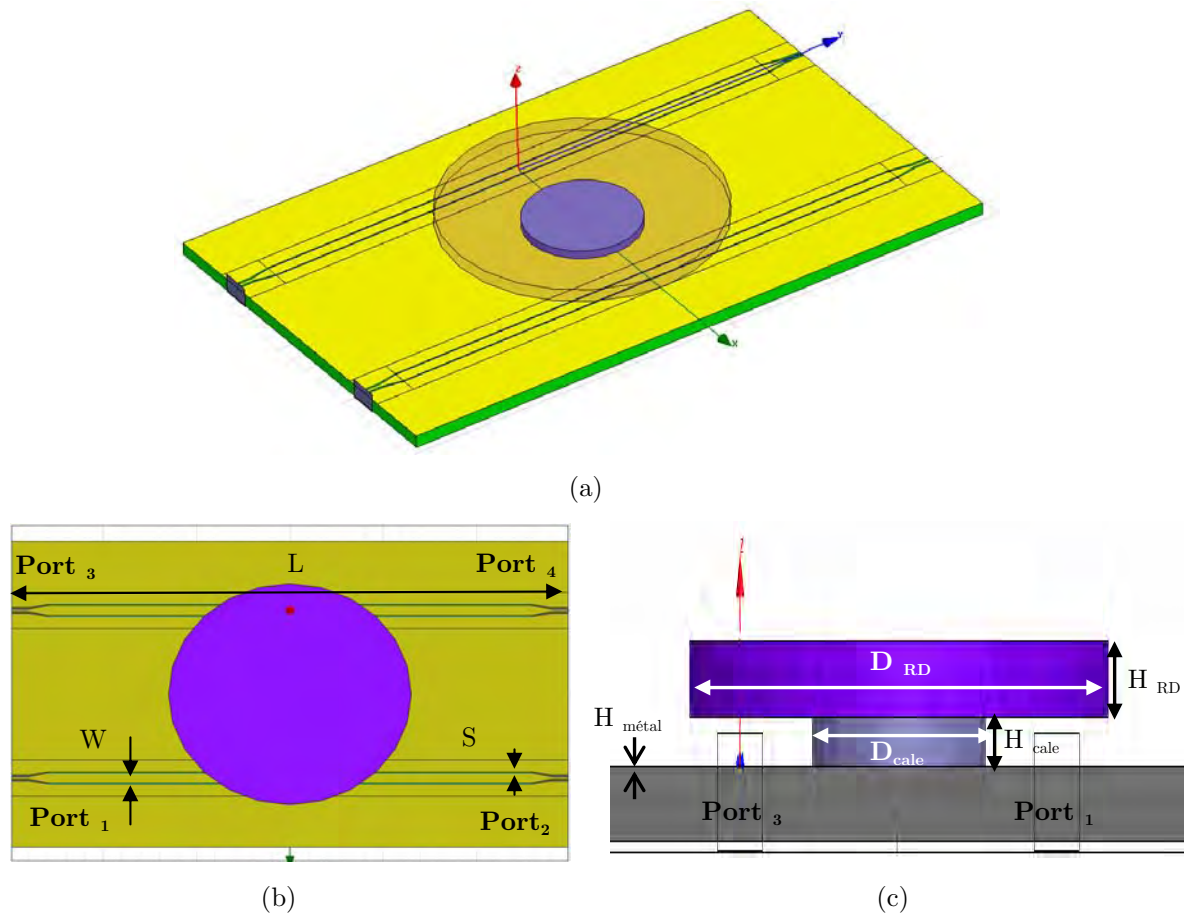


Figure 14. Design du capteur de gaz sur HFSS<sup>TM</sup>: (a) le dispositif en 3 dimensions (b) vue de dessus et (c) vue de face.

A partir du coefficient de couplage  $S_{13}$  entre l'accès 1 et 3 (simulé) donné en fonction de la fréquence, les modes de galerie WGE ont été identifiés sur une gamme de fréquence de [25 à 40 GHz]. Ils sont représentés sur le tableau 1 ci-dessous et la figure 15 montre le paramètre de transmission entre l'accès 1-3 qui entre dans cette bande de fréquence. Par exemple, le

mode de galerie  $WGE_{5,0,0}$  est excité à une fréquence de 26.06 GHz (-6dB), le mode  $WGE_{8,0,0}$  est excité à 31.1 GHz (-16dB) et le mode  $WGE_{6,1,0}$  est excité à 33.26 GHz (-3dB).

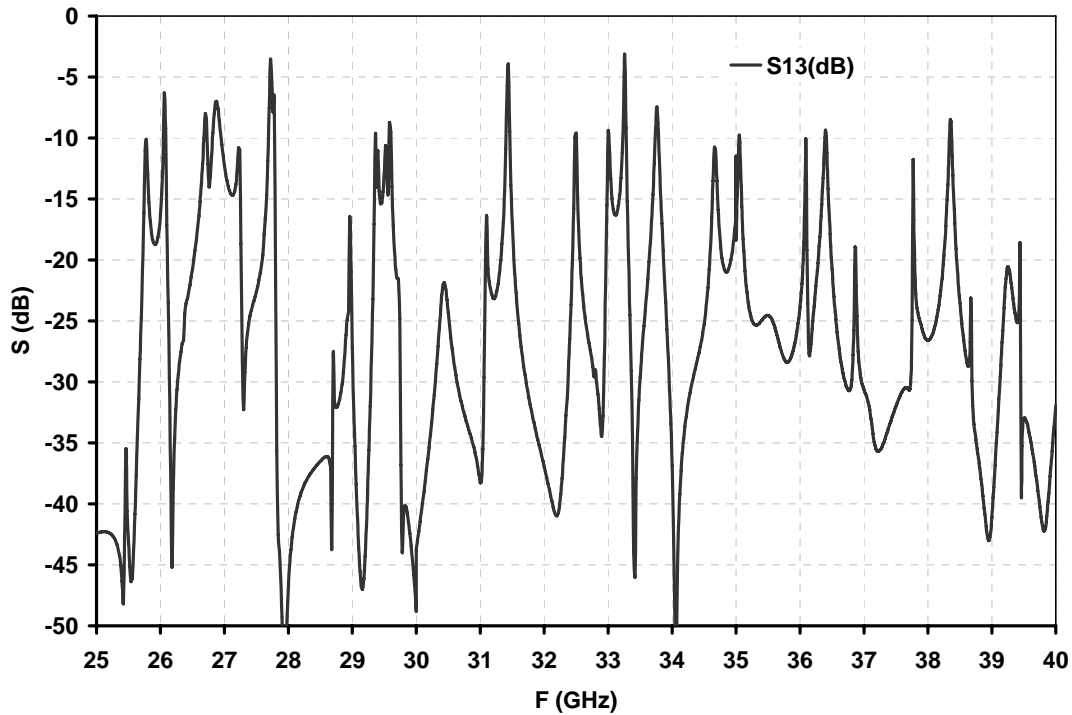


Figure 15. Coefficient de couplage  $S_{13}$  et  $S_{12}$  donnés en fonction de la fréquence.

Tableau 1. Les  $WGE_{n,m,l}$  détectés dans la bande de fréquence [25,40 GHz]

| Fréquences de résonances (GHz) | Coefficient de transmission entre accès 1 et 3 (dB) | $WGE_{n,m,l}$ |
|--------------------------------|---|---------------|
| <b>26,06</b>                   | <b>-6,32</b>  | <b>5.0.0</b>  |
| 27,72                          | -3,56   | 6.0.0         |
| 29,58                          | -8,83   | 7.0.0         |
| <b>31,1</b>                    | <b>-16,37</b>                                       | <b>8.0.0</b>  |
| 31,44                          | -4,00   | 5.1.0         |
| 32,5                           | -9,6  | 3.2.0         |
| <b>33,26</b>                   | <b>-3,2</b>   | <b>6.1.0</b>  |
| 34,66                          | -10,7   | 4.2.0         |
| 35,1                           | -9,7  | 7.1.0         |
| 36,1                           | -10   | 11.0.0        |
| 36,4                           | -9,3  | 5.2.0         |
| 36,86                          | -18,09  | 8.1.0         |
| 37,76                          | -11,81  | 12.0.0        |
| 38,35                          | -8,33   | 6.2.0         |
| 38,67                          | -21   | 9.1.0         |
| 39,24                          | -20   | 4.3.0         |
| 39,43                          | -15   | 13.0.0        |



La figure 16 montre un exemple de résultat de simulation correspondant à l'amplitude du champ magnétique de ces modes de galerie à ces fréquences de résonance.

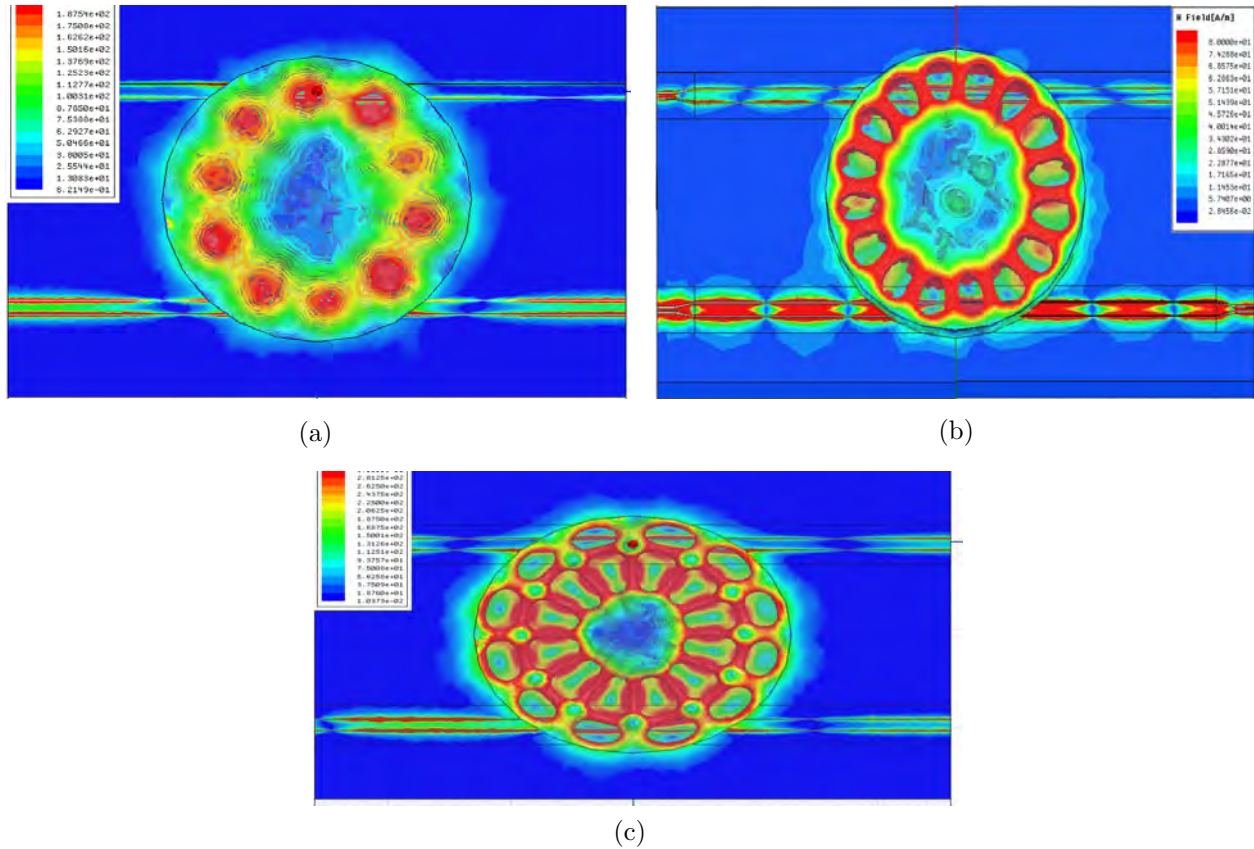


Figure 16. Amplitude du champ magnétique des modes de galerie (a)  $WGE_{5,0,0}$  à 26,01 GHz, (b)  $WGE_{8,0,0}$  à 31,1 GHz et (c)  $WGE_{6,1,0}$  à 33,26 GHz.

## 2.2.1 Influence des paramètres géométriques

Lors de la conception du composant, nous avons tenu compte de plusieurs paramètres géométriques tels que, l'épaisseur de la cale ( $H_{\text{cale}}$ ) et l'épaisseur du résonateur diélectrique ( $H_{\text{RD}}$ ). Ces 2 derniers paramètres influencent beaucoup le coefficient de couplage S13 et les fréquences de résonances. Pour cela nous avons vérifié l'influence de ces paramètres afin d'avoir le maximum d'information sur le comportement du composant pour les plus petites variations sur ces paramètres géométriques lors de la fabrication. Ainsi les deux autres paramètres tels que le diamètre du résonateur diélectrique ( $D_{\text{DR}}$ ) et la longueur des lignes ( $L_{\text{CPW}}$ ) ont été étudié mais ne sont pas représentatifs.

### 2.2.1.1 Influence de l'épaisseur du RD sur le couplage

Nous avons fait varier l'épaisseur du RD ( $H_{\text{RD}}$ ) entre 250 $\mu\text{m}$  et 375 $\mu\text{m}$  par pas de 5 $\mu\text{m}$  dans la bande 25 à 30GHz tout en gardant les autres paramètres géométriques constants. La

figure 17 montre l'influence de ces variations sur les modes de galerie  $WGE_{5,0,0}$ ,  $WGE_{6,0,0}$  et  $WGE_{7,0,0}$ . Le tableau 2 montre bien que pour une variation de  $5\mu\text{m}$  dans  $H_{RD}$ , chaque mode enregistre un décalage en fréquence d'environ 200MHz.

Par exemple, pour une augmentation de  $5\mu\text{m}$  sur  $H_{RD}$ , les modes  $WGE_{5,0,0}$  et  $WGE_{7,0,0}$  diminuent de 26,35 à 26,13 GHz et de 29,76 à 29,57 GHz respectivement. Ce qui confirme que la fréquence de résonance est inversement proportionnelle à  $H_{RD}$ .

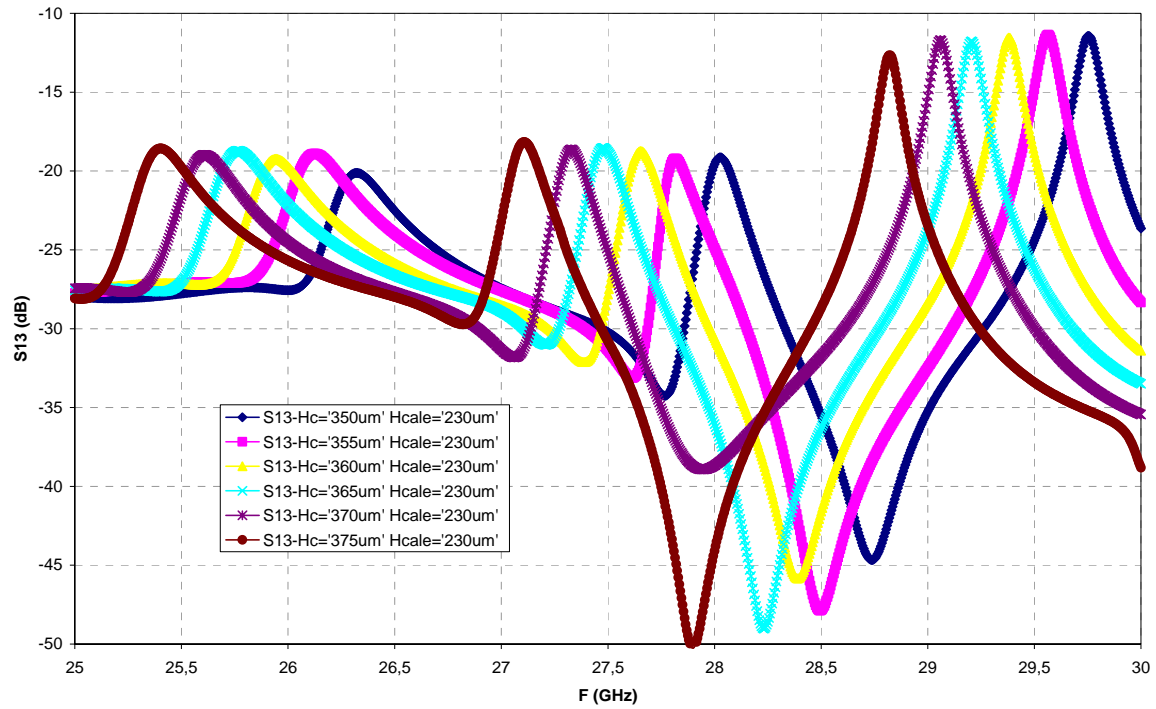


Figure 17. Le coefficient de transmission dans la bande de fréquence : [25,30GHz] avec  $H_{RD}$  variable

Tableau 2. Les modes de galerie détectés dans la bande de fréquence [25, 30GHz] avec  $H_{RD}$  variable.

| $H_{RD}$ ( $\mu\text{m}$ ) | $WGE_{5,0,0}$ |         | $WGE_{6,0,0}$ |         | $WGE_{7,0,0}$ |         |
|----------------------------|---------------|---------|---------------|---------|---------------|---------|
|                            | Fr (GHz)      | S13(dB) | Fr (GHz)      | S13(dB) | Fr (GHz)      | S13(dB) |
| 350                        | 26.35         | -20.29  | 28.04         | -19.23  | 29.76         | -11.57  |
| 355                        | 26.13         | -18.93  | 27.82         | -19.2   | 29.57         | -11.51  |
| 360                        | 26.01         | -19.4   | 27.66         | -18.75  | 29.38         | -11.56  |
| 365                        | 25.78         | -18.75  | 27.49         | -18.68  | 29.21         | -11.80  |
| 370                        | 25.62         | -18.9   | 27.33         | -18.66  | 29.06         | -11.69  |
| 375                        | 25.41         | -18.6   | 27.11         | -18.18  | 28.82         | -12.66  |

Ainsi, la figure 18 et le tableau 3 montrent aussi l'impact que produit la variation de  $H_{RD}$  sur les modes de galerie mais dans la bande de fréquence [30, 35GHz]. Nous constatons qu'une augmentation dans  $H_{RD}$  engendre toujours un décalage vers les basses fréquences et sur tous les modes :  $WGE_{8,0,0}$ ,  $WGE_{5,1,0}$ ,  $WGE_{6,1,0}$  et  $WGE_{4,2,0}$ . Par contre,  $H_{RD}$  n'a toujours pas d'influence significative sur le niveau en dB de S13.

En revanche, le mode  $WGE_{8,0,0}$  est plus sensible en transmission à  $H_{RD}$ . À partir de 360 $\mu$ m ce mode commence à être perturbé, nous remarquons une augmentation de pertes en transmission (-15dB à 18 dB).

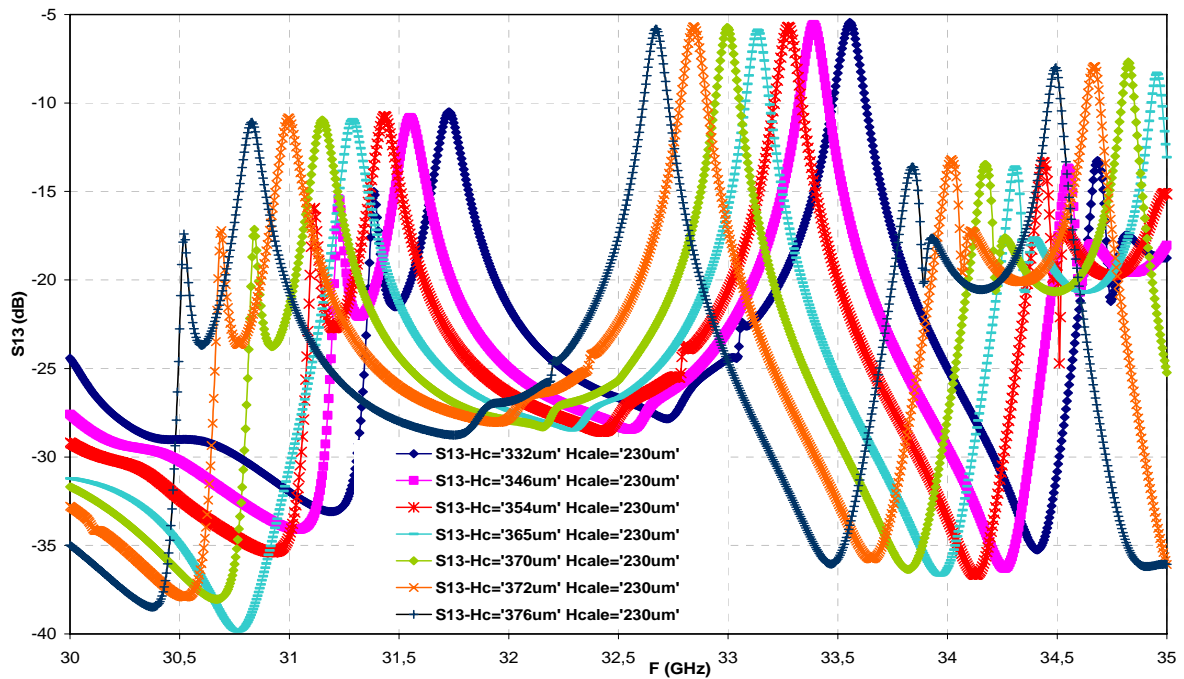


Figure 18. Coefficient de transmission dans la bande de fréquence : [30,35GHz] avec  $H_{RD}$  variable

Tableau 3. Les WGE observés dans la bande de fréquence [30,35GHz] avec  $H_{RD}$  variable.

| $H_{RD}$<br>( $\mu$ m) | $WGE_{8,0,0}$ |         | $WGE_{5,1,0}$ |         | $WGE_{6,1,0}$ |         | $WGE_{4,2,0}$ |         |
|------------------------|---------------|---------|---------------|---------|---------------|---------|---------------|---------|
|                        | Fr (GHz)      | S13(dB) | Fr (GHz)      | S13(dB) | Fr (GHz)      | S13(dB) | Fr (GHz)      | S13(dB) |
| 332                    | 31.39         | -15.19  | 31.73         | -10.57  | 33.56         | -5.48   | 34.69         | -13.31  |
| 346                    | 31.22         | -15.34  | 31.55         | -10.82  | 33.39         | -5.59   | 34.54         | -13.32  |
| 354                    | 31.11         | -15.93  | 31.44         | -10.79  | 33.27         | -5.75   | 34.42         | -13.26  |
| 365                    | ----          | ----    | 31.29         | -10.99  | 33.14         | -5.9    | 34.31         | -13.70  |
| 370                    | 30.84         | -17.14  | 31.15         | -10.99  | 33.00         | -5.74   | 34.17         | -13.47  |
| 372                    | 30.69         | -17.21  | 31.00         | -10.96  | 32.85         | -5.75   | 34.02         | -13.29  |
| 376                    | 30.52         | -17.40  | 30.83         | -11.17  | 32.67         | -5.83   | 33.85         | -13.76  |



Grâce à ces résultats de simulation, nous pouvons également estimer l'influence de la moindre erreur lors de la fabrication du RD sur les fréquences de résonances et les paramètres de transmission des modes de galerie dans la bande de fréquence [25,35 GHz].

### 2.2.1.2 Influence de la hauteur de la cale sur le couplage

Nous avons fait varier l'épaisseur de la cale ( $H_{\text{cale}}$ ) entre 100 $\mu\text{m}$  et 250 $\mu\text{m}$  dans la bande 30 à 35GHz. Le tableau 5 montre l'influence de ces variations sur les modes de galerie  $\text{WGE}_{8,0,0}$ ,  $\text{WGE}_{5,1,0}$  et  $\text{WGE}_{6,1,0}$ . Nous remarquons que le coefficient de couplage S13 (transmission) change selon l'épaisseur du support. Par exemple, pour une épaisseur qui varie de 120 $\mu\text{m}$  à 250 $\mu\text{m}$ , le coefficient de couplage du mode  $\text{WGE}_{8,0,0}$  passe de -7.3dB à -16.7dB respectivement.

**Tableau 4.** Les WGE observés dans la bande de fréquence [30,35GHz] avec  $H_{\text{cale}}$  variable.

| Hcale ( $\mu\text{m}$ ) | WGE8.0.0 |          | WGE5.1.0 |          | WGE6.1.0 |          |
|-------------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
|                         | Fr(GHz)  | S13 (dB) | Fr(GHz)  | S13 (dB) | Fr (GHz) | S13 (dB) |
| 100                     | 32.76    | -9.95    | 33.42    | -4.28    | ....     | ....     |
| 110                     | 32.54    | -9.46    | 33.2     | -6.02    | 34.93    | -9.52    |
| 120                     | 32.34    | -7.30    | 32.98    | -3.95    | 34.73    | -4.75    |
| 130                     | 32.2     | -7.8     | 32.76    | -3.67    | 34.5     | -3.77    |
| 140                     | 32.12    | -7.9     | 32.58    | -3.59    | 34.34    | -2.44    |
| 150                     | 31.94    | -12.6    | 32.4     | -7.08    | 34.14    | -2.28    |
| 180                     | 31.56    | -13.5    | 31.94    | -3.17    | 33.72    | -2.22    |
| 190                     | 31.48    | -16.0    | 31.82    | -2.96    | 33.62    | -2.30    |
| 200                     | 31.32    | -16.3    | 31.7     | -3.43    | 33.5     | -2.37    |
| 210                     | 31.28    | -13.5    | 31.6     | -2.88    | 33.42    | -3.20    |
| 220                     | 31.16    | -15.6    | 31.5     | -3.67    | 33.3     | -2.16    |
| 230                     | 31.08    | -15.8    | 31.4     | -3.53    | 33.22    | -2.11    |
| 240                     | 31.02    | -15.0    | 31.32    | -5.52    | 33.16    | -2.92    |
| 250                     | 30.92    | -16.7    | 31.22    | -2.12    | 33.08    | -2.95    |

Les deux figures suivantes montrent bien que pour une augmentation de l'épaisseur  $H_{\text{cale}}$  de 10 $\mu\text{m}$ , chaque mode se décale vers les basses fréquences avec un pas de 100MHz

(10MHz/ $\mu\text{m}$ ). En revanche, pour le mode  $\text{WGE}_{6,1,0}$ , le coefficient de couplage passe de -9,52 à -2,11dB lors d'une variation de 110 $\mu\text{m}$  à 250 $\mu\text{m}$  respectivement. De plus, nous observons une amélioration significative sur le coefficient de qualité. En effet, les coefficients de qualité au mode  $\text{WGE}_{6,1,0}$  sont de 300 et 1150 pour des épaisseurs de 100 $\mu\text{m}$  et 250 $\mu\text{m}$  respectivement. D'après ces résultats, nous concluons que l'épaisseur de la cale doit être choisie entre 200 $\mu\text{m}$  et 250 $\mu\text{m}$  afin d'avoir le meilleur couplage entre le RD et les CPW.

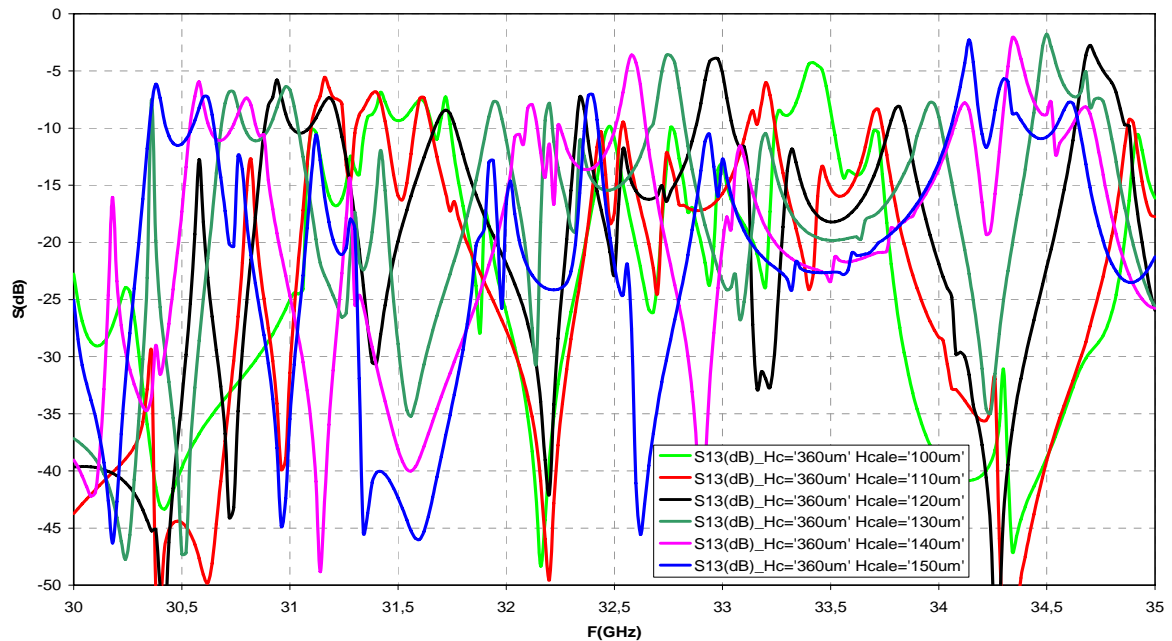


Figure 19. Coefficient de transmission dans la bande de fréquence : [30,35GHz] avec une variation de l'épaisseur de la cale  $H_{cale}$ , entre 100 $\mu\text{m}$  à 150 $\mu\text{m}$ .

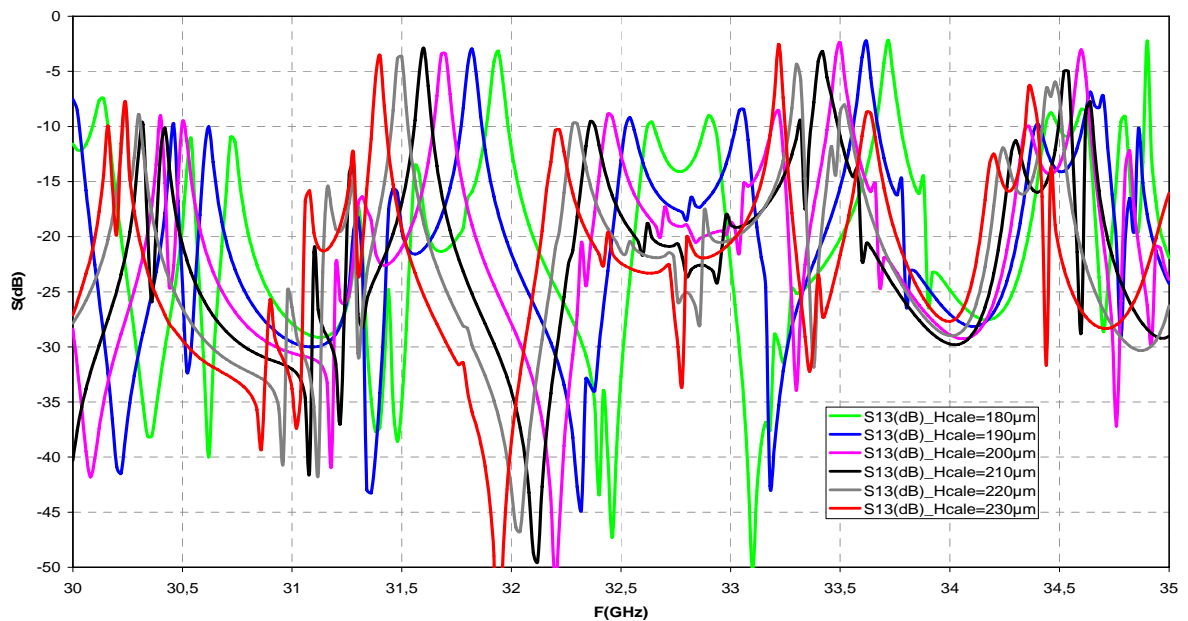
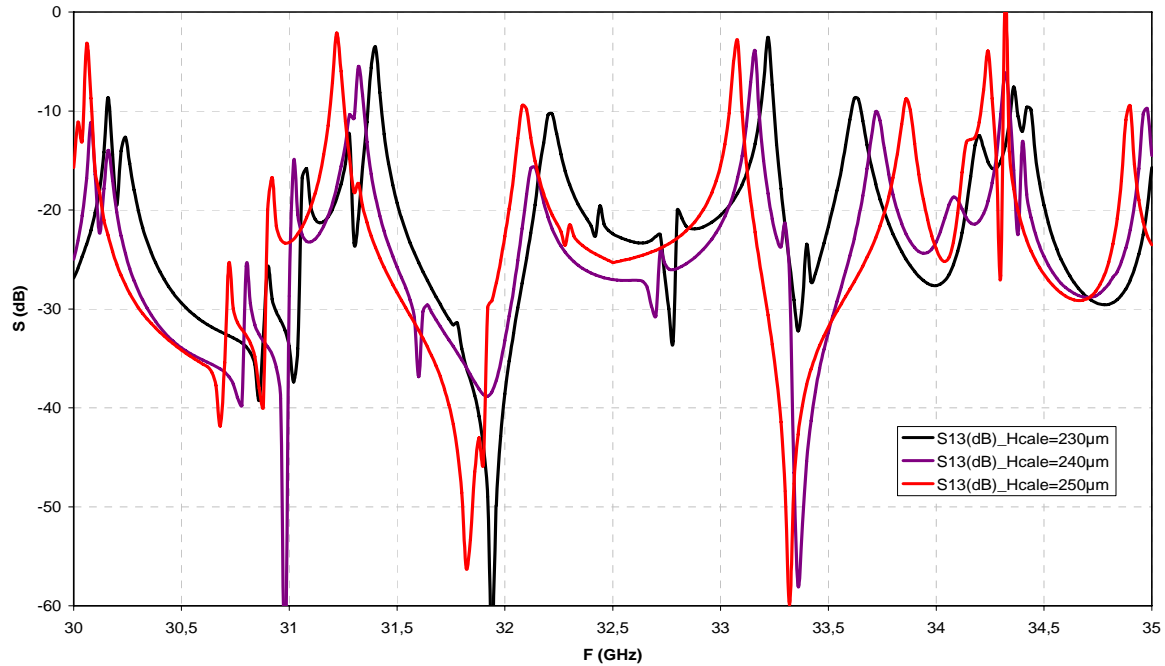


Figure 20. Coefficient de transmission dans la bande de fréquence : [30,35GHz] avec une variation de l'épaisseur de la cale  $H_{cale}$ , entre 180 $\mu\text{m}$  à 230 $\mu\text{m}$ .



**Figure 21.** Coefficient de transmission dans la bande de fréquence : [30,35GHz] avec une variation de l'épaisseur de la cale  $H_{cale,e}$  entre 230 $\mu\text{m}$  à 250 $\mu\text{m}$ .

Nous pouvons aussi déterminer les fréquences de résonances pour chaque mode de galerie pour une large gamme d'épaisseur de cale. C'est une étude qui permet d'évaluer la dispersion en fréquence liée aux dispersions géométriques (exemple de fabrication).

### 2.3 Application à la détection de gaz

Dans le design du nouveau capteur présenté précédemment, le champ électromagnétique est utilisé pour mesurer une concentration de gaz. Le principe de détection repose sur la mesure de la fréquence de résonance des modes de galerie (WGM) dans un résonateur diélectrique (RD) hyperfréquence. Le matériau diélectrique utilisé est un oxyde métallique (éventuellement du  $\text{TiO}_2$  ou du  $\text{SnO}_2$ ) dont les propriétés diélectriques dépendent de la concentration en gaz. L'adsorption des molécules gazeuses par ce matériau sensible induit principalement une modification plus ou moins importante de sa permittivité diélectrique [31-32]. L'excitation des WGM est réalisée en utilisant le dispositif de lignes coplanaires décrit précédemment. A partir de simulations numériques électromagnétiques rigoureuses (HFSS<sup>TM</sup>), nous montrons ici qu'une faible modification de la permittivité du résonateur diélectrique induit une forte variation de la fréquence de résonance de ces modes. En s'appuyant sur les caractéristiques du matériau sensible utilisé (cf. chap. I. 3 équation 14), il est donc possible de déduire de cette mesure la concentration en gaz.

Les modes de galerie dans un résonateur diélectrique réalisé avec l'un de ces matériaux sensibles sont utilisés ici pour mesurer cette modification de permittivité et en déduire la variation de concentration en gaz.

### 2.3.1 Influence de l'humidité sur un RD en $TiO_2$

En s'appuyant sur les résultats de la littérature, le  $TiO_2$  apparait comme un bon candidat pour réaliser le RD. En effet, il a été démontré que la permittivité diélectrique du  $TiO_2$  peut être modifier en présence de gaz et notamment en présence de vapeur d'eau ( $H_2O$ ) où sa permittivité diélectrique peut diminuer de 18% [33]. Nous avons donc voulu analyser l'impact d'une telle modification de permittivité sur la fréquence de résonance d'un mode de galerie. Pour cela, nous avons donc fait varier  $\epsilon_{rTiO_2}$  autour de 80 avec une variation de  $\pm 10$ , ce qui représente une variation de  $\pm 12\%$ . Comme indiqué sur la figure 22, la variation de la permittivité du  $TiO_2$  ( $\pm 10$ ) produit des modifications mesurables de près de 7% sur la fréquence de résonance du mode  $WGE_{6,1,0}$ . En valeur absolue, cette variation de fréquence est considérable ( $\pm 2GHz$ ).

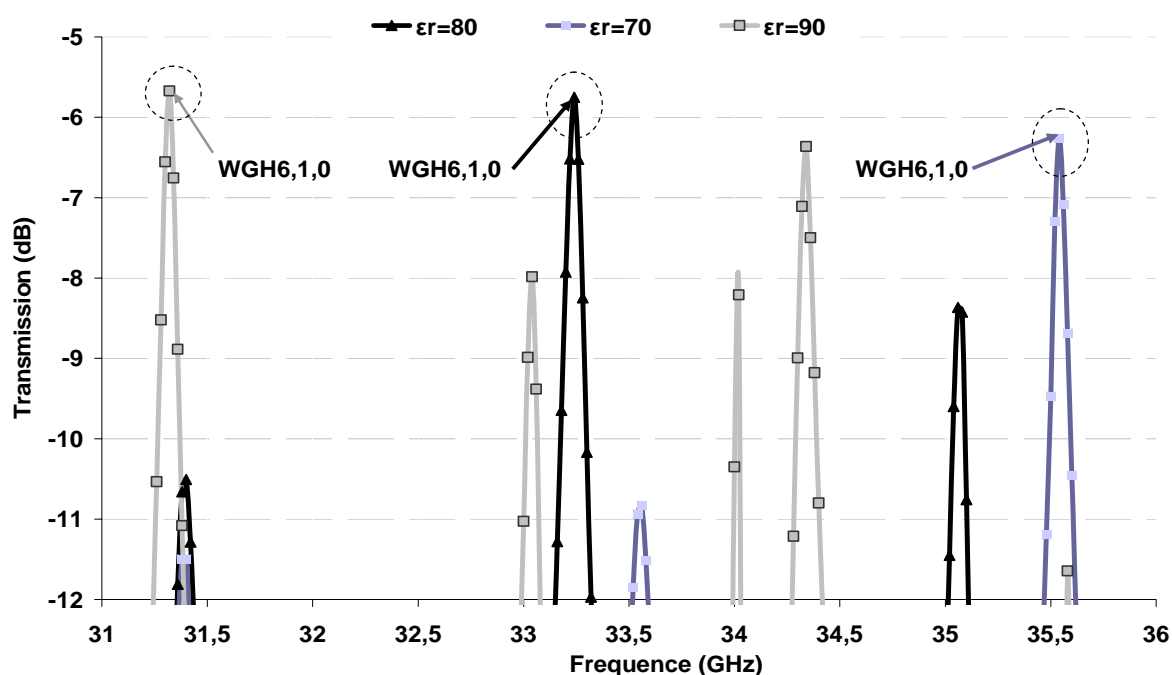
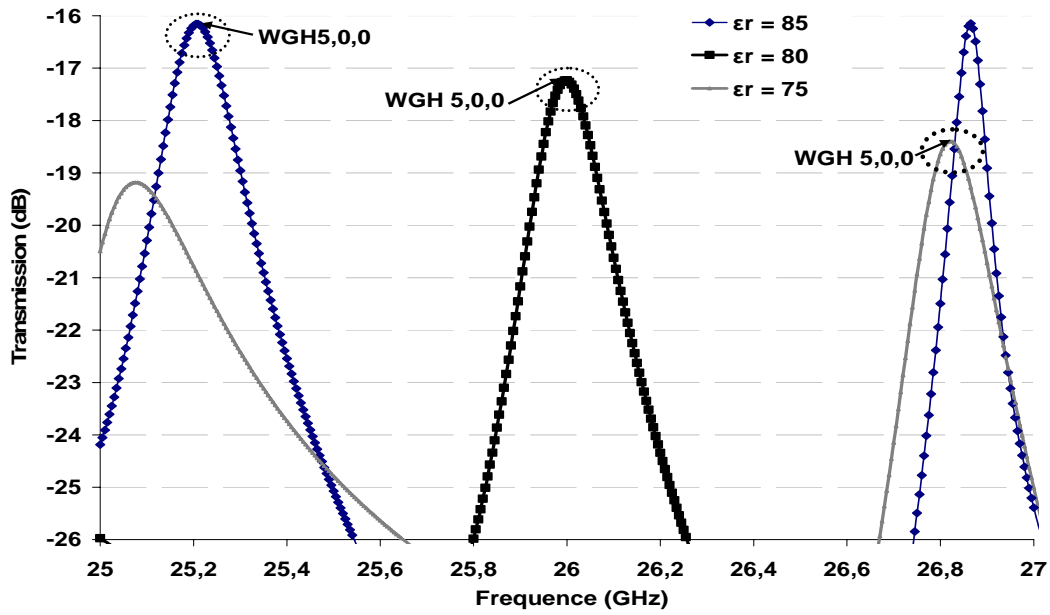


Figure 22. Coefficient de transmission ( $S_{13}$ ) en fonction de la fréquence pour des variations de permittivités de 10% sur le RD ( $\epsilon_r = 70, 80$  et  $90$ ).

De plus, nous avons observé une sensibilité du même ordre de grandeur (4% pour  $\pm 5$ ) sur le mode  $WGE_{5,0,0}$  (voir figure 23).



**Figure 23.** Coefficient de transmission ( $S_{13}$ ) pour des variations de permittivités de 5% sur le RD ( $\epsilon_r = 75, 80$  et  $85$ ).

Ces modifications de l'ordre de 7% sur la fréquence de résonance pour des variations de  $\pm 10$  sur  $\epsilon_{rTiO_2}$  montrent la très grande sensibilité de ce type de dispositif.

Comme nous l'avons vu au 1<sup>er</sup> chapitre, cette sensibilité représente celle du transducteur électromagnétique, qui transforme une variation de permittivité en variation de fréquence de résonance d'un WGM.

Afin d'évaluer cette sensibilité du transducteur, nous avons représenté sur les deux figures suivantes les fréquences de résonances du mode  $WGE_{6,1,0}$  et  $WGE_{5,0,0}$  en fonction des permittivités de  $TiO_2$  en présence d'humidité.

Par exemple, pour une variation  $\pm 5$  sur la permittivité du RD, nous avons une première sensibilité du transducteur donnée par la pente de cette droite présentée sur la figure 24. (a). L'équation de cette droite obtenue par interpolation linéaire est la suivante :

$$F_{rWGE5,0,0} = -0,18 \epsilon_r + 40,35 \text{ (GHz)} \quad (4)$$

Avec la pente  $a = -0.18$  GHz qui est la sensibilité du transducteur et ( $F_r$ ) la fréquence de résonance d'un mode de galerie à une permittivité donnée ( $\epsilon_r$ ).

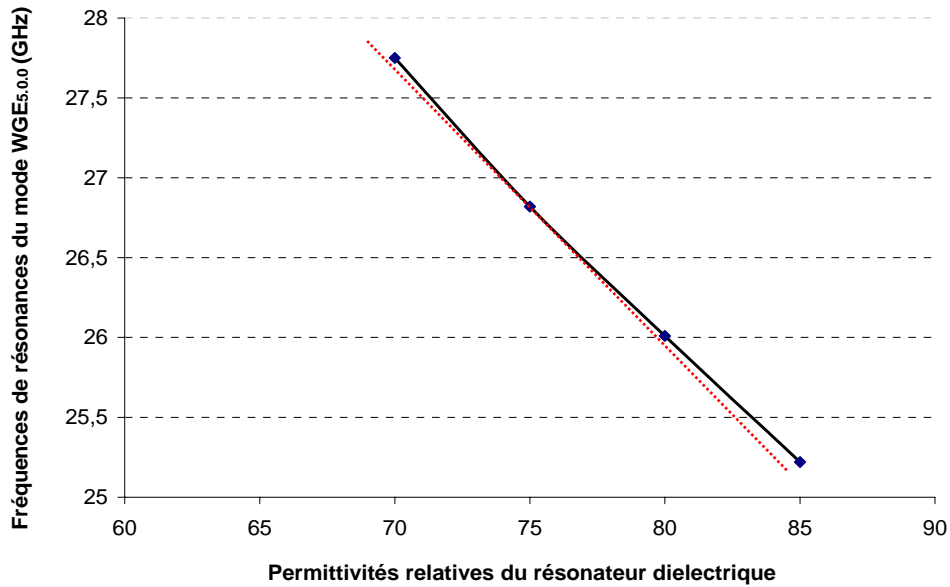
Pour une variation de  $\pm 10$  sur la permittivité du RD, l'équation de droite présentée sur la figure 24. (b) s'écrit :

$$F_{rWGE6,1,0} = -0,232 \epsilon_r + 51,9 \text{ (GHz)} \quad (5)$$

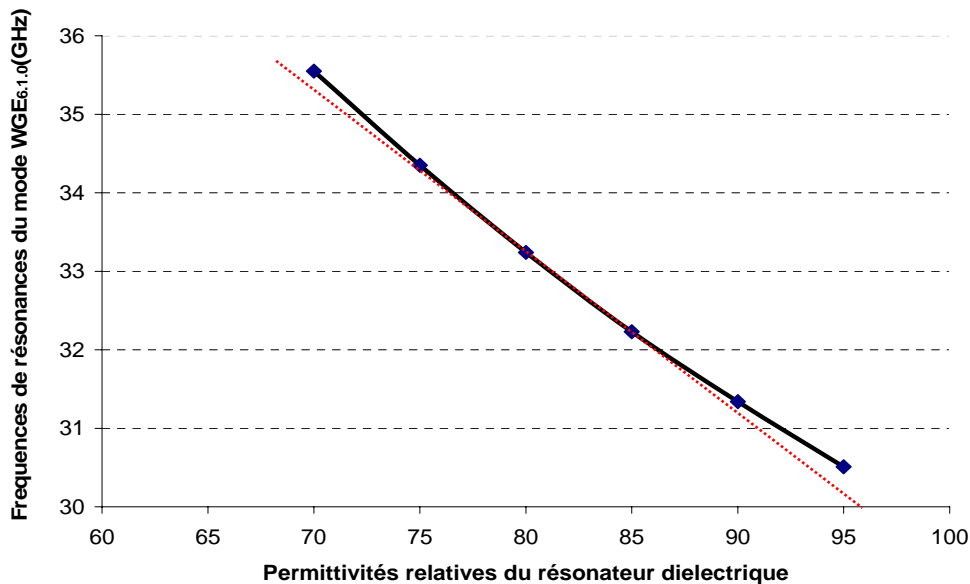
Nous avons donc une meilleure sensibilité en utilisant ce mode  $WGE_{6,1,0}$ . Nous pouvons constater que cette approximation linéaire n'est valable que pour de faibles variations de

permittivité. Dans une étude plus rigoureuse du capteur, il faudra sans doute utiliser un modèle non linéaire.

Nous rappelons donc que la sensibilité du capteur est la combinaison de cette sensibilité du transducteur avec celle de la variation de  $\epsilon_r$  en fonction de la concentration en gaz.



(a)



(b)

Figure 24. Fréquence de résonance en fonction de la permittivité du RD (sensibilité du transducteur)  
(a) mode  $WGH_{5,0,0}$  et (b) mode  $WGH_{6,1,0}$ .

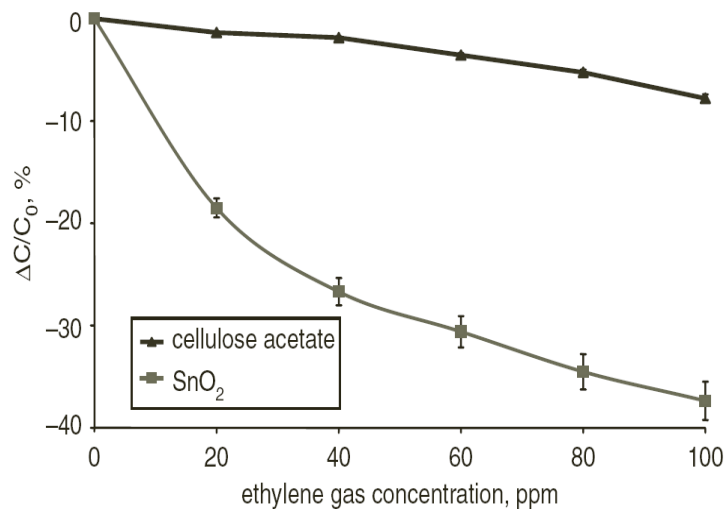
### 2.3.2 Influence de l'éthylène sur un résonateur diélectrique en $\text{SnO}_2$

Avec une approche similaire, nous avons voulu évaluer la sensibilité de notre système en se basant sur un autre résultat de la littérature. Dans cette simulation, nous avons essayé de voir l'impact de l'éthylène ( $\text{C}_2\text{H}_4$ ) sur notre capteur qui aurait un résonateur diélectrique en  $\text{SnO}_2$ .

En effet, selon les travaux publiés par M. D. Balachandran et al. [34], la permittivité diélectrique du  $\text{SnO}_2$  est modifiée en présence d'éthylène. Par exemple, à une concentration de 100 ppm (particules par million) d'éthylène, la permittivité diélectrique du  $\text{SnO}_2$  diminue de 40% (voir figure 25). Nous avons considéré que :

$$\frac{\Delta C}{C_0} = \frac{\Delta \epsilon_r}{\epsilon_{r0}} \quad (6)$$

Où C représente la capacité du diélectrique étudié en fonction de la concentration d'éthylène et  $C_0$  la même capacité sans éthylène.



**Figure 25.** Variation de la capacité à base de  $\text{SnO}_2$  à la présence d'éthylène [34]

Nous avons ainsi simulé notre structure à base d'un résonateur diélectrique en  $\text{SnO}_2$  dont la permittivité relative est estimée à 24 [35].

La figure 26 montre le coefficient de transmission obtenu sur une gamme de fréquence de [50 à 70GHz]. Cette gamme de fréquence est plus élevée que la précédente, ce qui est normal vu que nous avons maintenant une valeur de  $\epsilon_r$  bien plus faible. Au moins un mode de galerie a été identifié sur cette gamme de fréquence.

Par exemple, le mode  $\text{WGE}_{8,0,0}$  excité sur une fréquence de 56,62 GHz. La figure 27 montre l'amplitude du champ magnétique de ce mode à cette fréquence.

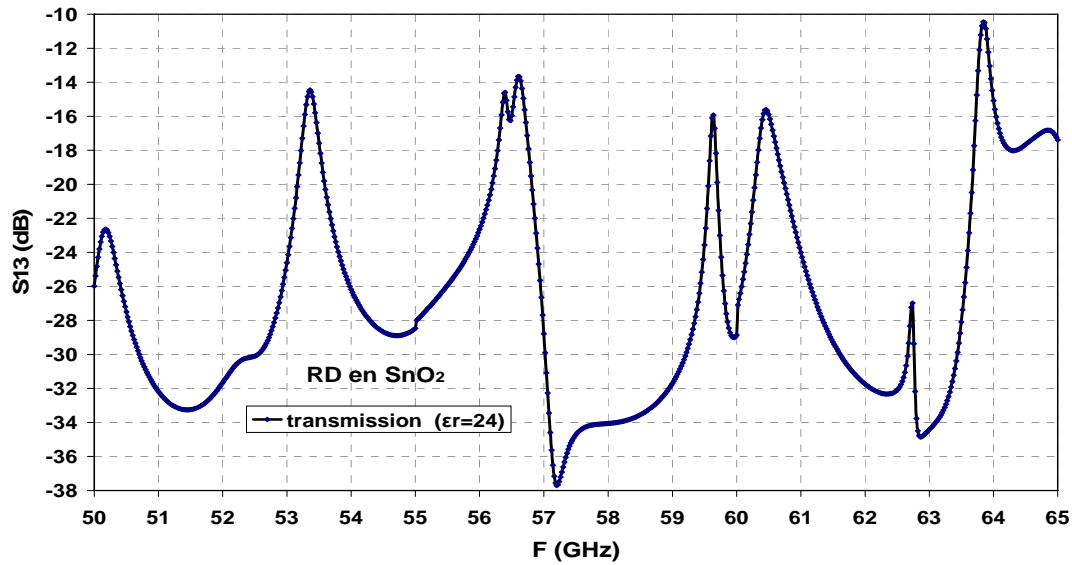


Figure 26. Coefficient de couplage  $S_{13}$  donné en fonction de la fréquence pour un matériau diélectrique sensible en SnO<sub>2</sub>.

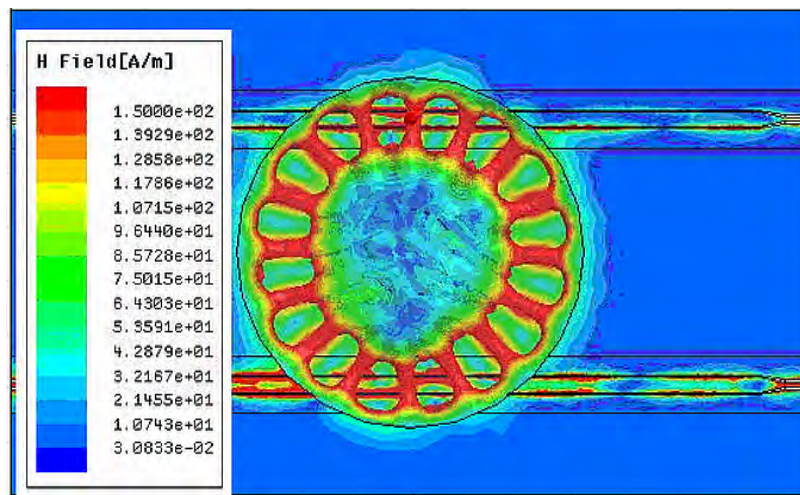


Figure 27. Amplitude du champ magnétique du mode  $WGE_{8,0,0}$  à 56.62 GHz (simulations HFSS<sup>TM</sup>).

Afin d'analyser l'impact d'une modification de permittivité sur la fréquence de résonance de ce mode de galerie ( $WGE_{8,0,0}$ ), nous avons déterminé cette fréquence (simulations HFSS) pour une variation de permittivité relative de -2. Cette diminution de près de 10% sur la permittivité du SnO<sub>2</sub> peut être induite par la présence de 10 ppm d'éthylène (figure 25) d'après les travaux de M. D. Balachandran et al. [34].

Comme indiqué sur la figure suivante, nous remarquons que cette variation de la permittivité du SnO<sub>2</sub> produit une modification mesurable de près de 4% sur la fréquence de résonance du mode  $WGE_{8,0,0}$ . Ainsi, la sensibilité de ce transducteur pour ce mode ( $WGE_{8,0,0}$ ) est donnée sur la figure 29.



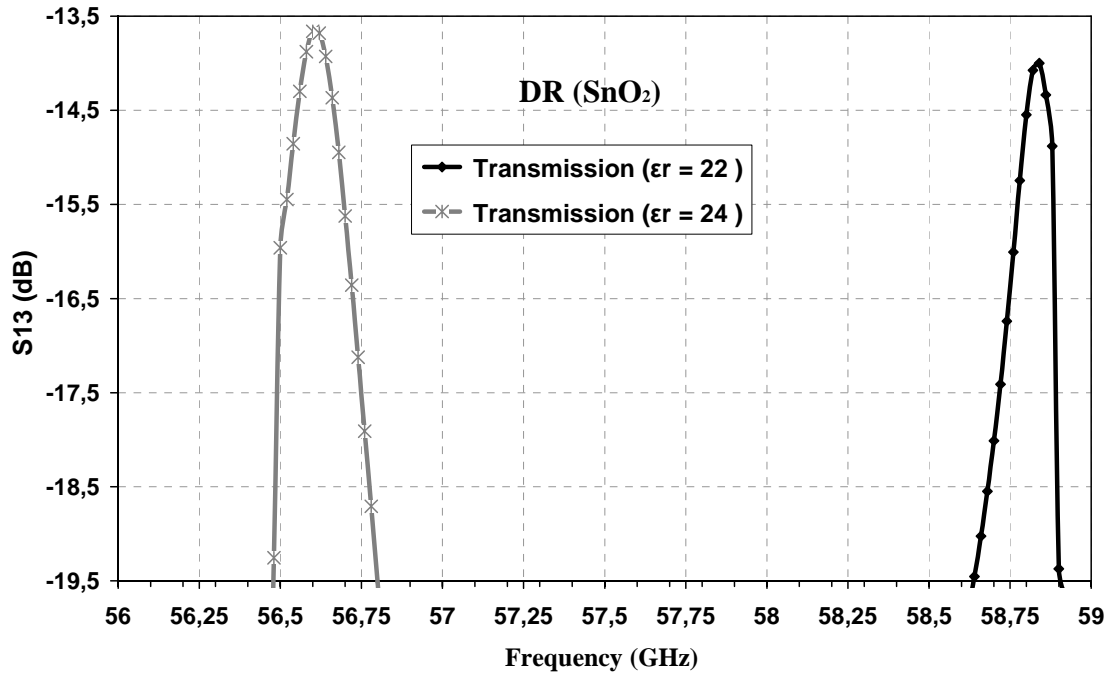


Figure 28. Coefficient de couplage  $S_{13}$  donné en fonction de la fréquence pour un matériau diélectrique sensible en  $\text{SnO}_2$ .

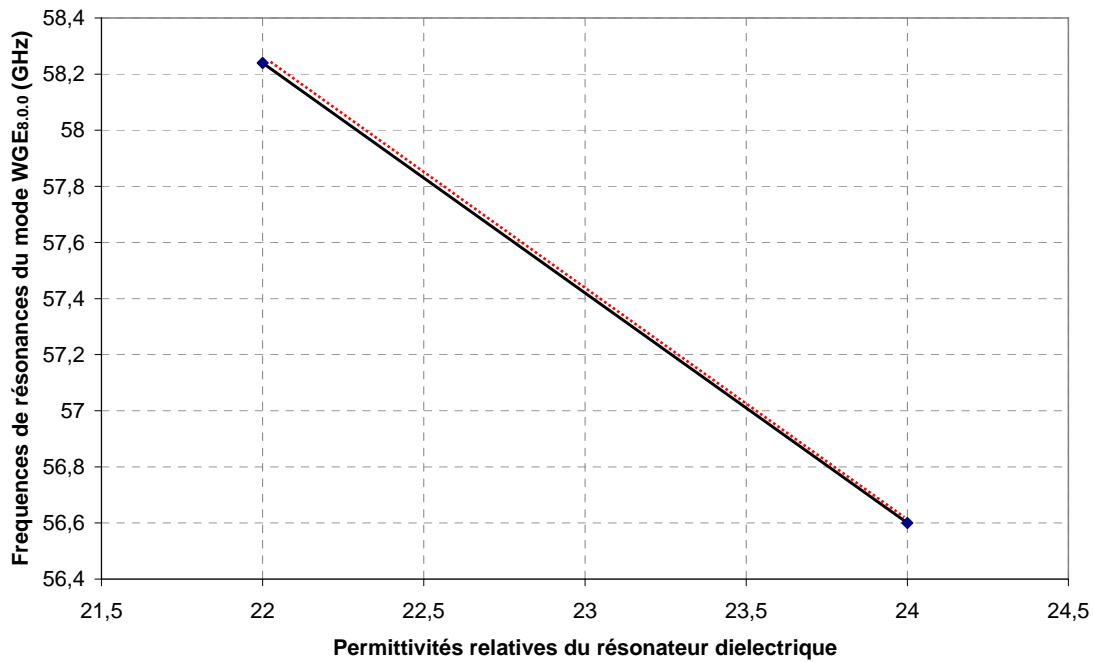


Figure 29. Sensibilité du transducteur à base de  $\text{SnO}_2$  au mode  $WGH_{8.0.0}$ .

D'après la figure 29, l'équation de la droite s'écrit comme suit :

$$F_{\text{WGE8.0.0}} = -1.12 \epsilon_r + 83.50 \quad (7)$$

Ce qui nous permet d'extraire la sensibilité du transducteur qui est de l'ordre de (-1.12GHz) et ce qui se traduirait ici par une sensibilité de notre capteur de 2.24MHz/ppm d'éthylène.

## **2.4 Conclusion**

Les résultats que nous avons présenté dans ce chapitre sont très encourageants : la simulation d'un capteur de gaz passif à base d'un résonateur diélectrique a donné de très bonnes performances. Ces résultats de simulation obtenus, en utilisant des travaux précédents, nous permettent d'envisager la réalisation d'un nouveau capteur de gaz performant.

L'optimisation de ce type de dispositif était faite en utilisant des simulations électromagnétiques globales sur HFSS<sup>TM</sup> incluant tout les éléments du système. L'association de deux éléments (lignes coplanaires+résonateur diélectrique) permet de réaliser un filtre à bande étroite que nous excitons par une onde électromagnétique aux hyperfréquences en modes de galerie.

Le point clef de notre application est basé sur les propriétés des modes de galerie des RD et sur les performances des lignes coplanaires micro-usinées. En effet, le résonateur diélectrique est excité sur un mode de galerie qui autorise son surdimensionnement aux ondes millimétriques et son association avec des lignes de transmission afin d'avoir un filtre directif passe bande. Ainsi, nous avons décrit les lignes coplanaires sur membrane avec des accès sur silicium que nous avons utilisé pour l'excitation du résonateur diélectrique. Pour cela, nous avons proposé une étude au moyen du logiciel ADS<sup>TM</sup> qui nous a permis d'avoir les meilleures caractéristiques électriques de ces lignes en transmission (elles présentent des niveaux de perte inférieurs à 0.6dB à 60GHz). Par la suite, nous avons conçu l'ensemble du dispositif en 3D sur HFSS<sup>TM</sup>. Ce logiciel présente l'avantage d'être rigoureux et permet à priori de prendre en compte l'ensemble des caractéristiques physiques et géométriques du dispositif.

Dans la deuxième partie, nous avons présenté les résultats de simulation obtenus. Plusieurs modes de galerie ont été observés sur une large bande de fréquence [25,40GHz]. Ainsi nous avons mené une étude, permettant d'évaluer la dispersion en fréquence en termes de dispersions géométriques telles que l'influence de l'épaisseur du RD et de celle de la cale.

Finalement, nous avons exploité les propriétés des oxydes métalliques, en tant que matériau constituant le résonateur diélectrique, qui présentent des variations de leurs permittivités à la présence de gaz. Nous avons montré grâce aux simulations que la mesure de la fréquence de résonance d'un mode de galerie dans un résonateur diélectrique en SnO<sub>2</sub> ou TiO<sub>2</sub> permettent, en principe, de détecter la présence de gaz avec une sensibilité remarquable.

La mise en œuvre d'un tel dispositif qui propose une détection de gaz originale permet d'envisager la réalisation de capteur de gaz à transduction électromagnétique de grande sensibilité. La fabrication d'un tel capteur sera présentée dans le chapitre suivant.

## **2.5 Références**

- [2.1] Bertrand Guillon. « Conception et réalisation de circuits millimétriques micro-usinés sur silicium : Application a la réalisation d'un oscillateur à résonateur diélectrique en bande Ka ». Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier de Toulouse, 1999.
- [2.2] Dominique Cros «les "WHISPERING GALLERY" modes des résonateurs diélectriques : application aux oscillateurs et combineurs de puissance millimétriques ». Thèse de doctorat de l'Université de Limoges, 1990.
- [2.3] Jerzy Krupka, et.al. "Use of Whispering-Gallery Modes for complex permittivity determinations of ultra-Low-Loss Dielectric Materials".IEEE MTT, Vol.47, No.6, pp.752-759, 1999.
- [2.4] X.H Jiao,P. Guillon, L.Bermudez and P.Auxemery "Whispering-Gallery Modes of Dielectric Structures:Applications to Millimeter-Wave Bandstop Filters"; IEEE MTT, Vol.35, No.12, pp.1169-1173, 1987.
- [2.5] X.H Jiao,P. Guillon, P.Auxemery and D.Cros " Dielectric Resonators Suitable for Use in Planar Integrated Circuits at Short Millimeter Wavelengths"; IEEE MTT, Vol.37, No.2, pp.432-437, 1989.
- [2.6] J Krupka , D. Cros, M. Aubourg and P. Guillon "Study of Whispering Gallery Modes in Anisotropic Single-Crystal Dielectric Resonators"; IEEE MTT, Vol.42, No.1, pp.56-61, 1994.
- [2.7] B. Guillon, E.Saint-Etienne, P.Pons, G.Blasquez, T.Parra, J.C.Lalaurie, D.Cros, J.Graffeuil and R. Plana " High Performances micro-machined millimetre-wave structures"; 28th European Microwave Conference Amsterdam 1998
- [2.8] D. Cros and P. Guillon " Whispering Gallery Dielectric Resonator Modes for W-Band Devices"; IEEE MTT, Vol.38, No.11, pp.1667-1674, 1990.
- [2.9] S. B. Cohn and F.S. Coale "Directional Channel-Separation Filters"; IRE Transactions on microwave theory and techniques.; pp. 1018-1024,.August.1956.
- [2.10] F.S. Coalle "A Traveling Wave Directional Filter"; IRE Transactions on microwave theory and techniques.;pp.256-260,.October.1956.
- [2.11] M. Muraguchi, K. Araki and Y. Naito "A new type of isolator for millimetre-wave integrated circuits using a nonreciprocal travelling-wave resonator"; IEEE MTT, Vol.30, No.11, pp.1867-1873, 1982.
- [2.12] S. Verdeyme and P. Guillon "Scattering Matrix of Dielectric Resonator coupled with two microstrip lines"; IEEE MTT, Vol.39, No3, pp.517-520, 1991.
- [2.13] X.H. Jiao, L.A. Bermudez and P. Guillon "Resonant frequencies of whispering-gallery dielectric resonator modes"; IEEE proceeding, Vol.134, No6, pp.497-501, 1987.
- [2.14] C.Vedrenne and J. Arnaud "Resonant frequencies of whispering-gallery dielectric resonator modes"; IEEE proceeding, Vol.129, No4, pp.183-187, 1982.
- [2.15] E. N. Ivanov, D. G .Blair and V.I.Kalinichev "Approximate approach to the design of shielded dielectric disk resonators with Whispering-Gallery Modes"; IEEE MTT, Vol.41, No4, pp.632-638, 1993.
- [2.16] R. Bonetti, and A.E.Atia "Analysis of microstrip circuits coupled to dielectric resonators"; IEEE MTT, Vol.29, No12, pp.1333-1337, 1981.

- [2.17] M.E. Tobar and A. G. Mann "Resonant frequencies of higher order modes in cylindrical anisotropic dielectric resonators"; IEEE MTT, Vol.39, No12, pp.2077-2082, 1991.
- [2.18] M. M. Jatlaoui. « Capteurs passifs à transduction électromagnétique pour la mesure sans fil de la pression ». Thèse de doctorat de l'INPT de Toulouse, 2009.
- [2.19] G Prigent « Méthode de conception de filtres planaires à bande étroite dans les domaines centimétrique et millimétrique. ». Thèse de doctorat de l'Université de Bretagne Occidentale 2002
- [2.20] M Saàdaoui « Optimisation des circuits passifs micro-ondes suspendus sur membrane diélectrique ». Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier de TOULOUSE, 2005.
- [2.21] F. Bouchriha « Développement de filières technologiques dédiées à l'intégration de microsystèmes millimétriques sur silicium ». Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier de TOULOUSE, 2005.
- [2.22] C.Y. Chi, G.M. Rebeiz. "Planar microwave and millimeter-wave lumped elements and coupled-line filters using micro-machining techniques". IEEE MTT, Vol.43, No.4, pp. 730–8, April 1995.
- [2.23] S.V. Robertson, L.P.B. Katehi, G.M. Rebeiz. "Micromachined W-Band Filter". IEEE MTT, Vol.44, No.4, pp. 598-606, April 1996.
- [2.24] ADSTM: Advanced Design System
- [2.25] B .Bianco, M.Parodi, "Determination of the propagation constant of uniform microstrip lines", Alta Frequenza, vol. XLV, No.2, pp. 135-142, Feb. 1976.
- [2.26] D. Neculoiu, R. Plana, P. Pons, A. Muller, D. Vasilache, I. Petrini, C. Buiculescu, P. Blondy "Microwave characterization of membrane supported coplanar waveguide transmission lines electromagnetic simulation and experimental results"; IEEE MTT, Vol.39, No12, pp.2077-2082, 1991.
- [2.27] HFSSTM: The Ansoft High Frequency Structure Simulator, 3D Full-wave Electromagnetic Field Simulation.
- [2.28] R. Hoffmann, «Hand book of microwave integrated circuits», Norwood, MA: Artech House, pp.527, 1987.
- [2.29] F.CHEBILA, M. M.JATLAOUI, P.PONS, H.AUBERT "Pressure measurement from the RADAR interrogation of passive sensors"; Rapport LAAS N°10431, Juillet 2010, 4p.
- [2.30] H.HALLIL, F.CHEBILA, P.MENINI, H.AUBERT "Feasibility of passive Gas sensor based on whispering gallery modes and its RADAR interrogation: theoretical and experimental investigations"; Sensors & Transducers, Vol.116, N°5, pp.38-48, Mai 2010.
- [2.31] G. Boudouris, « Phénomènes de relaxation diélectrique présentés par les gaz dans le domaine des microondes », J. Rivista del Nuovo Cimento, vol. 01, no. 1 pp. 1-56. 1969
- [2.32] Thierry LACREVAZ Caractérisation hyperfréquence de matériaux isolants de haute permittivité en vue de l'intégration de fonctions passives dans les circuits intégrés avancés 2005 DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE SAVOIE
- [2.33] V.A. Skryshevsky, V.A. Vikulov, O.V. Tretiak, V.M. Zinchuk, F. Koch ,Th. Dittrich , «Electrical characterization of gas sensing devices based on porous TiO2» , Phys .stat. sol. , (a) 197, no.2,pp. 534-538,2003.

- [2.34] M. D. Balachandran, S. Shrestha, M. Agarwal, Y. Lvov, K. Varahramyan, «SnO<sub>2</sub> capacitive sensor integrated with microstrip patch antenna for passive wireless detection of ethylene gas», J. Electronics Let., vol.44, no. 7 pp. 464-466.2008.
- [2.35] K-TEK, «Dielectric Constants Chart», Technical Documents, Houston, USA.



## *CHAPITRE 3.*

### **Fabrication du dispositif**





### 3.1 Introduction

Ce chapitre est consacré aux étapes de la fabrication des lignes de transmission et à l'élaboration d'un résonateur diélectrique à base de  $\text{TiO}_2$  par plusieurs méthodes. Par ailleurs, des résonateurs diélectriques à base de céramique (BaSmTiOxide) ont été élaborés par TEMEX-CERAMICS [1], sur lesquels une couche sensible en  $\text{TiO}_2$  a été déposée par le CIRIMAT [2]. Dans un premier temps, nous présenterons les étapes technologiques nécessaires à la fabrication des lignes coplanaires micro-usinées. Ensuite, nous procéderons à une description des propriétés électriques et les techniques d'élaboration de  $\text{TiO}_2$  qui serviront à la fabrication des résonateurs diélectriques. Enfin, nous présenterons la dernière étape pour la réalisation du dispositif complet qui est l'assemblage du RD avec la cale sur les lignes coplanaires. La figure ci-dessous présente une vue globale de notre capteur à réaliser.

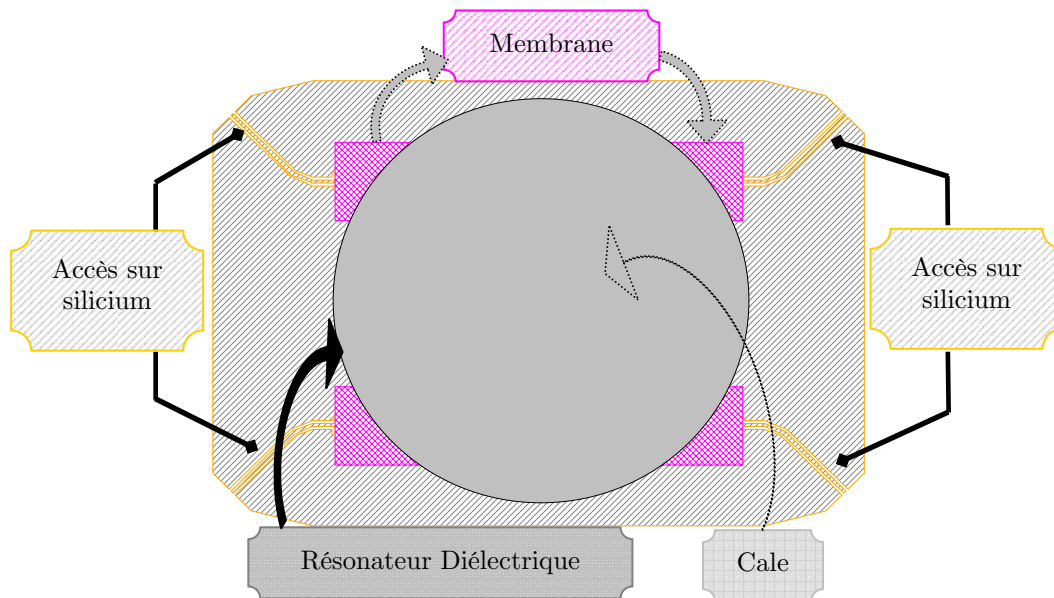


Figure 1. Composant à fabriquer

### 3.2 Réalisation des lignes coplanaires sur membrane

Nous avons adopté un procédé technologique classique pour la fabrication des lignes coplanaires [3-5]. Toutes les étapes technologiques nécessaires à la réalisation des lignes coplanaires (CPW) micro-usinées, sont réalisées au sein de la plate forme technologique du LAAS-CNRS. Ces étapes seront décrites par la suite.

### 3.2.1 Masques

Nous avons tout d'abord fabriqué des masques (en chrome sur verre) pour les différentes étapes de photolithographie. Les formes géométriques en chrome définissent les dimensions des dispositifs à réaliser. La fabrication nécessite un jeu de deux masques seulement. Ces derniers ont été dessinés par l'intermédiaire du logiciel Cléwin. Le 1<sup>er</sup> masque utilisé dans la 1<sup>ère</sup> photolithographie consiste en une répétition des motifs des lignes coplanaires. Le 2<sup>ème</sup> masque de photolithographie est destiné à la gravure du silicium en face arrière pour libérer les membranes sous les lignes coplanaires.

La figure 2 montre la géométrie du masque final à réaliser, qui est une superposition des lignes coplanaires sur silicium et la partie sur membrane.

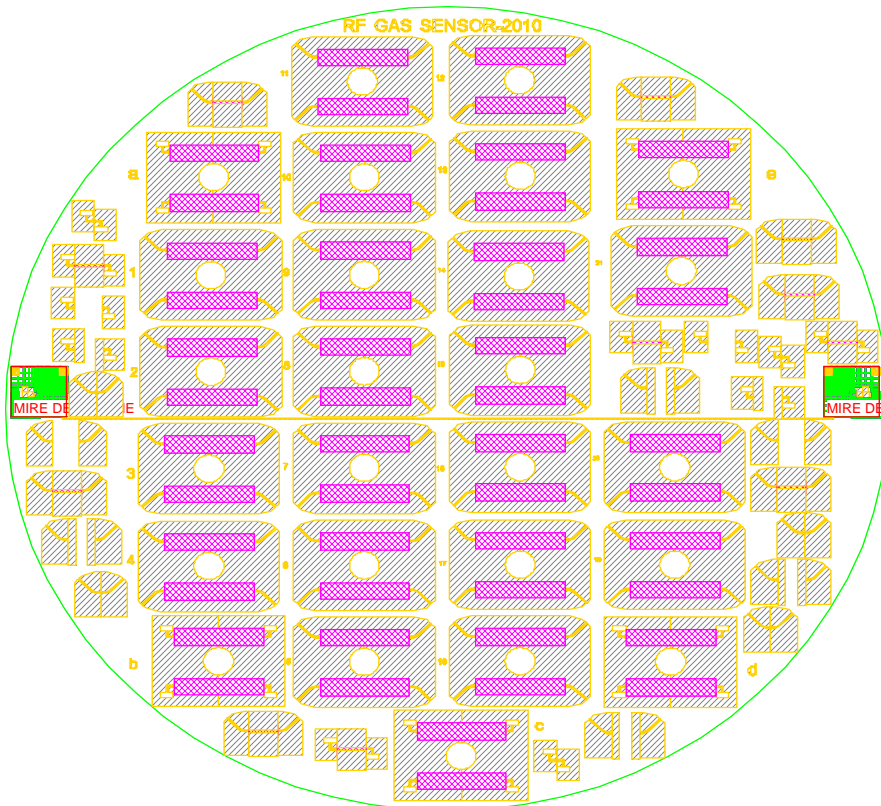
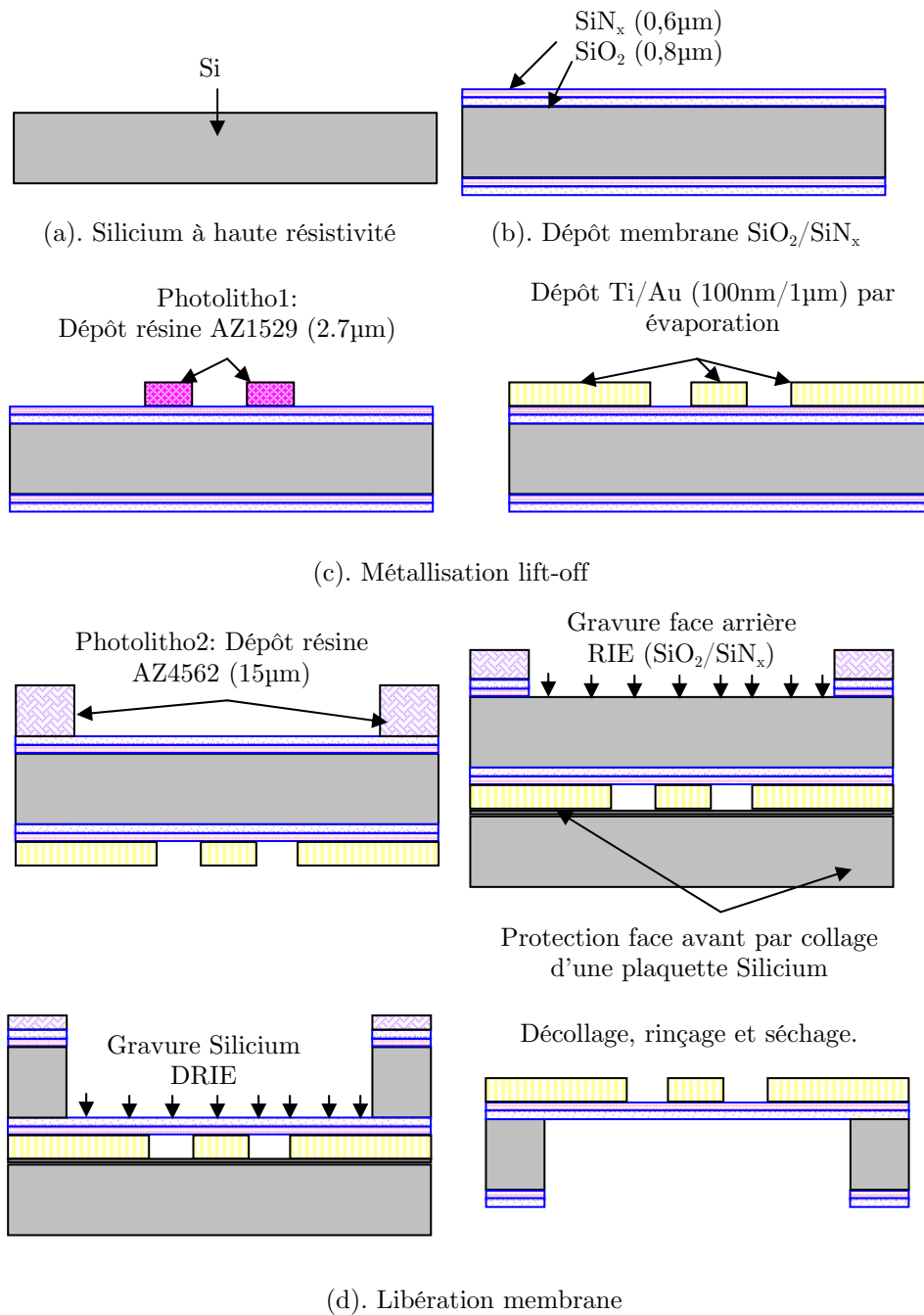


Figure 2. Superposition de masque pour les CPW et de masque pour la gravure de membrane.

### 3.2.2 Description du procédé technologique

La figure 3 présente les différentes étapes technologiques pour la fabrication des lignes coplanaires micro-usinées. Les étapes (a), (b), (c) et (d) seront ensuite détaillées dans ce chapitre.



**Figure 3.** Successions des étapes technologiques pour la fabrication des lignes coplanaires micro-usinées.

### 3.2.2.1 Substrat

Une plaque de silicium de  $400\mu\text{m}$  ( $\pm 25$ ) d'épaisseur, poli double face de type N avec un dopage initial à  $10^{12}$  at/cm<sup>3</sup> pour avoir une forte résistivité. Son orientation cristalline est 100. Ce matériau possède une permittivité diélectrique de 11,6 et sa résistivité supérieure à  $3000\Omega\cdot\text{cm}$ . Les plaquettes de silicium sont ensuite nettoyées en effectuant un cycle de nettoyage RCA [3-6]. Ce nettoyage utilisé généralement lors de la fabrication des structures MOS, permet d'éliminer les charges organiques et métalliques présentes à la surface du

silicium. L'effet d'une éventuelle présence des charges génère une dégradation de la résistivité du silicium, et donc l'augmentation des pertes diélectriques dans les CPW. Les différentes conditions de préparation de substrat sont précisées en annexe (A. Tableau1).

D'après les observations présentées dans le tableau en annexe, les plaquettes en Silicium remplissent toutes les conditions nécessaires pour passer à l'étape suivante. Ainsi, la résistivité des substrats en Silicium dépasse largement les  $3\text{K}\Omega\cdot\text{cm}$ , ce qui nous évite l'augmentation des pertes diélectriques.

### **3.2.2.2 Réalisation de la membrane diélectrique**

La fonction essentielle de la membrane est de supporter mécaniquement les lignes de transmission tout en restant la plus transparente possible pour la fonction hyperfréquence, afin d'obtenir une propagation la plus proche possible de celle dans l'air qui représente le diélectrique idéal. Dans cette optique, la fabrication de ces membranes passe par un choix rigoureux des matériaux qui la constituent. Les spécifications mécaniques, électriques et chimiques de ces membranes vont dépendre des filières technologiques utilisées et de la surface nécessaire pour l'application visée qui varie de quelques millimètres de côté pour des circuits simples (lignes, filtres) à 1cm de côté ou plus pour des circuits plus complexes (antennes,...). L'ensemble de ces considérations montre que les couches diélectriques minérales de quelques microns d'épaisseur sont de bonnes candidates pour le type de membranes destinées aux lignes coplanaires [3-5]. Par ailleurs, le niveau de contrainte mécanique doit être suffisamment faible dans les couches pour éviter la fissuration qui apparaît dans les couches épaisses. Afin d'obtenir des membranes plates (non flambées), il est nécessaire de réaliser des membranes composites multicouches. Chaque couche présente alors des contraintes suffisamment faibles pour permettre l'obtention de l'épaisseur désirée sans fissuration. La filière développée au LAAS depuis plusieurs années utilise ce procédé à partir d'une bicouche d'oxyde et de nitrure de silicium [6-13].

Le procédé technologique de ces membranes est basé sur l'association d'un film d'oxyde thermique et de nitrure de silicium déposé par LPCVD (low pressure chemical vapor deposition) qui signifie : Dépôt chimique en phase vapeur à basse pression (voir tableau 2 en annexe). L'oxyde de silicium thermique ( $\text{SiO}_2$ ) est un matériau de bonne qualité et stable thermiquement. Sa technologie est largement contrôlée et maîtrisée pour la fabrication des composants CMOS. Pour cette raison, l'oxyde thermique est parmi les matériaux utilisés pour la fabrication de membranes diélectriques minces. Cependant, les contraintes mécaniques résiduelles de l'oxyde déposé à haute température sont compressives et élevées, et ne permettent pas la fabrication de membranes planes (non flambées). L'association du

nitruure de silicium ( $\text{SiN}_x$ ) déposé par LPCVD à l'oxyde thermique permet ainsi de diminuer l'amplitude de la contrainte moyenne ( $<100\text{MPa}$ ) dans la membrane et permet d'obtenir une membrane robuste et non déformée. L'empilement d'une couche  $\text{SiO}_2$  et une couche  $\text{SiN}_x$  est largement utilisée dans les technologies les plus avancées en microélectronique et notamment la technologie CMOS [13-25].

#### a) Croissance thermique de l'oxyde de silicium ( $\text{SiO}_2$ )

L'oxyde de silicium thermique est obtenu à haute température par réaction des molécules d'oxygène ou de vapeur d'eau sous forme gazeuse à la surface du silicium. La croissance de l'oxyde à l'interface silicium est régie par les lois de la diffusion, ainsi 46% de silicium en volume est converti en 100% d'oxyde durant le cycle de formation. Afin d'obtenir des oxydes de silicium assez épais, nous avons utilisé l'oxydation humide. Cette croissance est intercalée entre deux cycles d'oxydation sèche sous oxygène afin de densifier l'oxyde humide réputé pour sa qualité poreuse. Ainsi, l'épaisseur déposée est de  $0.8\mu\text{m}$ .

#### b) Dépôt de nitruure de silicium ( $\text{SiN}_x$ )

Le nitruure de silicium est obtenu par l'absorption en surface des atomes de silicium et d'azote à partir de la réaction de synthèse globale:



L'épaisseur de nitruure de silicium déposée est égale à  $0.6\mu\text{m}$ . Ainsi, le tableau 2 présenté en annexe montre les résultats de mesure obtenus sur les épaisseurs de  $\text{SiO}_2$  et  $\text{SiN}_x$  qui sont respectivement de 791 nm et 590nm. Ces résultats s'approchent des épaisseurs souhaitées ( $0,8\mu\text{m}/0,6\mu\text{m}$  pour  $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$ ), ce qui nous permet de valider cette étape et de passer à la suite du procédé.

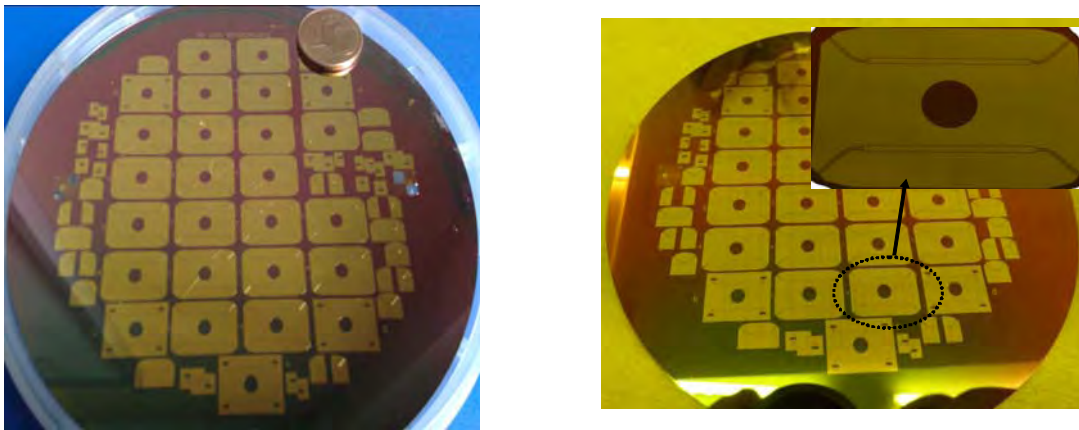
### 3.2.3 Réalisation des conducteurs métalliques (procédé lift-off)

Cette partie présente la technologie de fabrication des conducteurs métalliques nécessaire à l'élaboration des circuits hyperfréquences (lignes CPW, filtres, Antennes ...). Cette technologie ayant été détaillée dans les thèses précédentes [26-27], nous ne présenterons que les points importants pour notre problématique. Le matériau conducteur principal demeure l'or en vue de sa faible résistivité électrique ( $2,5 \mu.\Omega.\text{cm}$ ) qui tend à minimiser l'effet de l'épaisseur de peau à hautes fréquences, ainsi qu'à son excellente tenue aux bains chimiques les plus agressifs. La technique utilisée dans notre cas pour la métallisation en or est le dépôt par évaporation sous vide. Le dépôt d'or se fait au travers un masque de résine (NLOF ou AZ5214 de  $2,7\mu\text{m}$ ) selon la technique du 'Lift-off'. Cette technique permet d'utiliser la résine

comme couche sacrificielle avant le dépôt métallique lors de sa dissolution, il ne reste que les pistes de métal souhaitées. Une couche d'accrochage en titane (100nm) est communément déposée par évaporation entre le film en or et la couche diélectrique ( $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$ ) pour améliorer l'adhérence de l'or sur les surfaces diélectriques.

Après avoir finalisé l'ensemble des étapes du procédé lift-off (présenté sur le tableau.3 en annexe), Les mesures sur le profilo-mètre montrent que le dépôt du Ti/Au est bien réparti sur l'ensemble des plaquettes. Ainsi, l'épaisseur du métal déposé varie de  $1,059\mu\text{m}$  à  $1,072\mu\text{m}$ , ce qui est très proche de l'épaisseur de l'Or souhaitée pour les conducteurs des lignes de transmission ( $1\mu\text{m}$ ). Cette étape technologique est aussi validée avec succès.

La figure.4 ci-dessous montre une photo d'une plaquette en silicium sur laquelle nous avons effectué l'ensemble des étapes technologiques précédentes.



**Figure 4.** Photo des lignes coplanaires avant libération de membrane.

L'étape suivante (la dernière pour les lignes coplanaires) est la libération des membranes.

### 3.2.3.1 Ouverture de la membrane face arrière

#### a) Gravure des couches de $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$

Cette étape consiste à graver la bicouche diélectrique ( $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$ ) de  $1,4\mu\text{m}$  sur la face arrière du substrat. La membrane est ainsi gravée par voie ionique réactive (RIE) sur une machine «ICP3 » [28-29]. Cette machine est de type ICP (Plasma à couplage inductif) utilise du  $\text{CF}_4$ . Ces paramètres du procédé de gravure sont donnés dans le tableau suivant :

**Tableau 1.** Paramètres du procédé RIE

| Gaz           | Puissance RF Plasma (W) | Puissance RF Bias (W) | Pression (mTorr) | Durée (min) |
|---------------|-------------------------|-----------------------|------------------|-------------|
| $\text{CF}_4$ | 500                     | 40                    | 5                | 16          |

### b) Gravure profonde du Silicium

La gravure profonde du silicium DRIE (Deep Reactive Ions Etching) s'est développée pour remplacer les techniques de gravure humide corrosive et contaminatrice, et pour répondre aux demandes de miniaturisation des circuits [30].

La gravure profonde du silicium (400µm) a été réalisée sur une machine «AMS4200 ». Il s'agit d'un cluster (2 chambres de gravure), le type de couplage plasma est aussi inductif. Le procédé utilisé par cette machine récente (2008) est assez original, il s'agit d'un procédé « tripulse » [28] qui alterne 3 étapes successives et répétées (voir tableau 2).

- gravure de silicium par SF6
- passivation par dépôt C4F8 (dépôt d'une couche Téflon)
- enlèvement de la couche téflon au bas de la tranchée en utilisant O<sub>2</sub>

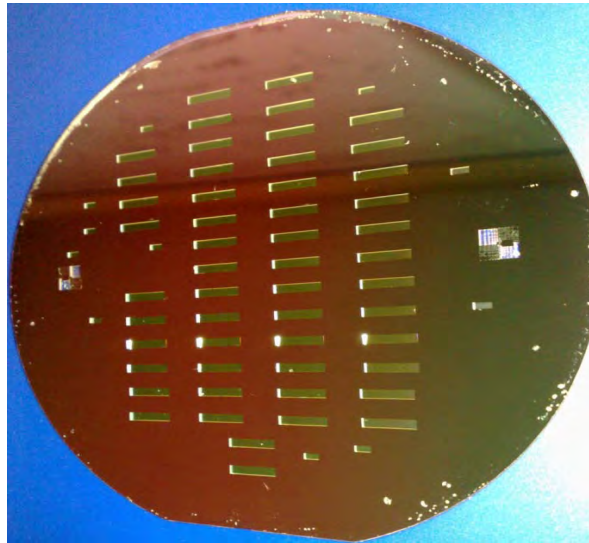
Ce procédé se distingue par rapport au procédé classique (procédé Bosch [30]) en alternant deux étapes successives et répétées, mais aussi par les valeurs des vitesses de gravure (15,38 µm/min au lieu de 2,5µm/min pour le procédé Bosch). Notons que ce procédé est arrêté volontairement après la libération de la première membrane pour ensuite déclencher un autre procédé appelé « arrêt membrane », il s'agit d'un procédé « doux » permettant de libérer toutes les membranes et limiter voire annuler le nombre de membranes endommagées.

**Tableau 2.** Paramètres du procédé DRIE

| <b>Procédé 1 (gravure profonde de silicium)</b> |                         |                      |                    |
|---|-------------------------|----------------------|--------------------|
| Gaz   | Puissance RF Plasma (W) | Puissance LF Bias(W) | Pression (mBarr)   |
| SF6   | 2800                    | 85                   | 8E <sup>-2</sup>   |
| C4F8  | 2800                    | 85                   | 1,2E <sup>-1</sup> |
| O2  | 2800                    | 85                   | 7E <sup>-2</sup>   |
| <b>Procédé 2 (arrêt membrane)</b>               |                         |                      |                    |
| Gaz   | Puissance RF Plasma (W) | Puissance LF Bias(W) | Pression (mBarr)   |
| SF6   | 1800                    | 60                   | 2E <sup>-2</sup>   |
| C4F8  | 1800                    | 60                   | 4,5E <sup>-2</sup> |

Cette technique de gravure autorise aussi l'utilisation de résines photosensibles (AZ4562) comme couche de masquage et qui est aisément solvable. Les ouvertures du masque de photolithographie correspondent directement à la forme et aux dimensions de la membrane. L'inconvénient majeur du procédé réside dans la nécessité de coller la plaquette à graver sur toute la surface d'une autre plaquette de silicium. Cette étape garantit un meilleur transfert thermique ce qui se traduit par l'obtention de vitesse de gravure uniforme. La séparation de

la plaquette gravée et de la plaquette support à la fin du cycle de gravure, a cependant pour effet la fragilisation des membranes.



*Figure 5. Photo des lignes coplanaires micro-usinées : vue de dessus.*

La figure 5 montre la face arrière de la plaquette de silicium sur laquelle nous avons usiné les lignes coplanaires sur membrane. La partie alignement s'est bien déroulée, on remarque bien que le conducteur central de la ligne coplanaire est bien centré au milieu et que les flancs du silicium gravés commencent bien à partir de la limite membrane/accès sur Silicium souhaitée lors de la conception des masques.

### **3.3 Elaboration de Résonateur Diélectrique**

Le domaine des télécommunications s'étant beaucoup développé les dix dernières années, avec la miniaturisation des composants en microélectronique, les guides d'ondes classiques ont été remplacés par des bandes métalliques étroites, et les résonateurs volumineux par des pastilles diélectriques de faibles dimensions. Les techniques des dispositifs hyperfréquence ont imposé les circuits monolithiques intégrés et la miniaturisation des composants couplés [31]. Le terme résonateur est la configuration la plus utilisée pour les filtres et oscillateurs. En hyperfréquences (entre quelques dizaines de mégahertz et quelques dizaines de gigahertz), le résonateur est élaboré à partir de formes cylindriques de matériaux diélectriques et appelé résonateur diélectrique (RD). Ce dernier représente le plus souvent une céramique qui résonne à la fréquence du signal porteur lui permettant d'être efficacement séparé des autres signaux dans la région micro-onde. Cette fréquence s'appelle fréquence de résonance ( $f_0$ ), elle dépend du matériau diélectrique et des dimensions des résonateurs.



### 3.3.1 Choix du résonateur diélectrique à base de $TiO_2$

Les résonateurs diélectriques élaborés à partir des céramiques ont beaucoup d'avantages par rapport aux résonateurs traditionnels: réduction des dimensions grâce à une constante diélectrique plus élevée ( $>10$ ), meilleure intégration dans des systèmes due à un simple couplage des procédés, meilleures performances du circuit en considérant les variations de température et les pertes, et diminution des coûts des systèmes. Les RD sont constitués le plus souvent d'un matériau solide de forme cylindrique pouvant sustenter une onde électromagnétique dans son volume par réflexion à l'interface diélectrique-air [32].

#### 3.3.1.1 Cahier des charges

Pour notre application en hyperfréquence (bande Ka), le choix du matériau constituant le résonateur diélectrique nécessite plusieurs conditions. Parmi elles, on peut noter trois principales exigences comme le montre le tableau ci-dessous.

**Tableau 3.** Relation entre les caractéristiques du dispositif (filtre) et les propriétés des matériaux diélectriques utilisés dans les résonateurs

| Résonateur diélectrique   | Filtre   |
|---|--|
| Permittivité diélectrique élevée ( $\epsilon_r > 10$ )  | Faible encombrement  |
| Coefficient de stabilité thermique de la fréquence de résonance $\tau_{cf}$                         | Stabilité de la fréquence en température :<br>$\tau_f = 1/f * \partial f / \partial T = 10^{-6}/K$ |
| Faibles pertes diélectriques (fort coefficient de qualité) : $\tan \delta < 10^{-3}$ ( $Q > 10^3$ ) | Faibles pertes d'insertion et sélectivité de fréquence (coefficient de qualité très élevé)         |

Tout d'abord, les pertes diélectriques ( $\tan \delta$ ) du matériau doivent être les plus faibles possibles, ou encore son facteur de qualité  $Q$  ( $Q = 1/\tan \delta$ ) souvent utilisé dans le cadre des résonateurs diélectriques, puisqu'il représente une figure du mérite. En second lieu, la constante diélectrique ( $\epsilon_r$ ) doit être élevée, pour aider à la miniaturisation du résonateur diélectrique conformément à cette relation :

$$D \approx \lambda = \frac{\lambda_0}{\sqrt{\epsilon_r}} = \frac{c}{\sqrt{\epsilon_r} \cdot f} \quad (2)$$

Avec :  $D$  (m), diamètre du RD

$\lambda_0$  (m), longueur d'onde dans le vide

$c$  (m/s), vitesse de la lumière

$f$  (Hz), fréquence de travail ou de résonance

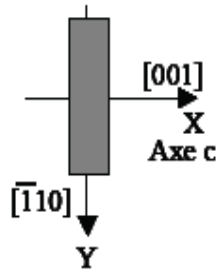
$\epsilon_r$ , permittivité relative du diélectrique par rapport au vide.

Enfin, le coefficient de température à la fréquence de résonance ( $\tau_{cf}$ ) doit être proche de zéro (quelques ppm / K). La satisfaction de ces trois exigences en un matériau est un problème redoutable [31-32].

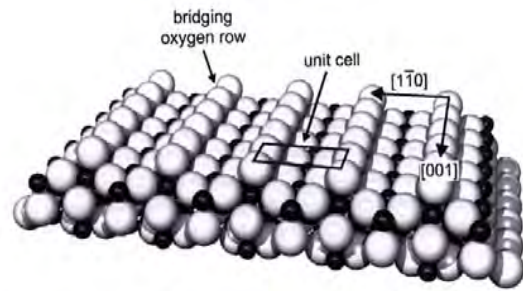
Par ailleurs, nous rajoutons à ces exigences, la nécessité d'avoir un matériau sensible aux gaz, puisque le but final sera l'élaboration d'un capteur de gaz dans les ondes millimétriques. Le principe de fonctionnement de la plupart des capteurs à gaz repose sur une interaction physique et/ou chimique entre un matériau sensible et le gaz cible, exceptée pour les capteurs passifs micro-ondes. Le capteur que nous souhaitons réaliser est basé sur la relaxation diélectrique. Ce phénomène se traduit par l'adsorption des molécules gazeuses à certaines longueurs d'ondes qui correspondent à des variations de la permittivité diélectrique du matériau utilisé. La mesure de cette dernière se traduit par un décalage en fréquence du composant micro-onde (filtre directif) et qui permet ainsi de remonter à la nature et à la quantité du gaz présente. En conséquent, le matériau sera choisi pour sa sensibilité à la détection de gaz et ses bonnes propriétés diélectriques permettant d'avoir un composant passif et micro-onde stable en fréquence. Parmi l'ensemble des matériaux étudiés (cf. Tableau 1 du 1<sup>er</sup> chapitre), le dioxyde de titane ( $\text{TiO}_2$ ) est choisi comme matériau modèle pour réaliser nos résonateurs diélectriques. Le  $\text{TiO}_2$  est très connu pour sa sensibilité à la détection de plusieurs gaz, tels que le  $\text{CO}$ ,  $\text{O}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ ...ainsi que pour ses bonnes propriétés diélectriques puisque le rutil ( $\text{TiO}_2$ ) est considéré comme l'un des matériaux les plus utilisés pour la fabrication des pastilles diélectriques.

### 3.3.1.2 Propriétés diélectriques du $\text{TiO}_2$

Le dioxyde de titane se cristallise sous trois formes: rutil, anatase et Brookite (amorphe). Brookite et anatase se convertissent de manière irréversible en rutil dans une plage de température 700-920°C. Le rutil possède une permittivité diélectrique bien plus élevée que d'autres céramiques (comprise entre 80 et 170 à 25 °C et entre 111 et 257 à 79K), plusieurs études montrent aussi son caractère anisotrope très marqué [33]. En effet, lorsqu'on observe les miroirs obtenus sur le rutil, on remarque que suivant la direction d'injection, l'image de la sortie du canon à électrons apparaît soit ronde (cas de l'injection suivant la direction [100]), soit ellipsoïdale (cas de l'injection suivant la direction [110]) (cf. Figure 6 et 7) [33]. Suivant la direction d'injection, la permittivité de  $\text{TiO}_2$  change. La direction [001] correspond à la permittivité parallèle ( $\epsilon_{//}$ ) qui est plus élevée que celle ( $\epsilon_{\perp}$ ) obtenue sur la direction [110].

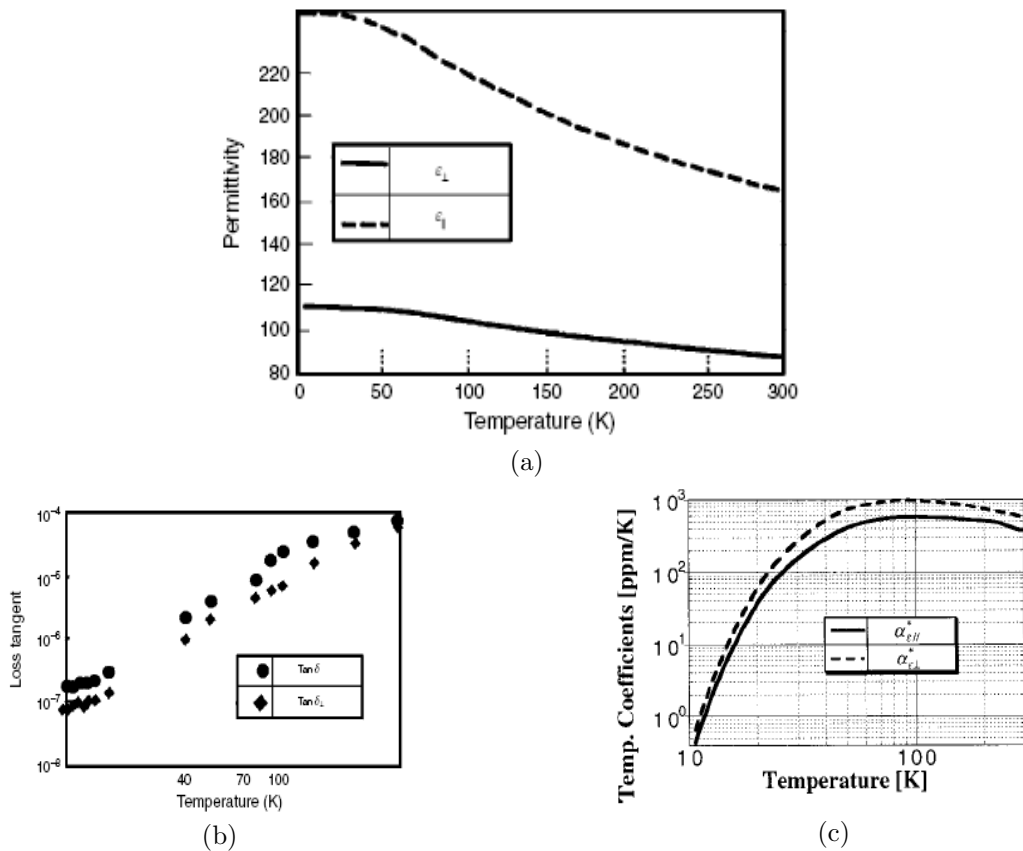


**Figure 6.** Schématisation de la configuration d'injection, la direction d'injection  $[\bar{1}10]$  (axe y) est perpendiculaire au plan de la feuille et la direction  $[001]$  (axe c) est parallèle au plan de la feuille [33]



**Figure 7.** Schématisation des surfaces :  $[\bar{1}10]$  et  $[001]$  les atomes gris correspondent à l'oxygène et les atomes noirs représentent les ions titane [33]

Ainsi, plusieurs études se sont intéressées aux propriétés diélectriques du  $\text{TiO}_2$  rutile à des températures cryogéniques (4K) et à des fréquences millimétriques. Parmi elles, nous pouvons citer Klein et al. [34] et Tobar et al. [35]. Elles ont démontré l'influence de l'anisotropie du  $\text{TiO}_2$  sur toutes ses propriétés diélectriques sur une large gamme de fréquence [7-20GHz].



**Figure 8.** (a) Les constantes diélectriques (anisotropie) en fonction de la température [35], (b) Les pertes diélectriques (anisotropie) en fonction de la température [35] et (c).Le coefficient de température en fonction de la température (anisotropie) [35].

Les figures ci-dessus (8.a, 8.b et 8.c) montrent bien la différence entre la mesure des propriétés diélectriques dans le plan parallèle ou perpendiculaire du TiO<sub>2</sub> rutile. On constate que  $\epsilon_{\perp}$  (110 à 80) et  $\epsilon_{//}$  (240 à 180) varient en fonction de la température (0 à 300K), ainsi que leurs pertes et leurs coefficients de température.

Néanmoins, ces deux paramètres évoluent de la même manière avec des caractéristiques semblables même si leurs valeurs diffèrent en absolu. Dans notre étude, comme dans la majorité des cas, nous ne tiendrons compte que de  $\epsilon_{\perp}$ .

### 3.3.1.3 Paramètres d'influence

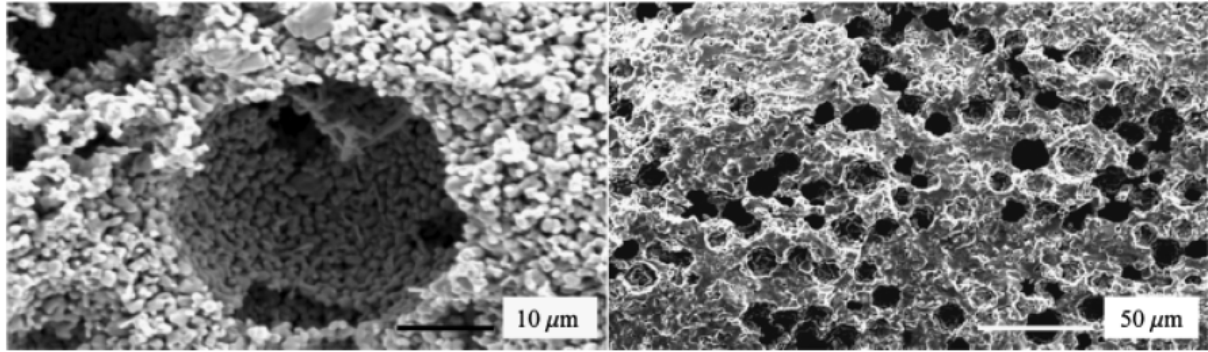
#### a) Qualité du matériau

Le rutile est tétragonal et, dans certains états d'oxydation, est un oxyde semi-conducteur. Son frittage se produit sous une atmosphère d'air ou sous pression partielle en oxygène faible où une légère réduction du TiO<sub>2</sub> se produit (Ti<sup>+4</sup> à Ti<sup>+3</sup>). Une température de frittage à 1500°C est nécessaire pour avoir des échantillons de rutile bien dense, bien que les températures de frittage inférieures soient possibles pour des poudres plus fines [36]. En 1968, Cohen [37] a réussi à déterminer les propriétés diélectriques d'un résonateur micro-ondes à base de TiO<sub>2</sub> rutile. Il a indiqué qu'il avait une constante diélectrique  $\epsilon_r = 100$ ,  $\tan \delta = 0.0001$ ,  $Q = 10\,000$  à 3,45 GHz et  $\tau_f = 400$  ppm/°C. Egerton et Thomson [38] ont également obtenu de très bons résultats en utilisant du TiO<sub>2</sub> rutile ( $\epsilon_r = 80$  à 100) ayant de faibles pertes ( $Q > 10\,000$ ) à des fréquences millimétriques. Ils ont indiqué que le pressage des échantillons avec un traitement thermique (1200 °C) dans une atmosphère riche en oxygène était nécessaire pour restaurer la stœchiométrie de l'oxygène et pour obtenir un facteur de qualité élevé ainsi de garder ses propriétés électriques. La zircone de haute pureté a été utilisée pour isoler le TiO<sub>2</sub> d'un contact direct avec du graphite. L'ajout de cations trivalents comme Fe, Cr, Co ou Al au rutile donne de meilleurs résultats. Ces additifs facilitent la nature critique du cycle de ré-oxydation.

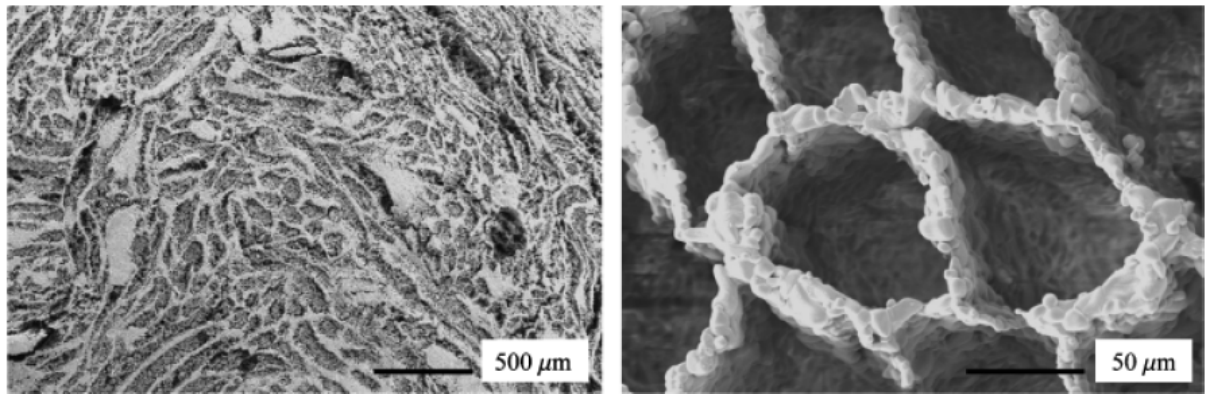
#### b) Influence de la porosité (densité)

Une étude de porosité plus détaillée a été faite par Wing et al [39]. Ils ont rapporté que des permittivités relatives de dioxyde de titane poreux allant de 12 à 100 ont été obtenues à partir des porosités allant de 78% à 5% respectivement. La méthode utilisée pour obtenir la microporosité était le frittage partiel. Ce TiO<sub>2</sub> rutile était pressé à 150MPa. L'échantillon récupéré était ensuite fritté sous air entre 1150°C et 1400°C. D'autres méthodes ont été utilisées pour maîtriser au mieux les dimensions des pores tels que le pyrogène fugitif (fugitive

porogen). Cette méthode utilise des microsphères de carbone vitreux (glassy carbon) qui permet d'introduire des pores homogènes :  $15\pm 5\mu\text{m}$  (voir figures 9 et 10).



**Figure 9.** Pores sphériques obtenus grâce à l'introduction de carbone vitreux après frittage.



**Figure 10.** (À gauche) La structure micro cellulaire montre les murs du  $\text{TiO}_2$  dense (À droite) Les murs de  $\text{TiO}_2$  dense entourant un noyau creux (micro pore). La porosité est de 78% [39].

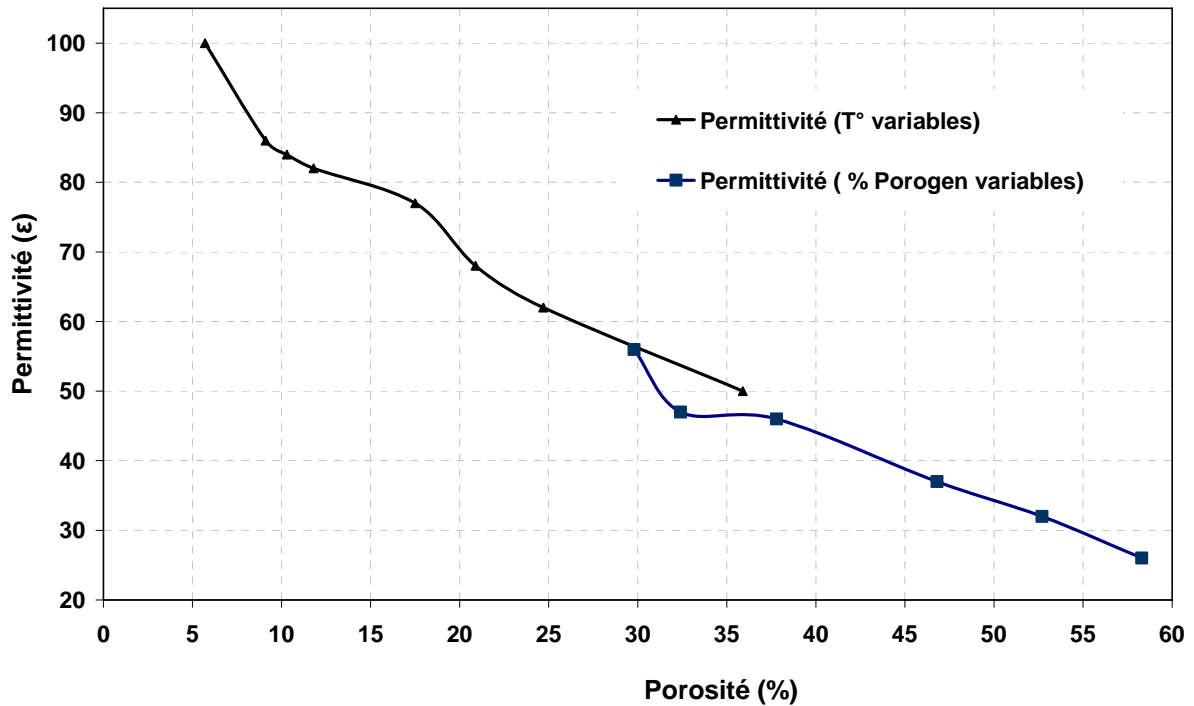
Le tableau suivant montre les résultats obtenus avec les différentes méthodes utilisées (température et porogen) [39].

**Tableau 4.** La porosité de  $\text{TiO}_2$  en fonction de la température et du porogen rajouté [39]

| Température (°C) | % Porosité    | Permittivité ( $\epsilon$ ) | % Porogen | % Porosité    | Permittivité ( $\epsilon$ ) |
|------------------|---------------|-----------------------------|-----------|---------------|-----------------------------|
| 1400             | $5.3\pm 0.7$  | $100\pm 2.8$                | 5         | $29.8\pm 0.7$ | $56\pm 2.1$                 |
| 1350             | $9.1\pm 1.6$  | $86\pm 4$                   | 10        | $32.4\pm 1.3$ | $47\pm 2.8$                 |
| 1325             | $10.3\pm 0.4$ | $84\pm 2.5$                 | 20        | $37.8\pm 2.1$ | $46\pm 2.9$                 |
| 1300             | $11.8\pm 0.5$ | $82\pm 3.2$                 | 30        | $46.8\pm 2$   | $37\pm 0.6$                 |
| 1250             | $17.5\pm 1$   | $77\pm 0.1$                 | 40        | $52.7\pm 2.5$ | $32\pm 0.5$                 |
| 1225             | $20.9\pm 1.5$ | $68\pm 1.9$                 | 50        | $58.3\pm 1.6$ | $26\pm 0.9$                 |
| 1200             | $24.7\pm 1.6$ | $62\pm 0.8$                 |           |               |                             |
| 1150             | $35.9\pm 0.6$ | $50\pm 1.2$                 |           |               |                             |

A partir de ce tableau, nous avons tracé la courbe de variation de la permittivité de  $\text{TiO}_2$  en fonction de la porosité pour les deux méthodes utilisées.

Sur la figure 11, nous remarquons que la température de frittage ou les microsphères rajoutées influencent directement sur le pourcentage de porosité dans le  $\text{TiO}_2$  et par conséquent engendrent des variations importantes sur la permittivité diélectrique dans ce dernier.



*Figure 11.* La permittivité de  $\text{TiO}_2$  en fonction de la porosité.

Si la porosité est augmenté par 20%, alors le facteur de qualité du  $\text{TiO}_2$ , se dégrade ( $<4000$ ). C'est ce qui a été rapporté par plusieurs études bibliographiques [40-41]. Une porosité importante du  $\text{TiO}_2$  engendre une présence importante de lacunes d'oxygène, ce qui dégrade le facteur de qualité  $Q$ . En revanche, ces lacunes peuvent favoriser l'adsorption et donc la détection de gaz par ce capteur. Pour cela, nous devons faire un compromis, c'est-à-dire élaborer un matériau poreux et avec de bonnes propriétés diélectriques. Par ailleurs, Templeton et al. [40] ont étudié les pertes diélectriques de  $\text{TiO}_2$  rutile en fonction de sa porosité.

La figure suivante montre le tracé de  $Q$  à 3 GHz et à 300 K de  $\text{TiO}_2$  fritté non dopé en fonction de la porosité. La valeur  $Q$  augmente de façon régulière lorsque la porosité diminue de 30% à une valeur d'environ 6%. Toutefois, pour une porosité inférieure à 6%, la valeur de  $Q$  diminue également.

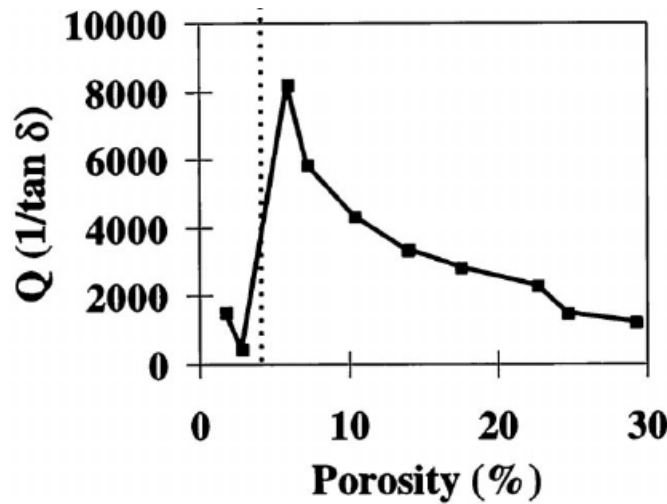


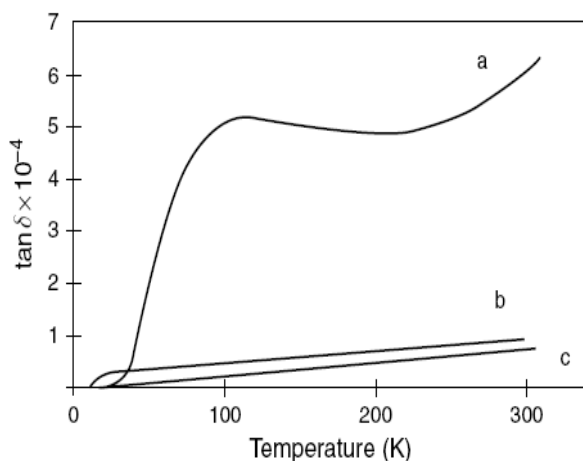
Figure 12.  $Q$  en fonction de la porosité du  $TiO_2$  [40]

Au cours du frittage, à haute température (environ  $1500^\circ C$ ), le matériau atteint plus de 97% de la densité théorique et il n'est pas poreux. A ces températures, le rutile est pauvre en oxygène [41] et le coefficient de diffusion (même à  $1400^\circ C$ ) est trop faible pour permettre l'oxygénation des pastilles épaisses. Le  $TiO_2$  dense apparaît noir. Ceci peut s'expliquer par les processus qui prennent part dans le noyau des pastilles.

Aux hautes températures une réduction partielle du  $Ti^{4+}$  et  $Ti^{3+}$  a lieu. De manière générale, la dégradation du facteur de qualité  $Q$  est due à la formation de lacunes d'oxygène et à la conduction électronique. La formation de lacunes est due à l'interaction entre phonon et photon, et la distribution des lacunes d'oxygène accroît la non harmonicité des vibrations dans le réseau cristallin, ce qui explique bien les pertes extrinsèques dans le matériau. Pour éviter l'effet noyau (réduction partielle d'éléments à valence transitoire), l'approche conventionnelle consiste à effectuer le traitement thermique sous atmosphère contrôlée à forte pression partielle d'oxygène ou sous atmosphère inerte (Argon par exemple) ou bien rajouter des dopants et maîtriser le temps de frittage.

### c) Influence des dopants

Afin d'éliminer ces problèmes de lacunes d'oxygènes mais aussi augmente le coefficient de qualité (diminuer les pertes), plusieurs études ont été faites. Pour cela, Templeton et al. [40] ont dopé le  $TiO_2$  avec des ions dans la gamme de valence + 1 à +5. Grâce à ces dopants, ils ont amélioré le facteur de qualité du mélange. Par exemple, le rutile dopé avec 0,05% mol d'alumine et le rutile dopé monocristallin montrent une amélioration remarquable du coefficient de qualité (figure 13).



**Figure 13.**  $\tan \delta$  en fonction de la température à la présence ou non présence de dopants (courbe a)  $\text{TiO}_2$  non dopé, (courbe b)  $\text{TiO}_2$  dopé 0.05mol%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et (courbe c) single-crystal rutile mesuré à 3 GHz [40].

Récemment, Pullar et al. [42] ont aussi étudié les effets des lacunes d'oxygène dans le  $\text{TiO}_2$  rutile. Ils ont étudié d'abord du  $\text{TiO}_2$  pur non dopé, fritté à 1400 °C pendant 2 heures. Des pertes diélectriques considérables ont été enregistrées et un noyau sombre a également été observé dans ces échantillons. Ces deux observations ont été attribuées à des lacunes d'oxygène ( $\text{VO}^{\bullet\bullet}$ ) qui se forment à des hautes températures, en raison de la réduction de  $\text{Ti}^{4+}$  en  $\text{Ti}^{3+}$ . Ces lacunes d'oxygène peuvent être supprimées par un dopage à 0,05% des ions métalliques (voir tableau ci-dessous) avec soit +2 ou +3 états de valence, à condition que le rayon ionique soit compris entre 0,5 et 0,95 Å.

**Tableau 5.** Amélioration du coefficient de qualité de  $\text{TiO}_2$  en fonction des dopants utilisés [42].

| Dopant (0.05 mol %) | Etats de valence | Rayon ionique (Å)      | $Q_f$ (GHz) |
|---------------------|------------------|------------------------|-------------|
| $\text{TiO}_2$ pure | RAS              | $\text{Ti}^{4+}=0.605$ | <6000       |
| Na                  | 1+               | 1.02                   | 8400        |
| Zn                  | 2+               | 0.74                   | 48900       |
| Fe                  | 3+               | 0.55                   | 50100       |
| Ce                  | 4+               | 0.87                   | 3615        |
| V                   | 5+               | 0.54                   | 30861       |
| Cr                  | 6+               | 0.44                   | 38167       |

D'après ce tableau qui donne quelques dopants utilisés avec leurs influences sur le coefficient de qualité du  $\text{TiO}_2$  [42], on constate que la limite supérieure du rayon ionique est prouvée, puisque un effet considérable a été enregistré pour les dopants ayant un rayon ionique



inférieur à 0,96Å. Indépendamment de la taille d'ions, une légère amélioration du coefficient de qualité (Q) a également été observée pour les ions avec un état de valence +1.

Le Q de TiO<sub>2</sub> non dopé pourrait également être amélioré par un recuit à une température de 1500°C pendant une durée supérieure à 10 heures, probablement en raison de la ré-oxydation de l'échantillon. Leur étude n'a révélé aucune corrélation entre la taille des grains et le coefficient de qualité (Q). Ainsi, Kim et al. [43-44] se sont intéressés à l'optimisation de la température de recuit grâce à l'ajout des dopants. Ils ont rapporté que le frittage de TiO<sub>2</sub> rutile (taille des particules : 0,47 µm) à 1400°C pendant 2 heures donne les résultats suivants :  $\epsilon_r = 104$ ,  $Q = 9200$  et  $\tau_f = 465$  ppm/°C à 6 GHz. Le mélange de 2% de CuO et du TiO<sub>2</sub> a considérablement réduit la température de frittage à 950°C, augmenté le coefficient de qualité à 14000 et réduit le coefficient de température à 374 ppm/°C. Enfin, [45-46] ont montré que l'ajout de Zinc borosilicate (Zn<sub>2</sub> SiO<sub>4</sub>) au TiO<sub>2</sub> anatase influe sur ses propriétés diélectriques :  $\epsilon_r = 74$ ,  $Q \cdot f = 11000$  et  $\tau_f = 340$  ppm/°C et améliore la température de son frittage avec la technique Low Temperature Cofired Ceramic (LTCC) en passant de 1400 à 900°C. Cette étude bibliographique nous a permis de sélectionner tous les paramètres qui peuvent influencer directement sur les propriétés diélectriques du TiO<sub>2</sub> ( $\epsilon_r$  et Q). Le choix de la technique d'élaboration de ce matériau s'avère délicat, puisque nous devons maîtriser la température du recuit, la pression nécessaire lors du frittage, la porosité et les dopants à rajouter afin d'avoir un matériau idéal pour la fonction microonde et la détection de gaz.

### 3.3.2 *Elaboration d'un Résonateur Diélectrique*

L'objectif de cette étude est d'élaborer des résonateurs diélectriques (RD) micro-ondes à base de TiO<sub>2</sub> en phase rutile pour la réalisation de notre capteur. L'étude bibliographique précédente, montre que pour avoir de très bonnes propriétés diélectriques, i.e. peu de pertes diélectriques dans le TiO<sub>2</sub> (bon facteur de qualité), bonne stabilité en température et bonne porosité et permittivité dans la gamme de fréquence souhaitée.

Le choix de la technique d'élaboration du matériau de base a une influence majeure sur les caractéristiques du futur RD. Pour cela, il existe plusieurs méthodes pour la réalisation du RD. Parmi elles, nous pouvons citer la méthode « Spark Plasma Sintering » (SPS), la méthode de frittage conventionnelle (Conventional Sintering Method : CSM), Céramiques industrielles (TEMEX-CERAMICS), la stéréolithographie, et enfin nous pensons également à un dépôt de couches minces par pulvérisation cathodique (PVD) ou de couches épaisses par sérigraphie sur un résonateur standard. En revanche, la connaissance des propriétés du matériau est toujours prioritaire avant son utilisation.

### 3.3.2.1 La poudre de $TiO_2$

Dans le cadre de notre étude, Dans un premier temps, nous avons caractérisé la poudre de  $TiO_2$  que nous utilisons pour la fabrication des échantillons (résonateur diélectrique) avec 2 méthodes : DRX (diffractométrie de rayons X) et MEB (Microscope Electronique à Balayage). Grâce à ces méthodes, nous pouvons vérifier la morphologie et la répartition des nanoparticules ( $TiO_2$ ). Lors des études bibliographiques précédentes sur le  $TiO_2$  (section précédente), il s'est avéré que la phase rutile du  $TiO_2$  serait la meilleure. En effet, cette dernière nous garantit une permittivité diélectrique relative comprise entre 80 et 110. Ce qui pourra par la suite valider le fonctionnement du capteur de gaz passif et sans fil dans la bande de fréquence souhaitée [25 à 40 GHz]. La poudre de  $TiO_2$  rutile que nous avons utilisé (637262 Aldrich Titanium(IV) oxide [47]) est une poudre commerciale. Le fournisseur (Sigma Aldrich) nous garantit les propriétés indiquées dans le tableau 6.

**Tableau 6.** Les propriétés de  $TiO_2$  fournit par Sigma Aldrich [47]

|                           |                           |
|---------------------------|---------------------------|
| Analyse chimique          | 99.5% traces de métaux    |
| Forme                     | nano-poudre de rutile     |
| Diamètre. × Longueur      | 10 nm × 40 nm             |
| Taille de particule       | <100 nm                   |
| Surface spécifique        | 130-190 m <sup>2</sup> /g |
| Masse volumique           | 4.17 g/mL à 25 °C         |
| Masse volumique apparente | 0.06 - 0.10 g/mL.         |

Nous devons caractériser la structure cristalline (taille et phase) de cette poudre afin d'établir un élément de comparaison avec les RD qui seront réalisés à base de cette poudre.

#### a) Caractérisation DRX de la poudre

La diffractométrie de rayons X (DRX, l'abréviation anglaise XRD pour X-ray diffraction) est une technique d'analyse fondée sur la diffraction des rayons X ( $k\alpha Cu$ , 1.5406 Å) par le réseau cristallin du matériau étudié qui est dans notre cas le  $TiO_2$  [48-49]. Nous l'avons réalisé en collaboration avec le CEMES (Centre d'Elaboration de Matériaux et d'Etudes Structurales).

Afin de mesurer le diagramme de diffraction de  $TiO_2$  fourni par Sigma Aldrich, nous avons fait varier l'angle de diffraction ( $2\theta$ ) de 24° à 74° avec un pas de 0,05° et sur un temps de pause de 30s. Les données collectées forment le diagramme de diffraction présenté sur la figure ci-dessous.

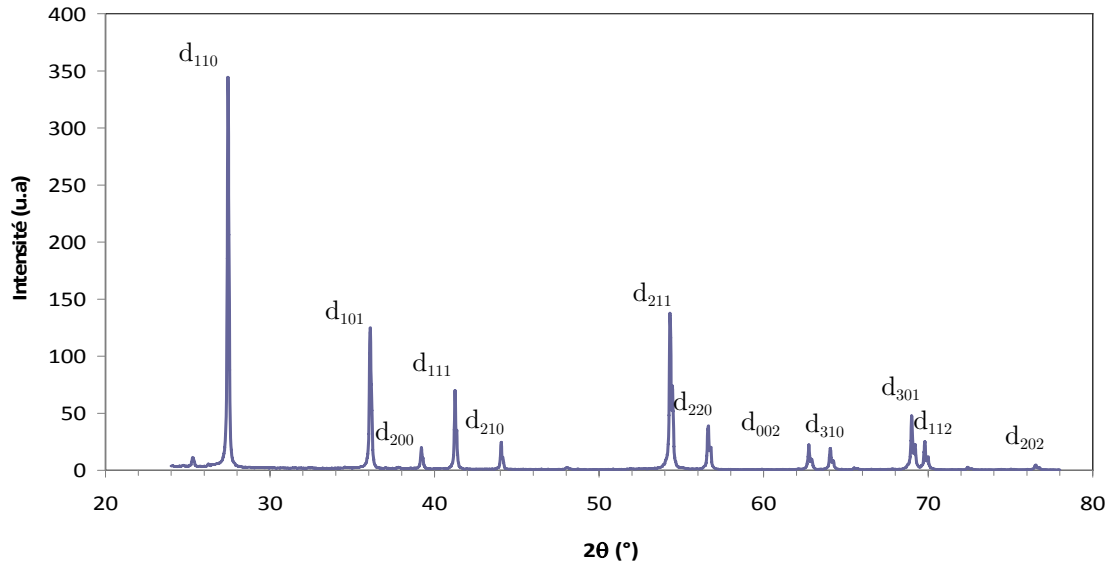


Figure 14. Diagramme de diffraction de (TiO<sub>2</sub> Sigma Aldrich)

A partir de la loi de Debye Scherrer, on estime la taille de la cristallite [50]:

$$D_{hkl} (\text{Å}) = 0,9 \cdot \lambda / \text{Fwhm} \cdot \cos(\theta) \quad (3)$$

Où Fwhm est la largeur à mi-hauteur, les angles sont en radian.

Le tableau suivant montre bien que les cristaux ont une taille moyenne de 110 nm ± 20nm.

Tableau 7. Données DRX (TiO<sub>2</sub> Sigma Aldrich)

| 2-Theta | Int rel | d (Å) | FWHM  | D <sub>hkl</sub> (nm) | hkl |
|---------|---------|-------|-------|-----------------------|-----|
| 27,45   | 100%    | 3,246 | 0,142 | 114                   | 110 |
| 36,10   | 36%     | 2,486 | 0,170 | 97                    | 101 |
| 39,22   | 6%      | 2,295 | 0,182 | 91                    | 200 |
| 41,26   | 20%     | 2,186 | 0,187 | 90                    | 111 |
| 44,06   | 7%      | 2,053 | 0,176 | 96                    | 210 |
| 54,34   | 39%     | 1,687 | 0,144 | 123                   | 211 |
| 56,65   | 10%     | 1,624 | 0,139 | 129                   | 220 |
| 62,75   | 7%      | 1,479 | 0,151 | 122                   | 002 |
| 64,05   | 6%      | 1,453 | 0,156 | 119                   | 310 |
| 69,00   | 14%     | 1,360 | 0,152 | 125                   | 301 |
| 69,80   | 7%      | 1,346 | 0,149 | 129                   | 112 |
| 76,54   | 0%      | 1,244 | 0,175 | 114                   | 202 |

Ainsi, en comparant avec le diagramme de diffraction du TiO<sub>2</sub> de la fiche JCPDS-ICDD 89-4920 (figure2) [51], les particules de TiO<sub>2</sub> étudiées sont bien en phase rutile.

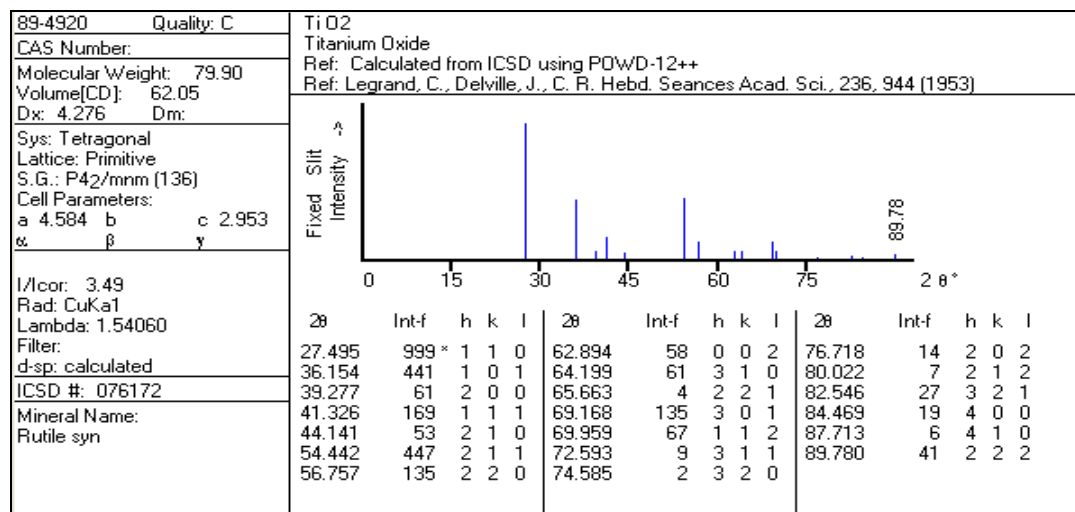


Figure 15. Diagramme de diffraction de TiO<sub>2</sub> rutile (JCPDS-ICDD 89-4920) [51]

### b) Observations MEB de la poudre

La microscopie électronique à balayage (MEB-S-4800 Toshiba) est une technique de microscopie électronique basée sur le principe des interactions électrons-matière [52], capable de produire des images à fort grossissement (x100 000) de la surface d'un échantillon. Nous avons pu par ce moyen, observer l'état de surface de la poudre de TiO<sub>2</sub> et évaluer sa structure nano particulaire. D'après ces images prises par le MEB (figure 16), on remarque que la surface du TiO<sub>2</sub> est formée d'agrégats (figure16(a) et (b)). Ces derniers sont formés de nanoparticules (figure16(c)).

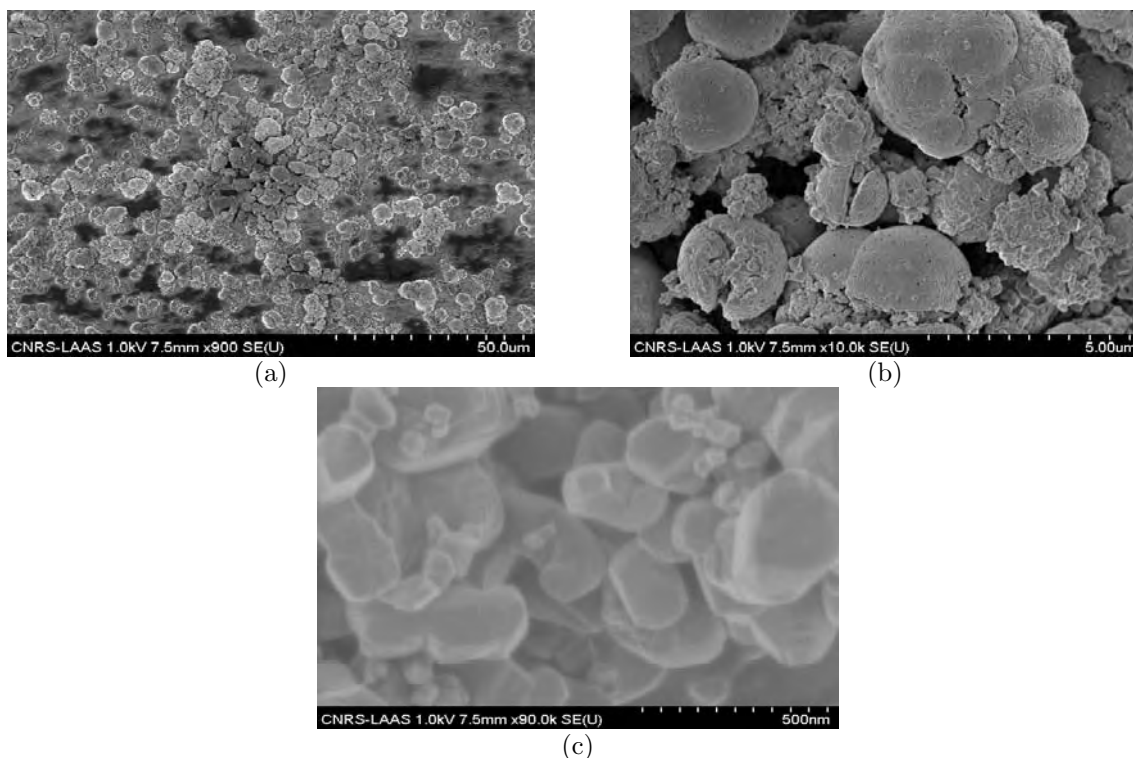


Figure 16. TiO<sub>2</sub> rutile sous MEB sur différentes échelles ((a) 50µm, (b) 5µm et (c) 500nm

Grâce à un outil de traitement d'image (ImageJ) [53], nous avons mesuré la taille des agrégats et celle des nanoparticules de  $\text{TiO}_2$ . Les figures 17 et 18 montrent la répartition de la population (en pourcentage) en fonction de la taille des agrégats. On constate une distribution normale mono nodale avec une taille moyenne de  $2,75\mu\text{m}$ . Ainsi le deuxième histogramme nous a permis d'estimer la taille moyenne des nanoparticules : 75% de la population est entre 70 et 120nm. Si on compare ce résultat avec celui obtenu dans la mesure précédente (DRX), nous constatons qu'il est cohérent et donc ces nanoparticules sont monocristallines.

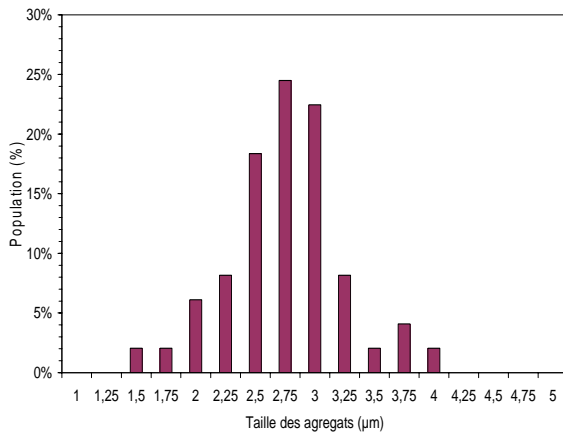


Figure 17. Distribution en taille des agrégats

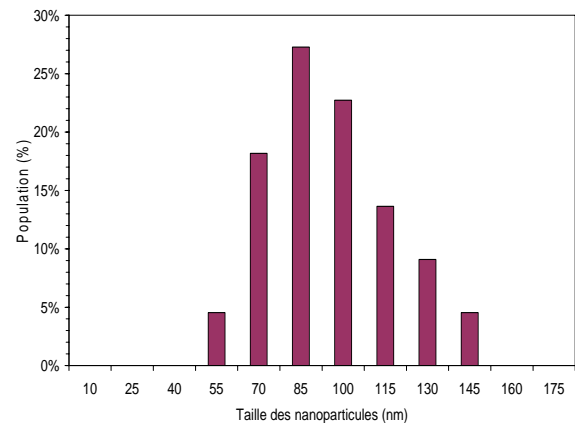


Figure 18. Distribution en taille des nanoparticules

La caractérisation de la poudre de  $\text{TiO}_2$  nous a permis de valider les données du fournisseur, i.e., la taille des particules qui sont des monocristaux en phase rutile.

### 3.3.2.2 Stéréolithographie à partir de $\text{TiO}_2(\text{CTTC})$ [54]

Ce procédé permet la fabrication de la réplique exacte d'un modèle dessiné sur ordinateur à partir d'un fichier CAO. La fabrication d'une pièce se fait en quelques heures (cf. figure 19).

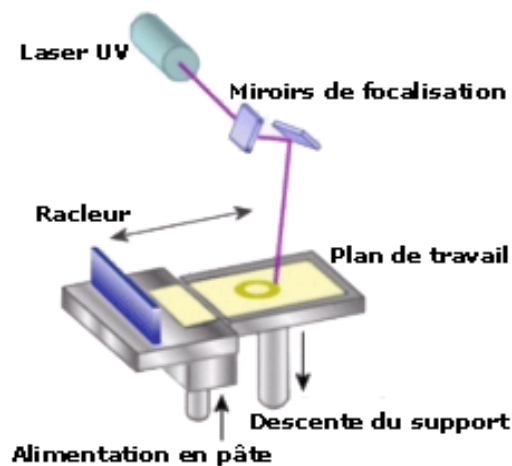


Figure 19. Schéma de principe de la Stéréolithographie [54]

Un laser UV polymérise, couche par couche, une pâte photosensible, mélange d'une résine photo polymérisable et d'une poudre céramique. Après l'élimination de l'excédent de monomères, on obtient la pièce brute, qui est ensuite déliantée et frittée de manière à obtenir la pièce définitive. Cette technique est considérée comme une solution innovante et prometteuse pour la réalisation des pièces destinées au filtrage hyperfréquence [55-57].

En collaboration avec le CTTC (Centre de Transfert de Technologies Céramiques), nous avons essayé d'exploiter cette technique pour l'élaboration des résonateurs diélectriques à base de  $\text{TiO}_2$ . En revanche, cette technique ne permet pas l'élaboration d'une pastille à base de  $\text{TiO}_2$  rutile, puisque ce matériau absorbe les UV émis par le laser. Du fait, pour réussir la polymérisation de la pâte photosensible, il nous faut mélanger du  $\text{TiO}_2$  amorphe qui n'absorbe pas les UV avec la résine photosensible.

Pour cela, nous avons sollicité l'aide du laboratoire CEMES qui a une grande expertise dans la synthèse de cette poudre de  $\text{TiO}_2$  [58-59]. Ainsi, nous avons synthétisé le  $\text{TiO}_2$  amorphe et nous avons réussi à polymériser la pâte photosensible.

Néanmoins, la validation de la première étape de la stéréolithographie ne nous a pas permis d'élaborer un résonateur diélectrique. Puisque, la fixation des conditions de frittage nécessitait plusieurs essais et par conséquent une quantité de poudre de  $\text{TiO}_2$  amorphe trop importante (1Kg), avec un temps de mise au point bien trop long (6 mois minimum).

Compte tenu des difficultés rencontrées et du temps nécessaire pour la synthèse de la poudre de  $\text{TiO}_2$  amorphe, nous avons abandonné cette piste dans le cadre de cette thèse.

### **3.3.2.3 Frittage par SPS et CSM**

Dans un premier temps, nous nous sommes intéressés aux études faites dans la littérature afin de faire une comparaison entre ces deux méthodes présentées. Ainsi, nous pourrions extraire les avantages et les inconvénients de chaque méthode et sélectionner la méthode qui nous intéresse pour l'élaboration de nos échantillons. Une étude détaillée a été faite par Noh et.al [60]. Ils ont fabriqué des céramiques de  $\text{TiO}_2$  en utilisant les deux méthodes : SPS et CSM.

#### **a) Préparation des échantillons de $\text{TiO}_2$ par méthode SPS [46]**

Noh et.al [60] ont mis 2,4g de nanoparticules dans un moule en graphite. Ensuite, ils ont appliqué une température de (680-760 °C) pendant 10 min. Pendant ce temps de frittage, un courant de 1 kilo-ampère et une pression de 40 MPa ont été appliqués à ces échantillons sous vide (65 mTorr).

### b) Préparation des échantillons de $\text{TiO}_2$ par méthode CSM [60]

Les nanoparticules ont été préparées par la méthode sol-gel avec l'eau désionisée, pressées à 100 MPa et frittées entre 1000 et 1300°C pendant 2 h.

### c) Résultats [46,60]

Avec la méthode CSM, ils ont atteint la densité de frittage de 99,2% (à 1300 °C). La taille des grains obtenus à cette température est de 6,5µm. En revanche, avec la méthode SPS, ils ont pu atteindre une densité de 99,1% uniquement avec une température de frittage de 760°C et une taille de grains équivalente à 300 nm seulement (voir le tableau ci dessous). Ainsi, ils ont enregistré une légère variation de permittivité et de pertes dans le matériau fritté par les deux techniques.

**Tableau 8.** Influence de SPS et CSM sur la densité relative et la taille des grains de  $\text{TiO}_2$  [46,60]

| Méthodes                       | SPS  |      |      | CSM  |      |      |
|--------------------------------|------|------|------|------|------|------|
| Température de frittage (°C)   | 680  | 720  | 760  | 1000 | 1150 | 1300 |
| Densité relative(%)            | 88,2 | 97,3 | 99,1 | 91   | 97,5 | 99,2 |
| Taille moyenne des grains (nm) | 100  | 200  | 300  | 1000 | 3500 | 6500 |

A partir de ces résultats, nous avons sélectionné la technique SPS. Cette dernière nous permet la conservation des caractéristiques diélectriques du  $\text{TiO}_2$  et la maîtrise de sa densification avec des tailles de grain plus petites. Cette méthode permet surtout l'optimisation du temps de procédé et une température minimale de frittage. Ensuite, nous avons modifié les paramètres du SPS (pression et température) pour faire des modifications sur la densification des pastilles (le pourcentage de la porosité dans le matériau).

### d) Présentation de la méthode SPS [61-63]

Le SPS (Spark Plasma Sintering) est un procédé similaire au pressage à chaud conventionnel car les précurseurs sont également introduits dans une enceinte permettant d'appliquer une pression uni-axiale lors du frittage. L'enceinte est constituée d'une chemise et de pistons en graphite ou en carbure de tungstène (cf. figure 20). L'usage de graphite est limité à une pression maximale de 120MPa. Dans le cadre de l'oxyde de titane, il nous faut appliquer une pression bien supérieure (500MPa), pour cela nous utilisons une chemise et un piston en carbure de tungstène. Le graphite permet d'atteindre des températures de consolidation de l'ordre de 2000°C, pour le carbure de tungstène est de 900°C. La différence majeure entre le

pressage à chaud conventionnel et le frittage flash réside dans le fait que la source de chaleur n'est pas externe mais qu'un courant électrique (1kA) appliqué via des électrodes, passe à travers l'encreinte de pressage conductrice et également dans les cas appropriés à travers l'échantillon ( $\text{TiO}_2$ ). Le frittage est effectué sous vide secondaire (milieu pauvre en oxygène), ce qui favorise les lacunes d'oxygène dans le  $\text{TiO}_2$ , puisque ce dernier va libérer des  $\text{O}^-$  (réducteur).

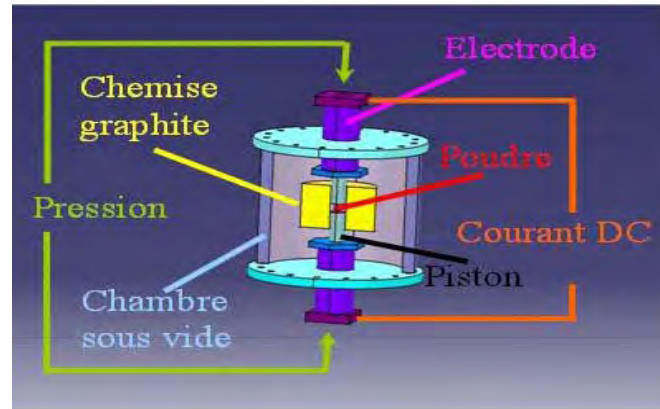


Figure 20. Schéma de principe du SPS [61]

La chemise utilisée comme moule pour l'élaboration du résonateur diélectrique est à base de carbure de tungstène. Le plus petit diamètre existant pour cette chemise est de 8mm. Ainsi, l'épaisseur minimale du résonateur diélectrique que nous pouvons avoir avec cette technique SPS est de 500 $\mu\text{m}$ . Avant de passer à la réalisation, nous devons vérifier par simulation si les caractéristiques électromagnétiques d'un tel RD restent dans notre cahier des charges.

Pour cela, nous avons adapté les dimensions du RD en simulation en passant de 360 $\mu\text{m}$  d'épaisseur et 6,5mm de diamètre à 500 $\mu\text{m}$  et 8mm respectivement. La figure 21 montre le coefficient de transmission obtenu dans la gamme de fréquence [25 à 40GHz] pour la 2<sup>ème</sup> structure.

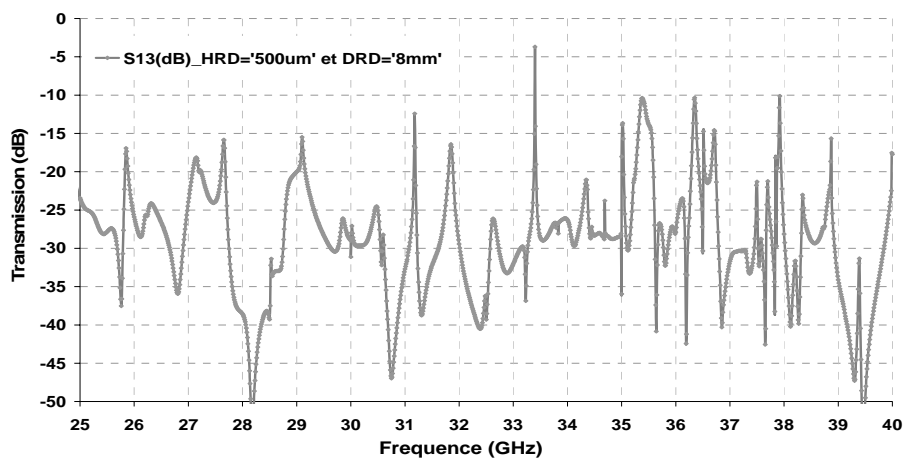


Figure 21. Coefficient de transmission ( $S_{13}$ ) simulé en fonction de la fréquence



A partir du coefficient de couplage S13 (simulé) donné en fonction de la fréquence, plusieurs fréquences de résonance ont été identifiées correspondantes à différents modes de galerie. Ainsi, les modes de galerie WGE identifiés sont représentés sur le tableau suivant.

**Tableau 9.** Les modes de galerie WGE identifiés sur un intervalle de fréquences [25 à 40GHz]

| Fréquences de résonances (GHz) | Coefficient de transmission entre accès : 1 et 3 (dB) | Les WGE <sub>n, m, l</sub> |
|--------------------------------|---|----------------------------|
| 25,85                          | -16,93  | 9.0.0                      |
| 27,66                          | -15,85  | 7.1.0                      |
| 29,1                           | -15,50  | 8.1.0                      |
| 31,18                          | -12,42  | 13.0.0                     |
| 31,85                          | -16,42  | 7.2.0                      |
| 33,4                           | -3,69   | 11.1.0                     |
| 37,92                          | -10,12  | 11.2.0                     |

Même si nous avons obtenu moins de pertes en transmission avec les dimensions optimisées du RD (voir chapitre 2), nous avons enregistré quand même à la fréquence 33,4 GHz un bon niveau pour le coefficient de transmission S13 équivalent à -3,69 dB. Les résultats obtenus avec ces nouvelles dimensions du résonateur diélectrique ( $D_{RD}=8\text{mm}$  et  $H_{RD}=500\mu\text{m}$ ) étaient encourageants. Par conséquent, nous avons décidé de réaliser le RD en utilisant cette technique SPS.

#### e) Fabrication d'échantillons

Lors du frittage du  $\text{TiO}_2$  en pastilles, tout d'abord nous avons commencé tout d'abord par l'élaboration d'échantillons tests. Ces essais vont nous permettre de contrôler les porosités (<20%) tout en variant la température et la pression.

1er Essai: Le palier appliqué sur le SPS sous vide est en 2 phases. Dans la 1<sup>ère</sup> phase, la température augmente de 0 à 500°C et la pression de 0,1KN à 20 KN pendant 5min. la 2<sup>ème</sup> phase garde les deux dernières valeurs de la température et de la pression, soient 500°C et 400MPa respectivement pendant 5min.

Après frittage et démoulage de l'échantillon, nous avons mesuré ses caractéristiques géométriques telles que l'épaisseur ( $h=1,36\text{mm}$ ), le diamètre ( $2r=8,23\text{mm}$ ). Ainsi, la masse mesurée est équivalente à 203 mg et la masse volumique apparente ( $\rho$ ) se calcule à partir de cette relation :

$$\rho = \text{masse mesurée} / \pi \times r^2 \times h = 2,81\text{g} / \text{cm}^3 \quad (3)$$

Sachant que : la densité relative = masse volumique apparente (mesurée) / masse volumique.

La masse volumique de  $\text{TiO}_2 = 4,17 \text{ g/cm}^3$  d'après les données du fournisseur, et ainsi nous pouvons en déduire la densité relative du premier échantillon (AI125) qui est égale à 67%.

Nous constatons qu'avec les conditions de frittage appliquées à ce premier échantillon, nous avons obtenu une porosité bien supérieure à 20% (égale à 33%). Pour cela, nous devons changer les conditions de frittage afin de diminuer la porosité et par conséquent nous éviterons l'augmentation des pertes diélectriques dans le matériau. Ainsi, nous avons fait varier les paramètres influents sur la porosité de  $\text{TiO}_2$  (température, pression et le temps de montée et de descente de ces derniers). Le tableau ci-dessous récapitule l'ensemble des essais avec les résultats obtenus sur chaque échantillon.

**Tableau 10.** Récapitulatif des essais SPS avec les densités relatives mesurées.

| Essais                   | ETAPE 1   |            |             | ETAPE 2 |        |             | ETAPE 3 |            |             |
|--------------------------|-----------|------------|-------------|---------|--------|-------------|---------|------------|-------------|
|                          | T (°C)    | P (kN)     | Temps (min) | T (°C)  | P (kN) | Temps (min) | T (°C)  | P (kN)     | Temps (min) |
| <b>1</b><br><b>AI125</b> | 0 à 500   | 0,1 à 20   | 5'          | 500     | 20     | 5'          | /       | /          | /           |
| <b>2</b><br><b>AI127</b> | 0 à 600   | 0,1 à 20,1 | 6'          | 600     | 20,1   | 5'          | 600 à 0 | 20,1 à 0,1 | 12'         |
| <b>3</b><br><b>AI128</b> | 0 à 600   | 6 à 25,1   | 6'          | 600     | 25,1   | 5'          | 600 à 0 | 25,1 à 6   | 12'         |
| <b>4</b><br><b>AI129</b> | -50 à 650 | 6 à 25,1   | 7'          | 650     | 25,1   | 5'          | 650 à 0 | 25,1 à 6   | 12'         |

| Essais                   | RESULTATS |               |                    |                                       |                      |
|--------------------------|-----------|---------------|--------------------|---------------------------------------|----------------------|
|                          | Epaisseur | Diamètre (mm) | Masse mesurée (mg) | Densité volumique ( $\text{g/cm}^3$ ) | Densité relative (%) |
| <b>1</b><br><b>AI125</b> | 1,36      | 8,23          | 203                | 2,81                                  | <b>67</b>            |
| <b>2</b><br><b>AI127</b> | 1,17      | 8,22          | 201                | 2,24                                  | <b>78</b>            |
| <b>3</b><br><b>AI128</b> | 1,07      | 8,37          | 202                | 3,43                                  | <b>82</b>            |
| <b>4</b><br><b>AI129</b> | 0,94      | 8,34          | 197                | 3,84                                  | <b>92</b>            |

D'après les 3 derniers essais présentés sur le tableau 13, nous avons obtenu les densités souhaitées dans notre étude précédente (78%, 82% et 92%), i.e. une porosité qui varie de 6% à 22% est la limite souhaitée pour avoir le moins de pertes dans le résonateur diélectrique et une bonne absorption de gaz. Ces échantillons sont tous caractérisés pour vérifier la phase et la taille des grains après SPS.

### F) Caractérisation DRX de pastilles obtenues par SPS

Nous avons caractérisé par **XRD** les 3 échantillons suivants : AI127, AI128 et AI129.

Cette caractérisation sert à vérifier la phase de ces derniers et à voir si la taille des cristaux est modifiée par le SPS. Le tableau montre les mesures DRX faites sur 4 pics de fortes intensités : 110, 101,111 et 211.

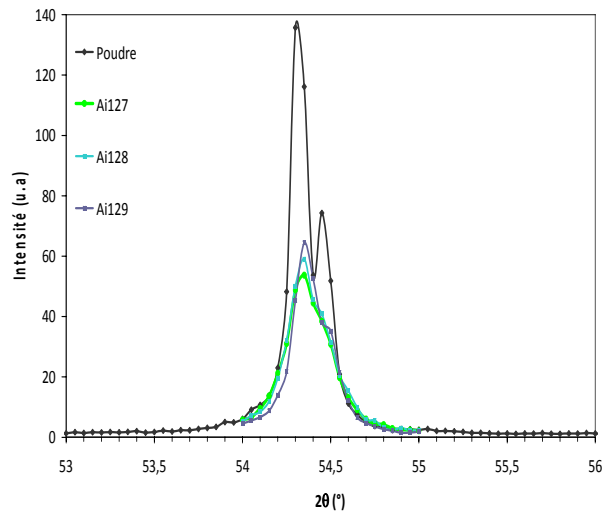
**Tableau 11.** Données DRX ( $TiO_2$ , AI127, AI128 et AI129)

| Echantillon | 2-Theta | FWHM   | d_Fit(A1) | Dhkl (nm) | hkl        |
|-------------|---------|--------|-----------|-----------|------------|
| Poudre      | 27,4554 | 0,1368 | 3,2459    | 118,2     | <b>110</b> |
| Ai127       | 27,4841 | 0,1621 | 3,2426    | 99,8      | <b>110</b> |
| Ai128       | 27,4894 | 0,1573 | 3,242     | 102,8     | <b>110</b> |
| Ai129       | 27,4978 | 0,1489 | 3,241     | 108,6     | <b>110</b> |
| Poudre      | 36,1046 | 0,1641 | 2,4857    | 100,7     | <b>101</b> |
| Ai127       | 36,1066 | 0,1905 | 2,4856    | 86,7      | <b>101</b> |
| Ai128       | 36,1109 | 0,1846 | 2,4853    | 89,5      | <b>101</b> |
| Ai129       | 36,1176 | 0,1774 | 2,4848    | 93,2      | <b>101</b> |
| Poudre      | 41,2685 | 0,1731 | 2,1858    | 97,0      | <b>111</b> |
| Ai127       | 41,2685 | 0,1894 | 2,1858    | 88,6      | <b>111</b> |
| Ai128       | 41,2852 | 0,1933 | 2,185     | 86,9      | <b>111</b> |
| Ai129       | 41,2884 | 0,1776 | 2,1848    | 94,5      | <b>111</b> |
| Poudre      | 54,3483 | 0,1379 | 1,6866    | 128,1     | <b>211</b> |
| Ai127       | 54,3584 | 0,2578 | 1,6863    | 68,5      | <b>211</b> |
| Ai128       | 54,3587 | 0,2545 | 1,6863    | 69,4      | <b>211</b> |
| Ai129       | 54,3642 | 0,2374 | 1,6862    | 74,4      | <b>211</b> |

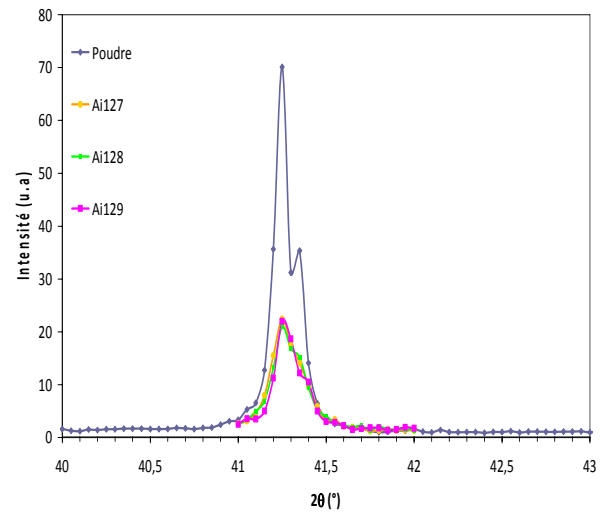
A partir de ce tableau, nous avons représenté sur les 4 figures qui suivent le diagramme de diffraction de  $TiO_2$  selon les quatre directions cristallines : 110, 101,111 et 211.

D'après les résultats obtenus, nous constatons que les cristaux de  $TiO_2$  sont légèrement plus petits dans les pastilles frittées. Ainsi, selon la loi de Bragg ( $2d \times \sin\theta = n \lambda$ ), la structure cristalline semble légèrement plus contrainte de 127 à 129 (diminution de la distance interréticulaire  $d$ ), au millième d'Angströms (voir figures 21, 22, 23 et 24), mais cette variation n'est pas significative.

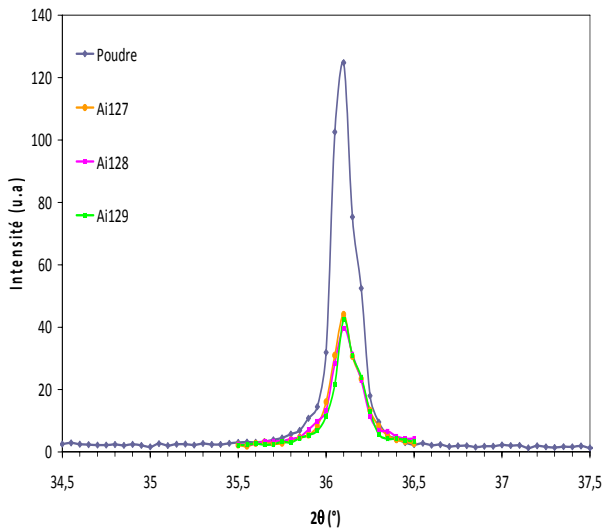
Cette observation va nous permettre la comparaison des 3 pastilles et d'estimer la taille et la répartition des pores obtenus après frittage.



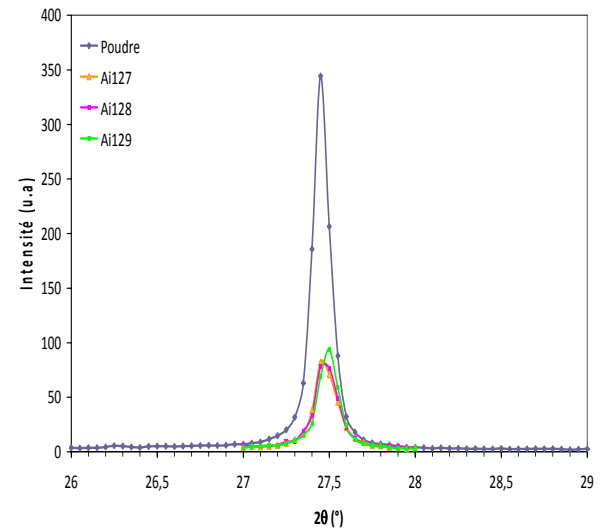
**Figure 22.** Diagramme de diffraction de  $TiO_2$ , AI127, AI128 et AI129 (211)



**Figure 24.** Diagramme de diffraction de  $TiO_2$ , AI127, AI128 et AI129 (111)



**Figure 23.** Diagramme de diffraction de  $TiO_2$ , AI127, AI128 et AI129 (101)

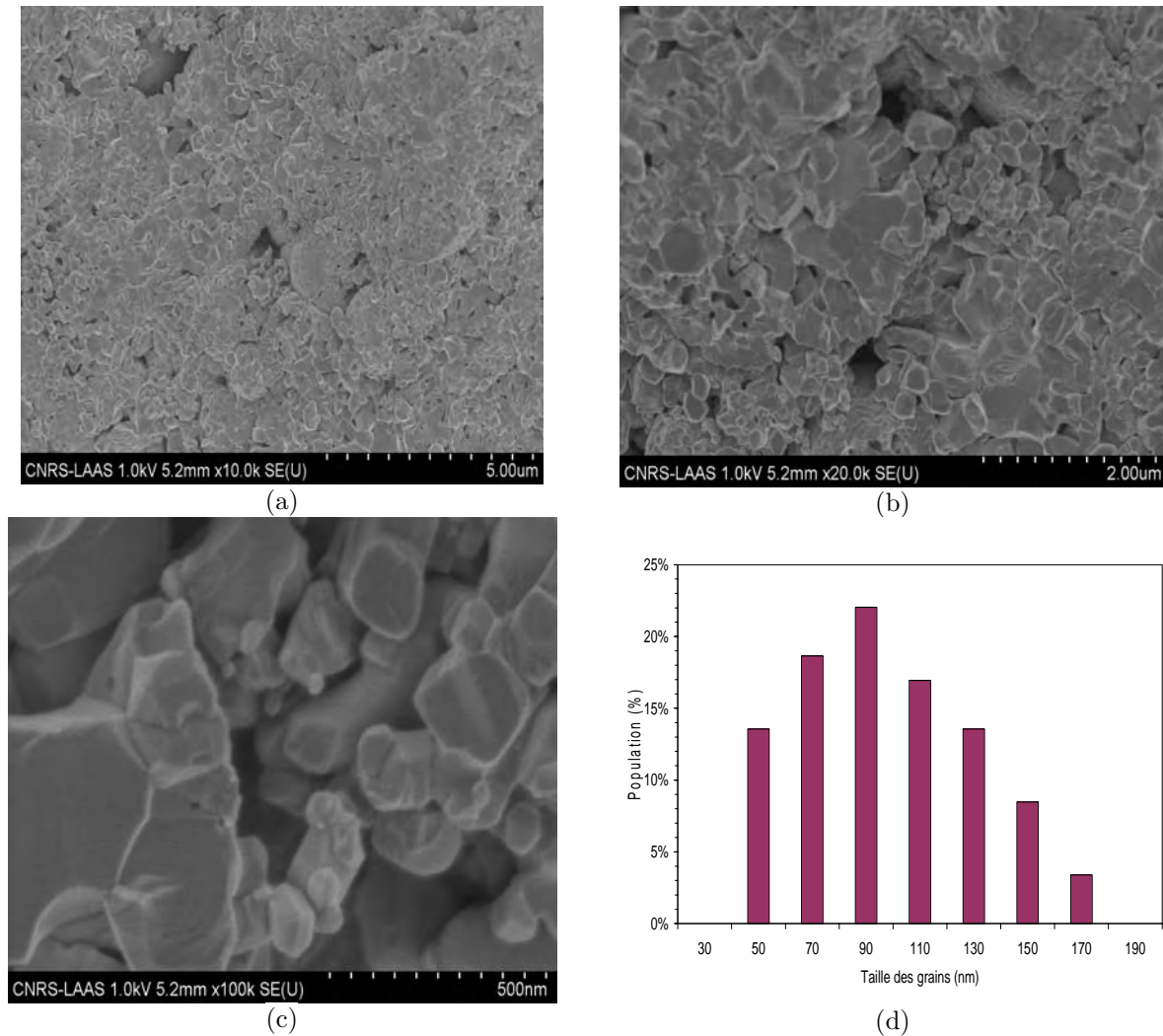


**Figure 25.** Diagramme de diffraction de  $TiO_2$ , AI127, AI128 et AI129 (110)

### G) Observations MEB des pastilles frittées

Ces 3 images (figure 26. (a), (b) et (c)) montrent la répartition des grains sur 3 échelles :  $5\mu m$ ,  $2\mu m$  et  $500nm$ . On constate que les pores sont bien répartis sur l'ensemble de l'échantillon AI127 fritté à 22%. Ainsi la taille des pores varie de  $460nm$  à  $900nm$ .

En ce qui concerne la taille des grains, la figure 26 (d) montre que la population maximale des grains est obtenue sur une taille moyenne de  $80$  à  $100nm$ .



**Figure 26.** Images MEB de la pastille (échantillon AI127) à 22% de porosité à différentes échelles (a) 5 μm, (b) 2 μm, (c) 500 nm et (d) : distribution en taille des grains de TiO<sub>2</sub>

Ainsi, les figures 1 et 2 : (a), (b) et (c) en annexe, montrent la répartition des grains sur 3 échelles : 5 μm, 2 μm et 500 nm. Nous constatons pour l'échantillon AI128 que les pores sont bien répartis sur la surface étudiée à 18%. La taille des pores a diminué par rapport à l'échantillon AI127 (22% de porosité). Elle varie dans ce cas de 340 nm à 460 nm. Par contre, la taille des grains de l'échantillon à 18%, a augmenté considérablement par rapport aux grains du premier échantillon, la figure 1 (d) en annexe montre qu'une taille moyenne des grains de 150 nm.

Enfin, nous avons repris la même démarche pour l'analyse du dernier échantillon AI129 (à 8% de porosité). Nous constatons que les pores sont moins présents et que leurs tailles est beaucoup plus faible. Cette dernière varie entre 110 nm et 140 nm. La population des grains (figure 2 (d) en annexe) montre une augmentation considérable de leur taille. Elle varie de 160 nm à 200 nm dans la majorité des grains mesurés sur la surface étudiée.

D'après les caractérisations qui ont été faites sur les 3 échantillons, nous avons vérifié la répartition des pores sur l'ensemble des échantillons et ainsi leurs tailles. La mesure de la taille des grains sur l'ensemble des échantillons s'est avérée cohérente avec la bibliographie. En effet, selon les études bibliographiques précédentes, avec la méthode SPS, plus l'échantillon est dense, plus la taille de ses grains augmente.

A partir de ces résultats, nous avons relancé les 3 derniers paliers qui nous ont permis d'avoir des porosités différentes et valider expérimentalement cette relation. En revanche, nous avons doublé le temps de descente (24 minutes) des trois paliers afin d'avoir une pastille plus compacte vu sa fragilité compte tenu de l'épaisseur visée (500 $\mu\text{m}$ ).

Afin d'obtenir l'épaisseur souhaitée (500 $\mu\text{m}$ ) et avec différentes porosités (22%, 18% et 8%), il nous faut disposer de 82 mg, 90mg et 93 mg respectivement de poudre de  $\text{TiO}_2$ .

Pour obtenir des échantillons avec des épaisseurs uniformes et avec des surfaces contrôlées, nous avons empilé plusieurs couches de poudre de  $\text{TiO}_2$  dans la chemise, séparées par du Papyex. L'élaboration de ces pastilles par SPS s'est bien déroulée et dans les bonnes conditions de frittage souhaitées.

Néanmoins, la récupération des échantillons s'est avérée très délicate compte tenu de leur finesse. Nous devons les calciner à 500°C dans un four afin de carboniser le Papyex rajouté pour la séparation des pastilles. Le démoulage de ces pastilles reste en cours et n'a pas pu être réalisé pendant cette thèse.

Même si cette technique semble la plus intéressante à ce jour, compte tenu des difficultés rencontrées et du temps important, nous avons décidé d'utiliser d'autres alternatives pour se procurer des RD et pouvoir ainsi valider rapidement le concept du capteur.

### 3.3.2.4 RD avec la cale en céramique(TEMEX)

Nous avons sollicité la société TEMEX-CERAMICS spécialisée en céramiques pour la réalisation du résonateur diélectrique et de la cale avec les dimensions souhaitées (simulées sur HFSS<sup>TM</sup>) afin de valider le dispositif micro-ondes.

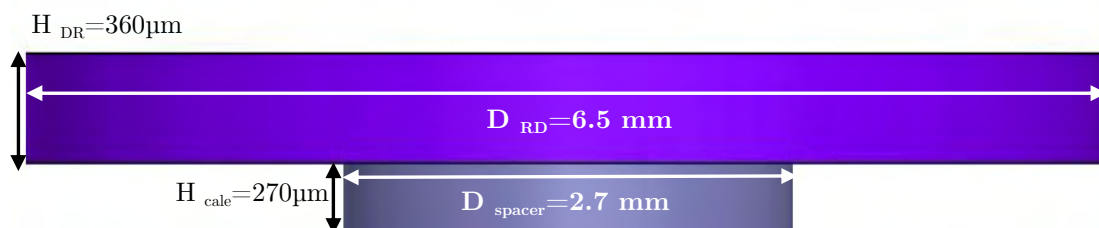


Figure 27. Dimensions du résonateur diélectrique(RD) et la cale à fabriquer.

La figure ci-dessus montre une vue schématique du résonateur avec sa cale (support) qu'il faut réaliser. Un rappel concernant les dimensions de ces pièces est aussi présenté. Le choix de la forme géométrique de ces 2 pièces à usiner a été détaillé dans le chapitre précédent.

### a) Fabrication du RD

La validation expérimentale du composant a été effectuée en utilisant une céramique (BaSmTiOxide) comme matériau du résonateur diélectrique. Ce choix a été fait pour contourner rapidement les difficultés rencontrées pour l'élaboration du RD à base d'oxyde métallique. Le BaSmTiOxide, très répandu dans l'industrie et commercialisé par la société TEMEX-CERAMICS, est obtenu par frittage classique avec des caractéristiques diélectriques bien contrôlées. Ainsi la permittivité diélectrique de cette céramique industrielle est similaire à celle de  $\text{TiO}_2$  (78,6 au lieu de 80 pour un  $\text{TiO}_2$  rutile). D'autre part, ses pertes diélectriques sont aussi faibles ( $6,25 \cdot 10^{-4}$ ).

Compte tenu de sa bonne maîtrise et de sa disponibilité, nous l'avons utilisé pour valider le design du filtre à base des modes de galeries (WGM) conçu en simulation HFSS<sup>TM</sup>. Les propriétés de la céramique BaSMTiOxide sont présentées dans le tableau ci-dessous.

**Tableau 12.** Caractéristiques du BaSmTiOxide

| Caractéristiques du matériau                       | valeurs  |
|--|--|
| Composition chimique                               | BaSmTiOxide                                      |
| Nom industriel                                     | E5080  |
| Constante diélectrique ( $\epsilon_r$ )            | 78,6±2   |
| Facteur de qualité Q                               | 1600@5GHz  |
| Pertes diélectriques ( $\text{tg } \delta = 1/Q$ ) | 0,625 .10 <sup>-3</sup>                          |
| Conductivité thermique à 25 °C                     | 2,9 W m <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup>            |
| Coefficient de non linéarité                       | 30.10 <sup>-9</sup>                              |
| Résistance d'isolement à 25 °C                     | 10 <sup>14</sup> Ω m <sup>-1</sup>               |
| Densité  | 5,6  |
| Porosité (Absorption d'eau (%))                    | < 0,01   |
| Coefficient de dilatation thermique à 25 °C        | $\tau_f = 8.\text{ppm} / ^\circ\text{C}$         |
| Coefficient de stabilité en température            | $\tau_\epsilon = 9 \text{ ppm} / ^\circ\text{C}$ |

En sachant que la stabilité en température se calcule ainsi:

$$\text{Pour la fréquence : } \tau_f = 1/f * \partial f / \partial T \quad (4)$$

$$\text{Pour la permittivité : } \tau_\epsilon = 1/\epsilon_r * \partial \epsilon_r / \partial T \quad (5)$$

$$\text{Sachant qu'il existe une relation entre ces 2 coefficients : } 1/2\tau_\epsilon + \tau_f + \alpha_1 = 0 \quad (6)$$

Par ailleurs, nous rappelons ici la relation entre la permittivité  $\epsilon_r$  du matériau, la fréquence de travail et le diamètre du RD :

$$\tau_f = \frac{1}{f(T_1)} * \frac{f(T_2) - f(T_1)}{T_2 - T_1}$$

$$\sqrt{\epsilon_r} * f * D = C \quad (7)$$

Avec  $\tau_f$  et  $\tau_\epsilon$  : coefficients de température de la fréquence et de la permittivité.

$\alpha_l$  : coefficient de dilatation du matériau

D : Diamètre du RD

f : fréquence de résonance du RD

C : vitesse de la lumière.

### b) Fabrication de la cale

Nous avons choisi l'alumine ( $Al_2O_3$ ) comme matériau de support du RD sur les lignes coplanaires. Ce dernier, se distingue des autres céramiques par des propriétés offrant un bon compromis mécanique, thermique et isolation électrique :

1. bonne résistance mécanique en compression
2. bonne dureté et résistance à l'usure
3. bonne résistance à la corrosion (flux liquides et gazeux)
4. bonne stabilité dimensionnelle à hautes et basses températures
5. excellentes propriétés diélectriques aux hyperfréquences
6. constante diélectrique et tangente d'angle de pertes peu élevées

**Tableau 13.** Caractéristiques d' $Al_2O_3$

| Caractéristiques du matériau                         | valeurs                                   |
|--|---|
| Composition chimique                                 | $Al_2O_3$                                 |
| Nom industriel                                       | Alumine (99,5%)                           |
| Constante diélectrique ( r )                         | 9,58 à 10MHz                              |
| Pertes diélectriques ( $tg \delta = 1/Q$ )           | 0,00003 @ 10MHz                           |
| Conductivité thermique à 25°C                        | 29,3 W m <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup>    |
| Résistivité volumique                                | > 10 <sup>14</sup> Ω cm                   |
| Densité  | 3,86 g/cm <sup>3</sup>                    |
| Porosité (Absorption d'eau (%))                      | < 0,0001                                  |
| Coefficient de dilatation thermique (25 °C à 1000°C) | $\alpha_l = 9,4 \cdot 10^{-6} / ^\circ C$ |
| Résistance à la flexion                              | 310 MPa                                   |
| Résistance à la compression                          | > 2070 MPa                                |
| Module de Young                                      | > 370 GPa                                 |



Cette cale à base d'alumine avec les dimensions souhaitées, est également fournie par TEMEX. Le tableau ci-dessus récapitule les caractéristiques diélectriques de cette cale.

### 3.3.2.5 Elaboration d'une couche sensible sur le RD

#### a) Dépôt de couche mince par PVD

Un dépôt d'une couche sensible en  $\text{TiO}_2$  a été réalisé en collaboration avec le CIRIMAT dans le cadre du projet RF GAS SENSOR. Leur technique de dépôt est la Pulvérisation cathodique (PVD : en anglais : Physical Vapor Deposition) [64]. Par cette démarche, l'objectif fixé est de vérifier la sensibilité du capteur avec une couche mince en  $\text{TiO}_2$  déposée sur le RD (BaSmTiOxide) à la présence d'un gaz.

Le dépôt de couches minces de quelques dizaines de nanomètres à quelques micromètres par pulvérisation cathodique était réservé il y a quelque temps aux domaines spatial et aéronautique [65]. La pulvérisation cathodique est une méthode de dépôt de couche mince qui autorise la synthèse de plusieurs matériaux à partir de la condensation d'une vapeur métallique issue d'une source solide (cible) sur un substrat. La pulvérisation RF fonctionne bien pour produire des films d'un oxyde très isolants. Grâce à cette technique bien maîtrisée par le CIRIMAT, nous avons réussi à déposer une couche mince en  $\text{TiO}_2$  de 300nm sur les résonateurs fournis par TEMEX (figure 28).

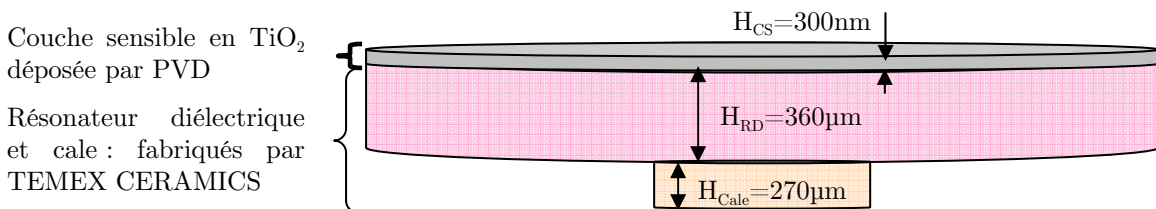


Figure 28. Dépôt de couche mince en  $\text{TiO}_2$  par la pulvérisation cathodique radiofréquence.

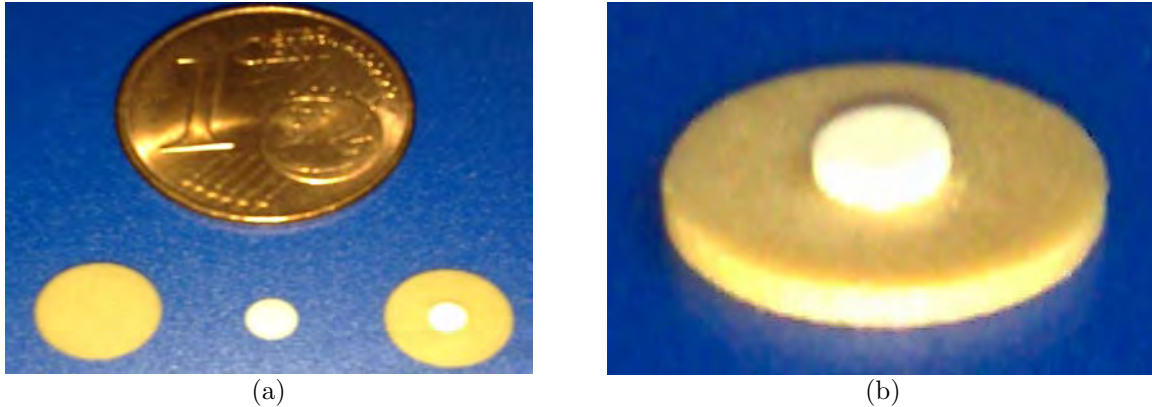
## 3.4 Assemblage du capteur

L'assemblage du capteur est la dernière étape de fabrication. Comme nous l'avons vu dans les sections précédentes, nous n'avons pu assembler que les RD réalisés avec les lignes coplanaires micro-usinées. Par conséquent, les RD fabriqués par TEMEX à base de BaSmTiOxide avec ou sans dépôt de couche nanométrique en  $\text{TiO}_2$  (300nm).

### 3.4.1 Assemblage du RD avec la cale

L'assemblage du RD avec la cale est réalisé par collage en utilisant la colle ESP109 [1]. Cette dernière est connue pour ses bonnes caractéristiques électriques et thermiques. Ainsi, la

société TEMEX-CERAMICS utilise leur propre méthode pour minimiser l'épaisseur de cette colle qui est de l'ordre de  $2\mu\text{m}$ . nous ne pouvons pas donner plus de détails sur cette technique puisque l'industriel la considère comme confidentielle. La figure 29, montre les photos des pièces fabriquées.

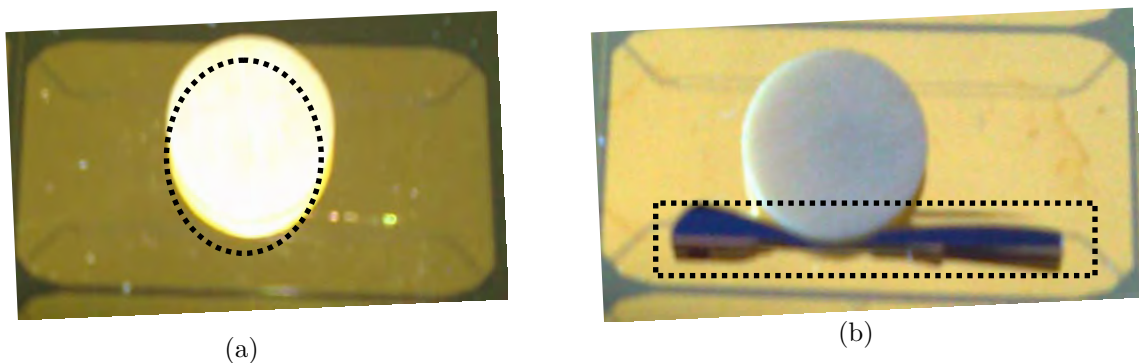


**Figure 29.** Photos des pièces fabriquées par TEMEX-CERAMICS  
 (a) de gauche à droite : le RD à base de  $\text{BaSmTiOxide}$  et la cale en alumine  
 (b) l'ensemble du RD et la cale après collage.

### 3.4.2 Assemblage du RD sur les lignes coplanaires

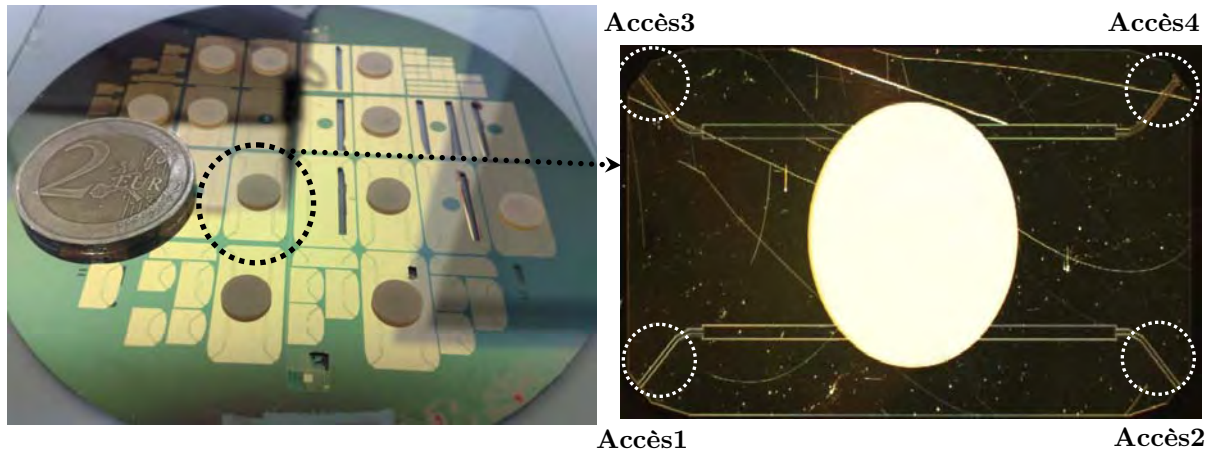
L'assemblage du résonateur diélectrique avec cale et les lignes coplanaires est réalisé grâce à la technique flip-chip. Nous avons utilisé une colle isolante : Adhésif cyanoacrylate pour fixer le RD sur les CPW.

Malheureusement, nous avons rencontré plusieurs problèmes lors du report du RD sur les CPW. L'équipement de flip-chip du LAAS, utilise des supports non adaptés à nos composants et ne permet pas de bien positionner la cale (et donc le RD) au milieu des deux lignes coplanaires (voir figure 30 (a)). D'autre part, la quantité de colle déposée n'est pas bien contrôlée puisque c'est un dépôt manuel. Autrement dit, l'épaisseur de colle n'est pas maîtrisée. Enfin, cette technique fragilise les membranes des lignes coplanaires à cause du support de la machine flip-chip qui les maintient (voir figure 30 (b)).



**Figure 30.** Photos des 1<sup>ers</sup> composants assemblés. (a) Le RD est mal positionné, problème de symétrie et (b) La membrane est fissurée après report de la cale avec RD.

Malgré les problèmes rencontrés lors de l'assemblage, nous avons réussi à réaliser quelques prototypes sans abimer les lignes coplanaires. La figure ci-dessous montre les premiers prototypes réalisés avec succès.



*Figure 31. Photos des premiers capteurs de gaz à transduction électromagnétique*

### 3.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons abordé les différentes étapes technologiques suivies au LAAS pour la fabrication des lignes coplanaires micro usinées. La réalisation de ces lignes a été validée.

Ensuite, pour élaborer les résonateurs diélectriques à base de  $\text{TiO}_2$ , nous avons fait une stratégie scientifique sur les techniques existantes pour la fabrication de ces derniers. Nous avons commencé par une étude bibliographique approfondie et récente dans le domaine d'élaboration des matériaux destinés pour le domaine des microondes afin d'extraire le maximum d'informations sur les propriétés diélectriques et physico-chimiques de la poudre de  $\text{TiO}_2$ . Puis, nous avons présenté les techniques les plus utilisées pour l'élaboration de RD.

Dans un premier temps, nous avons essayé de réaliser des RD à base de  $\text{TiO}_2$  par la stéréolithographie. Néanmoins, aucun prototype n'a pu être réalisé à cause des difficultés rencontrées lors de la fixation des conditions de frittage du  $\text{TiO}_2$ .

En second, nous avons sélectionné une méthode originale : SPS qui nous permet de réaliser des pastilles diélectriques à base de  $\text{TiO}_2$  fonctionnelles à la fois dans le domaine des hyperfréquences et pour la détection de gaz. En collaboration avec la plate forme Nationale de frittage flash, le CIRIMAT et le CEMES, nous avons élaboré des échantillons à base de  $\text{TiO}_2$  et avec les porosités souhaitées. Ainsi, nous avons complété notre étude par une caractérisation de ces échantillons par deux méthodes : DRX et MEB. Les résultats sont encourageants. Néanmoins, compte tenu du processus de fabrication et de la difficulté de récupérer des échantillons aux dimensions souhaitées, il s'avère que cette méthode

d'élaboration nécessite encore du temps afin de maîtriser tout ses paramètres. Cette méthode reste malgré tout une piste prioritaire pour élaborer les résonateurs souhaités à base de  $\text{TiO}_2$  en contrôlant la porosité du matériau, paramètre essentiel pour faciliter l'interaction gaz et RD du capteur. Nous avons donc voulu rapidement valider le concept en utilisant un RD à base d'une céramique industrielle: BaSmTiOxide qui a les mêmes propriétés diélectriques que celles du  $\text{TiO}_2$ . La société TEMEX-CERAMICS nous a fabriqué ces RD associés à une cale d'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) aux dimensions souhaitées.

Enfin, le CIRIMAT a déposé une couche mince de  $\text{TiO}_2$  par la méthode PVD sur quelques RD à base de BaSmTiOxide. Par cette démarche, nous avons voulu connaître et quantifier l'impact de cette couche sensible aux gaz sur la réponse en transmission du capteur.

Afin d'avoir un capteur complet, nous avons assemblé le RD avec cale sur les lignes coplanaires micro-usinées par la technique flip-chip. Néanmoins, cette technique d'assemblage utilisée pour le report du RD sur les CPW a montré des limitations pour notre dispositif en termes de positionnement, fragilisation et dissymétrie sur un grand nombre de composants.

Malgré tous ces inconvénients, nous avons réussi à réaliser des capteurs plus au moins symétriques et sans fragilisation des lignes coplanaires micro-usinées. Leurs caractérisations seront présentées dans le chapitre qui suit.

### 3.6 Références

- [3.1] TEMEX CERAMICS website [Online] Available, Dielectric resonators <http://www.temex-ceramics.com>.
- [3.2] CIRIMAT: Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux : <http://www.cirimat.cnrs.fr/>
- [3.3] M Saàdaoui « Optimisation des circuits passifs micro-ondes suspendus sur membrane diélectrique ». Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier de TOULOUSE, 2005.
- [3.4] Bertrand Guillon. « Conception et réalisation de circuits millimétriques micro-usinés sur silicium : Application a la réalisation d'un oscillateur à résonateur diélectrique en bande Ka ». Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier de Toulouse, 1999.
- [3.5] Eric Saint Etienne. « Nouvelle filière technologique de circuits micro-ondes coplanaires à faibles pertes et à faible dispersion sur membrane composite d'oxyde et de nitrure de silicium ». Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier de Toulouse, Novembre 1998.
- [3.6] L.Jalabert « Ingénierie de grille pour application à la microélectronique MOS submicronique ». Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier de Toulouse, 2001.
- [3.7] N.I. Dib, W.P. Harokopus, L.P.B. Katehi, C.C. Ling, G.M.Rebeiz. "Study of a Novel Planar Transmission Line". Presented in the 1991 IEEE MTT-S International Symposium, Boston, MA, June 1991.
- [3.8] R.F. Drayton, L.P.B. Katehi. "Development of Self-Packaged High-Frequency Circuits Using Micromachining". IEEE MTT, Vol.43, No.9, pp.2073-2080, 1995.
- [3.9] S.V. Robertson, L.P.B. Katehi, G.M. Rebeiz. "Micromachined W-Band Filter". IEEE MTT, Vol.44, No.4, pp. 598-606, April 1996.
- [3.10] C.Y. Chi, G.M. Rebeiz. "Planar microwave and millimeter-wave lumped elements and coupled-line filters using micro-machining techniques". IEEE MTT, Vol.43, No.4, pp. 730-8, April 1995.
- [3.11] T.M. Weller, L.P.B. Katehi, G.M. Rebeiz. "A 250-GHz micro shield band pass filter". IEEE Microwave and Guided Letters, Vol.5, No.5, pp. 153-155, May 1995.
- [3.12] P.Blondy, A. Brown, D. Cross, G.M. Rebeiz. "Low-loss micromachined filters for millimeter wave communications systems". IEEE MTT, Vol.46, pp. 2283-2288, 1998.
- [3.13] A. Bosseboeuf, S. Petitgrand. Application of interference microscopy techniques in the MEMS field. Microsystem Engineering: Metrology and Inspection III, Proc. SPIE 5145, pp.1-16 (2003).
- [3.14] Feridun Ay. "Silicon oxynitride layers for applications in optical waveguides" Master de l'institut d'ingénierie et de sciences- Université de Bilkent, Septembre 2000
- [3.15] L.M. Mack, A. Reisman. "Stress measurements of thermally grown thin oxides on (100) Si substrates". Journal of Electrochemical Society, Vol.136, No.11, 1989
- [3.16] P.Temple-Boyer, L.Bouscayrol, P.Fadel, B.Rousset. "Étude des matériaux LPCVD issus de la filière silicium". Rapport interne LAAS, No. 04006, Janvier 2004
- [3.17] B.Rousset, L.Furgal, P.Temple-Boyer. "Development of SiNx LPCVD processes for microtechnological applications". Journal de Physique IV, Vol.11, No.Pr3, pp.937- 944, Août 2001

- [3.18] A.G. Noskov, E.B. Gorokhov. "Correlation between stress and structure in chemically vapour deposited silicon nitride films". Thin Solid Films, Vol.162, pp.129-143, 1988
- [3.19] Alternative dielectrics to silicon dioxide for memory and logic devices(Angus I.Kingon, Jon-PaulMaria, S.K.Streiffer) Nature Vol 406 31 August 2000
- [3.20] S. Habermehl. "Stress relaxation in Si-rich silicon nitride thin films". Journal of Applied Physics, Vol.83, No.9, pp.4672-4677, 1998
- [3.21] Kouakou Léonce Kouassi. « Faisabilité de films isolants de nitrure de silicium par technique de dépôt en phase vapeur à basse température : Comparaison des filières gazeuses Dichlorosilane-Ammoniac et Disilane-Ammoniac ». Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier de Toulouse, Novembre 1992
- [3.22] K.F.Roenigk, K.F.Jensen. "Low Pressure CVD of silicon nitride". Journal of electrochemical society, Vol.134, No.7, pp.1777-1785
- [3.23] K.D. Mackenzie, B. Reelfs, M.W. DeVre, R. Westerman, D.J. Johnson. "Characterization and Optimization of Low Stress PECVD silicon nitride for Production GaAs Manufacturing", Unaxis USA, Inc
- [3.24] J. Thurn, R. F. Cook. "Stress hysteresis during thermal cycling of pecvd silicon oxide films". Journal of Applied Physics, Vol.91 (4), pp.1988-1992, 15 February 2002
- [3.25] Laurant Rabbia. "Nouvelle filière technologique pour micro-commutateurs parallèles capacitifs micro-ondes sur membrane diélectrique". Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier de Toulouse, Juillet 2005
- [3.26] N.FABRE, V.CONEDERA, Techniques de base de micro-fabrication des microsystèmes : Lithographie. Rapport LAAS N°00482, Novembre 2000, 62p
- [3.27] N.FABRE, V.CONEDERA :Les techniques de photolithographie, Rapport LAAS No04012 ;Techniques de fabrication des microsystèmes 1. Structures et microsystèmes électromécaniques en couches minces, Traité EGEM Electronique, Génie électrique, Microsystèmes, Hermes Science, N°ISBN 2-7462-0817-2, 2004, Chapitre 2, pp.39-67
- [3.28] Belharet, D.; Dubreuil, P.; Colin, D.; Mazenq, L.; Granier, H.; Temporary adhesives for wafer bonding: Deep reactive ion etching application [Microelectronics and Packaging Conference, 2009. EMPC 2009. European](#) Publication Year: 2009 , Page(s): 1 - 7
- [3.29] P.DUBREUIL, M.BRUNET, H.E.DKOTB MAHFOZ, G.TOULON, H.GRANIER. « La gravure profonde du silicium de réseaux de tranchées denses à fort facteur de forme » Rapport LAAS N°07625, Novembre 2007, 26p.
- [3.30] K.E. Bean, "Anisotropic etching of silicon",IEEE Transactions on Electron Devices, Vol.25, Issue: 10, pp. 1185- 1193, Oct 1978
- [3.31] Mailadil. Sebastian, « Dielectric Materials for Wireless communication » ELSEVIER Hardbound, 688 pages -2008.
- [3.32] Mailadil. Sebastian, « Technique de l'ingénieur» ELSEVIER Hardbound, 688 pages -2008.
- [3.33] C.Guerret "Effets de la génération, de l'injection et du piégeage des charges électriques sur les propriétés des isolants"; HDR; Ecole centrale de Lyon ; Mars 2005.



- [3.34] N. Klein, C. Zuccaro, U. Dahne, H. Schulz, N. Tellmann, R. Kutzer, A. G. Zaitsev, and R. Wordenweber; "Dielectric properties of rutile and its use in high temperature superconducting resonators"; *J. Appl. Phys.*; 78(1995)6683–6686.
- [3.35] M. E. Tobar, et al.; "Anisotropic complex permittivity measurements of monocrystalline rutile between 10 and 300 K"; *J. Appl. Phys.* 83(1998)1604-1609.
- [3.36] M. F. Yan and W.W. Rhodes; "Low temperature sintering of TiO<sub>2</sub>"; *Mater. Sci. Eng.* 61(1983)59–66.
- [3.37] S. B. Cohen; "Microwave band pass filters containing high Q dielectric resonators"; *IEEE Microwave Theory and Techniques MTT- 16*(1968)218-227.
- [3.38] C. Egerton and J. Thomson; "Titanium dioxide ceramic composition and hot-pressing method for producing same"; *United States Patent*; 1971.
- [3.39] Z. Wing et al.; "Permittivity of porous titanate dielectrics"; *J. Am. Ceram. Soc.* 89(2006)3696–3700.
- [3.40] A. Templeton, X. Wang, S. J. Webb, L. F. Cohen, and N. Mc N. Alford; "Microwave Dielectric Loss of Titanium Oxide"; *J. Am. Ceram. Soc.* 83(2000)95-148.
- [3.41] F. A. Grant; "Properties of rutile (Titanium Dioxide)"; *Rev. Mod. Phys.* 31(1959)646-674.
- [3.42] R.C. Pullar et al.; "Dielectric loss caused by oxygen vacancies in titania ceramics"; *J. Eur. Ceramic Society* 29 (2009)419-424.
- [3.43] D.-W. Kim et al.; "Mixture behaviour and microwave dielectric properties in the low fired TiO<sub>2</sub>-CuO system"; *J. Appl. Phys.* 39(2000)2696–2700.
- [3.44] D.W. Kim et al.; "Low firing of CuO doped anatase"; *Mater. Res. Bull.*; 34(1997)771-781.
- [3.45] S.-H. Yoon et al.; "Phase analysis and microwave dielectric properties of LTCC TiO<sub>2</sub> with glass system"; *J. Eur. Ceram. Soc.* 23(2003)2549–2552.
- [3.46] C. L. Lo et al.; "Low temperature sintering and microwave dielectric properties of anorthite based glass ceramics". *J. Am. Ceram. Soc.* 85(2002)2230–2235.
- [3.47] site Web Sigma Aldrich: <http://www.sigmaaldrich.com>
- [3.48] J.-P. Eberhart « Analyse structurale et chimique des matériaux » édition Dunod (Paris), 1997
- [3.49] J.-L. Martin et A. George « Caractérisation expérimentale des matériaux - II vol. 3 de Traité des matériaux » éd. Presses Polytechniques et Universitaires Romandes (Lausanne), 1998
- [3.50] site web : <http://deuns.chez.com/sciences/drx/drx.html>
- [3.51] Fiche technique du laboratoire CEMES: [http://www.cemes.fr/r1\\_lab/equip.htm](http://www.cemes.fr/r1_lab/equip.htm)
- [3.52] S-4800 HITACHI: <http://www.elexience.fr/MEB-microscope-electronique-a-balayage-effet-dechamps-Physique-Elexience.htm>
- [3.53] Logiciel Image J: <http://rsbweb.nih.gov/ij/>
- [3.54] CTTC : centre de transfert de technologies céramiques ; site web : <http://www.cttc.fr/>
- [3.55] Serge MONNERET « Micro-stéréolithographie de pièces céramiques complexes » ; *Techniques de l'ingénieur* ; RE-13.

- [3.56] N. Delhote,; D. Baillargeat; S. Verdeyme,; C. Delage,; C. Chaput, “Innovative Shielded High Q Dielectric Resonator Made of Alumina by Layer-by-Layer Stereolithography,” IEEE Microwave and Wireless components letters, Vol. 17, No. 6, 2007.
- [3.57] Nicolas Delhote, “Composants céramiques 3D par procédé de stéréolithographie : solutions de filtrage hyperfréquence innovantes”, Thèse de doctorat de l’Université de Limoges ; 2007.
- [3.58] CEMES
- [3.59] Synthèse de TiO<sub>2</sub> amorphe
- [3.60] J.H. Noh et .al; “Microwave dielectric properties of nanocrystalline TiO<sub>2</sub> prepared using Spark Plasma Sintering”; J.Eu.Ceramic Society 27 (2007)2937-294
- [3.61] PNF2: Plate forme Nationale de Frittage Flash: <http://pnf2.dr14.cnrs.fr/>
- [3.62] A. Weibel a,\* , R. Bouchet a, P. Bouvier b, P. Knauth a; “Hot compaction of nanocrystalline TiO<sub>2</sub> (anatase) ceramics. Mechanisms of densification: Grain size and doping effects” Acta Materialia 54 (2006) 3575–3583
- [3.63] A. Weibel, R. Bouchet, R. Denoyel, P. Knauth “Hot pressing of nanocrystalline TiO<sub>2</sub> (anatase) ceramics with controlled microstructure” Journal of the European Ceramic Society 27 (2007) 2641–2646



## *CHAPITRE 4.*

Validation expérimentale et analyse  
de la tenue en gaz par  
hyperfréquences-Application à la  
détection de gaz sans fil.



## 4.1 Caractérisations hyperfréquences

Le procédé technologique, détaillé dans le chapitre précédent, a permis de réaliser des capteurs avec une certaine variabilité géométrique liée essentiellement aux écarts d'assemblage précités.

Dans ce chapitre, nous allons décrire le banc de test pour la caractérisation de ces cellules de mesure, avant de commenter les résultats expérimentaux obtenus par rapport à la simulation.

Enfin, nous consacrerons un dernier paragraphe à la communication à distance entre le capteur et le RADAR développé au LAAS.

### 4.1.1 Banc de test RF et la technique de mesure [1-10]

Afin de mesurer rapidement des composants et/ou circuits sortant de salle blanche, des stations de test sous pointes sont utilisées. Elles permettent de réaliser directement les contacts électriques sur des plaquettes de silicium ou d'autres substrats. Dans notre cas, des pointes spécifiques Radiofréquences (RF) à 3 pointes (masse/signal/masse) sont utilisées.

Sur la figure 1, nous pouvons distinguer le banc de mesure hyperfréquence utilisé pour la caractérisation sur plaquette de nos nouveaux capteurs.

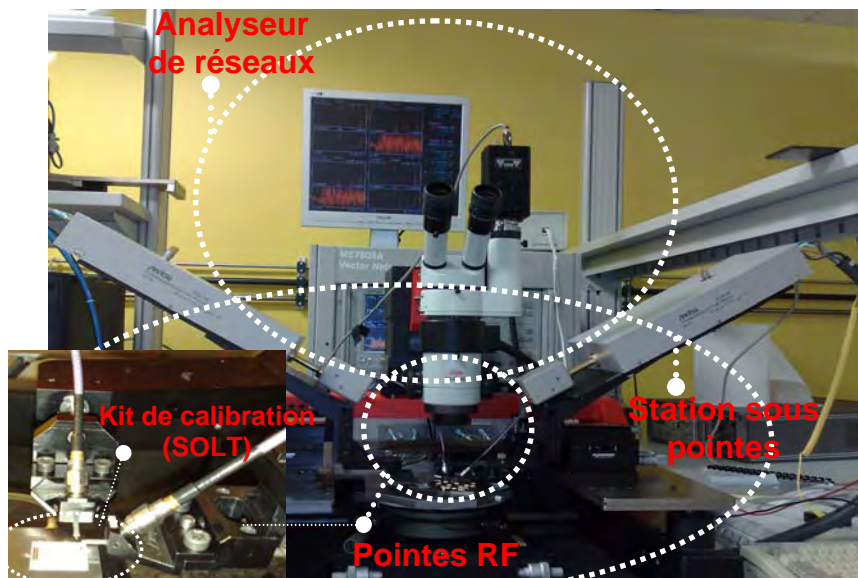


Figure 1. Ensemble de la manipulation sous pointes

Cette caractérisation consiste à mesurer les paramètres S des composants entre deux accès. La mesure de ces paramètres est effectuée à l'aide de l'analyseur de réseau vectoriel Anritsu 37397C et d'une station sous pointes coplanaires Karl Suss, dans une gamme de fréquences allant de 40 MHz à 67GHz. Ces mesures sont effectuées sous air à température ambiante

(atmosphère non contrôlée). Dans un premier temps, l'objectif est de valider le comportement électromagnétique de notre dispositif avec son fonctionnement en modes de galerie. Dans la partie suivante, nous allons brièvement évoquer les différents appareils utilisés lors de ces mesures de paramètres S.

#### 4.1.1.1 Pointes RF

Les pointes RF font un contact entre le dispositif sous test (DUT : device under test en anglais) et l'ensemble de la manipulation. Ce sont des structures coplanaires, c'est-à-dire qu'elles sont constituées d'un support de transmission, d'une source entourée de deux masses (structures Masse / Source / Masse). Elles sont choisies en fonction de leur fréquence d'utilisation, du matériau de substrat avec lequel il est en contact avec ce DUT, et du pas entre les pointes (distance entre chacune d'entre elles) de l'ordre de 100 $\mu$ m dans notre cas. Les pointes utilisées sont des PICOPROBE pouvant fonctionner jusqu'à 67 GHz.

#### 4.1.1.2 Analyseur de réseaux Vectoriels

L'analyseur de réseaux vectoriel (VNA en anglais : Vector Network Analyzer) (Anritsu 37397C) est un appareil indispensable pour la caractérisation RF. Il détecte et mesure les ondes incidentes et réfléchies provenant des deux ports qui le relie avec le dispositif sous test (DUT). Par la suite, il traite les données dans le but de calculer les différents paramètres S, en module et phase, du dispositif à travers les rapports entre chacune de ces ondes. Cependant, ces mesures peuvent être entachées d'erreurs (bruit interne des composants par exemple) ou liées à une dérive (température par exemple). Pour minimiser ces erreurs et essayer de les corriger, un calibrage est indispensable. Ce calibrage doit être le plus précis possible. C'est une phase primordiale qui doit être souvent répétée afin d'obtenir des mesures de qualité et être capable d'extraire les véritables performances.

#### 4.1.1.3 Calibrage SOLT (Short/Open/Load/Thru)

Afin de s'affranchir des pertes ramenées par les câbles de connections, un calibrage SOLT (Short, Open, Load, Thru) est réalisé avant chaque mesure [38].

Ce calibrage permet d'effectuer des mesures à la fois en réflexion et en transmission (de type « 2 ports »). Ainsi, tous les standards peuvent être connus et spécifiés, c'est un calibrage « plus complet ». Il est composé de :

- Un court circuit (SHORT),
- Un circuit ouvert (OPEN),
- Une charge de précision 50 $\Omega$  (LOAD),

- une ligne de longueur connue très faible (THRU).

## 4.2 Résultats de mesures des premiers prototypes

Les mesures ont été faites sur l'analyseur de réseaux (ANRITSU 70 GHz) à l'aide de 4 pointes RF: deux Picoprobe 67-GSG-100 pour mesurer les paramètres S entre l'accès 1 et 3 du composant, les deux autres pointes RF ont été chargées par des impédances de  $50 \Omega$  entre l'accès 2 et 4 du composant (Cf. Chap. III. Fig.31). Les résultats de mesure du coefficient de couplage S13 pour un prototype sont donnés sur la figure 2. Nous avons reporté les résultats expérimentaux ainsi que ceux de simulation.

Nous remarquons que le gabarit du composant mesuré est très proche de celui obtenu en simulation. Plusieurs modes de galeries ont été détectés dans une large gamme de fréquences millimétriques [25, 40GHz]. Nous avons bien entendu vérifié que chaque pic de résonance expérimental (à un décalage près) correspondait à un pic du même mode de galerie obtenu en simulation. L'explication des modes de galerie qui n'apparaissent pas sur la courbe expérimentale (sachant qu'ils ont été identifiés en simulation) est donnée par la différence qui existe entre le pas de mesure expérimentale (12MHz) et celui de simulation (5MHz).

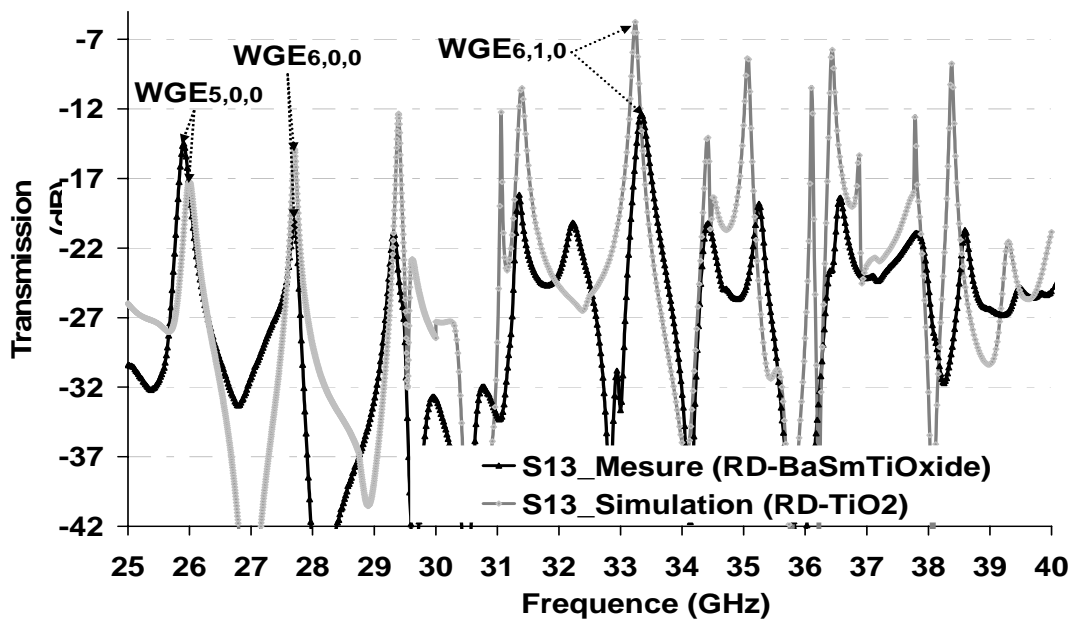


Figure 2. Mesure du coefficient de couplage S13 du 1er prototype fabriqué.

A titre d'exemple, nous avons analysé la fréquence de résonance 33,35 GHz qui correspond au mode  $WGE_{6,1,0}$ . Si on compare ce pic de résonance (33,35 GHz) mesuré à celui obtenu en simulation, on remarque tout d'abord que nous avons davantage de pertes (-12,49 dB par rapport à -5,70dB). Ces pertes sont essentiellement dues aux pertes diélectriques présentes dans les matériaux utilisés ainsi qu'à un contact réel entre les pointes RF et les lignes CPW.

Outre ces pertes, nous avons pu observer une bonne adéquation entre la simulation et l'expérience, en terme de comportement fréquentiel. Nous avons également relevé un léger décalage entre la fréquence mesurée (33,35 GHz) et celle simulée (33,24 GHz) de l'ordre de 110MHz soit de 0,03%. L'interprétation possible pour ce petit décalage en fréquence, provient d'une part d'un décalage de permittivité diélectrique du RD (qui est de 78 au lieu de celle simulée :  $\epsilon_r=80$  pour le  $\text{TiO}_2$ ) et d'autre part d'un décalage sur la hauteur du RD lié à l'épaisseur de la colle utilisée pour le report du RD sur les CPW, et enfin par les phénomènes de dissymétrie d'assemblage. Cette dernière explication est très probable, puisque nous avons observé en simulation (chapitre II), que la variation dans l'épaisseur de la cale engendre un léger décalage (10MHz/ $\mu\text{m}$ ) sur le coefficient de couplage (S13) en fonction de la fréquence. En revanche, l'allure de la courbe aux modes de galerie  $\text{WGE}_{5,0,0}$  et  $\text{WGE}_{7,0,0}$  mesurés est plus proche de celle simulée. Ainsi, nous nous sommes intéressés à la mesure du coefficient de couplage (S13) pour trois capteurs issus d'un même lot (même plaque). Nous avons remarqué que leurs gabarits différaient. Les figures ci-dessous montre l'allure des pics de transmission observés à la fréquence de résonance du mode  $\text{WGE}_{5,0,0}$  et celle du mode  $\text{WGE}_{7,0,0}$

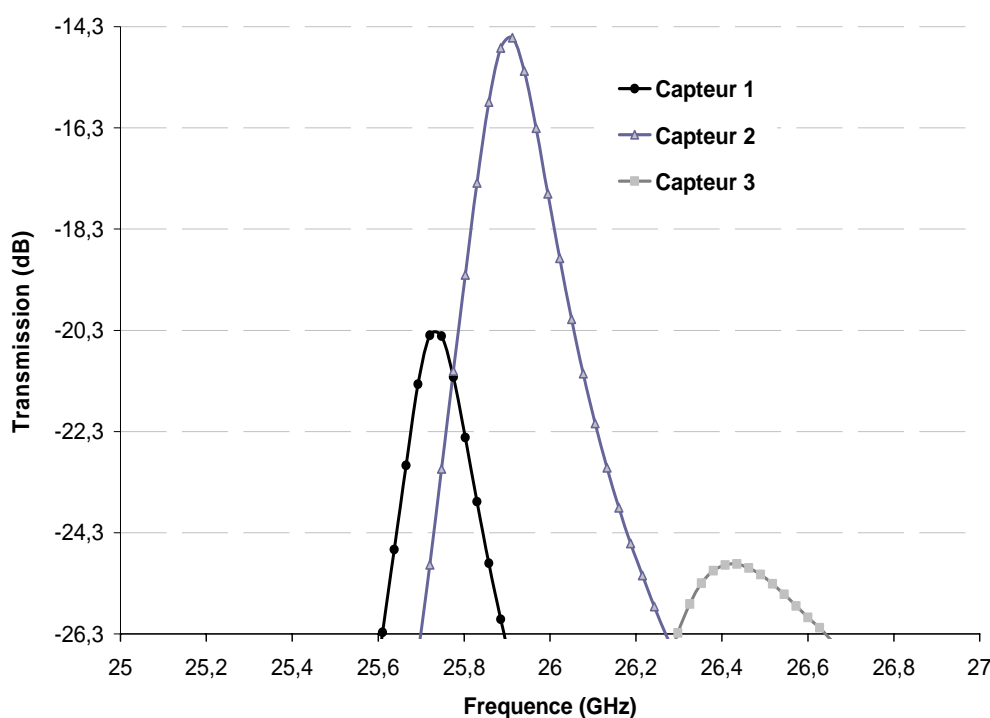
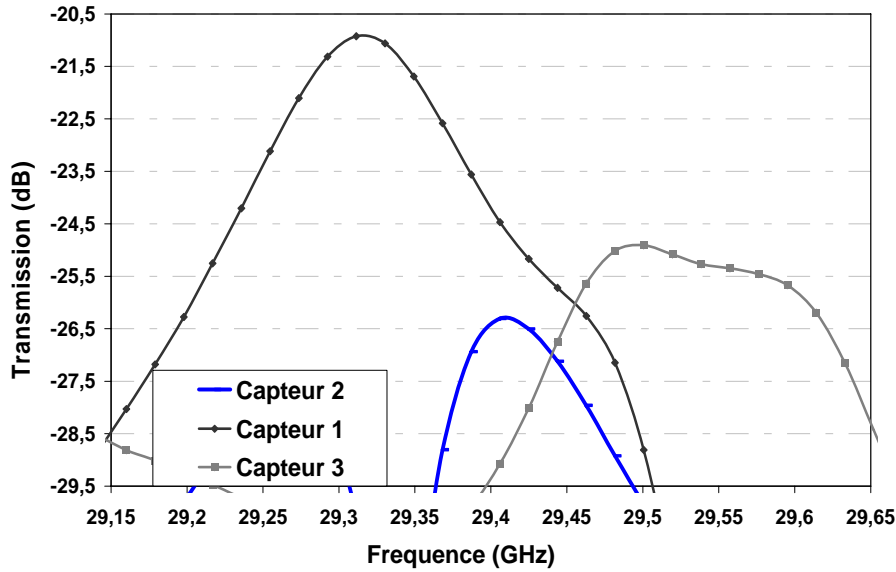


Figure 3. Coefficients de transmission mesurés pour 3 capteurs identiques (leurs RD et CPW partagent les mêmes dimensions) au mode  $\text{WGE}_{5,0,0}$ .



**Figure 4.** Coefficients de transmission mesurés pour 3 capteurs identiques (leurs RD et CPW partagent les mêmes dimensions) au mode  $WGE_{7,0,0}$ .

Comme cela est illustré sur la figure 3, les différences en transmission entre le capteur 2 et 3 peuvent atteindre 10 dB. D'autre part, nous avons observé un décalage en fréquence entre le capteur 1 et le capteur 3 de l'ordre de 680 MHz (2,5%). Nous avons les mêmes constatations pour le mode  $WGE_{7,0,0}$  présenté en figure 4 : des différences dans le coefficient de transmission et des décalages en fréquences entre les composants mesurés.

Nous rappelons que les dispersions entre ces trois capteurs identiques, peuvent s'expliquer par la technique utilisée pour l'assemblage. En effet, nous avons mentionné les problèmes de dissymétrie des résonateurs diélectriques et la mauvaise maîtrise du dépôt de colle.

Malgré cela, les mesures effectuées nous permettent de valider les résultats obtenus en simulation par HFSS<sup>TM</sup> grâce à l'adéquation à 2,5% près des pics de résonance. Le fonctionnement par excitation d'un mode de galerie a également été parfaitement validé. De plus, la géométrie et le gabarit du filtre (capteur) sont de fait validés.

En revanche, il nous manque la validation par mesure de la partie détection de gaz déjà démontrée dans le deuxième chapitre par simulation.

### 4.3 Caractérisation hyperfréquence du capteur de gaz avec film nanométrique

Dans le cadre du projet RF GAS SENSOR et en collaboration avec le CIRIMAT [11], un dépôt d'une couche sensible en  $TiO_2$  a été réalisé. Notre objectif par cette démarche, est de vérifier la sensibilité du capteur de gaz avec une couche mince en  $TiO_2$  en présence d'un gaz.

Les mesures ont été faites sur l'analyseur de réseaux (ANRITSU 70 GHz) pour mesurer les paramètres S entre l'accès 1 et 3 du nouveau composant avec le film de 300nm en  $\text{TiO}_2$ . Les résultats de mesure du coefficient de couplage S13 pour ce prototype sont donnés sur la figure 6. Ainsi, sur cette figure, nous avons superposé une autre courbe de transmission du premier composant caractérisé (présenté dans le chapitre précédent). Par conséquent, nous pouvons comparer le coefficient de transmission pour le capteur avec RD seul et avec RD recouvert d'une couche mince de  $\text{TiO}_2$ .

Nous constatons que le gabarit du nouveau composant mesuré est proche de celui obtenu pour un composant sans couche sensible rajoutée. Néanmoins, cette comparaison reste acceptable dans cet intervalle de fréquence : [25, 30GHz]. Par exemple, à la fréquence de résonance 29,39 GHz ( $\text{WGE}_{7,0,0}$ ) on a le minimum de pertes d'insertion :-23 dB pour le RD avec couche rajoutée. Si on compare ce pic de résonance à celui obtenu pour un RD sans couche (voir figure ci-dessus), on remarque qu'ils sont presque identiques. En revanche, le coefficient de transmission au niveau de deux modes de galerie  $\text{WGE}_{5,0,0}$  et  $\text{WGE}_{6,0,0}$  pour le RD avec film mince, a beaucoup chuté par rapport à celui mesuré dans le prototype sans dépôt de couche.

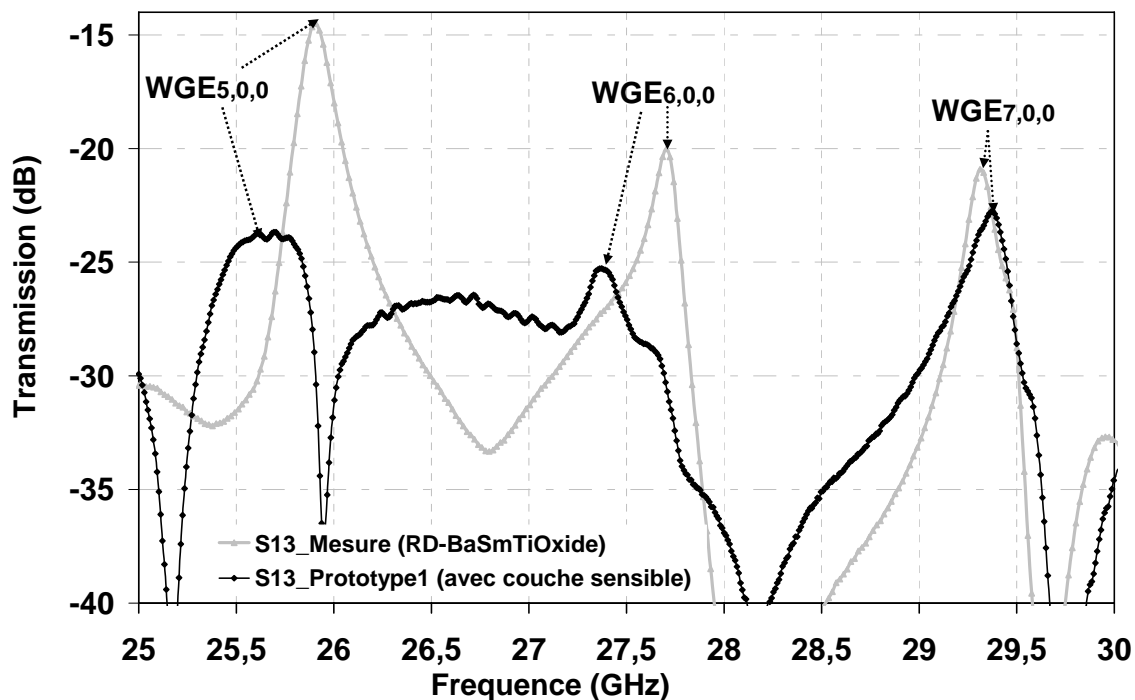


Figure 5. Mesure du coefficient de transmission du capteur avec couche sensible en  $\text{TiO}_2$ .

Ces pertes sont dues aux pertes diélectriques du  $\text{TiO}_2$  rajouté dont on ne connaît pas sa permittivité relative réelle. D'autre part, la qualité de l'interface RD/ $\text{TiO}_2$  doit influencer sur



ces pertes dans une moindre mesure. Les légers décalages en fréquence peuvent également être liés à cette différence de permittivité et à la légère augmentation de volume du RD.

La figure ci-dessous montre le coefficient de couplage S13 mesuré pour un deuxième prototype avec couche sensible. On observe une nette amélioration du mode de galerie WGE<sub>5,0,0</sub> (-19 dB) au lieu de -24 dB dans le premier prototype. Des décalages en fréquences sont également observés. Ces différences rencontrées sur deux prototypes à la base identiques sont probablement dues aux variabilités technologiques et notamment à la technique d'assemblage du RD avec les lignes coplanaires. Sans oublier les couches déposées par PVD, qui peuvent présenter beaucoup plus de pertes que prévu par la théorie ou la simulation.

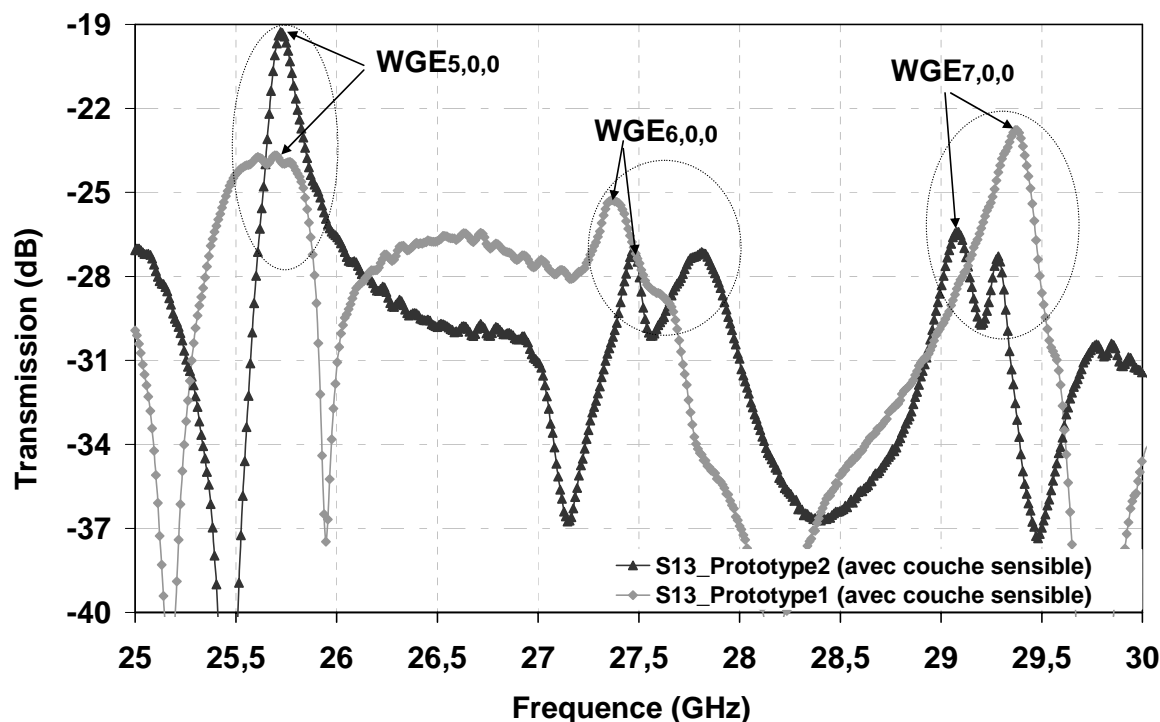


Figure 6. Comparaison du coefficient de transmission de deux prototypes avec couche sensible

Malgré les dispersions observées, nous retrouvons les modes de galerie aux mêmes pics de fréquences à  $\pm 100$  MHz près et avec un niveau (S13) à  $\pm 4$  dB près.

#### 4.4 Détection de gaz

Du fait des problèmes de reproductibilité d'un prototype à l'autre, l'étape suivante doit consister à caractériser nos différents capteurs en présence de gaz.

Au début de notre expérience, nous avons souhaité faire nos mesures sous pointes et sous ambiance contrôlée (Air, Azote, vide et CO) à l'aide d'une station sous pointe spécifique a été installée au LAAS en 2009 pour des mesures RF en températures cryogéniques. Nous avons essayé d'adapter cet appareil à nos besoins (Voir figure 7). Cet appareil, sous le nom

PMC200 fournit par Süss Microtec [14]. Il permet de faire des caractérisations hyperfréquences sous différentes ambiances gazeuses grâce à l'emplacement de quatre sondes RF dans l'enceinte de mesures connectées à notre analyseur de réseau ANRITSU 70 GHz. Ainsi, nous pouvons faire des caractérisations hyperfréquences sous ambiance contrôlée et sous température contrôlée (4K à 400K).

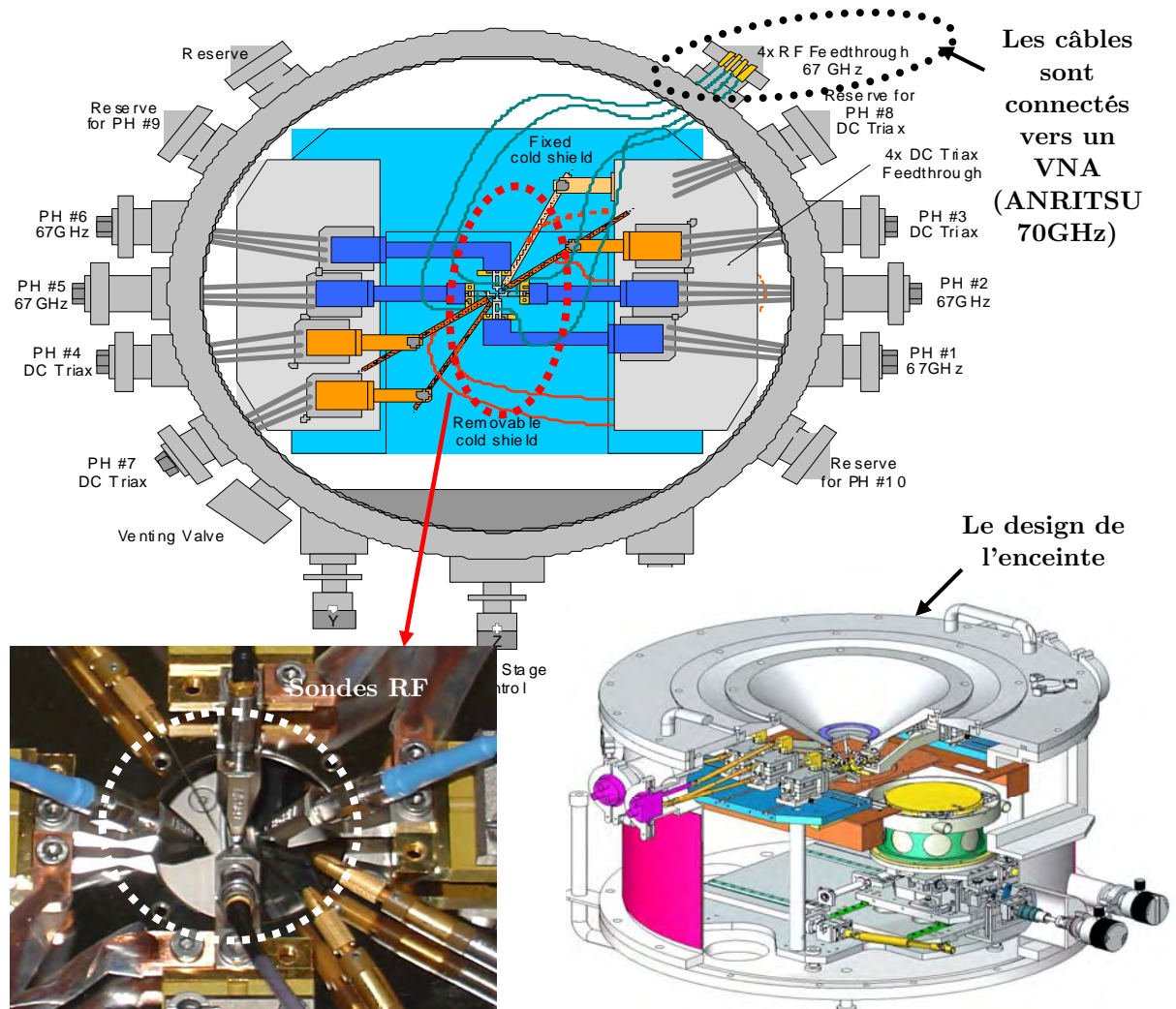


Figure 7..Station sous pointes cryogénique PMC200 (Süss Microtec) [14].

Néanmoins, l'arrivée et la mise en service de ce nouvel appareil au sein de notre laboratoire a été tardive et l'installation de systèmes d'évacuation de gaz selon les normes de sécurité n'est pas encore finalisé. Pour cela, nous avons changé notre stratégie de mesure hyperfréquence à la présence de gaz. Nous avons décidé de faire des mesures en injectant, directement au dessus du capteur, des vapeurs de solvants tels que : l'eau, l'isopropanol et l'éthanol.

Ces solvants ne nécessitent pas de système d'évacuation et surtout sont plus faciles à manipuler (pas de contraintes liées à la toxicité, pas d'incompatibilité avec l'enceinte de mesure).

#### 4.4.1 Caractéristiques des solvants utilisés

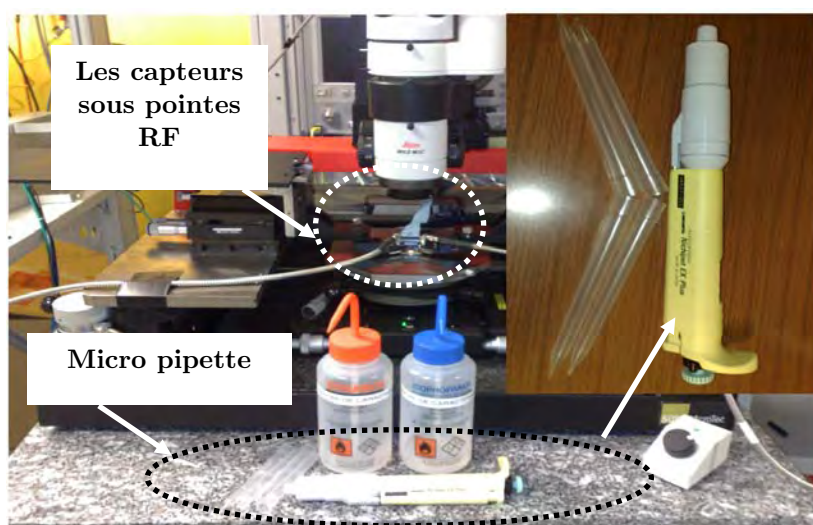
Un solvant est un liquide qui a la propriété de dissoudre et de diluer d'autres substances sans les modifier chimiquement et sans être lui-même modifié. On peut citer dans notre cas : l'eau, l'éthanol et l'isopropanol qui sont des solvants protiques polaires (solvants protogènes) possédant un ou plusieurs atomes d'hydrogène susceptibles de former des liaisons hydrogènes [15]. Ces trois solvants possèdent des caractéristiques électriques et chimiques différentes, Dans le tableau 1, nous remarquons que les permittivités diélectriques des solvants varient entre 80 et 18 [16-17].

**Tableau 1.** les caractéristiques des solvants utilisés : Eau, Ethanol et Isopropanol [12-13]

| Solvant     | Formule chimique                          | Constante diélectrique | Masse volumique          |
|-------------|---|------------------------|--------------------------|
| Eau         | H-O-H                                     | 80                     | 1,000 g·ml <sup>-1</sup> |
| Ethanol     | CH <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> -OH      | 24                     | 0,789 g·ml <sup>-1</sup> |
| Isopropanol | CH <sub>3</sub> -CH (-OH)-CH <sub>3</sub> | 18                     | 0,785 g·ml <sup>-1</sup> |

#### 4.4.2 Caractérisation hyperfréquence des capteurs à base de BaSmTiOxide en présence de solvants

Nous avons repris les mêmes capteurs caractérisés dans la section IV.2 (RD à base de BaSmTiOxide seul) en utilisant la station de test sous pointes sous air avec l'analyseur de réseau (VNA-ANRITSU 70 GHz). A l'aide d'une micro pipette (voir figure 8 ci-dessous), nous avons tout d'abord déposé directement sur le RD une goutte de chaque solvant : l'eau, l'éthanol et l'isopropanol.



**Figure 8.** Expérience de caractérisations des capteurs pour la détection de solvants

La caractérisation hyperfréquence du prototype a donné des résultats très intéressants. La figure 9 montre l'allure des courbes de transmission du capteur sans couche sensible en présence des solvants. Nous constatons que ce capteur est sensible à tous les solvants testés. Nous observons des décalages en fréquences en présence d'éthanol, d'isopropanol mais aussi pour le mélange d'isopropanol avec l'eau sur l'intervalle de fréquence [25,40GHz]. Par contre, en présence d'eau seule, le signal se dégrade (pertes importantes) et aucun pic de résonance n'est observé.

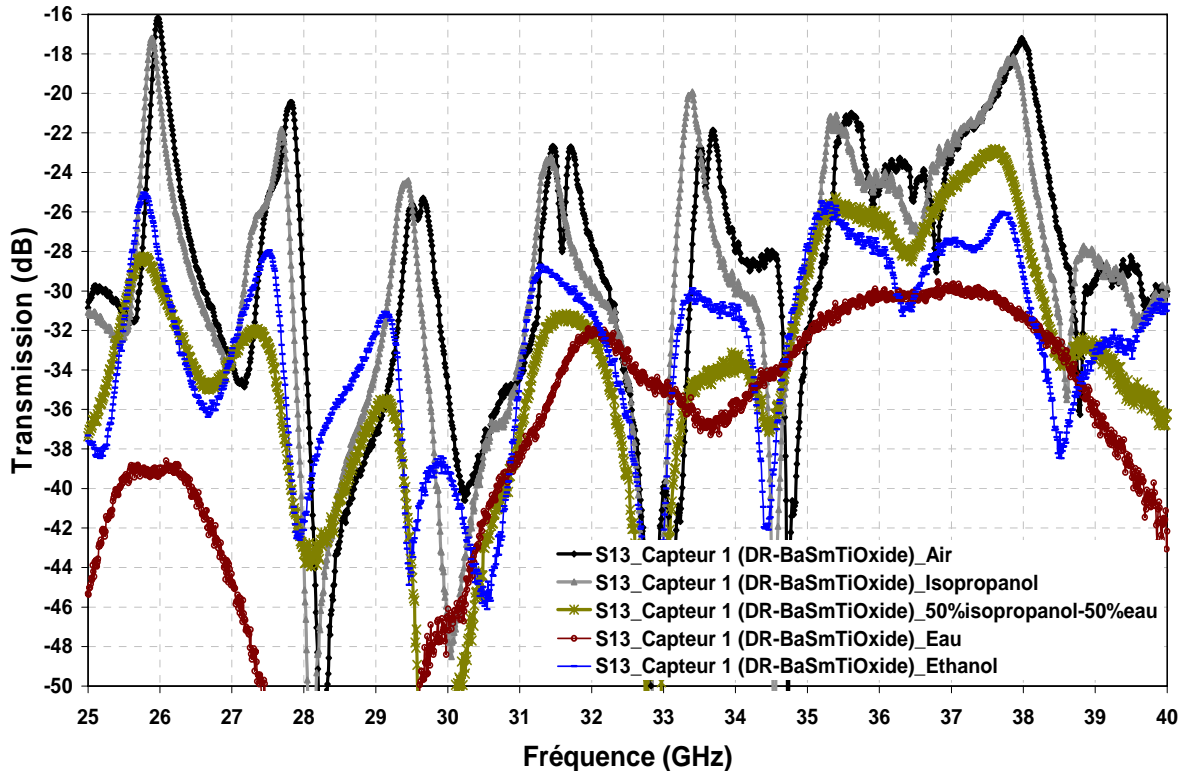


Figure 9. Mesure du coefficient de transmission du capteur sans couche sensible en présence d'eau, d'éthanol et d'isopropanol.

Afin de confirmer la sensibilité du capteur sans  $\text{TiO}_2$  en présence des solvants, nous avons vérifié ces résultats en caractérisant un autre capteur sur un intervalle de fréquences [25,40GHz]. Les figures 10 et 11 montrent l'allure de la courbe de transmission aux modes de galerie  $\text{WGE}_{5,0,0}$  et  $\text{WGE}_{5,1,0}$  pour les deux capteurs à base de BaSmTiOxide (sans  $\text{TiO}_2$ ) en présence des solvants.

Nous pouvons constater d'une part un décalage significatif de la fréquence de résonance (d'autant plus marqué pour l'éthanol) et d'autre part un retour au signal initial après évaporation du solvant. Par ailleurs, les tableaux 2 et 3 détaillent l'ensemble des modes de galeries observés sur les 2 capteurs sans  $\text{TiO}_2$  dans l'intervalle de fréquence [25, 40 GHz].

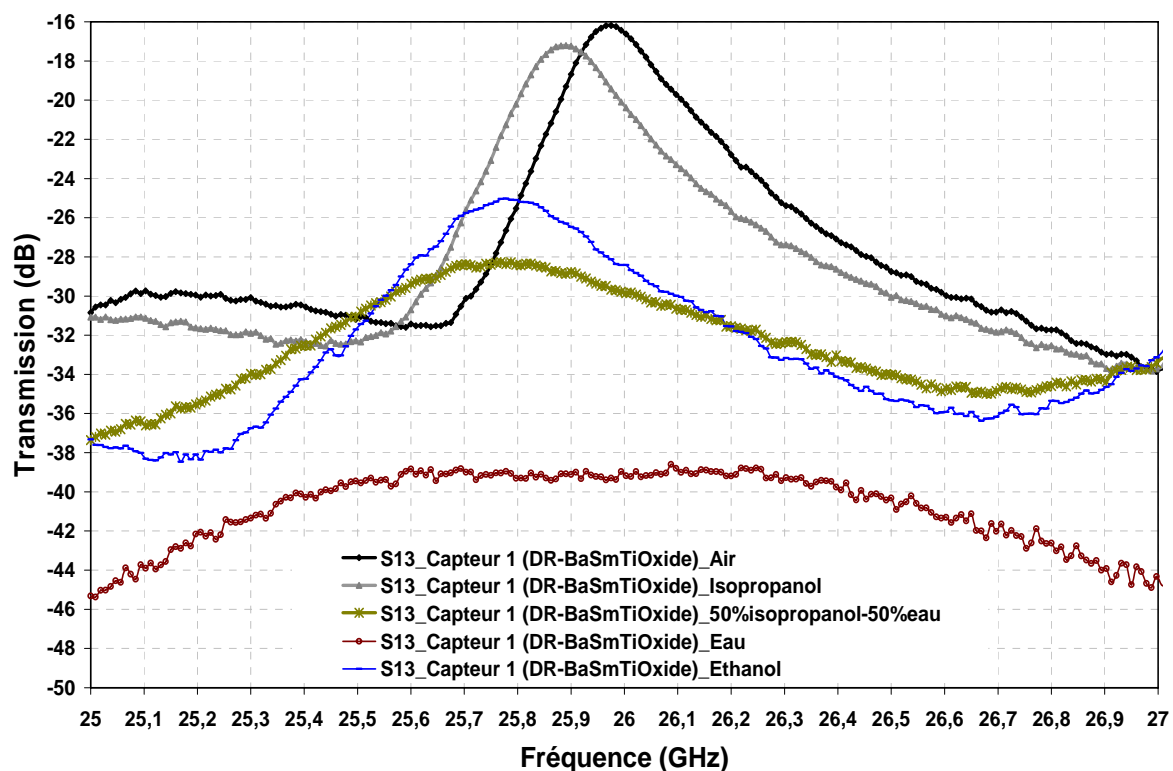


Figure 10. L'allure du coefficient de transmission du capteur 1 (sans  $TiO_2$ ) au mode  $WGE_{5,0,0}$  en présence des solvants.

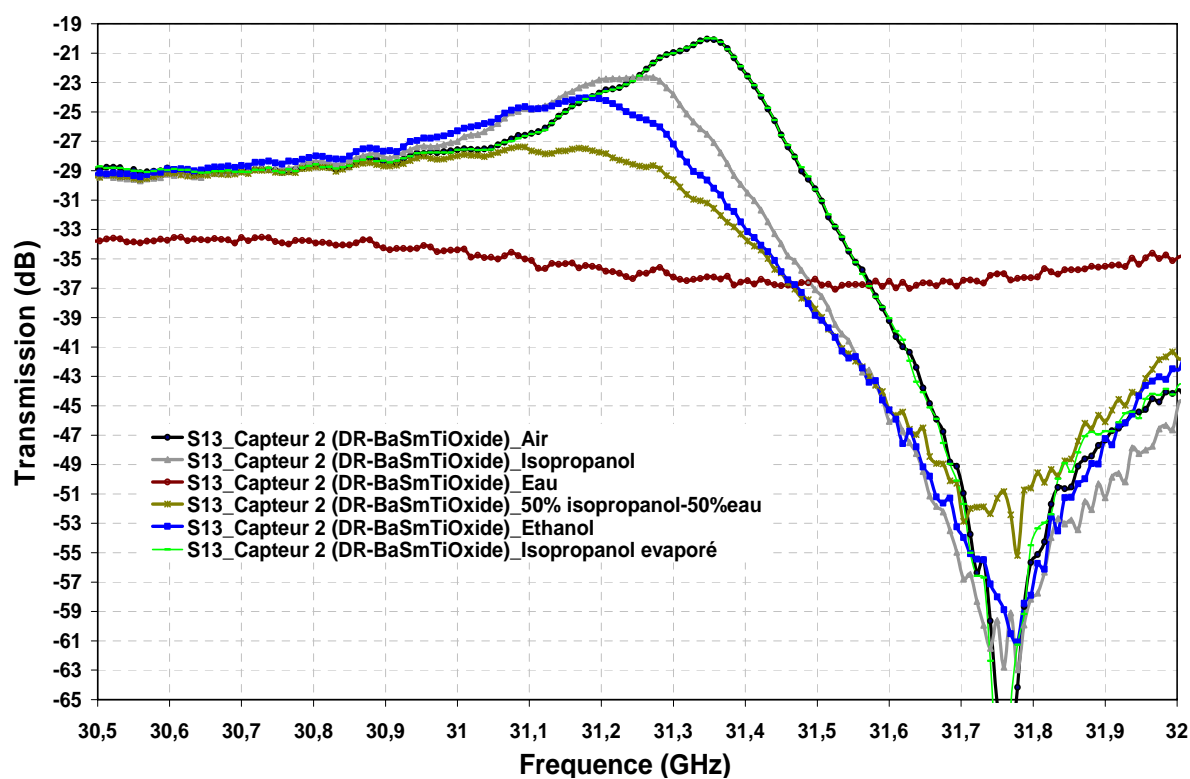


Figure 11. L'allure du coefficient de transmission du capteur 2 (sans  $TiO_2$ ) au mode  $WGE_{5,1,0}$  en présence des solvants.

D'après les courbes et les tableaux présentés ci-dessous, la sensibilité du capteur avec céramique seule (sans couche en  $TiO_2$ ) est confirmée.

**Tableau 2.** Réponse du capteur 1 en fréquence et en dB à la présence des différents solvants

| Modes                | Valeurs         | Air   | Isopropanol | Ethanol | 50% isopropanol+50% eau | Eau |
|----------------------|-----------------|-------|-------------|---------|-------------------------|-----|
| WGE <sub>5,0,0</sub> | Fréquence (GHz) | 25,98 | 25,88       | 25,76   | 25,68                   | PDP |
|                      | S13 (dB)        | -16   | -17         | -25     | -28                     | -39 |
| WGE <sub>6,0,0</sub> | Fréquence (GHz) | 27,81 | 27,69       | 27,52   | 27,36                   | PDP |
|                      | S13 (dB)        | -20   | -21         | -28     | -31                     | -49 |
| WGE <sub>7,0,0</sub> | Fréquence (GHz) | 29,51 | 29,37       | 29,11   | 29,05                   | PDP |
|                      | S13 (dB)        | -25   | -24         | -31     | -35                     | -49 |
| WGE <sub>5,1,0</sub> | Fréquence (GHz) | 31,47 | 31,41       | 31,31   | PDP (pas de pic)        | PDP |
|                      | S13 (dB)        | -22   | -23         | -29     | -31                     | -33 |
| WGE <sub>6,1,0</sub> | Fréquence (GHz) | 33,6  | 33,4        | 33,35   | PDP                     | PDP |
|                      | S13 (dB)        | -21   | -20         | -30     | -33                     | -36 |
| WGE <sub>7,1,0</sub> | Fréquence (GHz) | 35,54 | 35,33       | 35,25   | PDP                     | PDP |
|                      | S13 (dB)        | -21   | -21         | -25     | -29                     | -30 |
| WGE <sub>6,2,0</sub> | Fréquence (GHz) | 38,01 | 37,88       | 37,78   | 37,6                    | PDP |
|                      | S13 (dB)        | -17   | -18         | -26     | -22                     | -30 |

**Tableau 3.** Réponse du capteur 2 en fréquence et en dB à la présence des différents solvants

| Modes                 | Valeurs         | Air   | Isopropanol | Ethanol | 50% isopropanol+50% eau | Eau |
|-----------------------|-----------------|-------|-------------|---------|-------------------------|-----|
| WGE <sub>5,0,0</sub>  | Fréquence (GHz) | 25,7  | 25,6        | 25,54   | 25,60                   | PDP |
|                       | S13 (dB)        | -19   | -22         | -25     | -30                     | -47 |
| WGE <sub>6,0,0</sub>  | Fréquence (GHz) | 27,53 | 27,4        | 27,28   | PDP                     | PDP |
|                       | S13 (dB)        | -31   | -33         | -34     | -38                     | -46 |
| WGE <sub>7,0,0</sub>  | Fréquence (GHz) | 29,28 | 29,18       | 29,13   | 29,08                   | PDP |
|                       | S13 (dB)        | -27   | -31         | -32     | -38                     | -44 |
| WGE <sub>5,1,0</sub>  | Fréquence (GHz) | 31,35 | 31,23       | 31,15   | 31,08                   | PDP |
|                       | S13 (dB)        | -20   | -22         | -24     | -27                     | -36 |
| WGE <sub>4,2,0</sub>  | Fréquence (GHz) | 34,44 | 34,35       | 34,30   | 34,23                   | PDP |
|                       | S13 (dB)        | -23   | -25         | -26     | -28                     | -34 |
| WGE <sub>9,1,0</sub>  | Fréquence (GHz) | 38,55 | 38,47       | 38,41   | 38,35                   | PDP |
|                       | S13 (dB)        | -21   | -23         | -23     | -24                     | -30 |
| WGE <sub>13,0,0</sub> | Fréquence (GHz) | 39,48 | 39,4        | 39,34   | 39,27                   | PDP |
|                       | S13 (dB)        | -24   | -26         | -26     | -28                     | -33 |

Globalement, on constate que le décalage en fréquence est bien présent en présence d'isopropanol ou d'éthanol pour l'ensemble des modes de galerie.

En effet, tous les pics de résonance sont décalés en fréquence avec des pertes beaucoup moins importantes ( $\cong 3\text{dB}$ ). Si on prend par exemple le cas de l'eau, son influence est remarquable. Elle change totalement le signal, aucun pic de résonance n'est enregistré. Ainsi le coefficient de transmission a beaucoup chuté, il est pratiquement noyé dans le bruit. Un tel changement signifie que notre capteur est très sensible à l'humidité.

L'influence du mélange d'eau avec l'isopropanol (50% de chacun) est également remarquable. La courbe présente moins de pertes par rapport à celle obtenue en présence d'eau mais ne présente toujours pas de pic de résonance comme dans le cas d'une présence d'isopropanol. L'influence de l'eau sera donc très certainement prépondérante dans la détection. Potentiellement, nous pouvons détecter l'humidité.

Pour le premier capteur, le décalage en fréquence est compris entre 100 et 210 MHz en présence d'isopropanol. Le mode de galerie  $\text{WGE}_{7,1,0}$  étant le plus sensible à ce solvant (210MHz). De plus, la réponse du premier capteur a marqué un décalage important (vers les basses fréquences) en présence de l'éthanol. Ce décalage en fréquence varie entre 220MHz et 400MHz. Cette dernière valeur était atteinte au niveau du mode  $\text{WGE}_{7,0,0}$ . Par ailleurs, le  $\text{WGE}_{6,0,0}$  est le plus sensible dans la réponse du deuxième capteur en présence d'isopropanol et d'éthanol. Nous avons observé respectivement un décalage de 130MHz et de 250MHz en présence de ces deux solvants.

Afin de comparer les réponses des capteurs en présence d'éthanol et d'isopropanol, nous avons présenté sur le tableau 4, un récapitulatif sur les variations observées aux modes de galerie  $\text{WGE}_{5,0,0}$ ,  $\text{WGE}_{6,0,0}$ ,  $\text{WGE}_{7,0,0}$  et  $\text{WGE}_{5,1,0}$ .

**Tableau 4.** Influence d'éthanol et d'isopropanol sur les 2 capteurs mesurés

| Modes de galerie  |             | $\text{WGE}_{5,0,0}$  |                         | $\text{WGE}_{6,0,0}$  |                         | $\text{WGE}_{7,0,0}$  |                         | $\text{WGE}_{5,1,0}$  |                         |
|---|-------------|-----------------------|-------------------------|-----------------------|-------------------------|-----------------------|-------------------------|-----------------------|-------------------------|
| Décalage en fréquence et pertes en transmission par rapport à l'air |             | $\Delta f_1$<br>(MHz) | $\Delta S_{13}$<br>(dB) | $\Delta f_2$<br>(MHz) | $\Delta S_{13}$<br>(dB) | $\Delta f_3$<br>(MHz) | $\Delta S_{13}$<br>(dB) | $\Delta f_4$<br>(MHz) | $\Delta S_{13}$<br>(dB) |
| Capteur1  | Isopropanol | 100                   | -1                      | 120                   | -1                      | 140                   | -1                      | 60                    | -1                      |
|   | Ethanol     | 220                   | -9                      | 290                   | -8                      | 400                   | -6                      | 160                   | -7                      |
| Capteur2  | Isopropanol | 100                   | -3                      | 130                   | -2                      | 100                   | -4                      | 120                   | -2                      |
|   | Ethanol     | 160                   | -6                      | 250                   | -3                      | 150                   | -5                      | 200                   | -4                      |

D'après le tableau 4, nous constatons que globalement, le capteur est plus sensible à l'éthanol qu'à l'isopropanol avec un facteur comparé 2 et 3. Nous observons aussi, que le mode



$WGE_{6,0,0}$  est le meilleur au niveau de reproductibilité. Puisqu'en présence d'éthanol et d'isopropanol, son décalage en fréquence est le même en moyenne pour les deux capteurs ( $\Delta f_2 \approx 120\text{MHz}$  et  $\Delta f_2 \approx 270\text{MHz}$  en présence d'isopropanol et d'éthanol respectivement).

Vu l'aspect nouveau de ces capteurs caractérisés et l'originalité de ces expériences en présence des solvants, l'explication des origines de ces décalages en fréquence nécessite une bonne étude scientifique bien argumentée afin de valider le concept du capteur mesuré expérimentalement. En effet, on ne peut pas affirmer si ce décalage est dû au volume rajouté (épaisseur de la microgoutte) ou à la permittivité des solvants rajouté à celle du RD à base de céramique. Pour cela, nous allons essayer d'expliquer ces décalages en fréquences grâce à deux hypothèses complémentaires.

#### 4.4.2.1 1<sup>ère</sup> hypothèse

Cette hypothèse concerne les conséquences provoquées par le rajout d'un volume sur un résonateur diélectrique. Effectivement, quand l'épaisseur du résonateur diélectrique augmente (h), les fréquences de résonances de ce dernier ont tendance à se décaler vers les basses fréquences selon l'équation suivante [18] :

$$\mathbf{Fr} = \frac{\mathbf{c}}{2\sqrt{\epsilon\mathbf{r}}} \sqrt{\frac{\mathbf{x}_{mn}^2}{\pi^2 \mathbf{r}^2} + \frac{\mathbf{p}^2}{\mathbf{h}^2}} \quad (1)$$

Avec r et h : le rayon et la hauteur du cylindre,

$X_{mn}$  est la racine nième de l'équation  $J_m(x)$  où  $J'_m(x) = 0$ ,  $J_m$  fonctions de Bessel de première espèce d'ordre m et  $J'_m$  est la fonction dérivée.

m, n, p sont: des nombres entiers positifs ou nuls, nombres suivant  $\theta$ , r et z respectivement.

Pour appuyer cette hypothèse, nous avons simulé avec HFSS<sup>TM</sup> le capteur avec un RD ( $\epsilon_r=80$ ) d'épaisseur équivalente à 360 $\mu\text{m}$ . Ensuite, nous avons relancé la même simulation avec le même résonateur en y rajoutant un cylindre de 5 $\mu\text{m}$  d'épaisseur et de même permittivité ( $\epsilon_r=80$ ). La figure 12 ci-dessous montre les résultats obtenus.

Au niveau du mode  $WGE_{5,1,0}$ , nous pouvons observer un décalage vers les basses fréquences de 1,18 GHz (31,4GHz vers 30,22GHz) lorsqu'on ajoute un cylindre de 5 $\mu\text{m}$  sur le RD.

En s'appuyant sur cette simulation, nous pouvons constater par conséquent, qu'un volume rajouté au RD, possédant la même permittivité que ce dernier, engendre un décalage vers les basses fréquences relativement importantes.



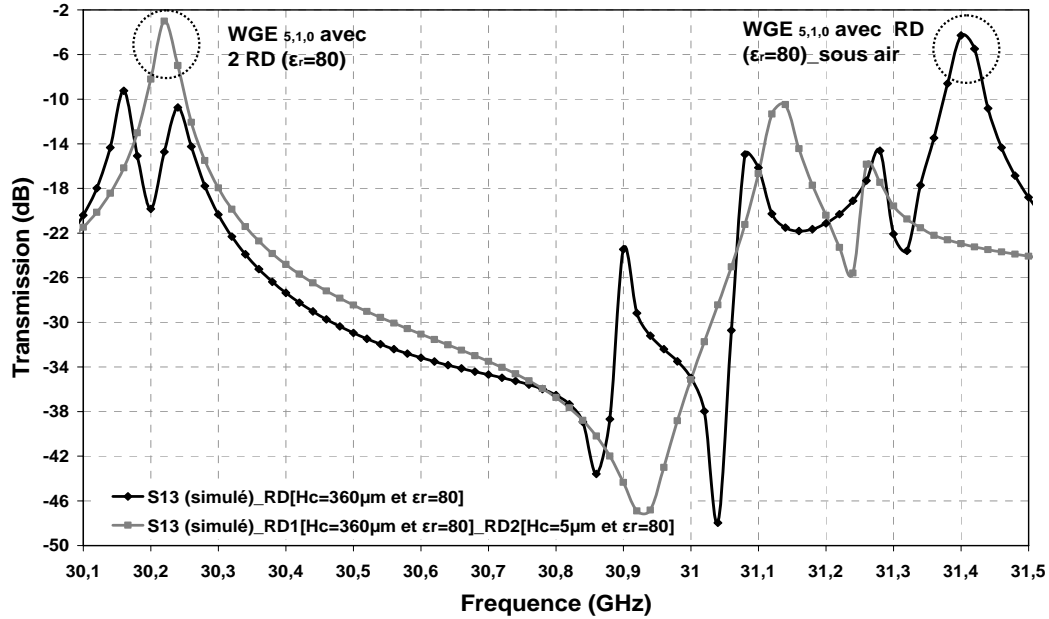


Figure 12. Comparaison du coefficient de transmission entre capteur avec un RD d'épaisseur 360µm et un capteur avec un RD d'épaisseur 365µm

#### 4.4.2.2 2<sup>ème</sup> hypothèse

Notre démarche s'inscrit dans le fait que les solvants caractérisés avec les RD ont des permittivités différentes de celle du RD ( $\epsilon_r=80$ ). Les constantes diélectriques d'Isopropanol et d'éthanol sont respectivement de 18 et 24.

Pour cela, si on vient changer la permittivité du volume rajouté auparavant ( $H_{RD2}=5\mu\text{m}$  et  $\epsilon_r=80$ ) par celles des solvants (18 et 24) nous aurions un décalage vers les hautes fréquences. En effet, selon l'équation (1) : quand la permittivité diminue, la fréquence de résonance augmente. Afin de confirmer ce raisonnement, nous avons procédé à des simulations.

Pour cela, nous avons changé la permittivité du deuxième cylindre rajouté au RD avec celles de l'isopropanol et de l'éthanol (18 et 24 respectivement) tout en gardant la même épaisseur :  $H_{RD2}=5\mu\text{m}$ . La figure 13 montre une comparaison du mode  $WGE_{5,1,0}$  sur l'ensemble des capteurs simulés avec différentes permittivités. Le résultat obtenu par simulation dans cette dernière figure confirme nos hypothèses de départ. La présence des solvants est détectée par le capteur. Le tableau 5 donne un récapitulatif de cette sensibilité du capteur simulé à leur présence ainsi qu'une comparaison par rapport aux capteurs à base de céramique mesurés au mode  $WGE_{5,1,0}$ .

Les résultats obtenus entre le capteur 2 et le capteur simulé sont très proches. L'influence d'isopropanol sur le mode  $WGE_{5,1,0}$  est de 100 MHz. Ainsi celle de l'éthanol est de 200 MHz.

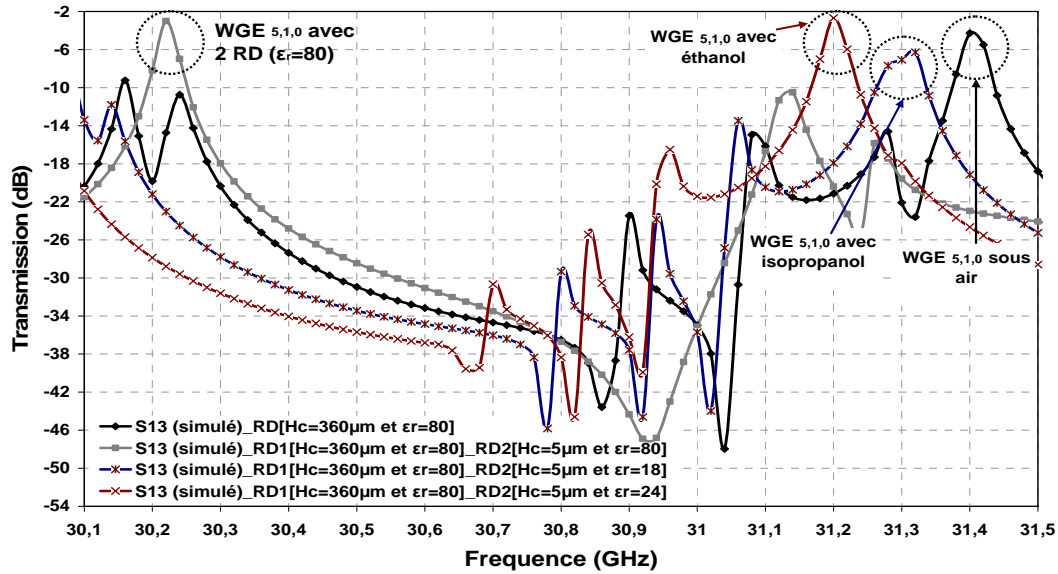


Figure 13. Comparaison du coefficient de transmission pour les 4 capteurs simulés au mode de galerie  $WGE_{5,1,0}$ .

Tableau 5. Comparaison en simulation et mesure au mode  $WGE_{5,1,0}$ .

| Fréquence de résonance         | Simulations | Mesures capteur 1 | Mesures capteur 2 |
|--------------------------------|-------------|-------------------|-------------------|
| $WGE_{5,1,0}$ sous air         | 31.4 GHz    | 31.47             | 31.35             |
| $WGE_{5,1,0}$ sous isopropanol | 31.3 GHz    | 31.41             | 31.23             |
| $WGE_{5,1,0}$ sous éthanol     | 31.2 GHz    | 31.31             | 31.15             |
| Influence d'isopropanol        | 100 MHz     | 60 MHz            | 120 MHz           |
| Influence d'éthanol            | 200 MHz     | 160 MHz           | 200 MHz           |

Le tableau 6 suivant, illustre une comparaison complète des réponses de capteurs mesurés sous air et en présence d'isopropanol et d'éthanol. Les modes de galerie en commun observés sur l'ensemble des capteurs mesurés et simulé sont :  $WGE_{5,0,0}$ ,  $WGE_{6,0,0}$ ,  $WGE_{7,0,0}$  et  $WGE_{5,1,0}$ . Ces derniers ont tous enregistré un décalage en présence des solvants.

Tableau 6. Influence d'éthanol et d'isopropanol sur les 2 capteurs mesurés

| Modes de galerie  |             | $WGE_{5,0,0}$         | $WGE_{6,0,0}$         | $WGE_{7,0,0}$         | $WGE_{5,1,0}$         |
|---|-------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| Décalage en fréquence et pertes en transmission par rapport à l'air |             | $\Delta f_1$<br>(MHz) | $\Delta f_2$<br>(MHz) | $\Delta f_3$<br>(MHz) | $\Delta f_4$<br>(MHz) |
| Capteur simulé  | Isopropanol | 120                   | 120                   | 140                   | 100                   |
|   | Ethanol     | 220                   | 260                   | 240                   | 200                   |
| Capteur1  | Isopropanol | 100                   | 120                   | 140                   | 60                    |
|   | Ethanol     | 220                   | 290                   | 400                   | 160                   |
| Capteur2  | Isopropanol | 100                   | 130                   | 100                   | 120                   |
|   | Ethanol     | 160                   | 250                   | 150                   | 200                   |

Globalement, le mode WGE6.0.0 reste le plus cohérent en termes de sensibilité en mesure et en simulation ( $\Delta f_2 \approx 120\text{MHz}$  et  $\Delta f_2 \approx 270\text{MHz}$  en présence d'isopropanol et d'éthanol respectivement).

Nous constatons que le volume de la microgoutte de solvant déposée ainsi sa permittivité, engendrent un décalage en fréquence de tout les modes de galerie de ce nouveau capteur réalisé. La sensibilité du capteur à base de céramique (BaSmTiOxide) aux solvants peut être expliquée par la perturbation du champ électromagnétique (onde évanescente) qui se trouve à l'extérieur du résonateur diélectrique et par conséquent engendre un décalage en fréquence. Ainsi, nous estimons que la validation expérimentale du dispositif est prouvée.

Du fait, le dispositif passif réalisé à base d'un résonateur diélectrique en céramique (BaSmTiOxide) peut détecter l'isopropanol et l'éthanol.

#### 4.4.3 Caractérisation hyperfréquence du capteur de gaz avec film nanométrique en présence de solvants

Nous avons repris les mêmes capteurs caractérisés dans la section IV.3.2 (RD+couche mince de  $\text{TiO}_2$ ), en utilisant la station de test sous pointes sous air avec l'analyseur de réseau (VNA-ANRITSU 70 GHz). Ensuite, nous avons refait les mêmes expériences sur les capteurs réalisés avec le résonateur diélectrique à base de BaSmTioxide avec couche sensible en  $\text{TiO}_2$  en présence de différents solvants. Les réponses en transmission du capteur sont présentées sur la figure 14.

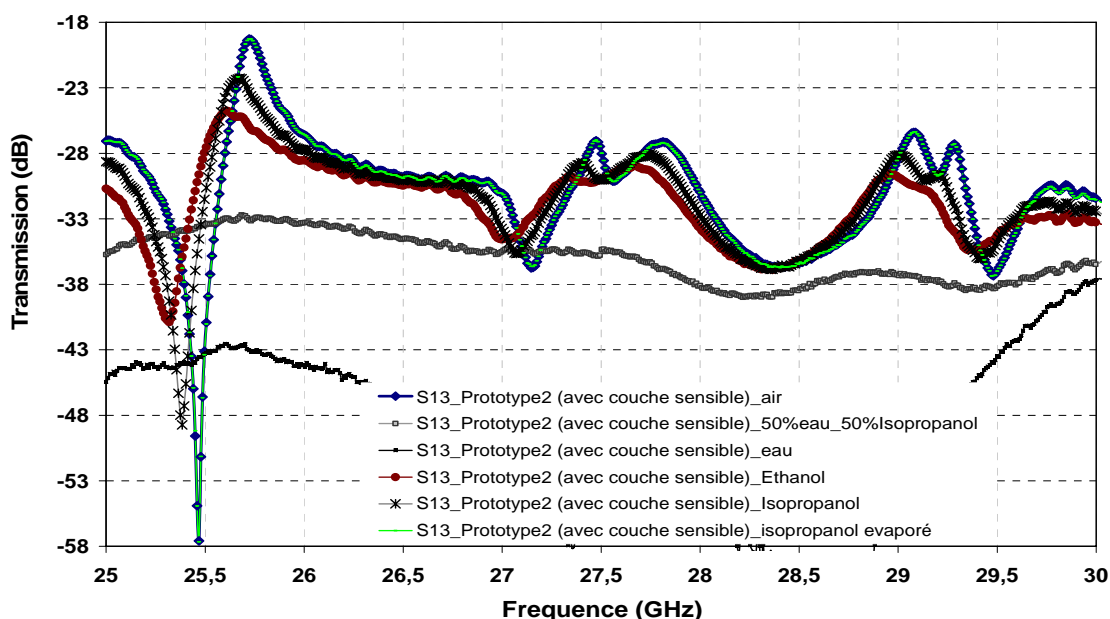


Figure 14. Mesure du coefficient de transmission du capteur 2 avec couche sensible en présence d'eau, d'éthanol et d'isopropanol.

Nous nous sommes intéressés à l'intervalle de fréquence [25,30GHz] dans lequel nous retrouvons les modes  $WGE_{5,0,0}$ ,  $WGE_{6,0,0}$  et  $WGE_{7,0,0}$ . En effet, au-delà de 30 GHz, les pics de résonances sont atténués. Globalement, nous avons remarqué que chaque solvant a une influence particulière sur l'allure de la réponse du capteur mesuré.

Nous observons que l'éthanol et l'isopropanol engendrent un décalage en fréquence sur l'ensemble des modes de galerie. En présence de l'eau, aucun pic de résonance n'est enregistré. Ainsi le coefficient de transmission chute et pratiquement noyé dans le bruit (-60dB). L'influence du mélange d'eau avec l'isopropanol (50% de chacun) est également remarquable. La courbe présente beaucoup de pertes (-40dB) et ne présente pas de pic de résonance comme c'était le cas à la présence d'isopropanol seul. De plus, nous avons remarqué que, dès que la micro goutte d'un solvant s'évapore, le signal reprend son allure initiale (sous air) comme le montre la courbe d'isopropanol évaporé sur la figure 14. Ce qui montre, la très bonne reproductibilité du capteur.

Afin de mieux analyser l'influence des solvants sur le capteur, nous nous sommes intéressés plus particulièrement à chaque pic de résonance des courbes présentées dans la figure 14 précédente. La courbe présentée dans la figure 15 montre le décalage en fréquence et les niveaux en dB enregistrés en présence des différents solvants au niveau du mode  $WGE_{5,0,0}$ . Par ailleurs, le tableau 7 montre l'ensemble des fréquences de résonance détectées (différents modes de galerie) dans l'intervalle [25,30GHz] et leurs niveaux en transmission en présence de différents solvants.

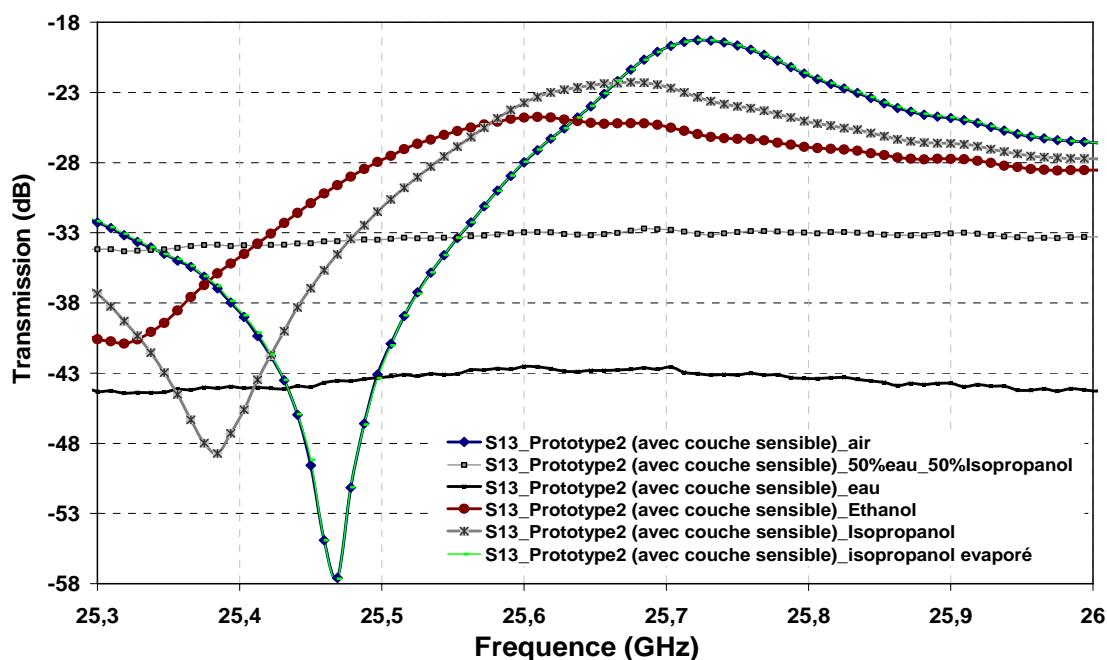


Figure 15. Allure du coefficient de transmission du prototype 2 au mode  $WGE_{5,0,0}$  en présence d'eau, d'éthanol et d'isopropanol.

Tableau 7. Réponse du capteur 2 en fréquence et en dB à la présence des différents solvants

| Modes                    | WGE <sub>5,0,0</sub>       |          | WGE <sub>6,0,0</sub>       |          | WGE <sub>7,0,0</sub>       |          |
|--------------------------|----------------------------|----------|----------------------------|----------|----------------------------|----------|
|                          | Fréquence (GHz)            | S13 (dB) | Fréquence (GHz)            | S13 (dB) | Fréquence (GHz)            | S13 (dB) |
| Ambiance                 | 25.73                      | -19      | 27.47                      | -27      | 29.1                       | -26      |
| Air                      | 25.73                      | -19      | 27.47                      | -27      | 29.1                       | -26      |
| isopropanol              | 25.65                      | -23      | 27.38                      | -28      | 29                         | -28      |
| éthanol                  | 25.57                      | -25      | 27.31                      | -29      | 28.88                      | -29      |
| 50% isopropanol +50% eau | PDP                        | -32      | PDP                        | -36      | PDP                        | -37      |
| eau                      | PDP                        | -43      | PDP                        | -45      | PDP                        | -49      |
| Solvants évaporés        | 25.73                      | -19      | 27.47                      | -27      | 29.1                       | -26      |
| Influence d'isopropanol  | $\Delta f_1=80\text{MHz}$  |          | $\Delta f_2=90\text{MHz}$  |          | $\Delta f_3=100\text{MHz}$ |          |
| Influence d'éthanol      | $\Delta f_1=160\text{MHz}$ |          | $\Delta f_2=160\text{MHz}$ |          | $\Delta f_3=220\text{MHz}$ |          |

Nous observons que le mode WGE<sub>5,0,0</sub> varie respectivement de 80 MHz et de 160 MHz, en présence d'isopropanol et d'éthanol. Par conséquent, il est moins sensible à celui enregistré au niveau du capteur sans couche sensible (100 MHz et 220 MHz, en présence d'isopropanol et d'éthanol respectivement). Ainsi, le mode WGE<sub>6,0,0</sub> au niveau de ce capteur mesuré (avec couche en TiO<sub>2</sub>) est presque de deux fois moins sensible par rapport à celui observé dans le capteur à base de céramique en présence d'isopropanol et d'éthanol.

En revanche, dans le cas du mode WGE<sub>7,0,0</sub>, nous retrouvons presque la même sensibilité pour l'isopropanol (100MHz) mais pas pour l'éthanol. En présence de ce solvant, le décalage de ce mode de galerie reste aléatoire, puisque il varie entre 220MHz pour le RD avec couche et de 150 à 450MHz pour le RD sans couche en TiO<sub>2</sub>.

En résumé, le dépôt d'un film nanométrique en TiO<sub>2</sub> de 300nm, n'a pas amélioré la sensibilité du capteur aux solvants. Au contraire, le signal a chuté de -10dB sous air (voir figure 10).

Ainsi, au-delà de 30GHz, le signal s'atténue et rentre dans le bruit (-45dB).

En présence des solvants, ce capteur à base de couche en TiO<sub>2</sub> permet de rendre compte des décalages en fréquence. Mais cette sensibilité aux solvants est due au RD à base de céramique. Et même, nous avons pu avoir une meilleure sensibilité sans ce film nanométrique (RD à base de BaSmTiOxide seul). Du fait de la très faible épaisseur de cette couche en TiO<sub>2</sub> et de ses pertes, le capteur fonctionne comme un dispositif à base de RD en céramique. Donc, une couche nanométrique ne favorise pas la détection. Si nous voulons avoir, un capteur de gaz très sensible, nous devons peut être voir avec des couches épaisses (de l'ordre de micromètre) ou élaborer un RD à base d'un oxyde métallique. Puisque dans ce dernier cas, les simulations ont montré des décalages en fréquence de 2GHz.

## 4.5 Interrogation RADAR

Comme nous l'avons indiqué au cours de la problématique, ce nouveau capteur de gaz passif, doit fonctionner grâce à un mode de transduction complètement passif qui ne nécessite pas d'énergie embarquée et qui peut être interrogé à grande distance (à quelques dizaines de mètres) notamment par un Radar (voir figure 16). Dans ce contexte, le LAAS a débuté dans le cadre de la thèse de Franck Chebila, le développement d'un Radar-FMCW (Frequency Modulated Continuous Wave) en bande Ka pour l'interrogation de capteurs passifs [19-24]. Le radar FMCW développé, permet de recueillir à distance la mesure du capteur avec l'avantage de situer exactement la position de cette cellule.

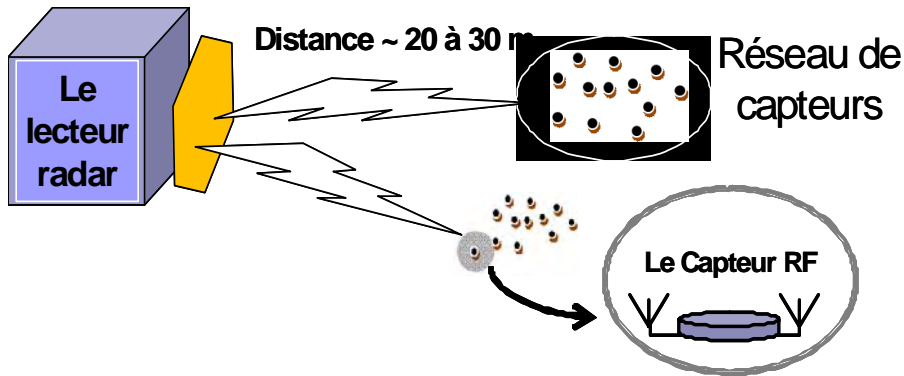


Figure 16. Interrogation à distance d'un réseau de capteurs passifs par un Radar.

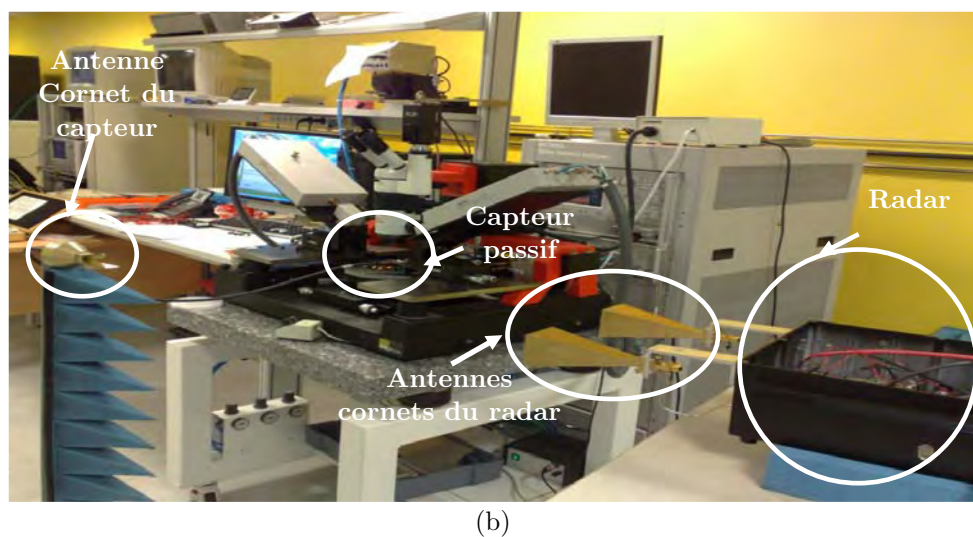
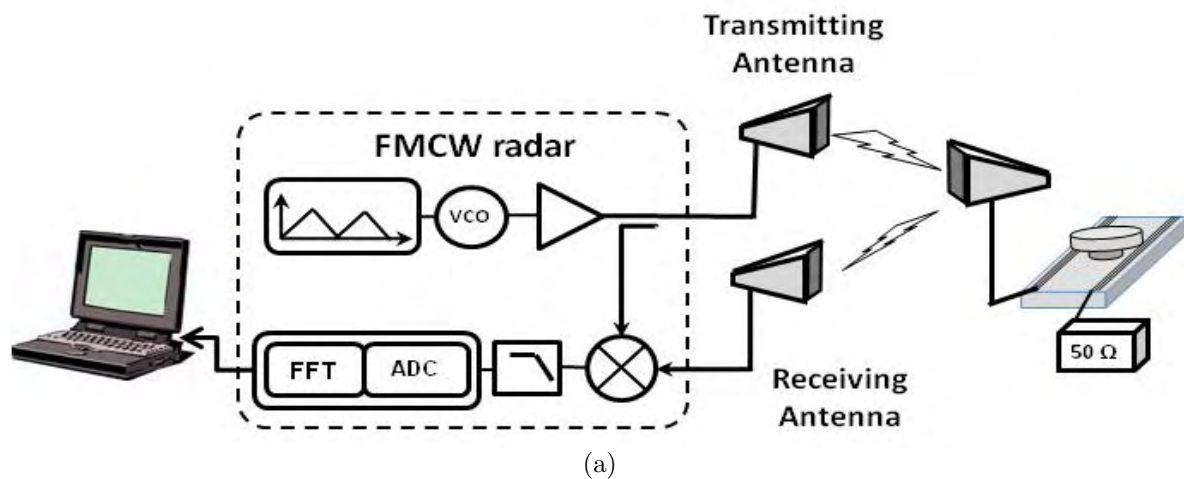
### 4.5.1 Interrogation des capteurs passifs par le RADAR-FMCW

Nous avons exploité la dispersion rencontrée sur les trois capteurs identiques mesurés dans la première section de ce chapitre (figures 3 et 4). En effet, nous allons les interroger à distance par ce Radar-FMCW et voir si ce dernier pourra distinguer un capteur de l'autre.

L'idée est de les comparer avec les décalages en fréquences mesurés sur les trois capteurs par une présence de gaz. Comme nous l'avons expliqué dans le chapitre précédent, si le résonateur diélectrique du circuit est à base d'un matériau sensible tel que le  $\text{TiO}_2$ , la réponse du capteur passif sera modifiée à la présence de gaz et cela va se traduire par un décalage en fréquence.

Le schéma d'interrogation des capteurs passifs réalisés est présenté dans la figure 16. Le port 3 du capteur est chargé par  $50\Omega$ , tandis que le port 1 est relié à une antenne cornet via une ligne de retard (ici une ligne coaxiale de longueur 1m). Le dispositif passif résultant est appelé ici : le dispositif sous test (DUT). Une modulation de fréquence (FM) du signal est

émise sur le DUT (voir Figure .17) par le radar. Dans ce système radar, une tension de commande d'oscillateur génère un signal de fréquence qui augmente linéairement dans un intervalle de temps (balayage en fréquence) par un signal de 1 KHz de modulation en dents de scie [20]. Cette onde émise se transmet de l'antenne cornet vers le capteur de gaz. Les deux bandes de fréquences du radar sont de [25-27GHz] et [28,8-31GHz]. Elles comprennent respectivement les 3 fréquences de résonances du mode  $WGE_{5,0,0}$  et du mode  $WGE_{7,0,0}$  des trois capteurs mesurés. Le signal rétrodiffusé par le DUT est reçu par le radar puis mélangé avec le signal transmis.

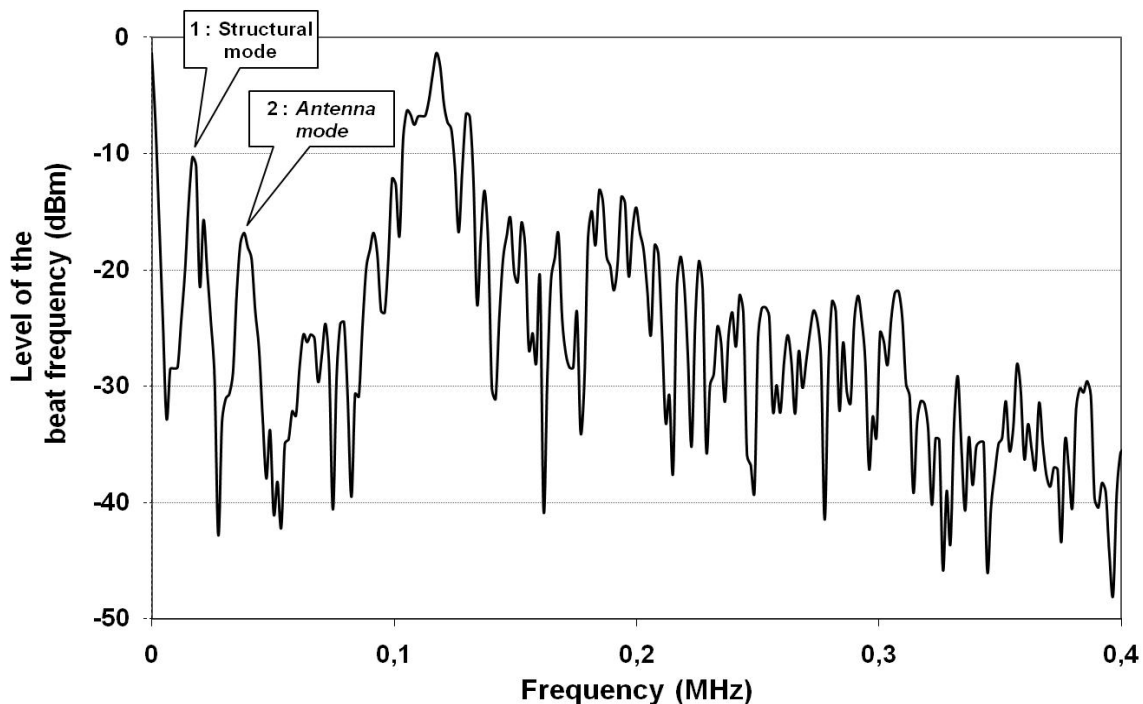


**Figure 17.** Schéma du système radar FMCW et (b) Radar: placé à distance du capteur passif dans des conditions Indoor

La fréquence intermédiaire (fréquence de battement) est obtenue en mélangeant le signal transmis avec le signal rétrodiffusé. Cette étape est réalisée à l'aide d'A/N de conversion et de transformation de Fourier rapide par la fenêtre de Hamming à la sortie du mélangeur [19-21]. Le spectre résultant en basse fréquence pour la bande de fréquence du radar [25-27GHz] est présentée dans la figure 17. Nous pouvons distinguer sur cette figure deux pics qui sont d'un intérêt particulier: le pic à 16,7 KHz (No1) correspond au mode structural, c'est à dire,

l'écho de l'antenne cornet avec capteur. Cette fréquence de battement permet d'avoir la distance entre l'antenne avec le DUT et l'antenne du radar (3,5 mètres ici). Le point No2 à 36,6 KHz correspond au mode antenne, qui est associé, à l'écho en fonction du coefficient de réflexion. Comme ce coefficient dépend de la permittivité du RD, les variations de l'amplitude du point No2 permet, au moins en principe, la détection à distance de la variation de la permittivité du RD due aux fluctuations de la concentration de gaz.

Ce résultat peut être vérifié en mesurant l'amplitude du point No2 lors du chargement de l'antenne cornet par les trois capteurs considérés dans la section précédente (voir figure 3). En effet, leurs modes  $WGE_{5,0,0}$  ne résonnent pas exactement à la même fréquence, la réponse en fréquence des trois résonateurs peut être considérée comme une fréquence d'un capteur de gaz unique en présence des trois différentes concentrations de gaz. Un exemple de spectre est présenté sur la figure 18.



**Figure 18.** Mesure du spectre à basse fréquence résultant de la FM-signal transmis mélangé avec le signal rétrodiffusé par l'antenne.

Le tableau .9 indique la variation d'amplitude du point No2 (mode antenne) mesurée lors du chargement de pointe de l'antenne cornet successivement par les trois capteurs.

Comme on s'y attendait, de petites variations dans la fréquence de résonance du mode  $WGE_{5,0,0}$  modifient significativement l'amplitude du mode antenne.



Tableau 8. Niveau du mode antenne à l'interrogation du mode  $WGE_{5,0,0}$

| Le mode interrogé         | Variation d'amplitude du pic No2 (dBm) |
|---------------------------|--|
| $WGE_{5,0,0}$ du capteur1 | $-16,9 \pm 0,7$                        |
| $WGE_{5,0,0}$ du capteur2 | $-18,6 \pm 1,2$                        |
| $WGE_{5,0,0}$ du capteur3 | $-20,2 \pm 0,3$                        |

Ainsi, l'interrogation à distance des trois capteurs au mode  $WGE_{7,0,0}$  (voir figure .4) dans la bande du radar [28.8-31 GHz] a montré une modification significative de l'amplitude du mode antenne (30KHz). La figure 19 suivante montre la variation du mode antenne qui est de l'ordre de 18dBm (avant et après chargement de l'antenne par le capteur3).

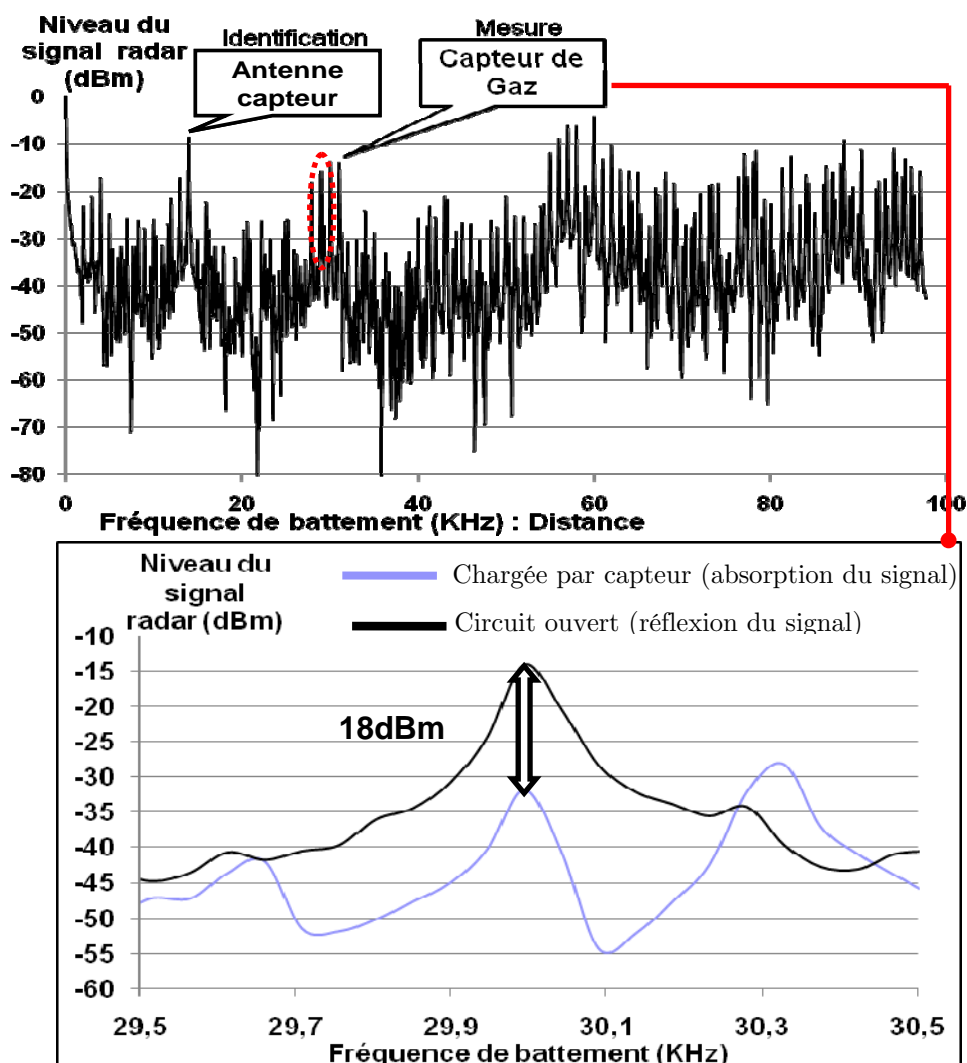


Figure 19. Spectre du signal radar: identification des variations du capteur 3 au mode  $WGE_{7,0,0}$  (circuit ouvert et antenne chargée).

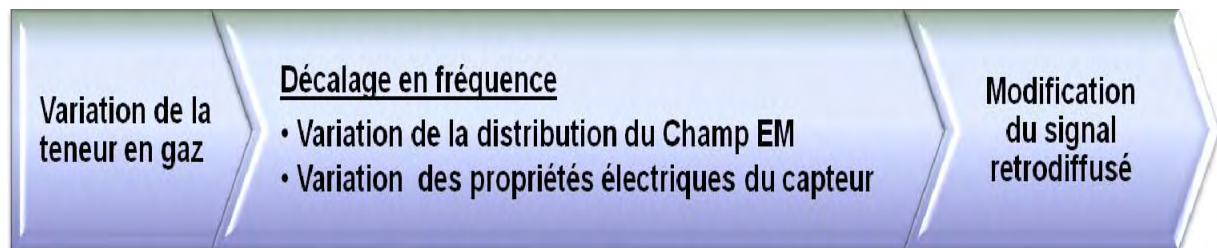
Le tableau 9 montre bien la sensibilité du mode antenne au chargement de l'antenne par les trois capteurs à la fréquence du mode  $WGE_{7,0,0}$ .

Cette démonstration confirme les résultats obtenus lors de l'interrogation du mode  $WGE_{5,0,0}$ .

**Tableau 9.** Variation du niveau du mode antenne à l'interrogation du mode  $WGE_{7,0,0}$

| Niveau du mode antenne(No2)            | Capteur 1 | Capteur 2 | Capteur 3 |
|--|-----------|-----------|-----------|
| Circuit ouvert (dBm)                   | -10       | -12       | -15       |
| Antenne chargée par un capteur (dBm)   | -35       | -19       | -33       |
| Variation d'amplitude du pic No2 (dBm) | 25        | 7         | 18        |

Ce résultat expérimental fournit la preuve, par analogie au capteur ayant un décalage en fréquence, de concept de mesure à distance de la fluctuation de la concentration de gaz à partir de l'interrogation RADAR des capteurs de gaz passifs basés sur les modes de galerie. La figure 20 résume ce système d'interrogation et conclut la faisabilité d'un capteur de gaz sans fil passif interrogé par RADAR.



**Figure 20.** Relation établie entre la variation de fréquence de résonance du capteur à la présence de gaz et son impact sur le signal rétrodiffusé sur le radar.

## 4.6 Conclusion

La caractérisation hyperfréquence nous a permis de mesurer les composants fabriqués. Grâce à ces résultats de mesure, nous avons validé la conception du filtre directif basé sur les propriétés des modes de galerie et sur les performances des lignes coplanaires micro-usinées.

D'autre part, nous avons caractérisé deux catégories de capteurs. La première catégorie concerne les premiers capteurs réalisés à base de RD en BaSmTioxide seulement, donc ils ne contiennent pas de couche en  $TiO_2$ . La deuxième est constituée d'un résonateur diélectrique à base de BaSmTioxide sur lequel nous avons déposé une couche sensible en  $TiO_2$ . Ce film nanométrique (300nm) a été déposé par la méthode de PVD avec l'aide du CIRIMAT.

La caractérisation hyperfréquence effectuée est originale. Puisque nous avons essayé de voir la réponse en transmission (paramètres S) de ces derniers en présence de 3 solvants : l'eau, l'isopropanol et l'éthanol.

Les résultats obtenus sont encourageants, nous avons observé une sensibilité satisfaisante et qui se traduit par un décalage en fréquence pour la transmission au niveau de tous les capteurs caractérisés. En effet, la présence d'isopropanol et d'éthanol a engendré en moyenne un décalage en fréquence de 100MHz et 200MHz respectivement ce qui est une sensibilité remarquable. En revanche, en présence d'eau, la réponse des capteurs a été marquée par la chute de signal (-40dB) et la disparition des pics de résonances.

Par ailleurs, il s'est avéré que la couche nanométrique en  $\text{TiO}_2$  (300nm) déposée sur le résonateur diélectrique à base de céramique ne change rien dans la sensibilité du capteur à la présence de ces deux solvants. Effectivement, les capteurs passifs réalisés avec RD à base de BaSmTiOxide seulement détectent mieux l'éthanol et l'isopropanol (leur sensibilité est 2 fois plus grande pour le mode  $\text{WGE}_{6,0,0}$  par exemple) et même à des fréquences supérieures à 30 GHz. Ce qui n'était pas le cas pour les capteurs avec couches en  $\text{TiO}_2$ . Sans oublier les pertes engendrées par cette dernière (-10dB) à la réponse du capteur.

De plus, nous avons validé les résultats expérimentaux obtenus sur les capteurs à base de BaSmTiOxide par la simulation. En effet, la sensibilité de ce capteur est due à l'épaisseur de la microgoutte rajoutée au dessus du RD et à la permittivité différente des solvants présents (18 et 24 pour l'isopropanol et l'éthanol respectivement) par rapport à celle du RD (80 pour BaSmTiOxide). Du fait, nous avons validé expérimentalement le principe du fonctionnement de notre nouveau capteur de gaz passif hyperfréquence.

Enfin, la faisabilité de la mesure à distance (identification et interrogation) de la variation de gaz par un RADAR-FMCW a également été prouvée. Expérimentalement, nous avons chargé une antenne par trois capteurs différents mais qui résonnent sur le même mode à trois différentes fréquences. Nous avons constaté que le RADAR arrive à détecter à distance la présence d'un capteur et mesure au même temps sa variation d'impédance (qui se traduit par un niveau dBm). Ce qui nous laisse comparer cette variation d'impédance à celle qui sera engendrée par une présence de gaz et de valider ainsi le concept sans fil (communicant) de ce nouveau capteur de gaz passif.

## 4.7 Références

- [4.1] [http://communicationequipment.globalspec.com/Specifications/Telecommunications\\_Networks/RF\\_Microwave\\_Wireless\\_Components/RF\\_Adapters](http://communicationequipment.globalspec.com/Specifications/Telecommunications_Networks/RF_Microwave_Wireless_Components/RF_Adapters)
- [4.2] <http://nocat.net/connectors.html>
- [4.3] <http://hytem2.free.fr/PDF/Catalogues/cordons2004.pdf>
- [4.4] [http://www.esiee.fr/~vasseurc/cables\\_coaxiaux.html](http://www.esiee.fr/~vasseurc/cables_coaxiaux.html)
- [4.5] [http://www.southwestmicrowave.com/mpd/pdf\\_06/Super%20SMA.pdf](http://www.southwestmicrowave.com/mpd/pdf_06/Super%20SMA.pdf)
- [4.6] [http://www.esiee.fr/~vasseurc/cables\\_coaxiaux.html](http://www.esiee.fr/~vasseurc/cables_coaxiaux.html)
- [4.7] <http://www.bde.enseeiht.fr/clubs/ieee/documents/arvtransparentes.pdf>
- [4.8] [http://na.tm.agilent.com/pna/help/PNAWebHelp/S3\\_Cals/TRL\\_Calibration.htm](http://na.tm.agilent.com/pna/help/PNAWebHelp/S3_Cals/TRL_Calibration.htm)
- [4.9] Notice d'application ANRITSU « VNA 37XXXC Operating Manual »
- [4.10] <http://www.cascademicrotech.com/>
- [4.11] CIRIMAT: Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux : <http://www.cirimat.cnrs.fr/>
- [4.12] F. OUDRHIRI-HASSANI , L. PRESMANES .et.al “Microstructure, porosity and roughness of RF sputtered oxide thin films: characterization and modelization” Applied Surface Science, 254 ( 2008 ) 5796.
- [4.13] Gilles RENO, “Dépôt de films nanométriques en pulvérisation cathodique radiofréquence » ; Technique de l'ingénieur ; NM-610.
- [4.14] Suss Microtec: <http://www.suss.com/>
- [4.15] Site web: <http://www.atomer.fr/index.html>
- [4.16] D. Zhang, G. M. Crean, A.Shallow,T.Flaherty and Y. A. Shui “QUASI-LONGITUDINAL WAVE MODE WAVEGUIDE SENSING CONCENTRATION OF LIQUID SOLUTION”; ULTRASONICS SYMPOSIUM (1993)431-434
- [4.17] T. S. RAMU AND Y. NARAYANA RAO “On the Evaluation of Conductivity of Mixtures of Liquid Dielectrics”; IEEE TRANSACTIONS ON ELECTRICAL INSULATION, VOL. EI-8, NO. 2( 1973);pp.55-60.
- [4.18] Pierre FILHOL, “Résonateurs diélectriques”, Techniques de l'ingénieur;E1920.
- [4.19] F.CHEBILA, M. M.JATLAOUI, P.PONS, H.AUBERT “Interrogation radar de micro-capteur de pression à transduction électromagnétique“ 16èmes Journées Nationales Microondes (JNM 2009), Grenoble (France), 27-29 Mai 2009, 4p.
- [4.20] F.CHEBILA, M. M.JATLAOUI, P.PONS, H.AUBERT “Reconfigurable multi-band scatterers for micro-sensors identification“ IEEE 2009 International Symposium on Antennas and Propagation (APS 2009), Charleston (USA), 1-5 Juin 2009, 4p.
- [4.21] F.CHEBILA, M. M.JATLAOUI, P.PONS, H.AUBERT “Pressure measurement from the RADAR interrogation of passive sensors “ Rapport LAAS N°10431, Juillet 2010, 4p.

- [4.22] H.HALLIL, F.CHEBILA, P.MENINI, H.AUBERT “Feasibility of passive Gas sensor based on whispering gallery modes and its RADAR interrogation: theoretical and experimental investigations“Sensors & Transducers, Vol.116, N°5, pp.38-48, Mai 2010.
  
- [4.23] T.THAI , F.CHEBILA , M. M.JATLAOUI , P.PONS , H.AUBERT , G.R.Dejean , E.TENTZERIS , R.PLANA “A novel passive wireless ultrasensitive RF temperature transducer for remote sensing and identification utilizing radar cross sections variability“ Rapport LAAS N°10432, Juillet 2010, 4p.
  
- [4.24] T.THAI , F.CHEBILA , M. M.JATLAOUI , P.PONS , H.AUBERT , G.R.Dejean , E.TENTZERIS , R.PLANA “A novel passive wireless ultrasensitive RF temperature transducer for remote sensing and identification utilizing radar cross sections variability“ Rapport LAAS N°10432, Juillet 2010, 4p.



---

## Conclusion générale & Perspectives

---





Compte tenu des besoins de plus en plus importants en réseau de capteurs autonomes et à communication sans fil, ce travail de thèse s'inscrit totalement dans cette dynamique en se focalisant sur la conception, la réalisation et la caractérisation d'un nouveau capteur de gaz passif et à transduction RF. L'approche « capteur sans fil passif interrogé par un radar » est particulièrement innovante, par rapport aux technologies bien établies comme les capteurs SAW, les capteurs résonnants ou encore comme les capteurs RFID.

Dans ce manuscrit, nous avons présenté notre travail en 4 parties: une proposition originale d'une transduction RF pour la détection de gaz qui est basée sur le changement de la permittivité d'un oxyde métallique (utilisé comme Résonateur) par le phénomène de la relaxation diélectrique en présence de gaz et qui engendre par conséquent un décalage en fréquence au niveau d'un filtre fonctionnant aux hyperfréquences.

Ensuite, nous avons conçu le capteur à base de résonateur diélectrique excité en modes de galerie (WGM) par des lignes coplanaires. Le choix des WGM s'est avéré le meilleur puisque ces derniers nous permettent d'avoir des filtres à base de RD avec un très grand facteur de qualité (100 fois supérieur à celui d'un RD excité sur des modes conventionnels).

Nous avons simulé le dispositif sous HFSS<sup>TM</sup> pour avoir une réponse en transmission. Dans un premier temps, nous avons simulé l'influence des parties constituant le capteur: le résonateur diélectrique et son support puis les lignes coplanaires micro-usinées afin d'avoir un meilleur couplage. Par ailleurs, nous avons simulé l'impact de l'humidité sur un RD de permittivité relative de 80 et les résultats obtenus sont très encourageants puisque un décalage en fréquence de 8% ( $\pm 2\text{GHz}$ ) a été enregistré en présence de 30% d'humidité. Ainsi, nous avons pu utiliser des résultats de la littérature pour simuler le comportement du capteur (dont le RD serait en  $\text{SnO}_2$ ) sous éthylène. La présence de 10 ppm de ce gaz, engendrerait une variation de 12% de la permittivité du RD, ce qui pour notre capteur créerait un décalage de 4% sur une fréquence de résonance (soit 2.24MHz/ppm d'éthylène).

La troisième partie de ce manuscrit synthétise les étapes de réalisation du dispositif qui s'est déroulée en 3 étapes. Tout d'abord, nous avons réalisé avec succès des lignes coplanaires micro-usinées par des techniques de microélectronique au sein de la salle blanche du LAAS-CNRS. Ensuite, nous avons fait une étude bibliographique approfondie sur les matériaux potentiels qui pourraient constituer le RD en s'intéressant à leurs propriétés diélectriques et les techniques utilisées pour leur élaboration. Après cette étude, nous avons sélectionné deux techniques de réalisation. Nous pouvons citer tout d'abord, la stéréolithographie. Cette technique nous permet de contrôler les paramètres géométriques et diélectriques des céramiques. Néanmoins, le matériau choisi tel que le  $\text{TiO}_2$  ne permet pas pour l'instant de

valider l'une des étapes essentielles de cette technique: le frittage. Cela nécessitait une étude beaucoup plus longue car non maîtrisée.

Par ailleurs, nous avons également retenu la méthode SPS. Cette technique de frittage flash (réalisée au CIRIMAT) nous permettait d'élaborer des pastilles en formes de disques en  $\text{TiO}_2$  avec un bon contrôle de ses paramètres de frittage qui jouent un rôle important dans leur porosité et leurs propriétés diélectriques. Grâce à cette technique, nous avons réalisé des pastilles en  $\text{TiO}_2$  rutile de porosités différentes comprises entre 5% et 22%. En revanche, l'assemblage de ces pastilles avec les CPW n'a pas pu être finalisé avant la fin de la thèse faute de temps mais reste toujours à l'étude étant donné le caractère innovant et adapté de ce type de RD. Compte tenu des difficultés rencontrées, nous avons décidé de valider le concept du capteur en se procurant des RD à base de céramique ( $\text{BaSmTiOxide}$ ) et des supports (cale) à base d'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) fabriqués par la société TEMEX-CERAMICS. Ainsi, en collaboration avec le CIRIMAT, nous avons également pu déposer sur ces RD une couche mince de 300nm de  $\text{TiO}_2$  par la technique PVD afin de voir l'influence de ce matériau sensible aux gaz sur la réponse du capteur en transmission.

Enfin, la technique flip-chip nous a permis d'assembler ces RD -à base de céramique seulement et avec couche sensible en  $\text{TiO}_2$ - avec les CPW micro-usinées. Malgré les nouvelles difficultés rencontrées lors de l'assemblage tel que le positionnement du RD avec son support au centre des deux lignes coplanaires, le manque de contrôle d'épaisseur de la colle déposée et l'endommagement des membranes constituant les CPW, nous avons malgré tout pu réaliser nos premiers prototypes.

Au cours de la caractérisation hyperfréquence, dans un premier temps, nous avons mesuré les prototypes à base de résonateur diélectrique en  $\text{BaSmTiOxide}$  et les résultats obtenus sont tout à fait satisfaisants. Effectivement, nous avons enregistré plusieurs résonances sur la bande de fréquence [25,40 GHz] qui coïncident à des modes de galeries bien définis en simulation. Par contre, des pertes en transmission de 12dB et des décalages en fréquence de l'ordre de 680MHz ont été également enregistrés d'un capteur à un autre. Ces dispersions sont liées aux étapes technologiques lors de la réalisation des lignes et à l'assemblage plus au moins maîtrisé.

Ensuite, nous avons procédé à la caractérisation des prototypes à base de RD en céramique avec couche mince en  $\text{TiO}_2$  (300nm). Les résultats obtenus pour ces prototypes correspondent à ceux obtenus précédemment (RD sans couche de  $\text{TiO}_2$ ), mais seulement sur la bande de fréquence [25, 30GHz]. De ce fait, des pertes supérieures à 23dB sont observées à partir de 30 GHz. Cette chute considérable s'explique par les pertes diélectriques de la couche nanométrique de  $\text{TiO}_2$  déposée sur le résonateur.

Enfin, nous avons caractérisé l'ensemble des capteurs (avec et sans couche de  $\text{TiO}_2$ ) en présence de solvants tels que : l'eau, l'éthanol et l'isopropanol.

Les résultats obtenus sont très encourageants puisque, aux fréquences de résonance des deux prototypes caractérisés, nous avons observé des décalages en fréquences significatifs et reproductibles à la présence de l'éthanol et de l'isopropanol. Ces derniers ont des permittivités différentes (24 et 18 pour l'éthanol et l'isopropanol respectivement) et par conséquent engendrent des décalages en fréquence différents ce qui pourrait signifier une bonne sélectivité du système. Ces décalages enregistrés s'expliquent par la perturbation du champ électromagnétique au niveau du RD influencé par la permittivité et l'épaisseur du solvant. Même si le capteur est à base de céramique et sans oxyde métallique, nous avons démontré sa sensibilité à l'éthanol et l'isopropanol qui est équivalente à 200MHz et de 120MHz respectivement au niveau du mode  $\text{WGE}_{5,1,0}$ .

Pour finir, afin de valider l'aspect communication sans fil du capteur, nous avons interrogé par Radar FMCW trois dispositifs qui ont des réponses différentes en transmission à cause de leurs dispersions. Leurs différences géométriques génèrent des fréquences de résonance différentes pour le même mode de galerie ce que nous avons utilisé pour simuler la variabilité d'un résonateur en fonction des gaz. Là encore, il s'agissait de valider le concept de communication. De plus, nous avons relié une antenne via une ligne de retard coaxiale de 1m de longueur à l'accès 1 et une charge de  $50\Omega$  à l'accès 3 du capteur.

Les résultats obtenus montrent que les variations dans la fréquence de résonance, du mode  $\text{WGE}_{5,0,0}$  ou du mode  $\text{WGE}_{7,0,0}$  des trois dispositifs interrogés, modifient significativement l'amplitude du mode antenne identifié par le Radar. En effet, lorsque l'antenne est chargée par un capteur, le mode antenne du radar chute de 18dBm et 20dBm en moyenne aux modes  $\text{WGE}_{5,0,0}$  et  $\text{WGE}_{7,0,0}$  respectivement. Ces résultats expérimentaux fournissent la preuve de concept de mesure à distance de la fluctuation de la permittivité (liée à la fluctuation de la concentration de gaz) à partir de l'interrogation RADAR des capteurs de gaz passifs basés sur les modes de galeries.

Dans la continuité de ces travaux, grâce à la technique SPS, l'élaboration du RD à base de  $\text{TiO}_2$  est en cours. Nous pourrions donc réaliser un capteur de gaz très sensible et sélectif comme nous l'avons démontré en simulation (avec des décalages en fréquence de 2GHz). De plus, nous souhaitons exploiter la station sous pointe cryogénique (PMC200) pour des mesures RF sous différentes ambiances contrôlées telles que : différentes atmosphères gazeuses (ppm et pression) et en températures.

Ensuite, mesurer à distance, la fluctuation de gaz par le RADAR-FMCW développé au LAAS.

Par ailleurs, nous envisageons une conception et fabrication d'une antenne planaire intégrée avec le capteur afin d'avoir un microsystème complet qui facilitera l'interrogation RADAR. En effet, cela va aider à voir une interrogation RADAR nettement améliorée (bonne portée) et plus sensible par la maîtrise des pertes actuelles qui proviennent de la ligne à retard (câble coaxial de 1,50m) connectée entre l'antenne cornet et le capteur.

Pour améliorer nos connaissances sur les phénomènes mis en jeu, nous souhaitons mettre en place une technique de mesure des propriétés diélectriques (permittivité et pertes diélectriques) d'oxydes métallique tels que le  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{SrTiO}_3$  et  $\text{BaSrTiO}_3$  et cela sur une large bande de fréquence [100MHz à 100GHz] et sous différentes températures. Aujourd'hui, l'utilisation des outils de simulations est limitée par la connaissance des propriétés diélectriques de ces matériaux en fonction de la température et de la fréquence. Notre objectif est d'enrichir les outils de calculs tels que : les bibliothèques de logiciels numériques HFSS<sup>TM</sup> et CST<sup>TM</sup> par davantage d'informations pour qu'elles soient prises en compte lors de la conception des nouveaux dispositifs à base de ces matériaux.

Enfin, nous pouvons également citer, comme autre perspective, la réalisation d'autres microcapteurs passifs en transduction RF en exploitant d'autres matériaux diélectriques ( $\text{SrBi}_2\text{Ta}_{1.8}\text{V}_{0.2}\text{O}_9$ ,  $\text{SrBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$ ...etc.) et leurs nouvelles techniques de dépôt développées récemment. Leur étude pourrait aboutir à la réalisation de systèmes de détection de gaz sélectifs.

---

## Annexes

---



Tableau 1. Procès de préparations des plaquettes en Silicium avant dépôt de membrane

| ETAPE (a)  | OPERATIONS   | Procédés  | OBSERVATIONS  |
|--|--|---|---|
| Mesures et nettoyage des plaquettes en Silicium avant le dépôt de membrane | 1. Mesure d'épaisseur du substrat en Silicium : l'épaisseur de substrat influence sur l'impédance caractéristique des accès en silicium.                   | Micro pied à coulisse : il nous permet d'avoir des mesures d'épaisseurs à 1 $\mu$ m près.   | Sur un lot de 5 plaques, les épaisseurs sont : $E=415\pm 8\mu\text{m}$ .  |
|  | 2. Mesure de la résistivité sous pointes : les wafers doivent être de très haute résistivité (> 3 K $\Omega$ .cm) afin d'éliminer les pertes diélectriques | Résistivimètre : il nous permet d'avoir des mesures de résistivités sur plusieurs points sur le wafer.  | Sur un lot de 5 wafers, les résistivités moyennes sont : $\rho=4.59\pm 0.5 \text{ K}\Omega. \text{ Cm}$ .   |
|  | 3. Nettoyage et séchage des wafers :<br>Elimination de résidus métalliques et organiques par un cycle de nettoyage RCA pendant 3 heures.                   | 1. Le nettoyage RCA se fait en 3 étapes :<br>1 <sup>er</sup> bain: ammoniacque + eau oxygénée + eau DI.<br>2 <sup>ème</sup> bain: acide fluorhydrique + eau DI.<br>3 <sup>ème</sup> bain : acide chlorhydrique + eau oxygénée + eau DI. 2. Le séchage : par centrifugeuse sous azote chaud. | 1. Chaque étape est suivie d'un rinçage à l'eau DI (déionisée).<br>2. la résistivité des wafers est supérieure à 4 K $\Omega$ . Cm, ce qui signifie que nous avons éliminé l'ensemble des résidus métalliques et des résidus organiques |

Tableau 2. Procès de dépôt membrane SiO<sub>2</sub>/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

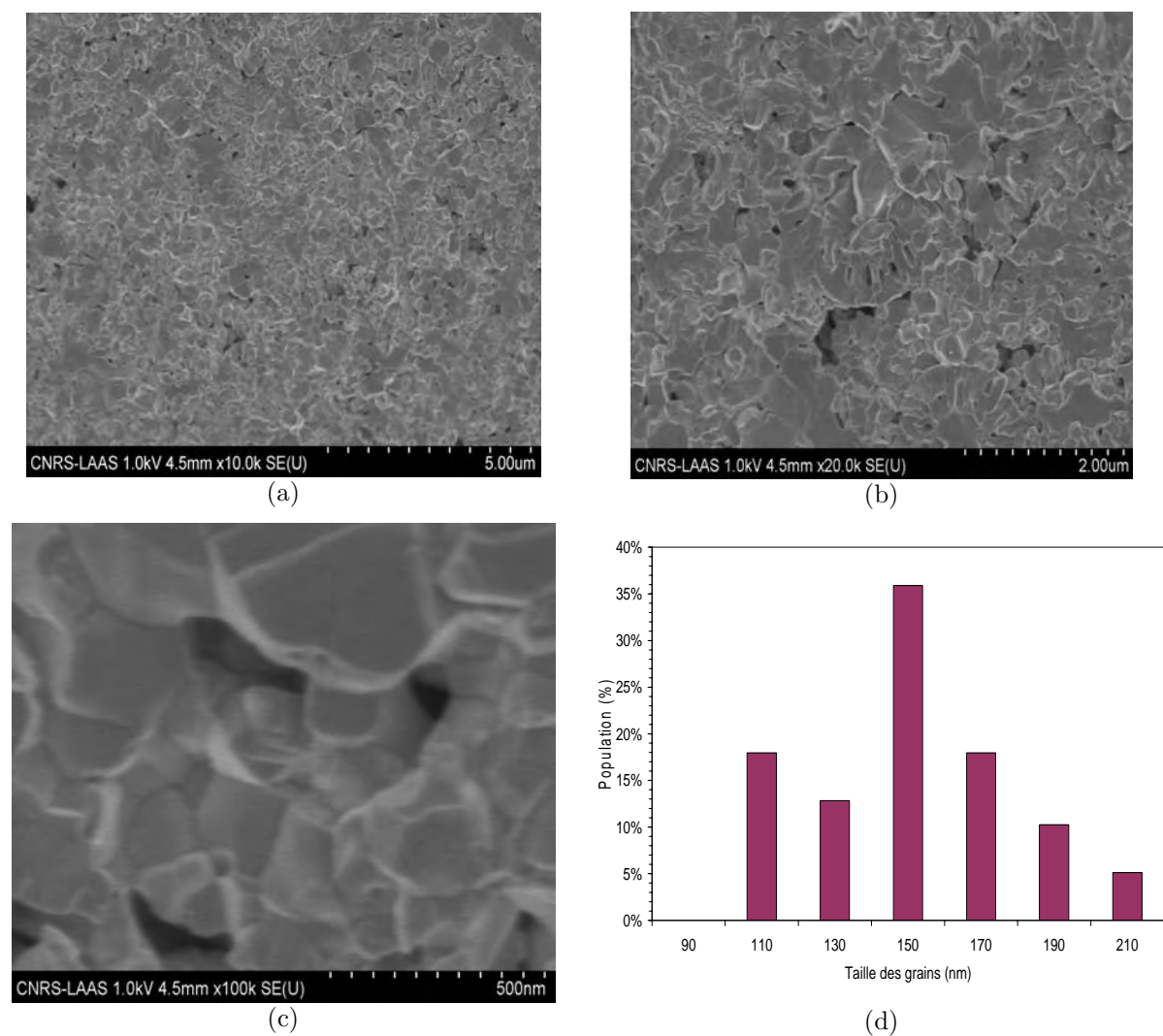
| ETAPE (b)  | OPERATIONS  | APPAREILS                       | OBSERVATIONS  |
|--|---|---------------------------------|---|
| Dépôt de membrane bicouche<br><br>(SiO <sub>2</sub> /SiN <sub>x</sub> )<br><br>(0.8μm/0.6μm) | 1. Croissance thermique de l'oxyde de silicium : SiO <sub>2</sub><br><br>2. Dépôt par LPCVD de nitrure de silicium : SiN <sub>x</sub> | Fours TEMPRESS de dépôt LPCVD 4 | <b>l'Elipsomettre</b> nous a permis de mesurer les épaisseurs des oxydes déposés sur l'ensemble des wafers.<br><br>E <sub>SiO<sub>2</sub></sub> =791nm<br>E <sub>SiN<sub>x</sub></sub> =590nm |

Tableau 3. Process lift-off

| ETAPE (c)  | OPERATIONS  | APPAREILS et OBSERVATIONS   |
|--|---|---|
| Métallisation des lignes coplanaires :<br><br>Procédé lift-off | 1. Nettoyage wafers par plasma O <sub>2</sub> et déshydratation.<br><br>2. Photolithographie 1:<br><br>-Dépôt résine AZ5214 d'épaisseur 2.7μm<br><br>-1 <sup>ère</sup> Insolation : on met le 1er masque avec les motifs des conducteurs métalliques.<br><br>-Recuit d'inversion de la résine<br><br>-2 <sup>ème</sup> Insolation : au travers d'un masque transparent<br><br>-Révélation | - Tepla 300<br><br>- Etuve d'hydratation de wafers sans métal<br><br>- Etuve HMDS pour wafers sans métal.<br><br>-Tournette et plaque chauffante.<br><br>-MA150 : permet d'aligner et d'insoler les motifs souhaités sur les plaquettes<br><br>-Observations Profil-mètre(Tencor) : l'épaisseur moyenne de la résine est de l'ordre de 2.6±2μm. |
|  | 2. Dépôt métal Ti/Au : les épaisseurs souhaitées sont de :<br><br>ETi= 100nm et EAu= 1μm<br><br>Vitesse : 10Å/s   | -Varian 3616: il permet de déposer les 2 couches Ti/Au par évaporation sous vide.   |
|  | 3. Nettoyage lift-off :<br><br>-Bain d'acétone pendant 1 jour<br><br>-Rinçage et séchage.   | -Acétone : permet d'éliminer la totalité de la résine AZ5214<br><br>-Observations sur l'épaisseur du métal :<br><br>Profil-mètre : l'épaisseur moyenne sur un lot de 5 plaques est : E=1.06±0.01μm  |

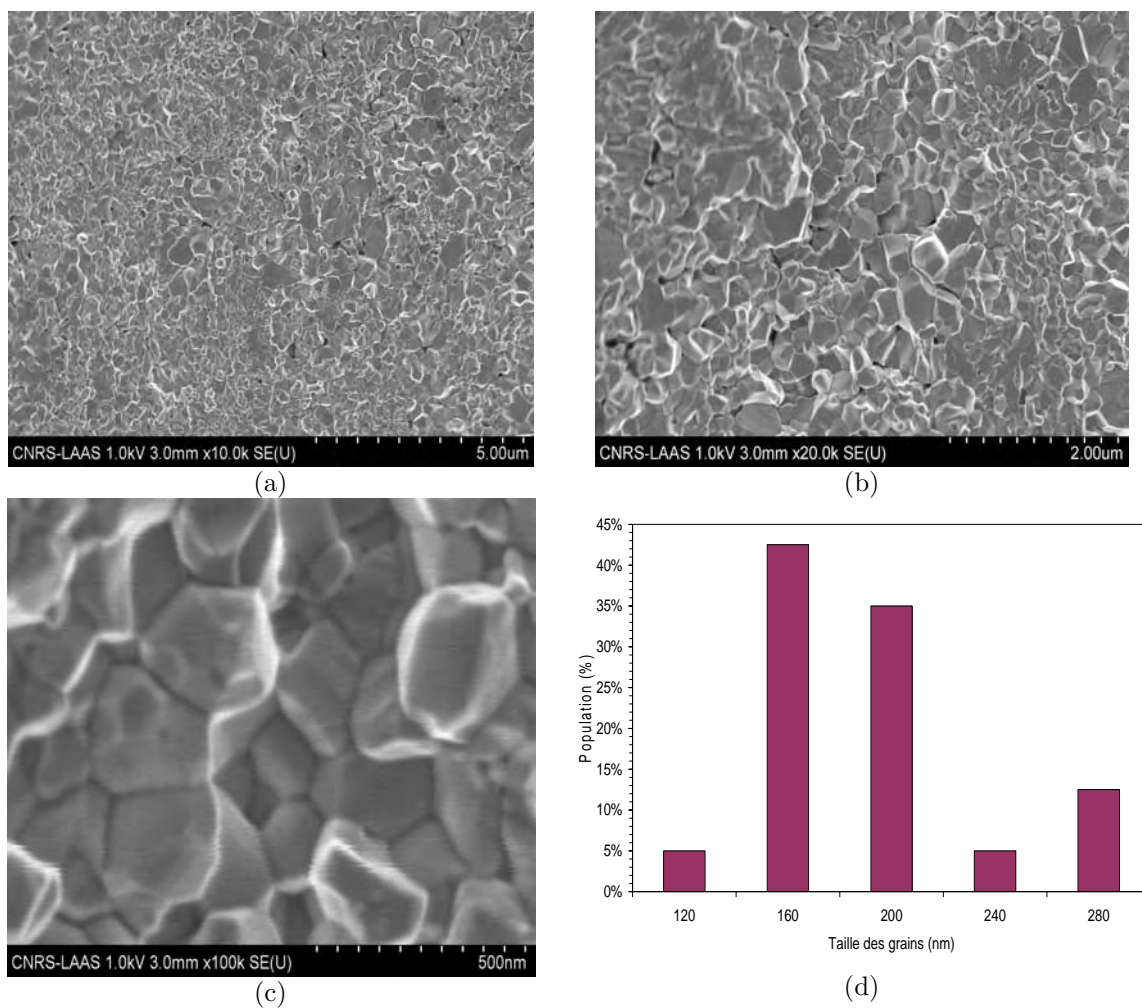


## b) Echantillon AI128



**Figure 1.** Image MEB de la pastille à 18% de porosité à différentes échelles (a) 5 μm, (b) 2 μm, (c) 500 nm et (d) : distribution en taille des grains de TiO<sub>2</sub>

## c) Echantillon AI129



*Figure 2. Image MEB de la pastille à 8% de porosité à différentes échelles  
(a) 5 μm, (b) 2 μm, (c) 500 nm et (d) : distribution en taille des grains de TiO<sub>2</sub>*

---

# Production scientifique

---



**Journaux internationaux avec comité de lecture**

**H. Hallil**, F. Chebila, P. Ménini and H. Aubert

"Feasibility of passive gas sensor based on Whispering Gallery Modes and its Radar interrogation: theoretical and experimental investigations" *Sensors & Transducers*, Vol.116, N°5, pp.38-48, Mai 2010

**Conférences internationales avec comité de lecture**

**H. Hallil**, F. Chebila, P. Menini, P. Pons, H. Aubert

"Feasibility of Wireless Gas Detection with an FMCW RADAR Interrogation of Passive RF Gas Sensor"; IEEE SENSORS 2010, Kohala, Hawaii (USA); 01-04 Novembre 2010.

**H. Hallil**, P. Ménini and H. Aubert

"Novel millimeter-wave gas sensor using dielectric resonator with sensitive layer on TiO<sub>2</sub>"  
IEEE SENSORS 2009, Christchurch (Nouvelle Zélande), 25-28 Octobre 2009, pp.226-228

**H. Hallil**, P. Ménini and H. Aubert

"Novel Microwave Gas sensor using Dielectric Resonator With SnO<sub>2</sub> Sensitive Layer"  
Euroensors XXIII conference, Lausanne (Suisse), 6-9 Septembre 2009, 4p.

**H. Hallil**, P. Ménini and H. Aubert

"New microwave gas detector using dielectric resonator based on Whispering-Gallery Mode"  
39<sup>th</sup> European Microwave Conference (EuMA 2009), Rome (Italie), 28 Septembre-2 octobre 2009, pp.1097-1100

**Conférences nationales avec comité de lecture**

**H. Hallil**, P. Ménini and H. Aubert

« Nouveau détecteur de gaz hyperfréquence à modes de galerie »

16èmes Journées Nationales Microondes (JNM 2009), Grenoble (France), 27-29 Mai 2009, 4p.

**H. Hallil**, P. Ménini and H. Aubert

« Nouveau capteur de gaz hyperfréquence à base d'un résonateur diélectrique en SnO<sub>2</sub> »

Journées Nationales du Réseau Doctoral de Microélectronique (JNRDM 2009), Lyon (France), 18-20 Mai 2009, 2p. ***Prix du meilleur Poster aux JNRDM2009.***



## Résumé

L'objectif de cette étude est de montrer la faisabilité d'un nouveau capteur de gaz à transduction RF, passif et sans fil. Ce nouveau capteur est composé de deux lignes coplanaires sur membrane et d'un résonateur diélectrique (RD). L'association de ces deux éléments permet de réaliser un filtre que nous excitons par une onde électromagnétique hyperfréquence en modes de galerie. Grâce à l'effet de « Relaxation Diélectrique », nous pouvons détecter une variation de l'ambiance gazeuse par un décalage d'une fréquence de résonance du filtre. Les résultats de simulations électromagnétiques ont montré que la détermination de la fréquence de résonance d'un des modes de galerie permettait de détecter facilement la présence de gaz avec une grande sensibilité. Le développement de ce circuit simulé a été réalisé en deux étapes : la fabrication des lignes coplanaires sur membrane et l'élaboration du résonateur diélectrique à base d'un matériau sensible aux gaz. La réalisation d'un RD en  $\text{TiO}_2$  a été abordée en collaboration avec le CIRIMAT en utilisant la technique SPS (une voie prometteuse mais non encore maîtrisée pour nos structures). Compte tenu des difficultés rencontrées, nous avons validé le concept du capteur en utilisant un résonateur en céramique ( $\text{BaSmTi}_{\text{Oxide}}$ ) réalisé par Temex-Ceramics. L'assemblage des deux parties du capteur a permis d'obtenir les premiers dispositifs et de les caractériser sous différentes ambiances. Les résultats obtenus coïncident bien avec ceux de simulation ce qui valide le principe et la conception de ce nouveau capteur. Enfin, une dernière partie de l'étude est focalisée sur la communication sans fil de ce capteur passif à l'aide d'un RADAR FMCW.

**Mots clés:** capteur de gaz passif, Résonateur diélectrique, Modes de galerie, Résonateur à base de  $\text{TiO}_2$ , Interrogation RADAR, Détecteur de gaz sans fil.

## Abstract

In this work, feasibility of gas sensors based on Titanium Dioxide ( $\text{TiO}_2$ ) dielectric resonator, operating with whispering-gallery modes, is presented. The gas or humidity adsorption modifies the  $\text{TiO}_2$  dielectric permittivity and such modification induces variation in the resonant frequencies of high-Q whispering-gallery modes in the millimeter-wave frequency range. Full-wave electromagnetic simulation demonstrates that the measurement of this variation allows the derivation of few parts-per-million (ppm) fluctuations in gas or humidity concentration. For validation purposes very first prototypes of resonator operating with whispering-gallery modes in the millimeter-wave frequency range are micro-machined. The measured performances confirm that such high-Q resonant modes are very sensitive to small variations in dielectric resonator permittivity. Moreover we validate experimentally that these small variations can be remotely detected from the RADAR interrogation of an antenna loaded by the whispering-gallery modes resonator.

**Keywords:** RF gas sensor, Dielectric resonator, Whispering gallery mode, RADAR interrogation, wireless sensors network.