

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

THÈSE PRÉSENTÉE À
L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES

COMME EXIGENCE PARTIELLE
DU DOCTORAT EN GÉNIE ÉLECTRIQUE

PAR
ISSAM KERROUM

CAPTEURS D'HYDROGÈNE POUR L'INDUSTRIE DE L'AUTOMOBILE ET DE LA
SÉCURITÉ

OCTOBRE 2016

Université du Québec à Trois-Rivières

Service de la bibliothèque

Avertissement

L'auteur de ce mémoire ou de cette thèse a autorisé l'Université du Québec à Trois-Rivières à diffuser, à des fins non lucratives, une copie de son mémoire ou de sa thèse.

Cette diffusion n'entraîne pas une renonciation de la part de l'auteur à ses droits de propriété intellectuelle, incluant le droit d'auteur, sur ce mémoire ou cette thèse. Notamment, la reproduction ou la publication de la totalité ou d'une partie importante de ce mémoire ou de cette thèse requiert son autorisation.

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES

DOCTORAT EN GÉNIE ÉLECTRIQUE (PH.D.)

Programme offert par l'Université du Québec à Trois-Rivières

**CAPTEURS D'HYDROGÈNE POUR L'INDUSTRIE DE L'AUTOMOBILE ET DE
LA SÉCURITÉ**

PAR

ISSAM KERROUM

Frédéric Domingue, directeur de recherche Université du Québec à Trois-Rivières

Alexandre Reinhardt, codirecteur de recherche CEA-LETI, Grenoble – France

Adel-Omar Dahmane, président du jury Université du Québec à Trois-Rivières

Adam Skorek, évaluateur interne Université du Québec à Trois-Rivières

Charles Richard, évaluateur externe Teledyne DALSA Semiconducteur

Thèse soutenue le 03 10 16

Résumé

Dans le but de minimiser l'impact désastreux des gaz à effet de serre, la communauté scientifique s'est tournée vers l'exploitation de technologies à base d'énergies propres et renouvelables. L'industrie automobile est l'un des secteurs industriels qui connaisse un gain d'intérêt pour ces nouvelles sources d'énergies vertes. Par conséquent, les nouveaux véhicules à hydrogène sont de plus en plus développés par les compagnies automobiles. Cependant, et dans le but d'assurer le succès commercial de ces nouveaux véhicules à hydrogène, l'optimisation de la sécurité dans ces véhicules au moyen de capteurs d'hydrogène est primordiale. Néanmoins, les besoins grandissants d'une industrie en pleine expansion nous mettent face à des contraintes de plus en plus sévères en termes de performances, de coût et de fiabilité. Actuellement, un écart important existe entre les spécifications requises des technologies de capteurs et les produits disponibles. Par conséquent, un travail de recherche est nécessaire afin d'aboutir à des produits industriels.

C'est pour participer à cette évolution que je mène ce travail de recherche qui consiste à mettre en place une méthodologie innovante pour la détection d'hydrogène et qui répond aux besoins du marché. Le principe est d'exploiter les avantages offerts par la technologie acoustique pour aboutir à un dispositif robuste. L'objectif final est d'identifier un dispositif de détection d'hydrogène robuste et à moindre coût qui répond aux exigences de l'industrie automobile en termes de sécurité et de fiabilité. Un objectif qui passe par la compréhension profonde du principe de fonctionnement et de détection des capteurs acoustiques.

Remerciements

Avant toute chose, je tiens à remercier mon directeur de recherche, le Prof. Frédéric Domingue du département de Génie Électrique et Génie Informatique (GÉGI) de l'Université du Québec à Trois-Rivières (UQTR) et directeur du Laboratoire de MicroSystèmes et Télécommunications (LMST), pour sa confiance et son soutien continuels tout au long de la thèse. Ses qualités de direction et sa disponibilité m'ont permis d'améliorer mes qualités de chercheur grâce notamment à la prise de prise d'initiative qu'il m'a accordé tout au long de la thèse.

Je tiens également à remercier mon co-directeur de recherche, le Dr. Alexandre Reinhardt du CEA-LETI à Grenoble en France, pour les nombreuses discussions enrichissantes que j'ai échangé avec lui tout au long de la thèse. Son expertise et ses précieux conseils m'ont permis de viser l'excellence tout au long de ce projet de recherche.

Aussi, je tiens à adresser mes sincères remerciements au Prof. Adel-Omar Dahmane et au Prof. Adam Skorek de l'UQTR ainsi qu'au Dr. Charles Richard de Teledyne DALSA Semiconducteur de m'avoir consacré de leur temps afin d'évaluer ce travail de thèse.

Merci aux collègues du LMST ainsi qu'au corps professoral et administratif du GÉGI de l'UQTR pour leur disponibilité, leur soutien ainsi que leur sympathie tout au long de la préparation de cette thèse.

Enfin, je tiens à adresser un très gros merci à ma famille et à mes amis pour leur support inconditionnel et leurs encouragements tout au long de la préparation de la thèse.

Dédicaces

Je dédie cette thèse à la mémoire de mon père, qui n'a pas pu assister à la fin de cette aventure.

À ma mère, qui a toujours cru en moi et m'a toujours poussé à atteindre l'excellence.

À mon petit frère, Rafik.

À mes deux sœurs, Imène et Nihad.

À ma femme et mon autre moitié, Kira, qui a su être là dans les moments les plus difficiles.

À ma famille en Algérie, en France et aux États-Unis d'Amérique.

À ma belle-famille.

À tous mes amis, à la fois ceux qui ont pu partager cette aventure avec moi ici au Canada mais aussi ceux que j'ai laissé derrière moi en Algérie et en France.

Table des matières

Résumé.....	iii
Remerciements.....	iv
Dédicaces	v
Table des matières.....	vi
Liste des tableaux.....	x
Liste des figures	xii
Liste des symboles	xvii
Chapitre 1 - Introduction.....	1
1.1 Problématique.....	6
1.2 Objectifs	10
1.3 Originalité de la thèse.....	11
1.4 Organisation de la thèse	12
Chapitre 2 - Revue de la littérature	15
2.1 Revue des capteurs d'hydrogène commerciaux et étude de performances	15
2.1.1 Technologie catalytique (CAT)	16

2.1.2	Technologie électrochimique (EC).....	17
2.1.3	Technologie à conductivité thermique (TCD).....	17
2.1.4	Technologie à oxyde métallique (MOX).....	18
2.1.5	Technologie métal – oxyde – semi-conducteur (MOS).....	19
2.1.6	Étude des performances	19
2.1.7	Résumé de l'étude du marché des capteurs commerciaux	21
2.2	L'acoustique comme alternative	22
2.3	Théorie de l'acoustique	23
2.3.1	Description du dispositif acoustique à base d'ondes acoustiques de surface	23
2.3.2	Principe de fonctionnement	24
2.3.3	Principe de détection.....	24
2.3.4	Modes de propagation de l'onde acoustique.....	25
2.4	Résumé des technologies acoustiques.....	29
 Chapitre 3 - Étude théorique des mécanismes de détection dans les couches minces et étude de sensibilité «Application sur le mode SAW»		
3.1	Approche scientifique proposée pour l'explication du mécanisme de détection dans les couches minces	32
3.1.1	Extraction de la vitesse acoustique dans les couches minces «Développement mathématique»	35

3.1.2	Conception des dispositifs	36
3.1.3	Modèle électrique «Validation de la conception : Dimensionnement et fréquence de fonctionnement».....	41
3.2	Modèle multiphysique.....	47
3.3	Approche scientifique proposée pour l'étude de sensibilité des différents modes acoustiques susceptibles d'être exploités	51
Chapitre 4 - Résultats expérimentaux «Application sur le mode SAW».....		53
4.1	Procédé de fabrication	53
4.2	Réalisation des masques.....	56
4.3	Réalisation des dispositifs	57
4.4	Méthodes et paramètres de test	60
4.4.1	Méthode de test.....	60
4.4.2	Paramètres de test	62
4.5	Étude en absence d'hydrogène	63
4.6	Étude en présence d'hydrogène.....	65
4.7	Étude de sensibilité des capteurs acoustiques (application sur le mode SAW)	70
Chapitre 5 - Nouvelle génération «Optimisation de la robustesse».....		74
5.1	Identification des modes acoustiques alternatifs exploités.....	75

5.2	Conception des capteurs à base de modes acoustiques alternatifs et choix des matériaux.....	76
5.2.1	Mode SH-SAW.....	76
5.2.2	Mode de Love.....	81
5.2.3	Mode de Lamb.....	82
5.3	Étude de sensibilité des différents cas.....	85
5.3.1	Mode SH-SAW.....	85
5.3.2	Mode de Love.....	89
5.3.3	Mode de Lamb.....	98
	Chapitre 6 - Conclusion.....	102
6.1	Synthèse des travaux effectués.....	102
6.2	Contributions scientifiques apportées.....	103
6.3	Perspectives futures.....	106
	Références.....	107
	Annexe A – Publications résultantes du projet de recherche.....	121
	Annexe B – Rotation des matrices.....	124
	Annexe C – Matrices de base et nouvelles matrices.....	127
	Annexe D – Procédé de fabrication des capteurs à ondes de Love.....	132
	Annexe E – Fabrication et caractérisation des dispositifs acoustiques.....	141

Liste des tableaux

Tableau 1.1	Exigences de l'industrie automobile	8
Tableau 2.1	Critères d'exigences de l'industrie automobile	20
Tableau 2.2	Étude du marché.....	21
Tableau 2.3	Modes Acoustiques	30
Tableau 3.1	Identification des propriétés et choix des matériaux	37
Tableau 3.2	Dimensions des différentes parties des dispositifs acoustiques	39
Tableau 3.3	Principaux paramètres du modèle électrique établi.....	45
Tableau 3.4	Principaux paramètres du film de Palladium utilisés dans le modèle éléments finis.....	48
Tableau 3.5	Coefficients de la relation empirique obtenue avec l'étude paramétrique	50
Tableau 4.1	Étapes de la réalisation technologique et les paramètres de fabrication.....	58
Tableau 4.2	Extraction de la valeur expérimentale du mode Quasi-SAW dans la couche de Palladium.....	64
Tableau 4.3	Extraction de la valeur expérimentale du mode SH-SAW dans la couche de Palladium.....	64
Tableau 4.4	Extraction des valeurs effectives des paramètres étudiés de la couche de Palladium.....	64
Tableau 5.1	Choix des angles optimaux pour la génération du mode SH-SAW pour les trois matériaux étudiés.....	81
Tableau 5.2	Résumé des caractéristiques des dispositifs à ondes de Lamb envisagés	85
Tableau 5.3	Résumé des coefficients de sensibilité au module de Young, à la densité et à l'interaction des deux paramètres.....	88

Tableau 5.4	Résumé des coefficients de sensibilité au module de Young, à la densité et à l'interaction des deux paramètres.....	92
Tableau 5.5	Résumé des coefficients de sensibilité au module de Young, à la densité et à l'interaction des deux paramètres.....	95
Tableau 5.6	Résumé des coefficients de sensibilité au module de Young, à la densité et à l'interaction des deux paramètres.....	98
Tableau 5.7	Résumé des coefficients de sensibilité au module de Young, à la densité et à l'interaction des deux paramètres.....	99
Tableau D.1	Paramètres de fabrication pour l'obtention des motifs des IDTs	138
Tableau D.2	Paramètres de fabrication pour le dépôt de la couche guidante et l'ouverture des accès	139
Tableau D.3	Paramètres de fabrication pour le dépôt de la couche sélective	140

Liste des figures

Figure 1.1	Densité du dioxyde de carbone dans l'atmosphère	1
Figure 1.2	Émissions du dioxyde de carbone par pays au fil des années	2
Figure 1.3	Impact de l'industrie automobile sur l'émission du CO ₂ dans l'atmosphère	3
Figure 1.4	Causes des émissions du dioxyde de carbone au Canada. (a). Pourcentage d'émission de CO ₂ par secteur, (b). Répartition du pourcentage d'émission de CO ₂ dans le secteur des transports.....	4
Figure 1.5	Emplacement des capteurs d'hydrogène	8
Figure 2.1	Capteur catalytique.....	16
Figure 2.2	Capteur électrochimique.....	17
Figure 2.3	Capteur à conductivité thermique.....	18
Figure 2.4	Capteur à oxyde métallique.....	18
Figure 2.5	Capteur métal – oxyde – semi-conducteur.	19
Figure 2.6	Performances des capteurs d'hydrogène commerciaux.	20
Figure 2.7	Capteur à ondes acoustiques de surface	23
Figure 2.8	Ondes de volume «Bulk Acoustic Waves (BAW)». (a). Polarisation des ondes BAW, (b). Dispositif de détection à base d'ondes BAW	26
Figure 2.9	Ondes de surface «Surface Acoustic Waves (SAW)». (a). Polarisation des ondes SAW, (b). Dispositif de détection à base d'ondes SAW	26
Figure 2.10	Ondes de cisaillement «Shear-Horizontal SAW (SH-SAW)». (a). Polarisation des SH-SAW, (b). Dispositif de détection SH-SAW	27
Figure 2.11	Ondes de Love. (a). Polarisation des ondes de Love, (b). Dispositif de détection à base d'ondes de Love.	28

Figure 2.12	Ondes de Lamb. (a). Polarisation des ondes de Lamb, (b). Dispositif de détection à base d'ondes de Lamb	28
Figure 2.13	Ondes de cisaillement dans les plaques «Shear-Horizontal APM (SH-APM)». (a). Polarisation des ondes SH-APM, (b). Dispositif de détection à base d'ondes SH-APM	29
Figure 3.1	Étude des mécanismes de détection dans les couches minces	34
Figure 3.2	Dimensions du capteur étudié	35
Figure 3.3	Différentes partie du dispositif acoustique pouvant affecter son comportement. (a). d, L et E, (b). l, R et N	39
Figure 3.4	Dispositifs SAW. (a). Capteur SAW (Version 01), (b). Capteur SAW (Version 01), (c). Résonateur SAW (Version 01), (d). Capteur SAW (Version 02).	40
Figure 3.5	Dessins de masques des dispositifs SAW. (a). Masque final (Version 01), (b). Masque filtres (Projet industriel), (c). Masque final (Version 02), (d). Masque IDTs (Version 02), (e). Masque Palladium (Version 02), (f). Masque absorbants (Version 02)	41
Figure 3.6	Résonateur modélisé (Photographie sur dispositif fabriqué)	42
Figure 3.7	Modèle Mason d'un résonateur acoustique.....	42
Figure 3.8	Représentation d'une paire de doigts	43
Figure 3.9	Représentation d'une ligne de transmission.....	46
Figure 3.10	Comparaison des résultats de mesure avec ceux de simulation. (a). Résonateur SAW, (b). Capteur SAW	47
Figure 3.11	Modèle éléments finis utilisé dans l'étude paramétrique	48
Figure 3.12	Variations des vitesses en fonction des paramètres étudiés. (a). Mode Quasi-SAW, (b). Mode SH-SAW.....	49
Figure 3.13	Étude de sensibilité des différents modes acoustiques.....	51
Figure 3.14	Analyse de la sensibilité des modes acoustiques en fonction des paramètres identifiés.....	52
Figure 4.1	Procédé de fabrication des dispositifs acoustiques à ondes de surface	55
Figure 4.2	Masques fabriqués pour les dispositifs SAW. (a). Masque IDTs (Version 01), (b). Masque Pd (Version 01), (c). Masque filtres	

	(Projet industriel), (d). Masque IDTs (Version 02), (e). Masque Pd (Version 02), (f). Masque absorbants (Version 02).	57
Figure 4.3	Étapes de réalisation des dispositifs acoustiques.	59
Figure 4.4	Dispositifs acoustiques fabriqués. (a). Résonateur SAW, (b). Capteur SAW	60
Figure 4.5	Station sous pointes miniature et carte d'acquisition «conçues». (a). Station sous pointes miniature, (b). Carte d'acquisition.	61
Figure 4.6	Station sous pointes miniature et carte d'acquisition «réalisées». (a). Station sous pointes miniature, (b). Carte d'acquisition.	61
Figure 4.7	Banc de test global	62
Figure 4.8	Mesures RF pour les deux lignes à délai (avec et sans Palladium). (a). Coefficient de transmission S21, (b). Variation de la phase	64
Figure 4.9	Variations de la phase pour les deux lignes à délai, avec et sans Palladium, à différentes concentrations d'hydrogène dans l'air. (a). 0%, (b). 0.67%, (c). 0.83%, (d). 1%, (e). 1.17%, (f). 1.33%, (g). 1.5%, (h). 1.67%, (i). 1.83%, (j). 2%.	66
Figure 4.10	Variation de la vitesse de phase en fonction de la concentration d'hydrogène. (a). Mode Quasi-SAW, (b). Mode SH-SAW	67
Figure 4.11	Variation des paramètres étudiés de la couche de Palladium en fonction de la concentration d'hydrogène. (a). Variation du module de Young, (b). Variation de la densité.....	68
Figure 4.12	Variation relative des paramètres étudiés de la couche de Palladium en fonction de la concentration d'hydrogène. (a). Variation relative du module de Young, (b). Variation relative de la densité.....	69
Figure 4.13	Variation de la vitesse de propagation de l'onde acoustique du mode SAW en fonction des valeurs relatives des paramètres étudiés.....	71
Figure 4.14	Coefficients de sensibilité du mode SAW dans le cas du Niobate de Lithium Y-Z.....	72
Figure 5.1	Changement de base. (a). Rotation sur X, (b). Rotation sur Y, (c). Rotation sur Z.	78

Figure 5.2	Matrices de changement de base. (a). Sur X, (b). Sur Y, (c). Sur Z.....	78
Figure 5.3	Coefficient de couplage du Niobate de Lithium dans le plan YZ.....	80
Figure 5.4	Empilement des matériaux des ondes de Lamb.	82
Figure 5.5	Conception du capteur à ondes de Lamb. (a). Détermination des bandes de fréquences, (b). Identification des modes acoustiques.	82
Figure 5.6	Dispositifs Lamb envisagés. (a). Capteur Lamb à deux ports (S_0), (b). Capteur Lamb à quatre ports (S_0), (c). Capteur Lamb à deux ports (A_1), (d). Capteur Lamb à quatre ports (A_1), (e). Capteur Lamb sans fil à un port, (f). Capteur BAW.....	83
Figure 5.7	Dessin de masque final.....	84
Figure 5.8	Aperçu 3D des dispositifs finaux	84
Figure 5.9	Variation de la vitesse de phase du mode SH-SAW en fonction des paramètres étudiés pour le LiNbO_3 avec une rotation de 45° sur l'axe Y.	86
Figure 5.10	Variation de la vitesse de phase du mode SH-SAW en fonction des paramètres étudiés pour le LiTaO_3 avec une rotation de 45° sur l'axe Y.	86
Figure 5.11	Variation de la vitesse de phase du mode SH-SAW en fonction des paramètres étudiés pour le Quartz avec une rotation de 5° sur l'axe des X.....	87
Figure 5.12	Coefficients de sensibilité aux paramètres étudiés pour les trois matériaux envisagés.	88
Figure 5.13	Variation de la vitesse de phase du mode de Love en fonction des paramètres étudiés pour le LiNbO_3 avec une rotation de 45° sur l'axe Y et une couche guidante en ZnO	90
Figure 5.14	Variation de la vitesse de phase du mode de Love en fonction des paramètres étudiés pour le LiTaO_3 avec une rotation de 45° sur l'axe Y et une couche guidante en ZnO	90
Figure 5.15	Variation de la vitesse de phase du mode de Love en fonction des paramètres étudiés pour le Quartz avec une rotation de 5° sur l'axe X et une couche guidante en ZnO	91
Figure 5.16	Coefficients de sensibilité aux paramètres étudiés pour les trois empilements envisagés.	92

Figure 5.17	Variation de la vitesse de phase du mode de Love en fonction des paramètres étudiés pour le LiNbO_3 avec une rotation de 45° sur l'axe Y et une couche guidante en SiO_2	94
Figure 5.18	Variation de la vitesse de phase du mode de Love en fonction des paramètres étudiés pour le LiTaO_3 avec une rotation de 45° sur l'axe Y et une couche guidante en SiO_2	94
Figure 5.19	Variation de la vitesse de phase du mode de Love en fonction des paramètres étudiés pour le Quartz avec une rotation de 5° sur l'axe X et une couche guidante en SiO_2	95
Figure 5.20	Coefficients de sensibilité aux paramètres étudiés pour les trois empilements envisagés.	96
Figure 5.21	Effet du mode de cisaillement sur la sensibilité des capteurs	97
Figure 5.22	Coefficients de sensibilité aux paramètres étudiés pour les ondes de Lamb (Mode S_0) et les ondes SAW.....	99
Figure 5.23	Coefficients de sensibilité aux paramètres étudiés pour les ondes de Lamb (Mode A_1) et les ondes SAW	100
Figure B.1	Rotation de la matrice d'élasticité du Niobate de Lithium sur L'axe X.....	125
Figure B.2	Rotation des matrices du Niobate de Lithium sur l'axe X. (a). Matrice de piézoélectricité, (b). Matrice de permittivité.....	126
Figure D.1	Étapes de fabrication d'un capteur acoustique à ondes de Love	137
Figure E.1	Fabrication des dispositifs acoustiques	141
Figure E.2	Caractérisation des dispositifs acoustiques	142
Figure E.3	Photographie d'un substrat fabriqué.....	143

Liste des symboles

A : Matrice de passage des propriétés du substrat de la base (X, Y, Z) à (X', Y', Z') .

A^{-1} : Matrice de passage inverse des propriétés du substrat de la base (X, Y, Z) à (X', Y', Z') .

A_1 : Mode de propagation antisymétrique des ondes de Lamb.

BAW : Bulk Acoustic Waves.

CAT : Technologie catalytique.

Cu : Cuivre.

C_1 : Capacité entre deux doigts.

C_{ij} : Matrice des propriétés élastiques du substrat dans la base (X, Y, Z) .

C'_{ij} : Matrice des propriétés élastiques du substrat dans la base (X', Y', Z') .

DOE : Design of experiment.

E : Module de Young.

EC : Technologie Électrochimique.

e_{ij} : Matrice des propriétés piézoélectriques du substrat dans la base (X, Y, Z) .

e'_{ij} : Matrice des propriétés piézoélectriques du substrat dans la base (X', Y', Z') .

f : Fréquence de fonctionnement du dispositif acoustique.

FEM : Finit Element Model.

Fr : Fréquence de résonance du modèle Mason.

IDT : Interdigitated Transducer.

ISM : Industrial, Scientific and Medical.

K^2 : Coefficient de couplage électromécanique.

LiNbO_3 : Niobate de Lithium.

LiTaO_3 : Tantalate de Lithium.

MOX : Technologie à oxyde métallique.

MOS : Technologie Métal-oxyde-semiconducteur.

Pd : Palladium.

Q : Matrice de passage de la base (X, Y, Z) à la base (X', Y', Z').

Q^{-1} : Matrice de passage inverse de la base (X, Y, Z) à la base (X', Y', Z').

R_0 : Équivalent électrique de l'impédance acoustique.

SAW : Surface Acoustic Waves.

SH-SAW : Shear-Horizontal Surface Acoustic Waves.

SH-APM : Shear-Horizontal Acoustic Plate Mode.

S_0 : Mode de propagation symétrique des ondes de Lamb.

T_1 : Facteur de couplage du modèle Mason.

TCD : Technologie à conductivité thermique.

Z_0 : Impédance acoustique.

$\Delta\varphi$: Déphasage entre les deux lignes à délai du capteur SAW.

ε_{ij} : Matrice des propriétés diélectriques du substrat dans la base (X, Y, Z).

ε_{ij}' : Matrice des propriétés diélectriques du substrat dans la base (X', Y', Z').

θ : Angle de rotation de la structure cristalline du substrat.

ρ : Densité du matériau.

σ : Conductivité électrique du matériau.

λ : Longueur d'onde.

v : Vitesse de propagation de l'onde acoustique du substrat.

Chapitre 1 - Introduction

Les progrès technologiques ont contribué considérablement à l'augmentation de la densité du dioxyde de carbone dans l'atmosphère au fil des années. Ainsi, les zones qui connaissent une concentration industrielle importante ont atteints des niveaux alarmants de concentrations de gaz à effet de serre dans leur atmosphère. La Figure 1.1 présente le résultat d'une étude effectuée en 2009 par le laboratoire de recherche sur le système terrestre «National Oceanic & Atmospheric Administration (NOAA) Earth System Research Laboratory» [1]. Leur étude présente la répartition de la densité du dioxyde de carbone dans l'atmosphère dans les quatre coins de la planète. Le résultat observé confirme notamment les conclusions avancées précédemment, à noter, l'atteinte de niveaux alarmants de gaz à effet de serre dans les zones industrielles.

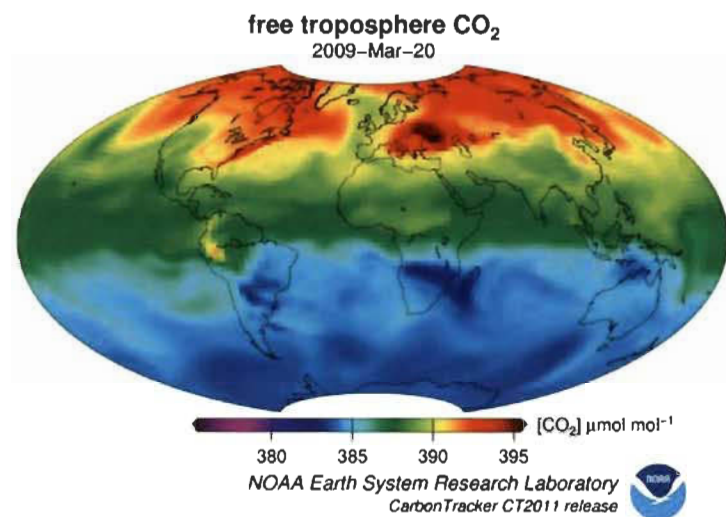


Figure 1.1 Densité du dioxyde de carbone dans l'atmosphère. [1]

Par ailleurs, un rapport des tendances des émissions du dioxyde de carbone a été publié en 2013 conjointement par l'agence hollandaise de l'évaluation environnementale «PBL Netherlands Environmental Assessment Agency» et le centre de recherche européen «Joint Research Center (JRC)» qui est l'un de nos collaborateurs [2]. Dans ce rapport, une étude comparative a été effectuée afin de démontrer l'apport des différents pays de la planète, développés et en voie de développement, pour ce qui est des émissions du dioxyde de carbone dans l'atmosphère. Aussi, les efforts effectués par chacun ont été mentionnés. Les résultats de l'étude sont résumés dans la Figure 1.2 qui représente les émissions du dioxyde de carbone au fil des années par les principaux acteurs de l'industrialisation au niveau mondial.

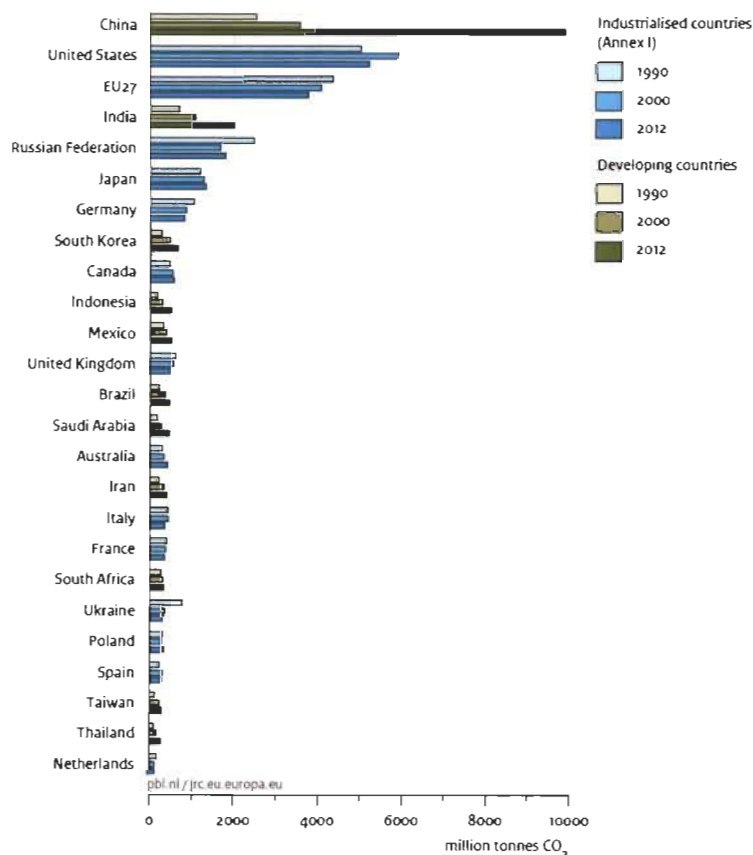


Figure 1.2 Émissions du dioxyde de carbone par pays au fil des années. [2]

Dans le cas du maintien de cette tendance d'augmentation de la concentration des gaz à effet de serre dans l'atmosphère, l'impact sur la nature et l'équilibre écologique sera désastreux, notamment, à moyen et long termes.

Dans le but de pouvoir réagir à temps à cette augmentation continue de la concentration des gaz à effet de serre dans l'atmosphère, il est nécessaire de déterminer les différentes sources de pollution et la proportion de chacune. Une étude menée en France par des écologistes démontre un rapport direct entre l'augmentation continue des concentrations du dioxyde de carbone dans l'atmosphère et la production automobile [3]. Les résultats sont présentés dans la Figure 1.3, qui représente la relation entre la concentration du dioxyde de carbone dans l'atmosphère et la production annuelle des automobiles. On constate clairement que le niveau de pollution dans l'air augmente continuellement au fur et à mesure que la production automobile augmente à son tour. Ceci démontre l'impact néfaste de cette industrie et le rôle qu'elle a joué dans l'augmentation continue des émissions des gaz à effet de serre.

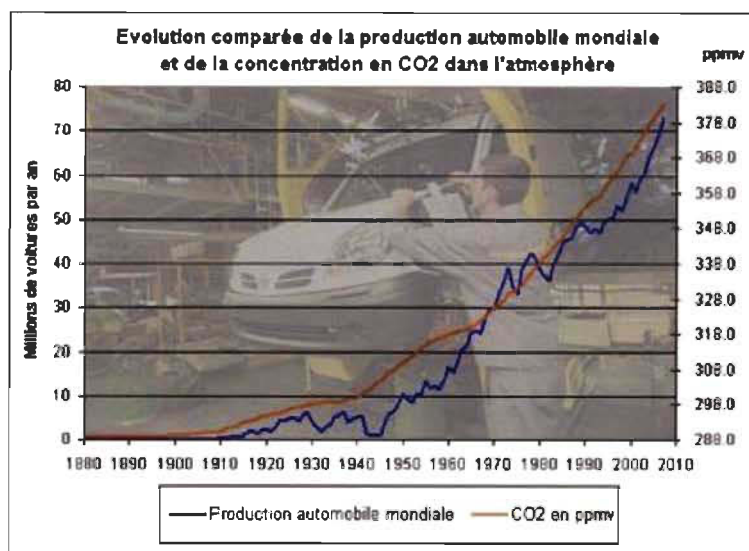
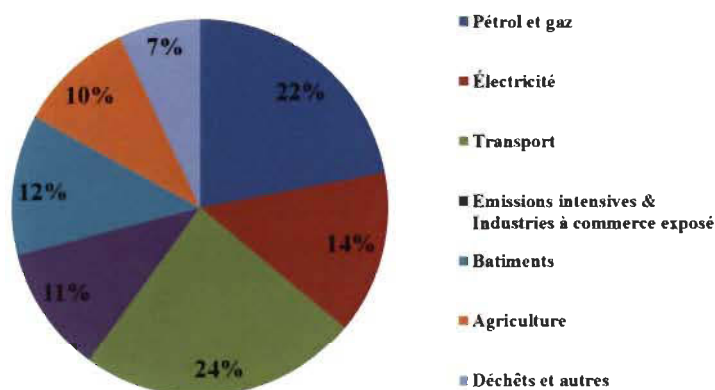


Figure 1.3 Impact de l'industrie automobile sur l'émission du CO₂ dans l'atmosphère. [3]

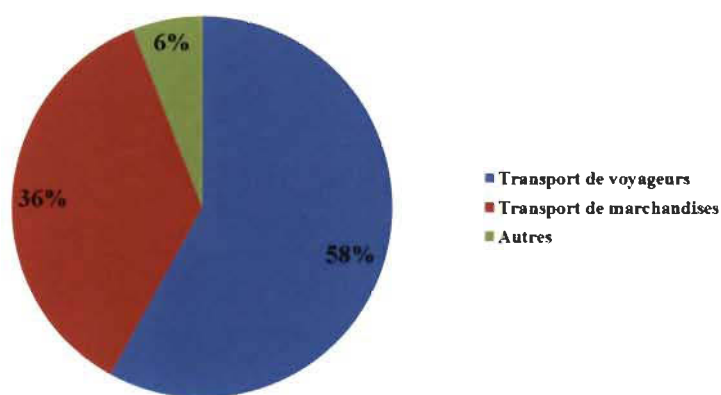
De son côté, le Canada n'échappe pas à cette réalité. En effet, une étude menée par environnement Canada et publiée dans un rapport en Août 2012 [4] démontre que le secteur des transports, principalement le transport des voyageurs (Figure 1.4), arrive en tête des causes des émissions du dioxyde de carbone dans l'atmosphère avec une proportion égale à 24%. Ceci implique que l'industrie automobile au Canada est responsable, à elle toute seule, du quart des émissions des gaz à effet de serre.

Émission de CO₂ par secteur économique (M tonnes)



(a)

Émissions de CO₂ par le secteur des transports



(b)

Figure 1.4 Causes des émissions du dioxyde de carbone au Canada. (a). Pourcentage d'émission de CO₂ par secteur, (b). Répartition du pourcentage d'émission de CO₂ dans le secteur des transports. [4]

Cette étude nous permet de réaliser l'ampleur de la catastrophe écologique qui nous guette et de réaliser par la même occasion le besoin pressant à des technologies nouvelles qui exploitent des énergies propre et renouvelable. C'est dans cette optique que la communauté scientifique s'est tournée vers l'exploitation des technologies à base d'énergies vertes. Ces dernières années, l'hydrogène est considéré comme l'une des sources d'énergies les plus propres et est, par conséquent, de plus en plus exploités [5]. L'hydrogène présente, en effet, de nombreux avantages qui font de lui un incontournable des énergies vertes.

- C'est une source d'énergie propre et renouvelable.
- Il dispose de la possibilité d'une production à l'échelle mondiale contrairement aux énergies fossiles.
- L'absence totale d'émission des gaz à effet de serre lors de son utilisation.

Cependant, et comme pour chaque source d'énergie, l'hydrogène dispose de quelques inconvénients qu'il faudra prendre en considération lors de son exploitation.

- C'est un gaz qui est inodore et incolore.
- C'est un gaz qui est léger (il se diffuse rapidement de la source d'une fuite).
- Il dispose d'une grande plage d'inflammabilité (4% - 75%).

Ces inconvénients font de l'hydrogène une source d'énergie qui nécessite des prises de mesures de sécurité afin de protéger les utilisateurs des technologies à base de cette source d'énergie [6].

C'est dans la perspective d'exploiter les avantages offerts par l'hydrogène afin de diminuer les émissions des gaz à effet de serre causées par les véhicules à base de moteur à

combustion que les véhicules à hydrogène ont vu le jour. Ces véhicules sont semblables aux véhicules qu'on connaît à l'exception de l'utilisation d'un moteur à piles à combustible au lieu d'un moteur à combustion pour générer de l'énergie. Ainsi, ce genre de véhicule ne produit que l'eau et la chaleur comme résultante de la génération de l'énergie nécessaire à son fonctionnement. Cependant, dans le but d'assurer la sécurité des utilisateurs de ces véhicules à hydrogène, l'utilisation de dispositifs de détection est requise. Ces capteurs à hydrogène doivent répondre aux exigences de l'industrie automobile à la fois en matière de performance et de prix.

1.1 Problématique

Dans le domaine de l'industrie automobile, des nouveaux véhicules à hydrogène ont vu le jour afin de minimiser les émissions des gaz à effet de serre dans l'atmosphère. Afin de pouvoir exploiter les avantages de cette énergie propre dans l'industrie automobile tout en assurant une sécurité optimale à l'utilisateur final, des capteurs sont utilisés afin de détecter toute éventuelle fuite d'hydrogène.

Dans un véhicule à hydrogène l'aspect extérieur a été conservé par les constructeurs et ne diffère pas de ce que le consommateur a l'habitude d'utiliser. Le principal changement consiste dans le remplacement du moteur à combustion par un moteur électrique alimenté par pile à combustible, propre, silencieux, non polluant et plus efficace que le moteur à combustion. Lors du démarrage d'un moteur à base de pile à combustible, l'hydrogène venant du réservoir du véhicule et l'oxygène venant de l'air comprimé se dirige vers la pile à combustible afin de générer de l'énergie nécessaire au fonctionnement du véhicule. L'électricité produite par la pile à combustible est ensuite fournie au système de guidage. Ce dernier transforme l'énergie électrique en énergie mécanique pour faire tourner les roues

du véhicule. Le principal avantage du moteur à base de pile à combustible reste l'émission d'eau et de chaleur et l'absence totale de produits polluants à la sortie du système.

Par ailleurs, et dans le but d'assurer une sécurité optimale à l'utilisateur final dans ce genre de véhicule, un minimum de quatre capteurs est requis [7] (Figure 1.5). Le premier capteur est placé dans la cabine des passagers. Ce capteur permet la détection de toute éventuelle fuite d'hydrogène, surtout que l'hydrogène est un gaz incolore et inodore ce qui ne permet pas à l'utilisateur de le détecter sans l'aide d'un dispositif de détection. Au vu de l'emplacement de ce premier capteur, son temps de réponse doit être assez court afin de répondre aux exigences de l'industrie automobile. Ceci permet à l'utilisateur de pouvoir agir à temps en cas de fuite d'hydrogène afin d'assurer sa sécurité et celles de ses passagers. Le deuxième capteur est placé dans le module de ventilation afin de détecter toute présence d'hydrogène. La présence d'hydrogène à cet endroit indique une défaillance dans le système et permet à l'utilisateur d'agir à temps afin de corriger cette défaillance. Ce deuxième capteur doit disposer d'un seuil minimal de détection très bas. Le capteur doit également être sélectif afin de pouvoir distinguer l'hydrogène du reste des gaz empoisonnants contenus dans l'air.

Les deux derniers capteurs sont placés dans la pile à combustible, l'un dans l'anode, l'autre dans la cathode. Le capteur placé dans l'anode permet d'assurer une présence d'hydrogène avec un pourcentage de cent pour cent et de pouvoir détecter toute présence de quelconque autre gaz autre que l'hydrogène à cet endroit, ce qui indique une défaillance du système. Par conséquent, ce capteur doit disposer une large plage de mesure atteignant cent pour cent d'hydrogène tout comme il doit être sélectif afin de détecter la présence d'autres gaz non désirée. Le tout dernier capteur, placé dans la cathode, fonctionne quant à lui dans

des conditions extrêmes, notamment, en température et en humidité. Par conséquent, le capteur placé à cet emplacement doit être extrêmement robuste et fiable afin qu'il puisse répondre aux exigences de l'industrie automobile.

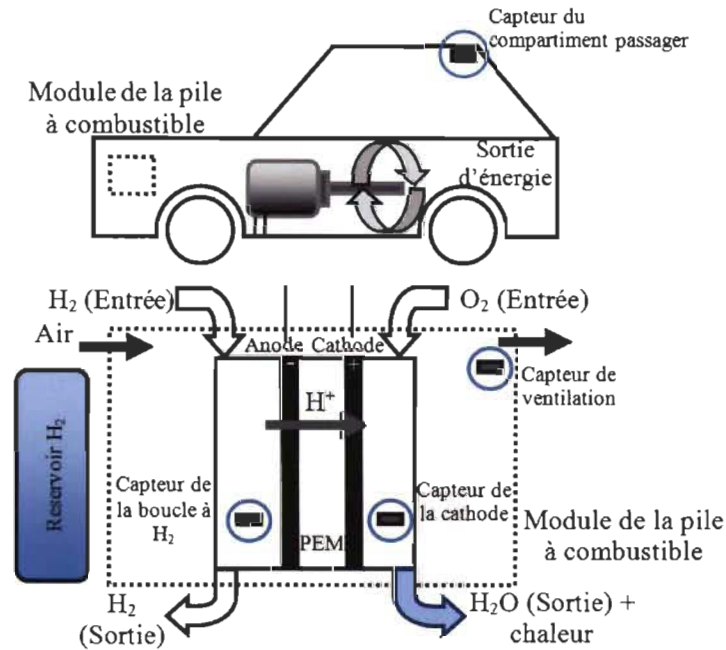


Figure 1.5 Emplacement des capteurs d'hydrogène.

Dans le but de mettre en place des capteurs qui répondent aux spécifications requises pour assurer la sécurité des utilisateurs des véhicules à hydrogène, les performances des capteurs sont étudiées en prenant en considérations cinq principaux critères. Le Tableau 1.1 résume les critères étudiés ainsi que les exigences de performance imposées par l'industrie.

Tableau 1.1 Exigences de l'industrie automobile. [7]

Critères	T (°C)	RH (%)	M (%)	T ₉₀ (s)	T ₁₀ (s)
MIN	-40	0	0	3	3
MAX	125	100	4		

Avec, T : Plage de température en degré Celsius qui va de -40°C à 125°C ; RH : Plage d'humidité en pourcentage qui va de 0 à 100%; M : plage de mesure en pourcentage qui va de 0 à 4% (sauf dans le cas du capteur placé à l'anode de la pile à combustible où le capteur doit couvrir une plage de mesure allant jusqu'à 100% afin de répondre aux exigences de l'industrie automobile); T_{90} et T_{10} : qui représentent les temps de réponse et de recouvrement du capteur et qui ne doivent pas excéder trois secondes afin de pouvoir répondre aux exigences de l'industrie automobile.

Ainsi, on constate que les divers emplacements requis dans le véhicule afin d'assurer la sécurité de l'utilisateur implique différents niveaux d'exigences d'un capteur à l'autre. Aussi, le développement industriel continu implique des contraintes de plus en plus sévères en termes de performances, de coût et de fiabilité exigées par l'industrie automobile afin de répondre aux critères de sécurité.

Les capteurs disponibles actuellement ne répondent pas aux besoins et aux exigences de l'industrie automobile en matière de performances [7-14].

Par conséquent, un travail de recherche est requis afin d'optimiser les performances des capteurs et ainsi améliorer la sécurité des utilisateurs de ces véhicules à hydrogène. C'est dans ce contexte que s'inscrivent les travaux de recherche menés lors de cette thèse. Le principe de base est d'exploiter les avantages offerts par la technologie acoustique afin de pallier aux faiblesses des technologies commerciales. Les raisons d'un tel choix reviennent principalement aux nombreux avantages offerts par la technologie acoustique comparativement aux technologies disponibles sur le marché, notamment, une meilleure robustesse ainsi qu'un meilleur potentiel de par sa maturité et son coût sensiblement moins

élevé par rapport aux technologies commercialisées en raison notamment de la possibilité de fabriquer en masse grâce aux progrès réalisés dans le domaine de la microfabrication.

1.2 Objectifs

L'objectif principal du projet de recherche est l'identification d'un capteur d'hydrogène innovant, robuste, fiable, à moindre coût et qui répond aux besoins et aux exigences de l'industrie automobile. Ceci est effectué à l'aide d'un modèle théorique établi et calibré expérimentalement. La technologie acoustique est identifiée comme une bonne alternative aux technologies commerciales en raison des nombreux avantages qu'elle présente. Ainsi, pour pouvoir identifier le capteur optimal qui répond aux exigences de l'industrie automobile, une compréhension profonde du principe de fonctionnement et de détection des capteurs à base de cette technologie est requise. Ainsi, les optimisations nécessaires peuvent être apportées. La réalisation de cet objectif passe par la réalisation des sous-objectifs suivants.

- L'étude des différents modes de propagation acoustiques susceptibles d'être exploités.
- L'élaboration d'un modèle qui permet l'explication du mécanisme de détection dans les couches minces des capteurs acoustiques.
- L'étude de sensibilité des différents modes acoustiques.

Ainsi, les contributions scientifiques suivantes sont envisagées.

- La proposition d'un modèle pour l'explication du mécanisme de détection dans les couches minces des capteurs acoustiques.

- L'élaboration d'une méthodologie d'étude de sensibilité des différents modes acoustiques.
- L'identification du mode acoustique optimal en fonction de l'application visée.

Ainsi, arrivé au terme du projet de recherche, plusieurs défis techniques et économiques sont relevés.

- L'optimisation de la robustesse des capteurs afin d'augmenter leur durée de vie.
- L'amélioration des performances des capteurs afin de favoriser leur utilisation en environnements sévères.
- L'optimisation de la fiabilité des capteurs afin d'assurer leur succès commercial.
- La réduction des coûts grâce à la fabrication en masse en exploitant les progrès de la microfabrication.

Le projet global comporte trois principales phases d'étude : Une phase de conception qui exploite les outils de simulation offerts par la Canadian Microelectronic Corporation «CMC» et l'UQTR. Une phase de réalisation technologique qui se déroule principalement à la salle blanche. Enfin, une phase de caractérisation qui se déroule sur deux parties. Une étape de test en absence d'hydrogène ainsi qu'une étape de test en présence d'hydrogène. Les deux étapes se déroulent à l'UQTR.

1.3 Originalité de la thèse

La contribution principale de la présente thèse à la communauté scientifique est dédiée à l'apport d'une compréhension profonde du principe de détection dans les couches minces des capteurs acoustiques. Cet apport passe par la mise en place d'un modèle à la fois

théorique et expérimental qui permet l'explication détaillée du mécanisme de détection dans ces couches sensibles. Cette compréhension profonde permet à court et moyen terme une meilleure exploitation des avantages qu'offre la technologie acoustique. Ceci permet à plus long terme la mise en place d'un capteur d'hydrogène innovant, robuste, fiable, à moindre coût et qui répond aux besoins et aux exigences de l'industrie automobile.

1.4 Organisation de la thèse

Dans le but de faciliter la compréhension du travail de recherche effectué lors de la préparation de cette thèse, cette dernière est divisée en six principaux chapitres.

Dans le premier chapitre, une introduction générale du sujet est présentée. Dans ce chapitre, la problématique de recherche est identifiée, les objectifs escomptés ainsi que la méthodologie de recherche adoptée sont également présentés.

Dans le deuxième chapitre, la revue de la littérature des technologies commercialisées est présentée. Dans ce chapitre, l'étude de performances des capteurs d'hydrogène commercialisés et la comparaison de ces performances avec les exigences de l'industrie automobile est prise en considération. Le chapitre est ensuite conclu avec la présentation de la technologie alternative explorée dans cette thèse. Ces capteurs alternatifs à base de technologie acoustique sont présentés en détails, leur principe de fonctionnement ainsi les différents types de capteurs qui peuvent être explorés sont notamment pris en considération.

Le chapitre trois présente une étude détaillée du principe de fonctionnement des capteurs acoustiques. L'approche adoptée afin d'expliquer le principe de détection dans ce genre de capteurs est prise en considération. La conception de ces capteurs ainsi que leur réalisation technologique sont également présentés.

Le quatrième chapitre quant à lui est consacré à la présentation des résultats expérimentaux obtenus, à la fois en absence et en présence d'hydrogène. Une attention particulière est portée sur les méthodes de caractérisation ainsi que les méthodes d'extraction des paramètres étudiés. Le chapitre est conclu avec la présentation des résultats de l'étude de sensibilité à l'hydrogène des capteurs acoustiques à base d'ondes acoustiques de surface.

L'avant dernier chapitre est consacré à la présentation des résultats de l'étude de sensibilité des différents modes acoustiques susceptibles d'être exploités. La conception des capteurs à base de ces modes alternatifs est présentée et les étapes de réalisation technologique du cas idéal sont décrites.

Enfin, une conclusion générale est présentée dans le dernier chapitre. Cette conclusion résume à la fois les travaux effectués lors de ce travail de thèse ainsi que les contributions scientifiques. Enfin, une perspective des travaux future et les pistes qui peuvent être explorées d'avantage afin d'amener ce travail de recherche encore plus loin au niveau des contributions scientifiques.

Ceci vient conclure le premier chapitre consacré à l'identification de la problématique des capteurs d'hydrogène dans les nouveaux véhicules qui exploitent cette source d'énergie, à savoir, la nécessité d'exploiter les nouvelles technologies émergentes pour pallier aux faiblesses des capteurs commerciaux. Dans le contexte de cette thèse, la technologie acoustique est identifiée comme la meilleure alternative pour atteindre les objectifs souhaités. Le chapitre est ainsi conclu par la présentation des objectifs fixés, des contributions scientifiques escomptées ainsi qu'une présentation de l'organisation de la thèse. Le chapitre suivant est consacré à état de l'art des technologies commercialisées ainsi

qu'une étude plus approfondie de la technologie exploitée, à savoir, la technologie acoustique.

Chapitre 2 - Revue de la littérature

Afin de mieux cerner la problématique de recherche étudiée et bien identifier les questions scientifiques qui doivent être explorées, une revue de la littérature complète et détaillée est effectuée. Dans un premier temps, une étude des capteurs commercialisés est effectuée. Ainsi, les technologies disponibles sur le marché sont identifiées. Par la suite, les critères de performance étudiés sont présentés. L'étude de performance est effectuée selon un plan d'expérience sur les critères identifiés. Les résultats de cette étude sont ensuite comparés avec les exigences de l'industrie automobile et les points faibles des capteurs, qui les empêchent de répondre aux exigences de l'industrie automobile, sont ainsi identifiés.

Dans un deuxième temps, la technologie alternative qui permet de pallier aux faiblesses des technologies commercialisées est présentée. Les avantages qui encouragent l'exploitation de la technologie acoustique sont ainsi énumérés. Par la suite, la théorie de l'acoustique est développée plus en détails avec la présentation du principe de fonctionnement de ce type de capteurs ainsi que les différents modes de propagation susceptibles d'être exploités, les caractéristiques, les avantages et inconvénients de chacun des modes. Enfin, un résumé des technologies acoustiques est présenté.

2.1 Revue des capteurs d'hydrogène commerciaux et étude de performances

Un état de l'art des différentes technologies commercialisées pour la détection d'hydrogène dans les nouveaux véhicules à hydrogène est effectué. Cinq principales technologies sont distinguées : la technologie catalytique (CAT), la technologie

électrochimique (EC), la technologie à conductivité thermique (TCD), la technologie à oxyde métallique (MOX) ainsi que la technologie Métal – Oxyde – Semi-conducteur (MOS). Dans ce qui suit, chacune des technologies est présentée et son principe de fonctionnement est détaillé.

2.1.1 Technologie catalytique (CAT)

Le capteur catalytique est constitué de deux fils en platine recouverts d'une bille. Une bille de détection recouverte d'un catalyseur afin d'accélérer la réaction chimique ainsi qu'une bille de référence qui permet de compenser les effets environnementaux. Les deux billes se composent de deux résistances, une résistance fixe ainsi qu'une résistance variable. Les résistances sont montées en pont de Wheatstone (Figure 2.1). En présence du gaz cible une combustion catalytique a lieu dans la bille de détection ce qui génère une chaleur due à la combustion et fait varier la température de la bille. Cette variation de température implique un changement de la valeur de la résistance, ce qui déséquilibre le pont et génère un signal à la sortie. La valeur du signal dépend de la concentration de gaz disponible.

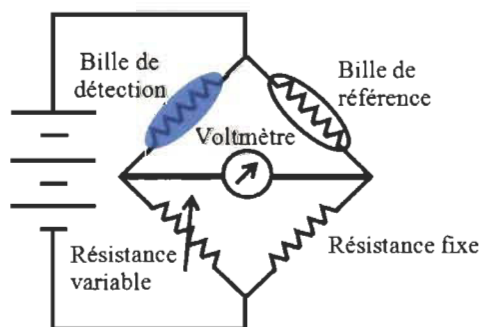


Figure 2.1 Capteur catalytique.

2.1.2 Technologie électrochimique (EC)

Le capteur électrochimique (Figure 2.2), consiste en un empilement de trois électrodes séparées par un électrolyte. En présence du gaz cible, le gaz se diffuse à travers la barrière et atteint la surface de la première électrode, l'électrode de travail. Une réaction électrochimique a lieu. Les électrons résultants de la réaction contribuent à la génération d'un signal de sortie. La valeur de ce signal varie en fonction de la concentration d'hydrogène disponible. Les protons résultants de la réaction traversent l'électrolyte jusqu'à la contre électrode et contribuent à la génération d'un contre-courant qui équilibre le courant généré à l'électrode de travail. L'électrode de référence quant à elle permet de conserver une tension fixe à l'électrode de travail.

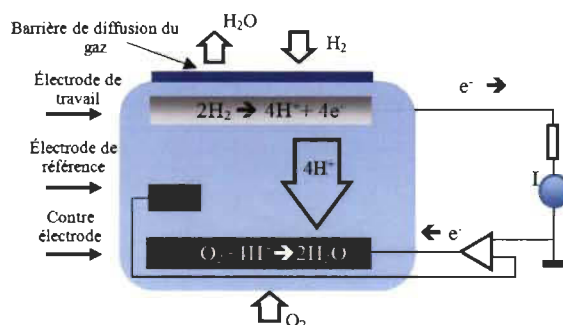


Figure 2.2 Capteur électrochimique.

2.1.3 Technologie à conductivité thermique (TCD)

Ce type de capteurs est également monté en pont de Wheatstone avec deux cellules (Figure 2.3). Une cellule de mesure et une cellule de référence. Ce type de capteurs est généralement utilisé avec des gaz chromatographes, ce qui permet de détecter toute variation de la conductivité thermique du gaz causant ainsi une variation de température et, par conséquent, une variation de la résistance, ce qui déséquilibre le pont. La différence avec la technologie catalytique est l'absence de réaction chimique dans ce type de capteurs.

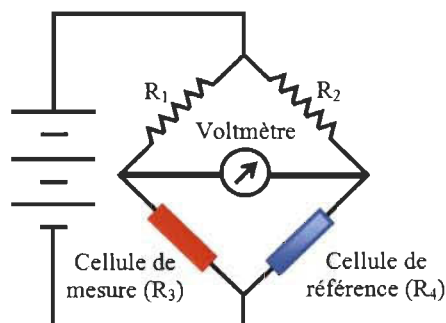


Figure 2.3 Capteur à conductivité thermique.

2.1.4 Technologie à oxyde métallique (MOX)

Ce type de capteurs consiste en deux électrodes métalliques connectées à un matériau sensible (Figure 2.4). Ces électrodes permettent la mesure de la variation de la résistance de la couche sensible. À la température de fonctionnement, la densité d'oxygène chargé négativement croît à la surface causant ainsi la formation d'un potentiel de surface qui agit comme une barrière de potentiel contre le flux d'électrons. Donc, l'oxygène est nécessaire au fonctionnement de ce type de capteurs. La résistance électrique de la couche sensible est attribuée à cette barrière de potentiel. En présence d'hydrogène, la densité surfacique de l'oxygène chargé négativement diminue ce qui implique une diminution, à la fois, de la barrière de potentiel et de la résistance de la couche sensible. Le filament à l'endos du capteur permet de porter le capteur à la plage de fonctionnement optimale en température.

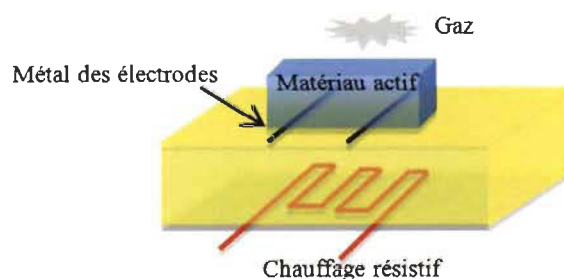


Figure 2.4 Capteur à oxyde métallique.

2.1.5 Technologie métal – oxyde – semi-conducteur (MOS)

Ce type de capteurs consiste en un empilement de trois couches (Figure 2.5). Un substrat, généralement, en silicium, suit une fine couche d'oxyde et enfin la couche métallique sensible. Le principe de fonctionnement est basé sur la variation de la capacité causée par la variation de la fonction de travail de la couche sensible en présence du gaz cible. En présence d'hydrogène, on obtient une dissociation des molécules d'hydrogène. Les atomes d'hydrogène se diffusent par la suite à travers l'oxyde pour atteindre l'interface Oxyde/Substrat où ils contribuent à la création d'une zone de déplétion à cette interface. La variation de l'épaisseur de cette zone de déplétion varie en fonction de la capacité du capteur qui est gouvernée par la quantité d'hydrogène absorbée.

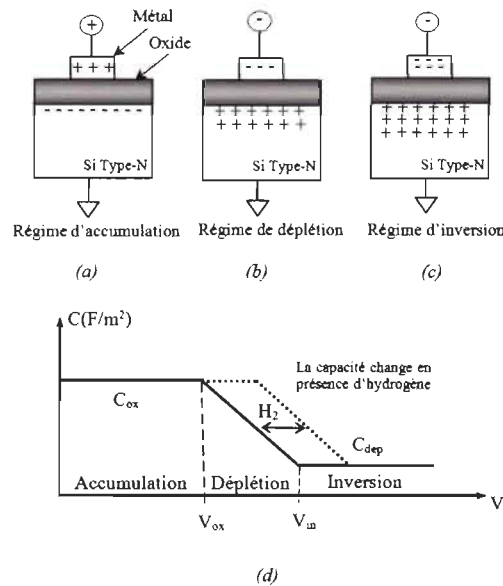


Figure 2.5 Capteur métal – oxyde – semi-conducteur.

2.1.6 Étude des performances

L'étude des performances des capteurs commerciaux est effectuée en prenant en considération les principales exigences de l'industrie automobile (Tableau 2.1). À noter, la

plage de mesure des capteurs (MR), la plage de température (TR), la plage d'humidité (RH) ainsi que les temps de réponse (T_{90}) et de recouvrement (T_{10}). Les résultats sont représentés sous forme de graphes radars avec une échelle allant de 0 à 100 en se basant sur les critères d'exigences de l'industrie. 100 étant le comportement d'un capteur parfait (Figure 2.6).

Tableau 2.1 Critères d'exigences de l'industrie automobile. [7]

Critères	T (°C)	RH (%)	M (%)	T_{90} (s)	T_{10} (s)
MIN	-40	0	0	3	3
MAX	125	100	4		

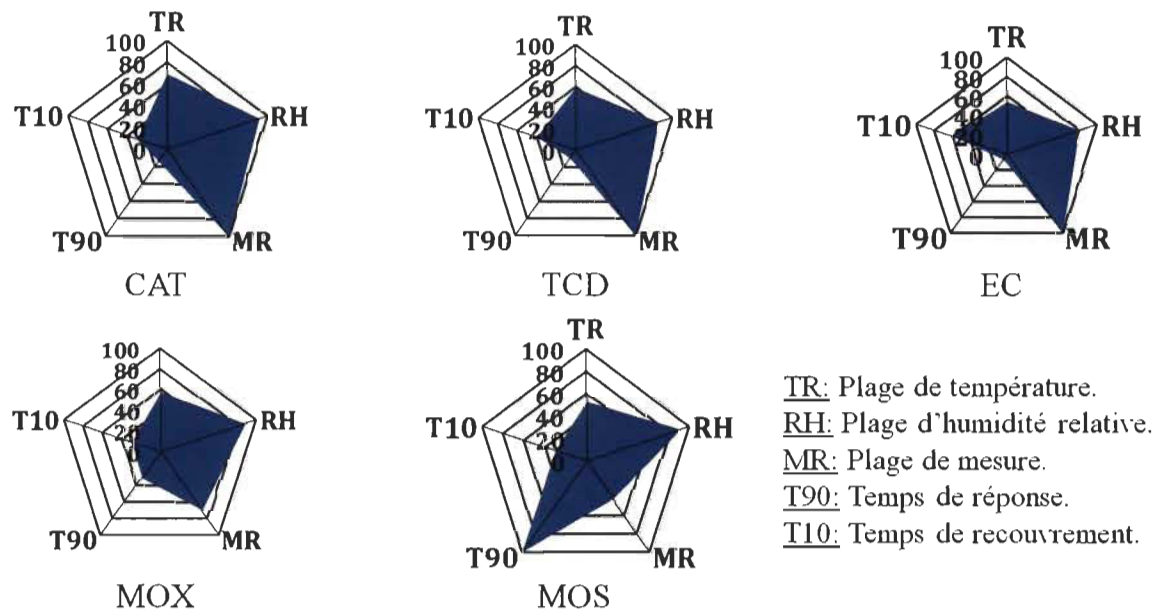


Figure 2.6 Performances des capteurs d'hydrogène commerciaux.

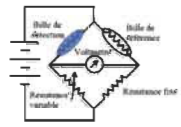
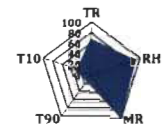
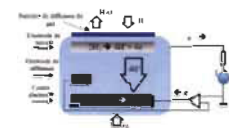
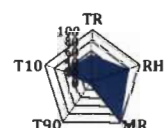
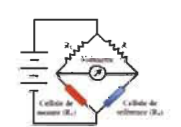
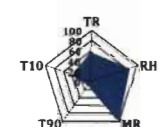

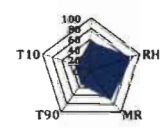
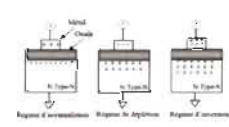
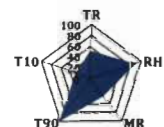
On constate d'après les résultats de l'étude des performances représentés dans la figure ci-dessus qu'aucun capteur commercialisé ne répond aux exigences de l'industrie automobile. Excepté dans le cas d'une plage de mesure de la variation d'hydrogène allant de 0 à 4%, où les technologies catalytique, électrochimique et à conductivité thermique couvrent la totalité de cette plage de mesure. Or, dans certains cas, comme dans la boucle à

hydrogène de la pile à combustible (l'anode), la concentration d'hydrogène atteint 100%. Dans ce cas, aucun capteur disponible sur le marché ne répond à cette exigence.

2.1.7 Résumé de l'étude du marché des capteurs commerciaux

L'identification des technologies de détection d'hydrogène commercialisées, la compréhension de leur principe de fonctionnement ainsi que l'étude des performances de chacune des technologies est résumé dans le Tableau 2.2.

Tableau 2.2 Étude du marché.

Technologie	Principe de fonctionnement	Figure	Performance	Références
Catalytique	Changement de résistance de l'élément sensible			[7], [11], [13-17]
Électrochimique	Réaction électrochimique			[7], [11], [13-14], [18-21]
Conductivité thermique	Variation de conductivité thermique			[7], [11], [13-14], [22-23]
MOX	Variation de résistance de la couche sensible			[7], [11], [13-14], [24-25]
MOS	Variation de la fonction de travail de la couche sensible			[7], [11], [13-14], [26-28]

Par conséquent, et dans le but de pouvoir répondre aux exigences de l'industrie automobile afin d'assurer la sécurité de l'utilisateur des nouveaux véhicules à hydrogène, il est nécessaire de recourir à de nouvelles technologies de détection alternatives fiables, robustes et qui peuvent répondre aux exigences de l'industrie automobile.

2.2 L'acoustique comme alternative

Dans le but de pouvoir pallier les faiblesses des technologies de détection commercialisées en matière de robustesse et de fiabilité, les chercheurs se sont tournés vers l'exploration de technologies alternatives plus robustes et fiables. La technologie acoustique est identifiée comme une très bonne alternative aux technologies commercialisées en raison des nombreux avantages qu'elle présente. Parmi les nombreux avantages, on peut citer le fait que la technologie acoustique :

- Offre une meilleure robustesse grâce à son principe de fonctionnement basé sur la piézoélectricité et l'absence d'électronique.
- Offre une grande flexibilité pour une intégration sans fil qui permet par la même occasion une minimisation de la consommation de puissance.
- La présence de plusieurs modes de propagation de l'onde acoustique ce qui permet de répondre à un grand nombre de critères de performance dépendamment du mode acoustique exploité.
- Offre une maturité de la technologie.
- Offre une diminution du prix grâce à la fabrication en masse.

Par ailleurs, les nombreux avantages offerts par cette technologie lui procure la particularité de pouvoir être exploitée dans plusieurs domaines d'application, notamment, dans le domaine des télécommunications pour la fabrication des filtres acoustiques ou aussi dans le domaine de la sécurité pour la fabrication des capteurs acoustiques à des fins de détection d'éventuelles fuites de gaz, à la fois pour des applications fixe, dans les usines, ou mobiles, dans les nouveaux véhicules à hydrogène.

2.3 Théorie de l'acoustique

Afin de mieux cerner et comprendre la technologie acoustique, une présentation du dispositif de détection à base d'ondes acoustiques est effectuée suivi par une présentation de son principe de fonctionnement ainsi que son principe de détection. Enfin, les différents modes acoustiques identifiés et susceptibles d'être exploités sont énumérés.

2.3.1 Description du dispositif acoustique à base d'ondes acoustiques de surface

Le dispositif acoustique de détection le plus répandu, celui à base d'ondes acoustiques de surface, est représenté dans la figure ci-dessous (Figure 2.7).

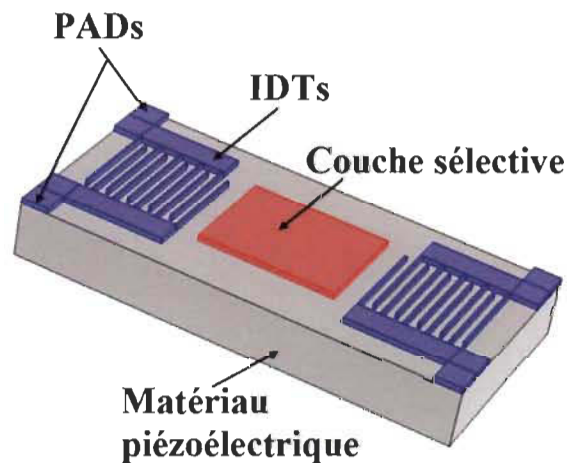


Figure 2.7 Capteur à ondes acoustiques de surface.

Le capteur à base d'ondes acoustiques de surface est constitué de quatre principales parties. Deux transducteurs interdigités (IDTs), un d'entrée et l'autre de sortie. Ces IDTs permettent la conversion du signal électrique en une onde élastique. Un substrat de base, qui a comme particularité la piézoélectricité, cette propriété permet la conversion d'une tension électrique en déformations mécaniques et l'inverse. Enfin, une couche mince sensible au gaz cible, l'hydrogène dans notre cas. Cette couche permet la détection des gaz.

2.3.2 Principe de fonctionnement

Le principe de fonctionnement de ce type de dispositif est basé sur la piézoélectricité. L'application de tension électrique aux bornes du transducteur interdigité d'entrée donne lieu par effet piézoélectrique inverse à des déformations locales au niveau des différents micro-volumes, à la fréquence de résonance, ces déformations deviennent constructives et donne naissance à une onde élastique qui se propage le long de la surface du substrat. L'opération inverse a lieu au niveau du transducteur interdigité de sortie et par effet piézoélectrique direct, l'onde élastique reçue est convertie en un signal électrique qui, par la suite, est traité pour pouvoir déterminer la concentration d'hydrogène détectée. Ainsi, toute perturbation lors de la propagation d'onde, notamment, en présence d'un effet mécanique aux limites ou dans la structure du dispositif, est susceptible de se traduire par une modification des pertes et/ou de la vitesse de propagation de l'onde acoustique.

Ainsi, tel qu'expliqué dans le principe de fonctionnement de ce type de capteurs, l'absence d'électronique leur offre une grande robustesse qui leur permet de répondre aux exigences de l'industrie automobile. Cependant, ce type de capteur comporte encore quelques faiblesses, notamment, une instabilité en température [7] ainsi qu'une atténuation de l'onde en humidité [7]. Dans le but de pallier ces faiblesses, d'autres modes de propagation de l'onde acoustique doivent être explorés.

2.3.3 Principe de détection

Le principe de détection des capteurs à base d'ondes acoustiques est basé sur la variation des propriétés de la couche mince sélective. L'absorption des molécules d'hydrogène par la couche sélective affecte les propriétés de cette dernière, ce changement

de propriétés vient varier les contraintes appliquées sur l'onde acoustique qui se propage le long de substrat. Ces nouvelles contraintes qui s'ajoutent se traduisent par la variation du signal de sortie. La quantité d'hydrogène absorbée est directement liée à la variation du signal de sortie. Trois principales propriétés interviennent dans le mécanisme de détection : le module de Young de la couche mince, sa densité ainsi que sa conductivité électrique [29-35]. Cependant, cette dernière dépend de l'épaisseur de la couche sensible. Dans notre cas, seul le module de Young de la couche mince ainsi que sa densité ont d'un impact significatif sur le mécanisme de détection. L'explication détaillée du mécanisme de détection dans les capteurs acoustiques est présentée plus loin dans le manuscrit.

2.3.4 Modes de propagation de l'onde acoustique

On distingue trois principaux modes de propagation de l'onde acoustique. Certains de ces modes comportent à leur tour plusieurs sous-modes dépendamment de la façon dont l'onde acoustique se propage et des caractéristiques qui régissent la propagation de cette onde. Dans ce qui suit, chacun des modes est présenté plus en détails.

- A. Ondes de volume : connues sous le nom de Bulk Acoustic Waves (BAW). Ce mode est caractérisé par une propagation de l'onde acoustique à l'intérieur du matériau avec une polarisation transverse horizontale (Figure 2.8.a). Cette polarisation de l'onde acoustique lui procure la particularité de pouvoir être exploité à la fois en milieux gazeux mais aussi humides. La Figure 2.8.b représente un dispositif de détection à base d'ondes acoustiques de volume. Les caractéristiques de ce type de capteurs lui procurent de nombreux avantages dont la robustesse en environnements sévères et la stabilité en température. En revanche, leur fabrication est complexe et leur coût est élevé.



Figure 2.8 Ondes de volume «Bulk Acoustic Waves (BAW)». (a). Polarisation des ondes BAW, (b). Dispositif de détection à base d'ondes BAW.

B. Ondes de surface : ce type d'ondes acoustiques se propage à la surface du substrat.

On distingue dans ce genre d'ondes acoustiques trois sous catégories.

B.1. Surface Acoustic Waves (SAW) : polarisées quasi-elliptiquement (Figure 2.9.a). Ainsi, elles sont mieux adaptées en milieux gazeux. Les caractéristiques de ce type de dispositifs lui offrent certains avantages dont la sensibilité à l'effet de masse. En revanche, les performances dégradées en milieux humides et l'instabilité en température constituent leurs principaux inconvénients.

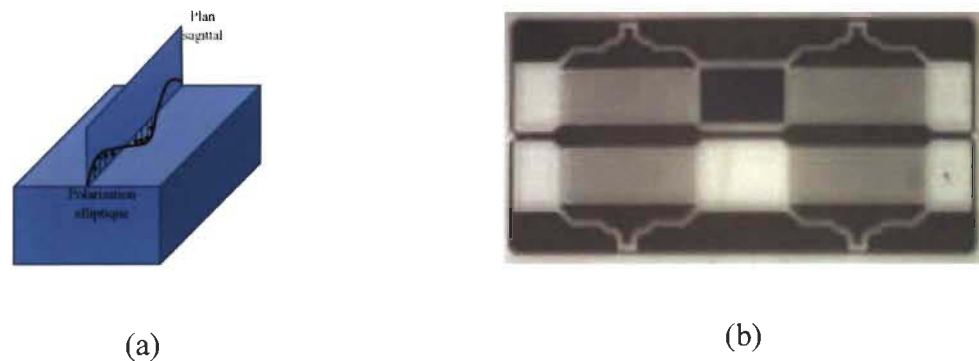


Figure 2.9 Ondes de surface «Surface Acoustic Waves (SAW)». (a). Polarisation des ondes SAW, (b). Dispositif de détection à base d'ondes SAW.

B.2. Shear-Horizontal Surface Acoustic Waves (SH-SAW) : caractérisées par une polarisation transverse horizontale de l'onde acoustique (Figure 2.10.a). Cette polarisation lui procure la particularité de pouvoir être exploité à la fois en milieux gazeux et humides. La Figure 2.10.b représente un dispositif à base d'ondes SH-SAW. Les caractéristiques de ce type de dispositifs lui offrent quelques avantages dont la fiabilité en milieux humides. En revanche, leur principal inconvénient consiste en la sensibilité limitée à l'effet de masse.



Figure 2.10 Ondes de cisaillement «Shear-Horizontal SAW (SH-SAW)». (a). Polarisation des SH-SAW, (b). Dispositif de détection SH-SAW.

B.3. Ondes de Love : caractérisées par une polarisation transverse horizontale de l'onde acoustique (Figure 2.11.a). Cette polarisation lui procure la particularité de pouvoir être exploité à la fois en milieux gazeux et humides. La Figure 2.11.b représente un dispositif à base d'ondes de Love. Les caractéristiques de ce type de dispositifs lui offrent de nombreux avantages dont la fiabilité en milieux humides. Aussi, la présence d'une couche guidante leur permet d'améliorer leur sensibilité à l'effet de masse comparativement à des dispositifs semblables au niveau du principe de fonctionnement tels les capteurs SH-SAW.



Figure 2.11 Ondes de Love. (a). Polarisation des ondes de Love, (b). Dispositif de détection à base d'ondes de Love.

C. Ondes de plaque : se propagent dans une plaque et sont divisées en deux catégories.

C.1. Ondes de Lamb : polarisées quasi-elliptiquement avec des déplacements symétriques ou asymétriques (Figure 2.12.a). L'un des avantages de ces dispositifs est la possibilité de pouvoir exploiter une multitude de modes acoustiques dans un même dispositif ce qui offre la possibilité d'une compensation en température. En revanche, le principal inconvénient de ce type de dispositif est leur coût de fabrication qui peut être très élevé.



Figure 2.12 Ondes de Lamb. (a). Polarisation des ondes de Lamb, (b). Dispositif de détection à base d'ondes de Lamb.

C.2. Ondes Shear Horizontal Acoustic Plate Mode (SH-APM) : caractérisées par une polarisation transverse horizontale de l'onde acoustique (Figure 2.13.a). Cette polarisation lui procure la particularité de pouvoir être exploité à la fois en milieux gazeux et humides. La Figure 2.13.b représente un dispositif à base d'ondes SH-APM. Les caractéristiques de ce type de dispositifs lui offrent de nombreux avantages dont la fiabilité en milieux humides. En revanche, leur polarisation horizontale limite leur sensibilité à l'effet de masse.

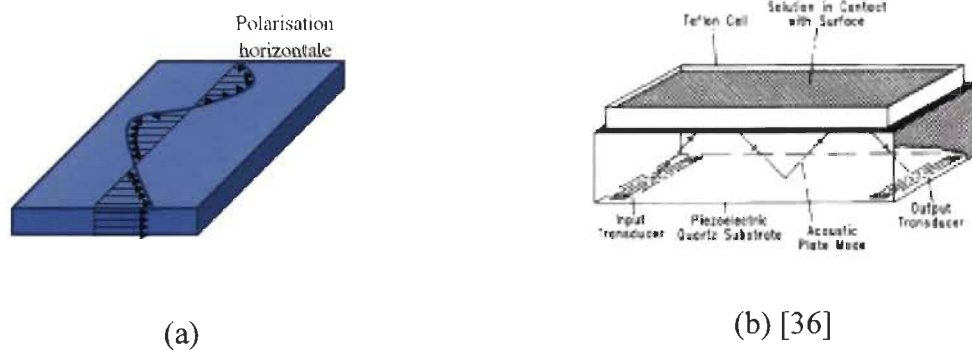
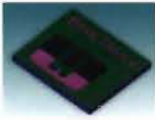

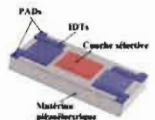
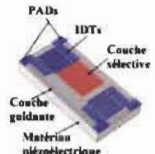




Figure 2.13 Ondes de cisaillement dans les plaques «Shear-Horizontal APM (SH-APM)». (a). Polarisation des ondes SH-APM, (b). Dispositif de détection à base d'ondes SH-APM.

2.4 Résumé des technologies acoustiques

Les différents modes de propagation de l'onde acoustique, leurs caractéristiques ainsi que les avantages et inconvénients de chacun des modes sont résumés dans le Tableau 2.3.

Tableau 2.3 Modes Acoustiques.

Mode	Nom	Polarisation de l'onde	Milieu	Figure	Avantages	Inconvénients	Références [H ₂]	Autres Références
Ondes de Volume	BAW	Longitudinale Horizontale	Gaz Gaz/Liquide		Robustesse en environnement sévère et stabilité en T°	Fabrication complexe	[37-39]	[40-51]
	SAW	Elliptique	Gaz		Sensibilité à l'effet de masse	Performance dégradées en milieux humides	[52-77]	[55], [57], [65], [78-104]
Ondes de Surface	SH-SAW	Horizontale	Gaz/Liquide		Polarisation Horizontale (Fiabilité en milieux humides)	Sensibilité limitée à l'effet de masse	/	[105-118]
	Love	Horizontale	Gaz/Liquide		Polarisation Horizontale (Fiabilité en milieux humides)		[119]	[120-153]
Ondes de Plaques	Lamb	Quasi-Elliptique	Gaz/Liquide		Multitude de modes et possibilité de compensation en T°		/	[154-161]
	SH-APM	Horizontale	Gaz/Liquide	 [36]	Excellentes performances en milieux humides	Sensibilité limitée à l'effet de masse	/	[162-164]

Ainsi, on arrive au terme du second chapitre. Un chapitre consacré dans un premier temps à un état de l'art des capteurs commerciaux «principe de fonctionnement et étude de performance». Cette étude comparée permet d'établir les avantages et inconvénients de chaque technologie commercialisée. Une large place est ensuite attribuée à la technologie acoustique. Ceci permet de justifier l'orientation initiale des travaux de thèse, en présentant l'Argumentaire qu'aucun type de capteur de capteur existant ne répond à l'ensemble du cahier des charges fourni par l'industrie automobile. Le prochain chapitre est consacré à la présentation de la méthodologie établie et suivie afin d'atteindre les objectifs fixés.

Chapitre 3 - Étude théorique des mécanismes de détection dans les couches minces et étude de sensibilité «Application sur le mode SAW»

Afin de pouvoir mener à bien tout projet de recherche, il est nécessaire de mettre en place une méthodologie de recherche et de la respecter pour pouvoir répondre aux questions scientifiques étudiées de manière optimale. Dans le cas de la présente étude, le travail de recherche est devisé en deux principales phases. Une phase d'explication des mécanismes de détection dans les couches minces des capteurs acoustiques à base d'ondes acoustiques de surface. La deuxième phase est consacrée à l'étude de sensibilité des différents modes acoustiques afin de déterminer le mode acoustique optimal en fonction de l'application visée. Pour les deux études, des approches scientifiques et des méthodologies de recherche sont ainsi établies.

3.1 Approche scientifique proposée pour l'explication du mécanisme de détection dans les couches minces

Dans ce qui suit, une présentation de l'approche scientifique et la méthodologie adoptée pour l'explication des mécanismes de détection dans les couches minces. Les principales étapes de cette étude des mécanismes de détection dans les couches minces des capteurs acoustiques à base d'ondes acoustiques de surface peuvent être résumées comme suite.

- Identification des propriétés susceptibles d'intervenir dans le mécanisme de détection dans les couches minces. Dans notre cas, le module de Young et la densité de la couche mince sont pris en considération [29-35], [165-167].

- Identification du nombre de modes acoustiques requis. L'étude de deux paramètres de la couche mince nécessite l'exploitation de deux modes acoustiques. Dans notre cas, les modes Surface Acoustic Waves (SAW) et Shear-Horizontal Surface Acoustic Waves (SH-SAW) sont exploités. La base d'un tel choix est la possibilité de détecter expérimentalement avec une bonne distinction les deux modes en question dans le cas du capteur fabriqué.
- Détermination des valeurs initiales des paramètres étudiés (Valeurs des paramètres en absence d'hydrogène). Dans notre cas, la valeur initiale du module de Young, $E_0=174\text{GPa}$ [168-169]. Tant dis que la valeur initiale de la densité de la couche mince $\rho_0=12020\text{kg/m}^3$ [168], [170].
- Détermination de la plage de variation des paramètres étudiés autour des valeurs initiales identifiées. Dans notre cas, la plage de variation du module de Young est de $\pm 20\%$ autour de sa valeur initiale. Tant dis que la plage de variation de la densité de la couche mince est de $\pm 5\%$ autour de sa valeur initiale.
- Détermination de la variation de la vitesse de propagation de l'onde acoustique dans la couche sensible en fonction des paramètres étudiés via un modèle éléments finis.
- Établissement d'un modèle théorique qui donne la variation de la vitesse de l'onde acoustique en fonction des paramètres étudiés pour les modes acoustiques exploités.
- L'extraction de la vitesse acoustique pratique pour les modes acoustiques exploités.
- La résolution du système d'équations permet ainsi de remonter aux valeurs pratiques des paramètres étudiés de la couche mince.

- En présence d'hydrogène, la variation de la vitesse acoustique pour les deux modes acoustiques exploités permet ainsi de remonter aux variations des propriétés étudiées en fonction de la quantité d'hydrogène absorbée.

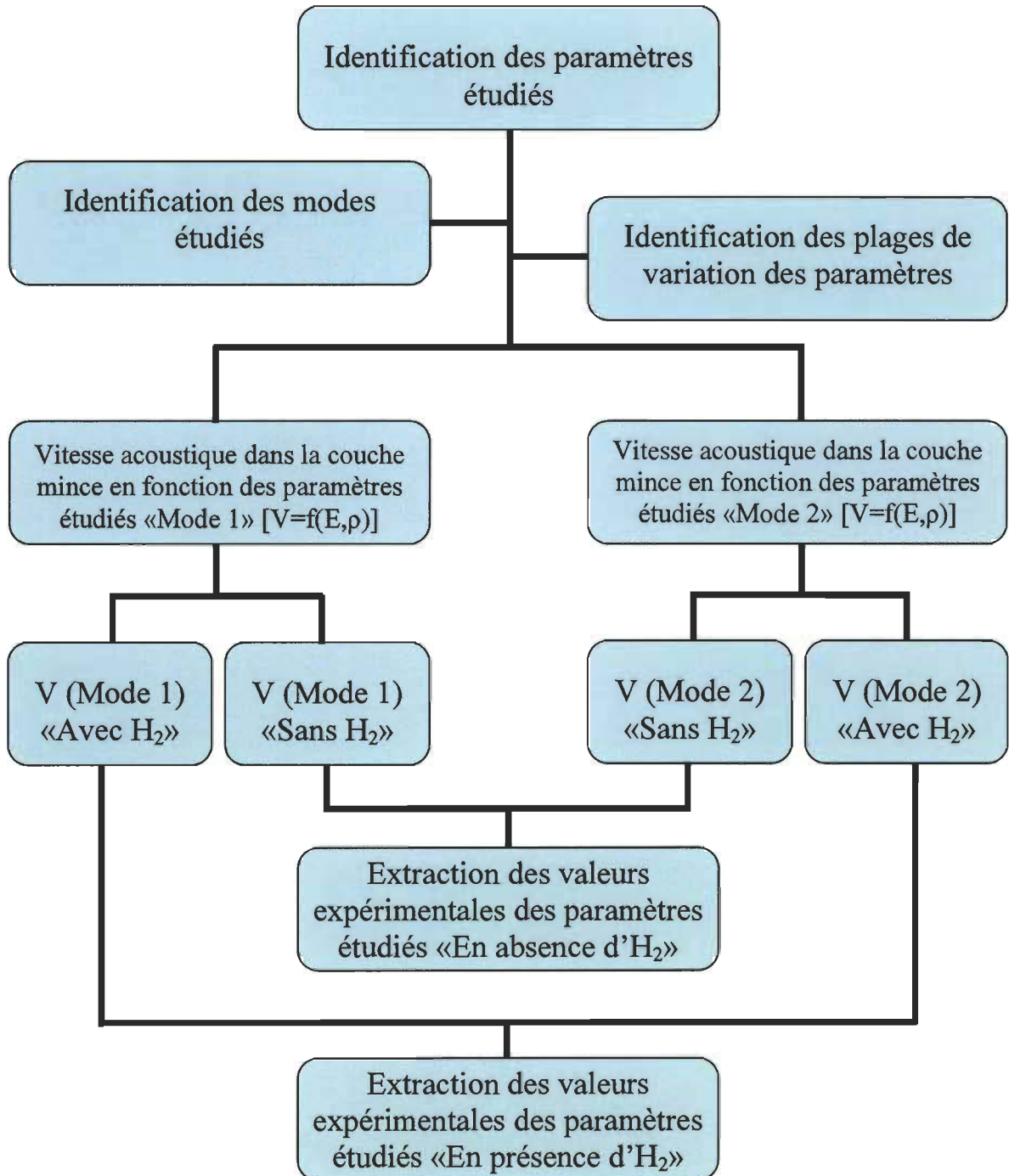


Figure 3.1 Étude des mécanismes de détection dans les couches minces.

La Figure 3.1 explique plus en détails la méthodologie de recherche adoptée afin de déterminer l'effet de l'hydrogène sur la couche sensible et ainsi expliquer les mécanismes de détection dans les couches minces des capteurs acoustiques.

3.1.1 Extraction de la vitesse acoustique dans les couches minces «Développement mathématique»

Afin d'extraire la vitesse pratique de l'onde acoustique dans la couche sensible en exploitant les résultats de mesure des paramètres S, il est nécessaire d'exploiter le déphasage entre la ligne à délai de référence et celle qui contient la couche mince sélective. La Figure 3.2 représente la ligne à délai du capteur SAW avec les dimensions qui permettent l'extraction de la vitesse acoustique.

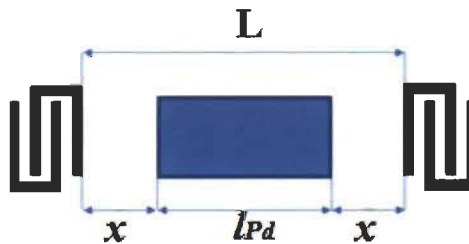


Figure 3.2 Dimensions du capteur étudié.

Ainsi, le déphasage $\Delta\varphi$ peut être écrit sous la forme.

$$\text{Équation 3.1} \quad \Delta\varphi = 2 \cdot d_x + d_{Pd} - d_L \quad (^\circ)$$

Avec :

d_x : Le déphasage dans l'espace entre les IDTs et la couche mince sélective dans la ligne à délai du capteur SAW.

d_{Pd} : Le déphasage dans la couche mince de Palladium.

d_L : Le déphasage dans la ligne à délai de référence.

$\Delta\varphi$: Le déphasage mesuré.

La vitesse de l'onde acoustique dans la couche sensible peut être écrite sous la forme.

$$\text{Équation 3.2} \quad V_{Pd} = \lambda \cdot f \quad (m/s)$$

$$\text{Équation 3.3} \quad V_{Pd} = 360 \cdot \frac{l_{Pd}}{d_{Pd}} \cdot f \quad (m/s)$$

$$\text{Équation 3.4} \quad V_{Pd} = 360 \cdot \frac{l_{Pd}}{(d_L - 2 \cdot d_x) + \Delta\varphi} \cdot f \quad (m/s)$$

$$\text{Équation 3.5} \quad V_{Pd} = 360 \cdot \frac{l_{Pd}}{\left[\frac{L \cdot 360 \cdot f}{V_{LiNbO_3}} - \frac{2 \cdot x \cdot 360 \cdot f}{V_{LiNbO_3}} \right] + \Delta\varphi} \cdot f \quad (m/s)$$

$$\text{Équation 3.6} \quad V_{Pd} = \frac{360 \cdot l_{Pd} \cdot f}{\frac{(L \cdot 360 \cdot f) - (2 \cdot x \cdot 360 \cdot f)}{V_{LiNbO_3}} + \Delta\varphi} \quad (m/s)$$

$$\text{Équation 3.7} \quad V_{Pd} = \frac{360 \cdot f \cdot l_{Pd} \cdot V_{LiNbO_3}}{[360 \cdot f \cdot (L - 2 \cdot x)] + [V_{LiNbO_3} \cdot \Delta\varphi]} \quad (m/s)$$

$$\text{Équation 3.8} \quad V_{Pd} = \frac{l_{Pd} \cdot V_{LiNbO_3}}{l_{Pd} + \frac{V_{LiNbO_3} \cdot \Delta\varphi}{360 \cdot f}} \quad (m/s)$$

Cette formule permet l'extraction de la vitesse de propagation de l'onde acoustique dans la couche mince sélective en absence et en présence d'hydrogène peut être effectuée. Ceci permet l'extraction de la variation des paramètres étudiés.

3.1.2 Conception des dispositifs

La phase de conception des dispositifs acoustiques comporte trois parties principales. Dans un premier temps, la détermination des matériaux utilisés en fonction des propriétés visées est requise. Par la suite, il est nécessaire d'établir les dimensions du capteur en

fonction de la fréquence de fonctionnement envisagée, l'exploitation de modèles électriques et/ou multiphysiques permet la validation des dimensions établies, la réalisation de dessins de masques selon les dimensions établies permet la réalisation technologique.

i. Identification des propriétés importantes et choix des matériaux

Dans un capteur acoustique, trois matériaux doivent être envisagés pour les trois principales parties du capteur. Le matériau de base ou le substrat et dont la propriété qui doit être prise en considération est la piézoélectricité du matériau, son coefficient de couplage ainsi que la vitesse de propagation de l'onde acoustique dans le matériau. La deuxième partie du capteur consiste dans les IDTs, les propriétés qui doivent être considérées pour un fonctionnement optimal du capteur est la conductivité ainsi que sa densité. Un matériau idéal possède une conductivité élevée ainsi qu'une densité relativement faible afin que la structure puisse supporter le poids des IDTs. Enfin, la propriété à prendre en considération lors du choix de la couche sensible est sa sensibilité au gaz cible, dans notre cas, l'hydrogène. Les propriétés prises en considération ainsi que le choix des matériaux du capteur fabriqué sont résumés dans le Tableau 3.1.

Tableau 3.1 Identification des propriétés et choix des matériaux.

Partie du capteur	Propriétés recherchées	Choix du matériau
Substrat	Piézoélectricité, Coefficient de couplage, Vitesse de propagation	Niobate de Lithium (LiNbO ₃)
IDTs	Conductivité, Densité	Cuivre (Cu)
Couche sensible	Sensibilité à l'hydrogène	Palladium (Pd)

Une fois le choix des matériaux effectué, l'étape qui suit est l'établissement des dimensions des différentes parties du capteur. Cette dernière permet la réalisation du dessin de masque.

ii. *Détermination de la fréquence d'opération et des dimensions du dispositif*

La fréquence de fonctionnement des dispositifs acoustiques est gouvernée par la longueur d'onde ainsi que la vitesse de propagation de l'onde acoustique dans le substrat.

$$\text{Équation 3.9} \quad f = \frac{v}{\lambda} \quad (\text{Hz})$$

Avec :

v : Vitesse de propagation de l'onde acoustique dans le substrat.

λ : Longueur d'onde de l'onde acoustique ($\lambda = 4 \cdot L$; L : Largeur des IDTs).

Afin de déterminer l'effet des différentes dimensions sur le comportement des dispositifs acoustiques. Un plan d'expérience est adopté. Dans un premier temps, les grandeurs susceptibles d'affecter le comportement des dispositifs acoustiques sont identifiées. Ainsi, cinq grandeurs sont prises en considération, la largeur des IDTs (L), le nombre de pair d'IDTs (N), la longueur des IDTs (l), l'espacement entre le bout de l'IDT et le via latéral dans la partie sans chevauchement des IDTs (E), le nombre de pair des réflecteurs par rapport au nombre de pair des IDTs (R) et enfin, la distance entre les transducteurs et les réflecteurs (d). La Figure 3.3 présente plus clairement les différentes dimensions pouvant affecter le comportement des dispositifs acoustiques.

Ainsi, un premier lot de dispositifs acoustiques basé sur le plan d'expérience décrit précédemment est fabriqué. La caractérisation de ces premiers dispositifs permet ainsi l'identification des dimensions optimales du dispositif acoustique étudié et qui sont prises en considération pour la suite de notre étude. Les différentes dimensions prises en considération sont résumées dans le Tableau 3.2.

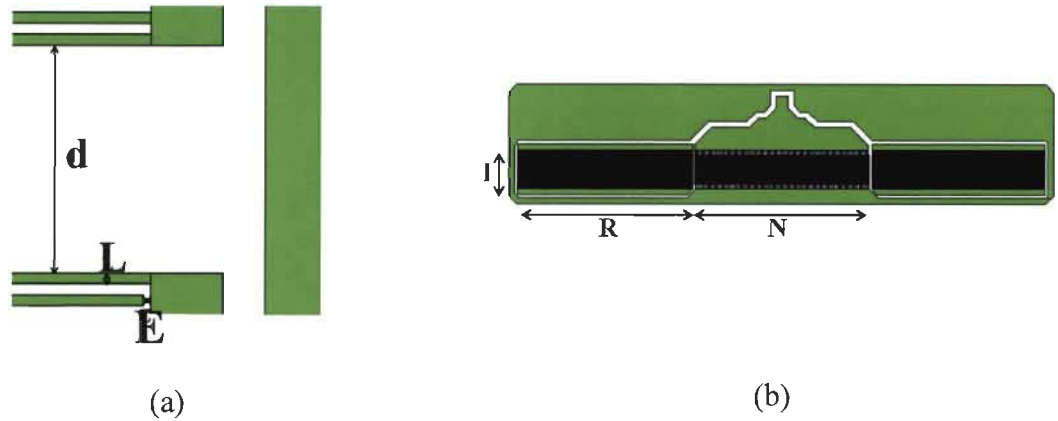


Figure 3.3 Différentes parties du dispositif acoustique pouvant affecter son comportement. (a). d , L et E , (b). l , R et N .

Tableau 3.2 Dimensions des différentes parties des dispositifs acoustiques.

Parties du résonateur	Dimensions proposées										
L (μm)	2.5	5	7.5	10	12.5	15	-	-	-	-	-
l (μm)	250	300	350	400	450	500	600	700	800	900	1000
N (Pair)	50	75	100	-	-	-	-	-	-	-	-
R (Pair)	$0.5N$	$0.75N$	N	$1.25N$	$1.5N$	-	-	-	-	-	-
E (μm)	λ	2λ	5λ	-	-	-	-	-	-	-	-
d (μm)	0.75λ	0.87λ	λ	1.12λ	1.25λ	1.75λ	1.87λ	2λ	2.12λ	2.25λ	-

iii. Dessin des masques

Dans le but de pouvoir fabriquer les dispositifs acoustiques souhaités tout au long de notre étude, la conception et la réalisation de masques constitue une étape cruciale dans le processus de micro-fabrication. Plusieurs dessins de masque sont réalisés et fabriqués pour répondre aux besoins de l'étude. La Figure 3.4 présente les différents dispositifs acoustiques conçus pour les besoins de notre étude. La Figure 3.5 quant à elle présente les versions finales des différents dessins de masques réalisés tout au long de notre étude à des fins académiques et industrielles.

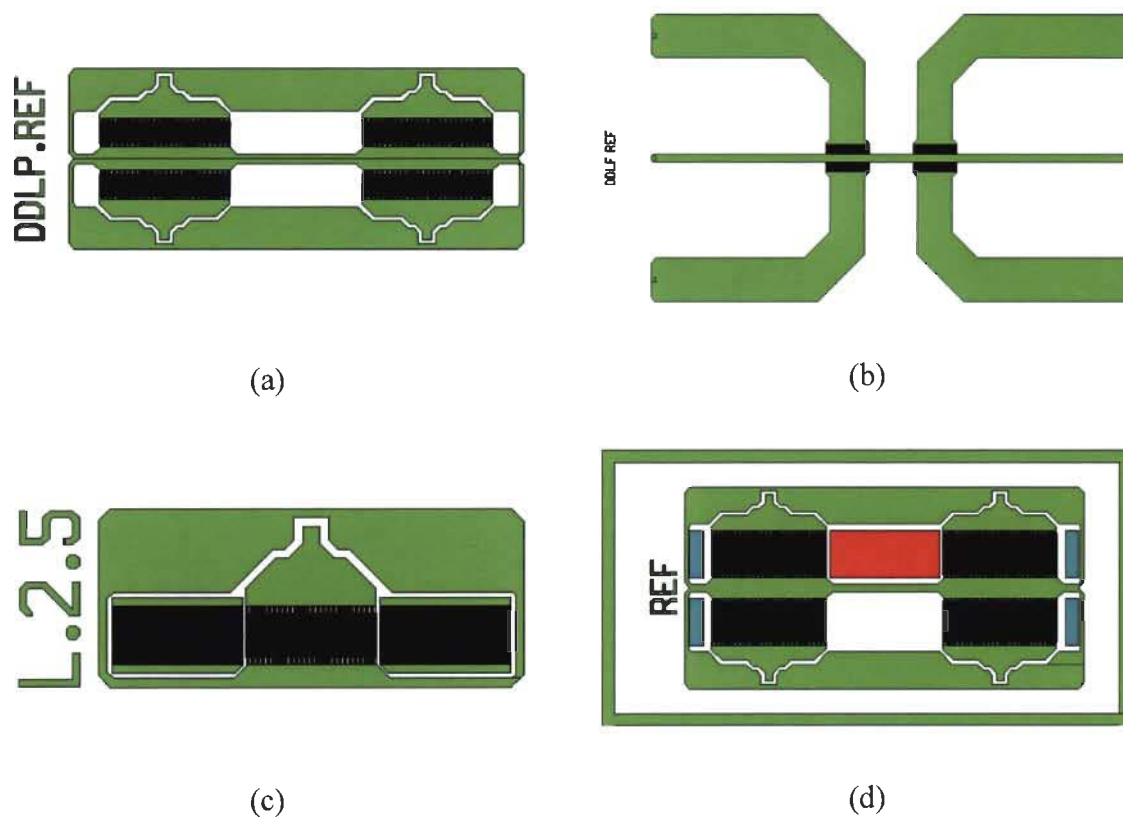
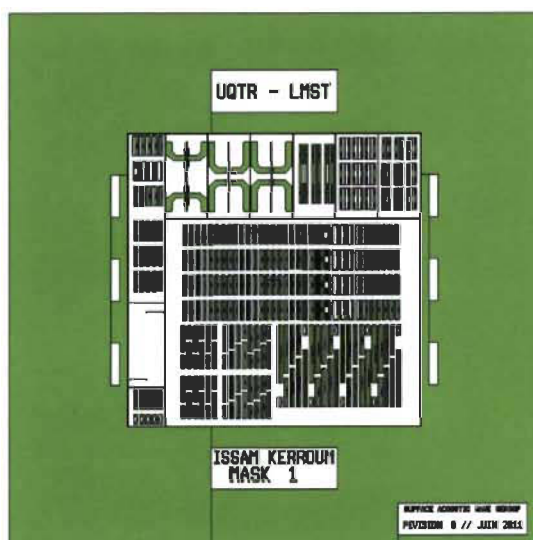
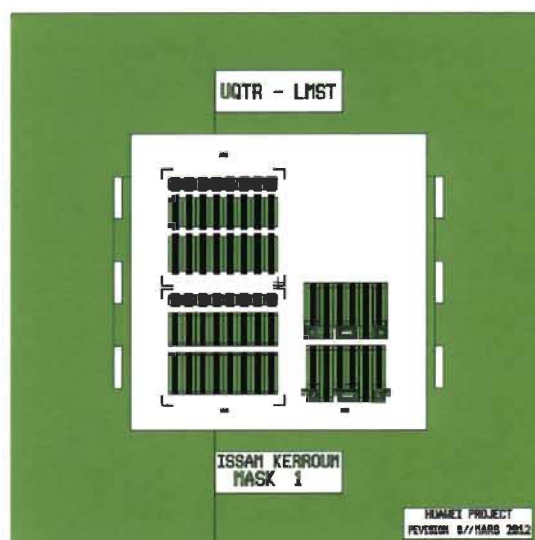


Figure 3.4 Dispositifs SAW. (a). Capteur SAW (Version 01), (b). Capteur SAW (Version 01), (c). Résonateur SAW (Version 01), (d). Capteur SAW (Version 02).



(a)



(b)

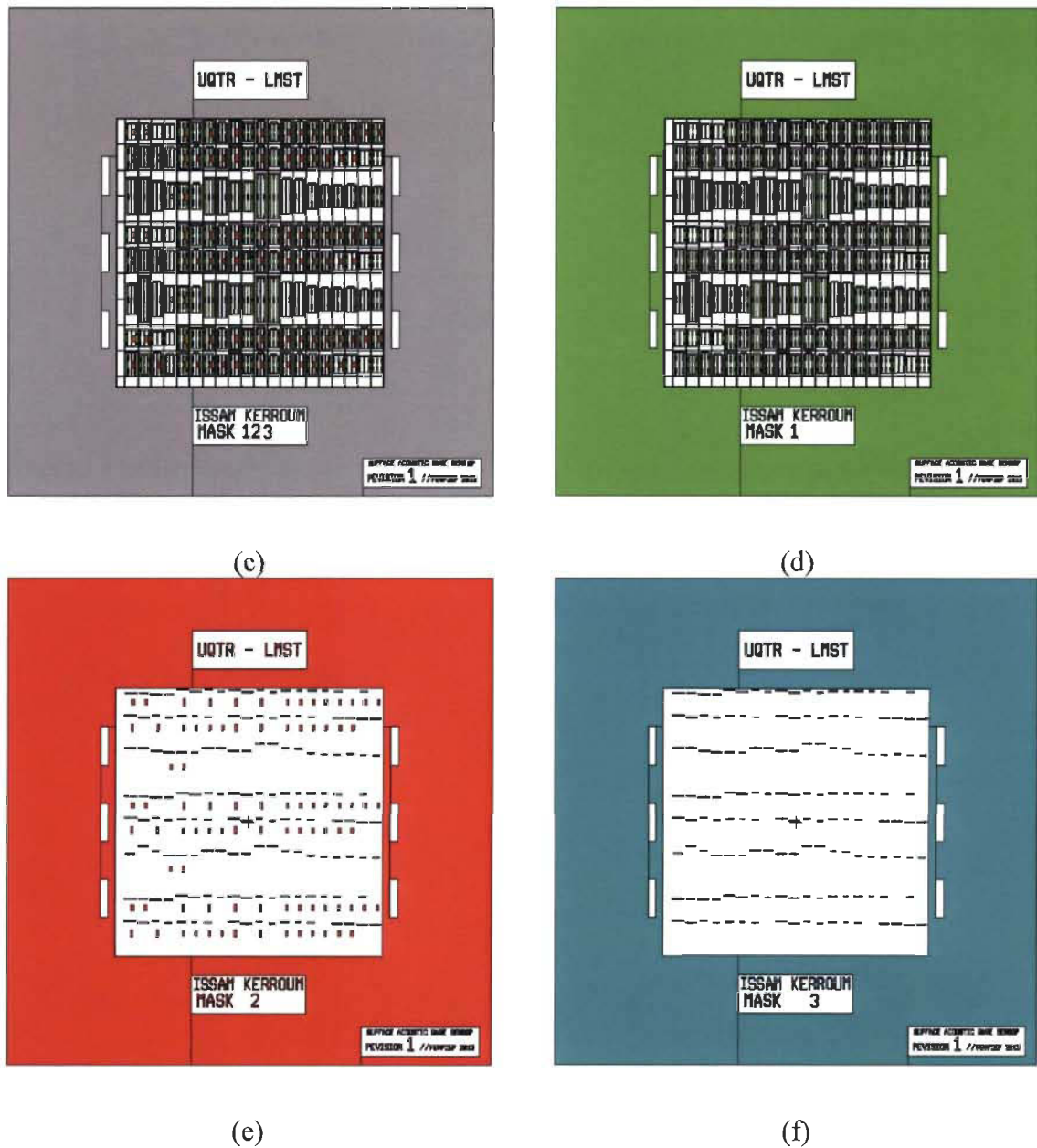


Figure 3.5 Dessins de masques des dispositifs SAW. (a). Masque final (Version 01), (b). Masque filtres (Projet industriel), (c). Masque final (Version 02), (d). Masque IDTs (Version 02), (e). Masque Palladium (Version 02), (f). Masque absorbants (Version 02).

3.1.3 Modèle électrique «Validation de la conception : Dimensionnement et fréquence de fonctionnement»

Dans le but de prédire le comportement de nos dispositifs acoustiques, la mise en place d'un modèle solide est nécessaire. Ce modèle permet une meilleure compréhension du

comportement des dispositifs et ainsi pourvoir optimiser les générations futures des capteurs. Deux modèles sont mis en place, le premier décrit le comportement du résonateur SAW. Le deuxième quant à lui est dédié à la description du comportement du capteur SAW. Le modèle électrique mis en place est adapté dans un premier temps sur un résonateur acoustique (Figure 3.6) afin de faciliter la validation du modèle. Par la suite, une extension est effectuée afin de valider le modèle sur une ligne à délai. Le modèle de Mason est considéré pour cette étude (Figure 3.7).

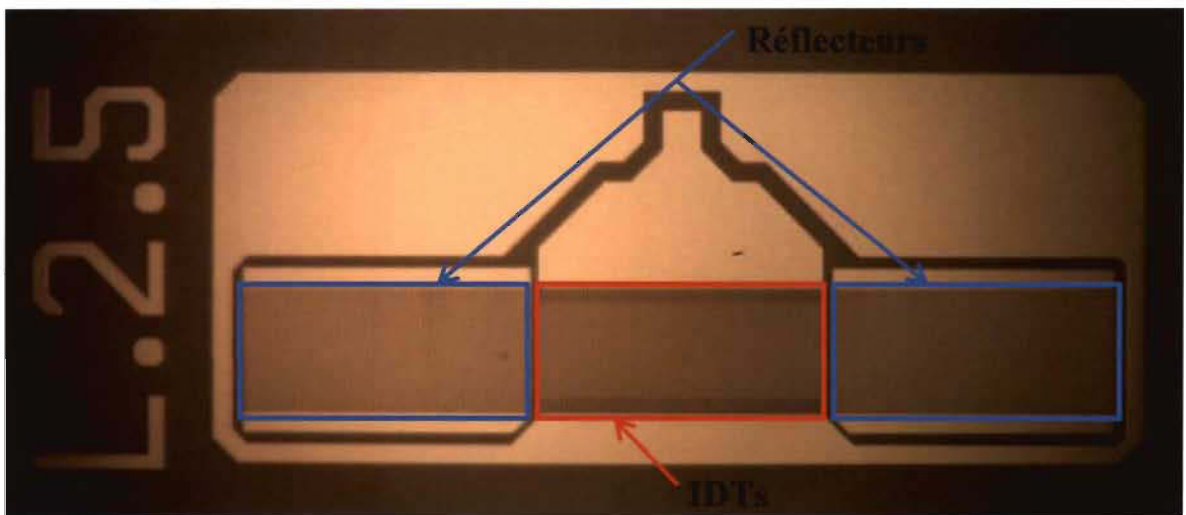


Figure 3.6 Résonateur modélisé (Photographie sur dispositif fabriqué).

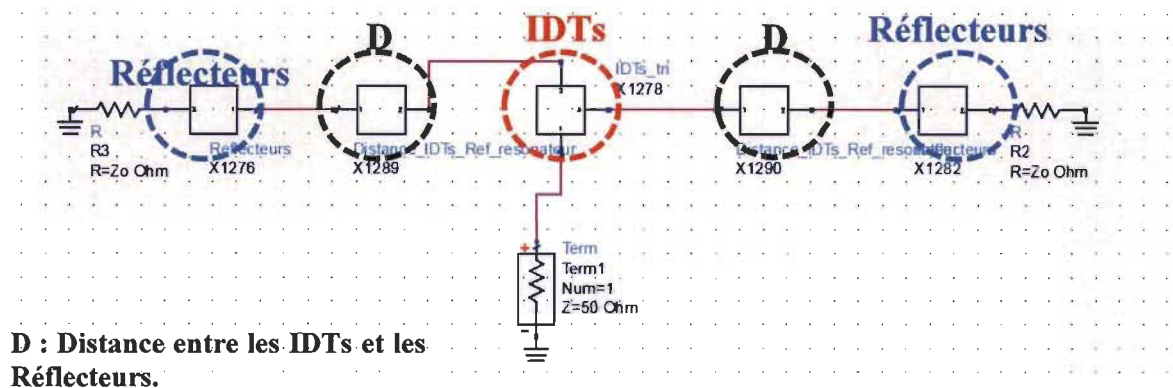


Figure 3.7 Modèle Mason d'un résonateur acoustique.

Les IDTs et les réflecteurs sont représentés par la suite sous la forme d'un multiple de pair de doigts [171]. La différence entre les réflecteurs et les IDTs réside dans l'alimentation de ces derniers. La distance «D» quant à elle est représentée sous la forme d'une ligne de transmission [171]. La Figure 3.8 représente une paire de doigts.

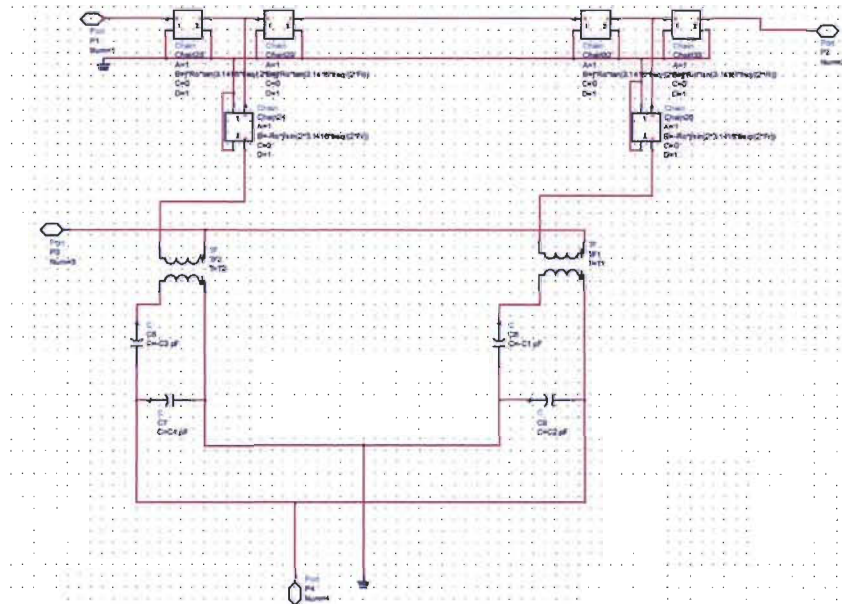


Figure 3.8 Représentation d'une paire de doigts.

Les principaux paramètres identifiés sont :

C_1 : Capacité entre deux doigts.

T_1 : Facteur de couplage.

F_r : Fréquence de résonance. $F_r = v/\lambda = 3487/15 \cdot 4 \cdot 10^{-6} = 58.12 \text{ MHz}$.

Z_0 : Impédance acoustique.

R_0 : Équivalent électrique.

Calcul théorique des paramètres

Calcul de la capacité [172]

$$\text{Équation 3.10} \quad C_1 = \frac{C_s}{2} = \frac{\epsilon_r + 1.0}{w} l [(N - 30)A_1 + A_2] \quad (pF)$$

$$\text{Équation 3.11} \quad A_1 = \left[0.3349057 - 0.15287116 \left(\frac{t}{x} \right) \right]^2 \quad \left(\frac{pF}{in} \right)$$

$$\text{Équation 3.12} \quad A_2 = \left[0.50133101 - 0.22820444 \left(\frac{t}{x} \right) \right]^2 \quad \left(\frac{pF}{in} \right)$$

Avec :

ϵ : Constante diélectrique. (Dans le Niobate de Lithium : $\epsilon_{11} = 44$, $\epsilon_{33} = 27.9$).

l : Longueur de la partie chevauchement des doigts. ($l = 250\mu\text{m}$).

x : Largeur des doigts et du gap entre deux doigts. ($x = 15\mu\text{m}$).

t : Épaisseur du métal des doigts ($t = 100\text{nm}$).

N : Nombre de doigts ($N = 150$ // On dispose de 75 paires de doigts).

w : Largeur de la totalité des sections. ($w = 150 \cdot 2 \cdot x = 4500\mu\text{m}$).

Par conséquent :

Pour ϵ_{11} , la valeur de la capacité (**$C_1 = 0.13\text{pF}$**).

Pour ϵ_{33} , la valeur de la capacité (**$C_1 = 0.08\text{pF}$**).

Calcul du facteur de transformation [173]

$$\text{Équation 3.13} \quad T_1 = \frac{hC_s}{2}$$

Pour ϵ_{11} , la valeur de la capacité (**$T_1 = 9.51 \cdot 10^{-4}$**).

Pour ϵ_{33} , la valeur de la capacité (**$T_1 = 6.11 \cdot 10^{-4}$**).

Calcul de l'impédance acoustique et de la résistance électrique [173]

Équation 3.14 $Z_0 = A \cdot \rho \cdot v$

Avec :

ρ : Densité du Niobate de Lithium ($\rho = 4700 \text{ Kg/m}^3$).

v : Vitesse de l'onde ($v = 3488 \text{ m/s}$).

A : Surface d'une coupe transversale de l'IDT. [173] ($A = 15 \cdot 10^{-6} \cdot 0.1 \cdot 10^{-6} = 1.5 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2$).

Ainsi :

$$Z_0 = 2.459 \cdot 10^{-5}$$

R_0 : L'équivalent électrique de Z_0 ,

Équation 3.15 $R_0 = Z_0/T_1^2$ [173]

$$R_0 = 2.459 \cdot 10^{-5} / 0.000611^2. \mathbf{R_0 = 65.869.}$$

Les différentes valeurs des paramètres du modèle électrique établi sont résumées dans le Tableau 3.3.

Tableau 3.3 Principaux paramètres du modèle électrique établi.

Paramètres	Valeurs simulées	Valeurs calculées
C_1	0.08	0.08
T_1	0.000611	0.000611
Z_0	$6.15 \cdot 10^{-2}$	$2.459 \cdot 10^{-5}$
R_0	1.25	65.869
Fr	56.82	58.12

Tel que mentionné précédemment, la distance «D» entre les transducteurs interdigités et les réflecteurs est représentée sous forme de ligne de transmission en utilisant les

matrices ABCD. La Figure 3.9 présente la ligne de transmission utilisée pour représenter la distance entre les IDTs et les réflecteurs.

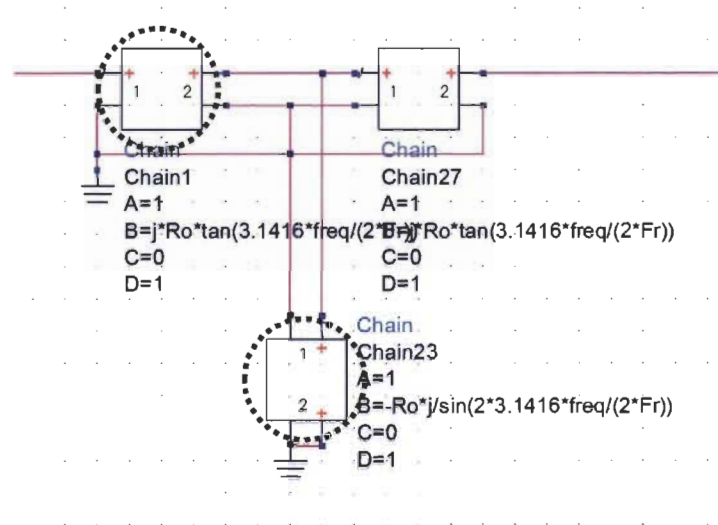


Figure 3.9 Représentation d'une ligne de transmission.

Paramètres identifiés

$$A = 1.$$

$$B = j \cdot R_0 \cdot \tan(\theta/4).$$

$$C = 0.$$

$$D = 1.$$

$$R_0 = \frac{2\pi}{\omega_0 C_s k^2}$$

C_s : Capacité par section. ($C_s = 2 \cdot C_1$).

$$R_0 = \frac{1}{Fr \cdot 2 \cdot C_1 \cdot k^2}$$

$$\theta = 2\pi \frac{\omega}{\omega_0}$$

$$\theta = 2\pi \frac{f}{Fr}$$

Par conséquent :

$$B = j \cdot \frac{1}{Fr \cdot 2 \cdot C_1 \cdot k^2} \cdot \tan\left(\pi \frac{f}{2 \cdot Fr}\right)$$

Paramètres identifiés

$$A = 1.$$

$$B = -j \cdot R_0 \cdot \csc(\theta/2). [\csc(x) = 1/\sin(x)].$$

$$C = 0.$$

$$D = 1.$$

$$R_0 = \frac{2\pi}{\omega_0 C_s k^2}$$

C_s : Capacité par section. ($C_s = 2 \cdot C_1$).

$$R_0 = \frac{1}{Fr \cdot 2 \cdot C_1 \cdot k^2}$$

$$\theta = 2\pi \frac{\omega}{\omega_0}$$

$$\theta = 2\pi \frac{f}{Fr}$$

Par conséquent :

$$B = -j \cdot \frac{1}{Fr \cdot 2 \cdot C_1 \cdot k^2} \cdot \frac{1}{\sin\left(\pi \frac{f}{Fr}\right)}$$

Avec :

$$R_0 = 7.27 \cdot 10^5 \text{ pour } (\epsilon_{33}).$$

$$R_0 = 4.67 \cdot 10^5 \text{ pour } (\epsilon_{11}).$$

Avec :

$$R_0 = 7.27 \cdot 10^5 \text{ pour } (\epsilon_{33}).$$

$$R_0 = 4.67 \cdot 10^5 \text{ pour } (\epsilon_{11}).$$

Une comparaison entre les résultats de simulation et les résultats de mesures est représentée dans la Figure 3.10, à la fois pour le résonateur SAW mais aussi pour la ligne à délai SAW. Bien évidemment, afin de pouvoir effectuer une comparaison entre les résultats de mesure et de simulation, il a fallu mettre en place un procédé de fabrication des dispositifs acoustiques modélisés afin de pouvoir les fabriquer puis les tester.

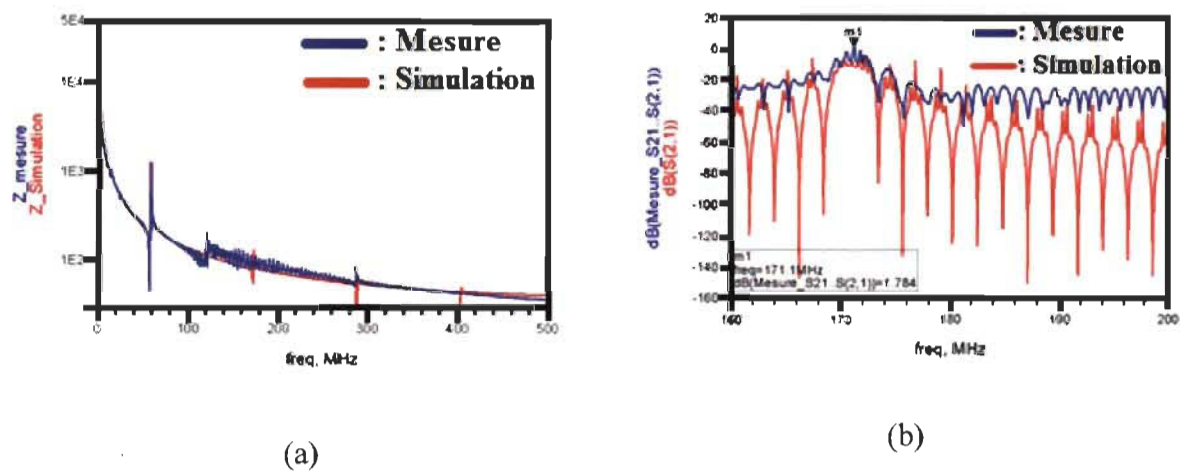


Figure 3.10 Comparaison des résultats de mesure avec ceux de simulation. (a). Résonateur SAW, (b). Capteur SAW.

Ainsi, les résultats obtenus démontrent une très bonne correspondance entre les résultats de mesure et ceux de simulation. Ceci démontre la solidité des modèles mis en place.

3.2 Modèle multiphysique

Dans ce qui suit, le modèle multiphysique développé et exploité lors de cette étude est présenté. Le modèle présenté permet d'établir la relation théorique entre la vitesse de phase

dans la zone de Palladium et les paramètres étudiés de cette couche, module de Young et densité. Deux modes de propagation de l'onde acoustique, Quasi-SAW et SH-SAW, sont exploités afin d'établir cette relation entre la vitesse de l'onde acoustique et les paramètres étudiés. Le modèle établi est une représentation du capteur fabriqué. Il consiste en un substrat de Niobate de Lithium (coupe-Y, propagation-Z) couvert par une fine couche de Palladium de 100nm d'épaisseur. De plus, des conditions périodiques sont appliquées aux limites droite et gauche du modèle afin de modéliser un substrat infini. Les deux surfaces, aussi bien inférieure que supérieure du substrat, sont assumées sans contraintes. Tant dis que l'interface substrat/couche-sélective est considéré électriquement libre. La Figure 3.11 représente plus en détails le modèle établi pour simuler le comportement du capteur en conditions réelles. Les valeurs des paramètres étudiés ainsi que leurs variations sont résumées dans le Tableau 3.4.

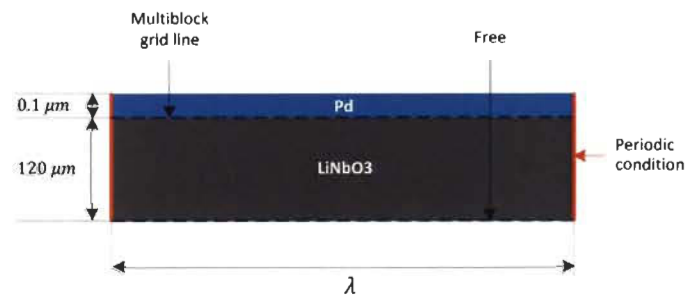
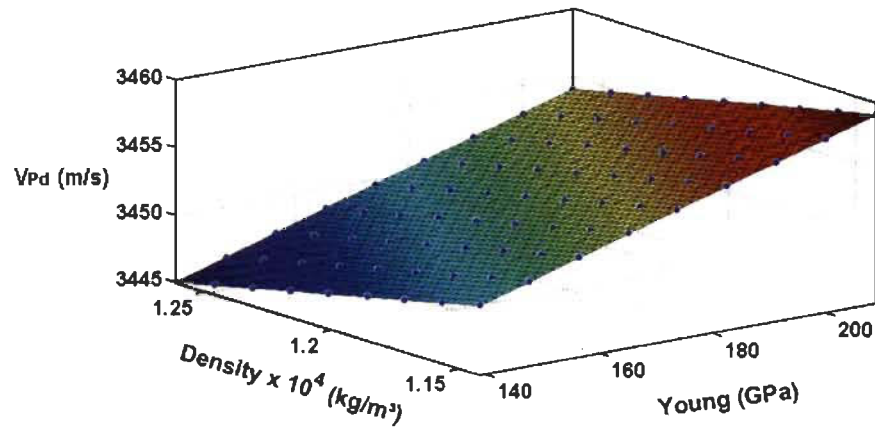


Figure 3.11 Modèle éléments finis utilisé dans l'étude paramétrique. [174]

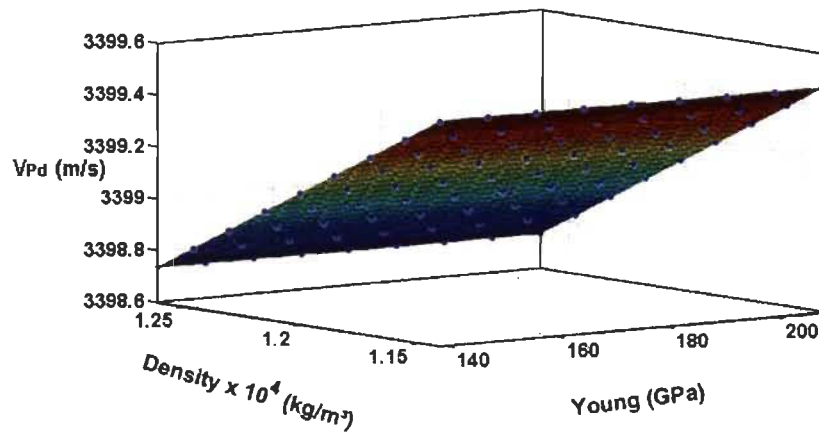
Tableau 3.4 Principaux paramètres du film de Palladium utilisés dans le modèle éléments finis.

Paramètres FEM	Module de Young	Densité
Valeur initiale	$E_0 = 174 \text{ GPa}$	$\rho_0 = 12020 \text{ kg/m}^3$
Plage de variation	$E_0 \pm 20\%$	$\rho_0 \pm 5\%$

Les résultats de la variation de la vitesse de propagation de l'onde acoustique dans la couche de Palladium en fonction des paramètres étudiés, module de Young et densité, sont représentés dans la Figure 3.12. La figure présente les résultats obtenus pour les deux modes étudiés, Quasi-SAW et SH-SAW.



(a)



(b)

Figure 3.12 Variations des vitesses en fonction des paramètres étudiés. (a). Mode Quasi-SAW, (b). Mode SH-SAW. [174]

On constate d'après les résultats obtenus une linéarité de la variation de la vitesse de propagation de l'onde acoustique en fonction des paramètres étudiés, module de Young et densité, et ce pour les deux modes étudiés, Quasi-SAW et SH-SAW. Par conséquent, cette variation est représentée sous la forme empirique suivante.

$$\text{Équation 3.16} \quad V_{Pd} = \alpha + \beta \cdot E + \gamma \cdot \rho + \delta \cdot E \cdot \rho \quad (m/s)$$

Les coefficients de cette relation empirique de variation de la vitesse acoustique sont résumés dans le Tableau 3.5.

Tableau 3.5 Coefficients de la relation empirique obtenue avec l'étude paramétrique.

Modes acoustiques	Coefficients de la relation empirique			
	α (m/s)	β (m/s GPa)	γ (m ⁴ /s kg)	δ (m ⁴ /s GPa kg)
Quasi-SAW	3483	9.819e ⁻²	-4.5e ⁻³	1.416e ⁻⁶
SH-SAW	3406	0	-6.072e ⁻⁴	0

On constate que d'une part, le mode de cisaillement est pratiquement insensible aux variations du module de Young de la couche mince sélective. Ceci est parfaitement cohérent étant donné que ce mode favorise les déformations de cisaillement uniquement et qu'il est donc principalement affecté par le coefficient de Poisson. D'autre part, le mode Quasi-SAW est, quant à lui, sensible aux deux paramètres étudiés, module de Young et densité. Ceci est dû aux deux types de déformations qui composent ce mode, déformations de cisaillement et de compression. Ainsi, la dépendance des vitesses aux paramètres étudiés, module de Young et densité, pour les deux modes exploités permet l'extraction du module de Young et de la densité de la couche mince sélective en exploitant les vitesses acoustiques des deux modes étudiés.

3.3 Approche scientifique proposée pour l'étude de sensibilité des différents modes acoustiques susceptibles d'être exploités

L'étude de la sensibilité des capteurs acoustiques est effectuée sur plusieurs modes de propagation acoustiques. Les modes SAW, SH-SAW, Love et Lamb sont pris en considération. Cette étude permet de déterminer le mode de propagation optimal en fonction de l'application visée et par conséquent en fonction des conditions dans lesquels le capteur fonctionne. Les principales étapes de cette étude de sensibilité des différents modes acoustiques peuvent être résumées comme suite. (Figure 3.13)

- Le choix du mode acoustique étudié.
- Le choix du matériau de base et de son orientation cristalline qui permet la génération du mode acoustique souhaité.
- Le choix des propriétés étudiées.
- Par la suite, la détermination de la variation de la vitesse acoustique du mode étudié en fonction de la variation des paramètres identifiés permet d'établir la sensibilité du mode en question en fonction des différents paramètres.



Figure 3.13 Étude de sensibilité des différents modes acoustiques.

La Figure 3.14 présente quant à elle l'analyse effectuée afin de déterminer la sensibilité du mode étudié en fonction des paramètres identifiés.

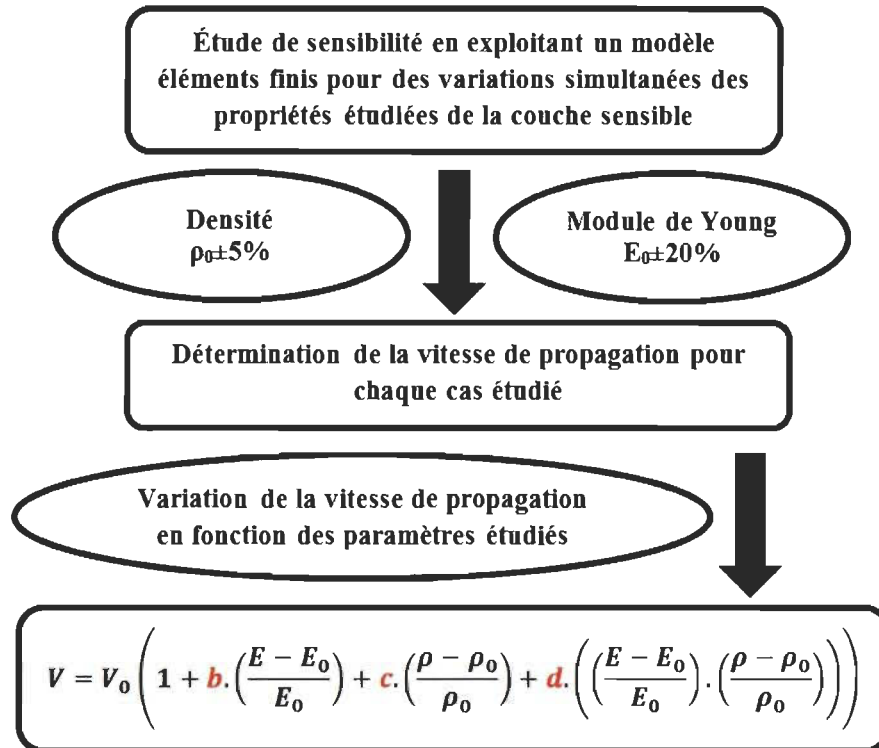


Figure 3.14 Analyse de la sensibilité des modes acoustiques en fonction des paramètres identifiés.

Ceci vient conclure le troisième chapitre, consacré à la présentation détaillée des méthodologies de recherche établies pour les deux principales phases du projet, à savoir, l'explication du mécanisme de détection dans les couches minces ainsi que l'étude de sensibilité des différents modes acoustiques. Le modèle éléments finis mis en place est également présenté en détails. Le chapitre suivant est consacré à la présentation et à l'analyse des résultats expérimentaux obtenu tout au long de la thèse. Une partie du chapitre est également consacrée à l'étude de sensibilité du mode de surface (SAW).

Chapitre 4 - Résultats expérimentaux «Application sur le mode SAW»

Le présent chapitre est consacré à la présentation des résultats expérimentaux. Ainsi, le procédé de fabrication établi, les masques et les dispositifs fabriqués sont présentés dans un premier temps suivis de la présentation des méthodes et outils de test. Enfin, l'étude de sensibilité des capteurs est abordée. La validation expérimentale est réalisée sur les dispositifs à ondes de surface.

4.1 Procédé de fabrication

Une fois l'étape de conception des dispositifs est finalisée, l'étape qui suit est la réalisation technologique de ces dispositifs. La réalisation des dispositifs acoustiques passe par le développement d'un procédé de fabrication en exploitant des techniques avancées de micro-fabrication. Cette première phase de fabrication est consacrée à la réalisation de deux types de dispositifs acoustiques. Des résonateurs et des capteurs à ondes acoustiques de surface. Cette première génération de dispositifs acoustiques est exploitée pour valider la méthodologie adoptée. La Figure 4.1 présente les différentes étapes de réalisation d'un dispositif acoustique à base d'ondes de surface en exploitant la technique «lift-off».

- 1- Dans un premier temps, le substrat est nettoyé afin d'éliminer les résidus qui peuvent s'accumuler sur sa surface. Ainsi, le substrat est nettoyé avec de l'alcool isopropylique (IPA) suivi d'un nettoyage avec de l'acétone. Ensuite, le substrat est rincé avec de l'eau déionisée avant d'être séché avec un jet d'azote.

- 2- Par la suite, une couche de résine photosensible est déposée par tournette sur la surface du substrat. Dans notre cas, la résine photosensible négative est utilisée. Pour cette étape, le substrat est déshydraté à 100°C pendant 1min sur une plaque chauffante. Ensuite, une couche de HMDS est déposée par tournette afin de faciliter l'adhésion de la résine sur le substrat. Enfin, la résine N-LOF 2020 est déposée par tournette et cuite à 100°C pendant 1min sur la plaque chauffante.
- 3- La couche de la résine photosensible est exposée à des rayons UV d'une intensité de 68mj/cm² suivie d'un recuit à 100°C pendant 1min sur une plaque chauffante en utilisant le masque dessiné et qui contient les motifs souhaités. Cette exposition permet de durcir certaines parties de la résine et de ramollir les parties restantes. Ceci permet d'obtenir les motifs des IDTs souhaités.
- 4- Une phase de développement permet d'obtenir les motifs souhaités avec la résine durcit. Le reste de la résine est supprimé par la solution développante. Dans le cas de notre résine, un développement d'une durée de 150sec dans les développeurs MIF permet d'obtenir les résultats escomptés.
- 5- L'étape suivante consiste dans le dépôt du matériau qui constitue les IDTs des dispositifs acoustiques fabriqués. Pour un procédé de lift-off, il est préférable d'utiliser la méthode de dépôt par évaporation. Dans le cas de nos dispositifs, une couche de trois matériaux, le chrome, le cuivre et l'or, est déposée. Ces couches possèdent des épaisseurs respectives de 10-90-10nm. Le couche de chrome est utilisée comme couche d'adhésion, le couche de cuivre représente le matériau principal qui constitue les IDTs tant dis que la couche d'or permet de prévenir la corrosion des IDTs en présence d'air.

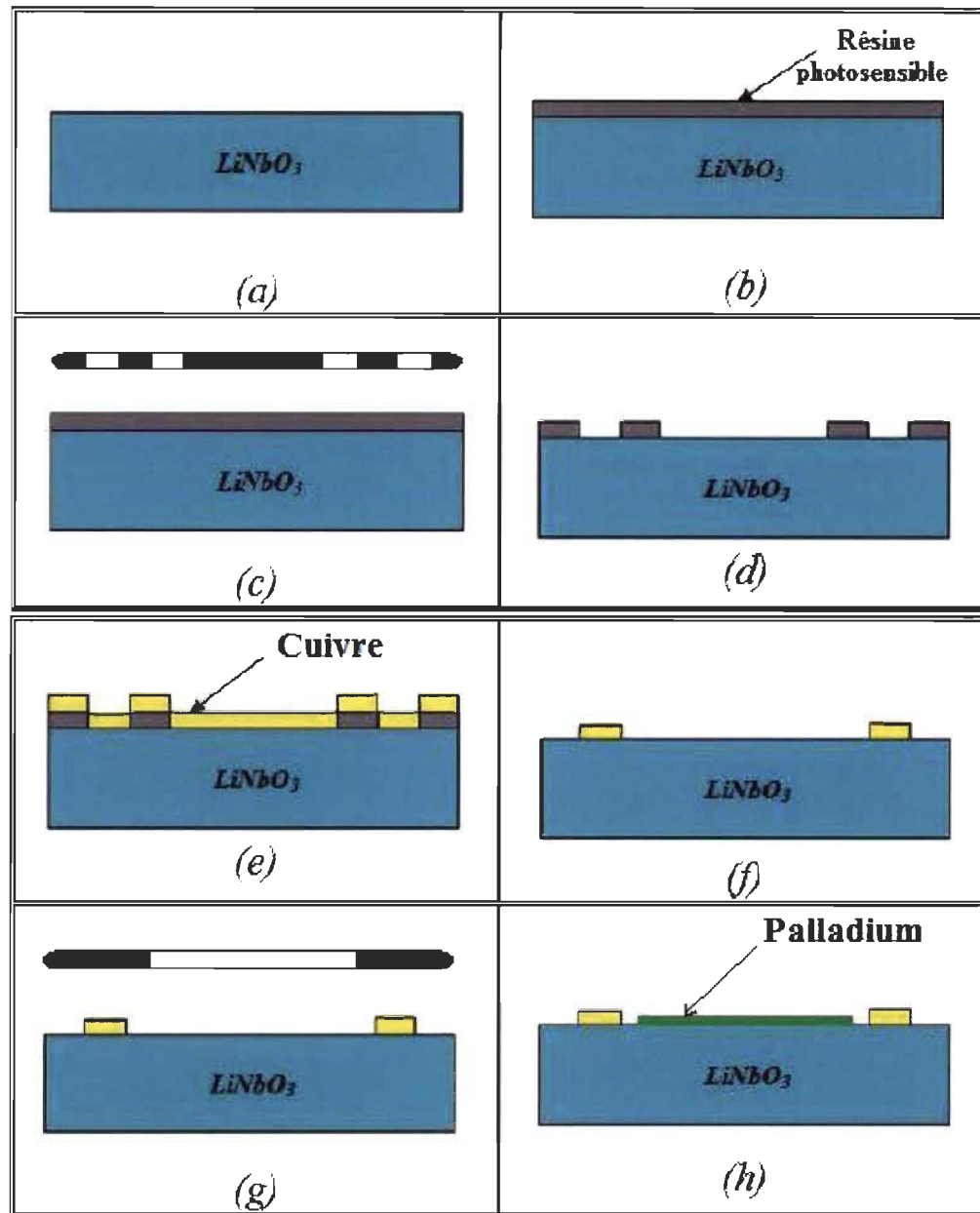


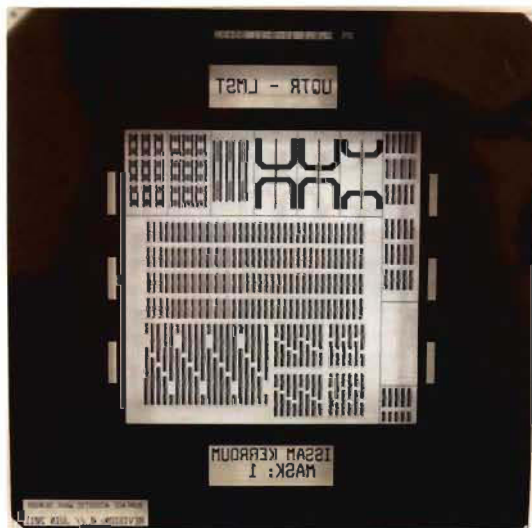
Figure 4.1 Procédé de fabrication des dispositifs acoustiques à ondes de surface.

- 6- Ensuite, l'étape de lift-off permet le décapage de la totalité de la résine restante donnant lieu aux IDTs souhaités. Dans notre cas, le «KWIKSTRP» est utilisé pour supprimer la totalité de la résine restante.
- 7- Une deuxième phase identique permet l'obtention de la couche sélective, dans notre cas, une couche de Palladium est déposée.

- Dépôt de la résine photosensible.
- Photolithographie optique.
- Application du développeur pour retirer les parties de résines visées.
- Dépôt de la couche de détection.
- Procédé de lift-off suivi d'un nettoyage final avec l'IPA, l'acétone et l'eau déionisée ainsi qu'un séchage avec l'application d'un jet d'azote permet d'aboutir au dispositif final.

4.2 Réalisation des masques

La fabrication des dispositifs acoustiques est effectuée sur des substrats de 4" de diamètre. Par conséquent, les masques réalisés à cet effet sont des masques en chrome de dimension 5" x 5". La Figure 4.2 présente les différents masques réalisés durant cette étude.



(a)



(b)

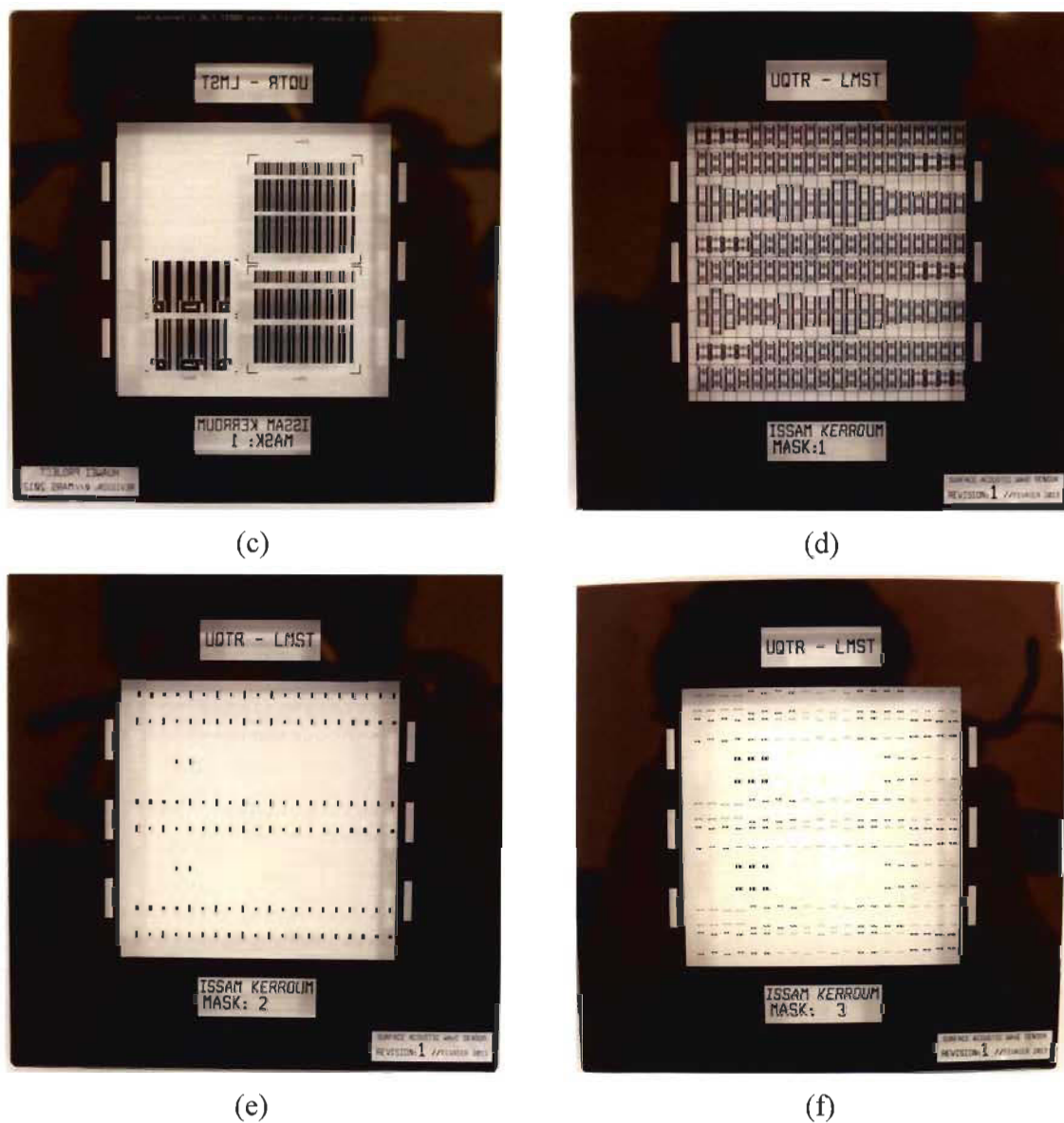


Figure 4.2 Masques fabriqués pour les dispositifs SAW. (a). Masque IDTs (Version 01), (b). Masque Pd (Version 01), (c). Masque filtres (Projet industriel), (d). Masque IDTs (Version 02), (e). Masque Pd (Version 02), (f). Masque absorbants (Version 02).

4.3 Réalisation des dispositifs

Les travaux de microfabrication sont réalisés en salle blanche classe 10. Des substrats de Niobate de Lithium (coupe-Y, propagation-Z) de 4" de diamètre et de 0.5mm d'épaisseur sont utilisés. Le Tableau 4.1 résume les différentes étapes effectuées et les

paramètres utilisés pour réaliser chacune des principales étapes (dépôt de résine, photolithographie, dépôt de métal et lift-off).

Tableau 4.1 Étapes de la réalisation technologique et les paramètres de fabrication.

Étape	Équipement	Paramètres
Déshydratation	Plaque chauffante	100°C – 1min
Dépôt de HMDS	Tournette	15sec à 500rpm puis 30sec à 4000rpm
Dépôt de résine N-LOF2020	Tournette	10sec à 500rpm puis 60sec à 2000rpm
Recuit	Plaque chauffante de la tournette	100°C – 1min
Exposition	Aligneur de masques	68mj/cm ²
Recuit	Plaque chauffante de la tournette	100°C – 1min
Développement	Paillasse lithographie	150sec 2.5e ⁻⁵ Torr
Dépôt des métaux	Évaporateur E-beam	0.1A 6.6V
Lift-off	Banc humide	2h
Nettoyage	Banc humide	IPA – Acétone – Eau déionisée – Jet d’azote

Les mêmes étapes sont réalisées pour la deuxième phase de fabrication qui consiste à déposer la couche mince sélective dans les lignes à délai pour en faire des capteurs. La Figure 4.3 représente les principales étapes de réalisation, l'équipement utilisé pour chacune des étapes ainsi qu'une photographie du dispositif acoustique tout au long du processus de fabrication. Il est cependant nécessaire de mentionner le fait qu'il a fallu faire face à de nombreux défis à de mettre en place un procédé de fabrication fiable et répétitif. Notamment, l'ajustement de la température de recuit et la pyroélectricité du LiNbO₃, l'ajustement de l'intensité de la lumière UV ainsi que le temps de développement.




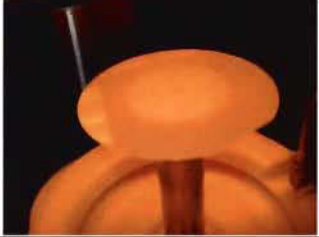

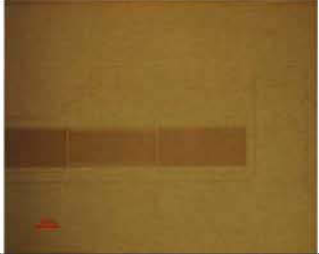

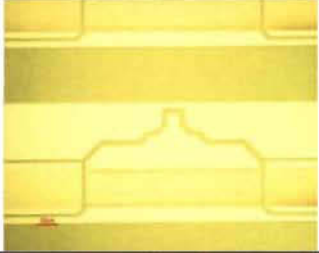



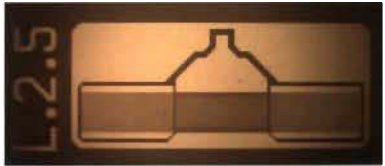
Étape	Opération	Équipement	Figure
1	Nettoyage		
2	Dépôt de résine		
3	Lithographie optique		
4	Développement		
5	Dépôt de métal		
6	Lift-Off		

Figure 4.3 Étapes de réalisation des dispositifs acoustiques.

Deux dispositifs acoustiques sont ainsi réalisés, résonateurs acoustiques et lignes à délais acoustiques. La Figure 4.4 présente les dispositifs acoustiques réalisés à l'aide du procédé de fabrication établi et optimisé jusqu'à atteindre une excellente répétabilité.

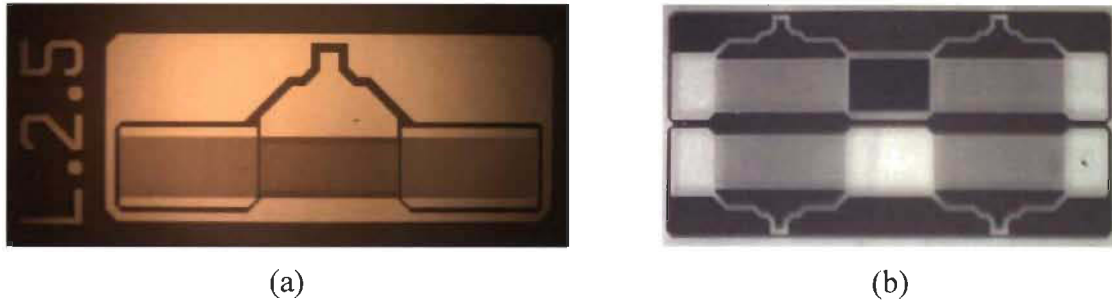


Figure 4.4 Dispositifs acoustiques fabriqués. (a). Résonateur SAW, (b). Capteur SAW.

4.4 Méthodes et paramètres de test

Dans cette section les méthodes de test qui permettent de caractériser les capteurs acoustiques dans des conditions réelles sont présentés. Les paramètres de test sont également abordés.

4.4.1 Méthode de test

Dans le but de pouvoir caractériser nos capteurs acoustiques en conditions réelles, il a fallu faire face à un grand défi, celui de pouvoir mesurer sous pointes notre dispositif dans une chambre de 2l de volume. Pour cela, il est nécessaire dans un premier temps de prélever avec précision les dimensions de la chambre de test. En se basant sur les dimensions prises, la conception d'une station sous pointes miniatures peut ainsi être effectuée. Cette station miniature, placée à l'intérieur de la chambre de test, permet des déplacements dans les trois axes (X, Y, Z). Enfin, une carte d'acquisition est conçue. Cette carte est munie de pointes pour l'acquisition des données et d'un circuit pour transférer ces

données via des câbles RF. Ceci permet ainsi de prélever les mesures des capteurs acoustiques en conditions réelles. La Figure 4.5 présente la fixture ainsi que la carte d'acquisition, conçues pour pouvoir effectuer les mesures en conditions réelles. La Figure 4.6 quant à elle présente des photographies finales de la fixture mise en place.

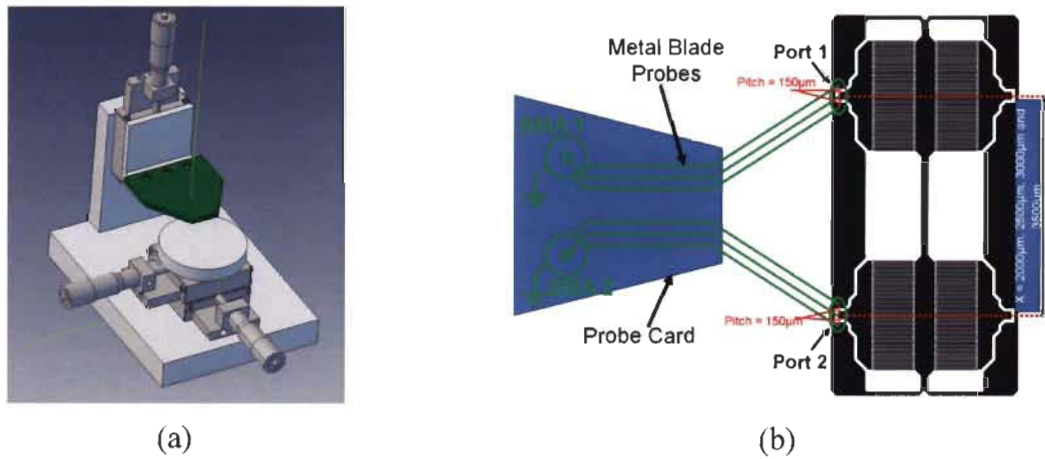


Figure 4.5 Station sous pointes miniature et carte d'acquisition «conçues». (a). Station sous pointes miniature, (b). Carte d'acquisition.

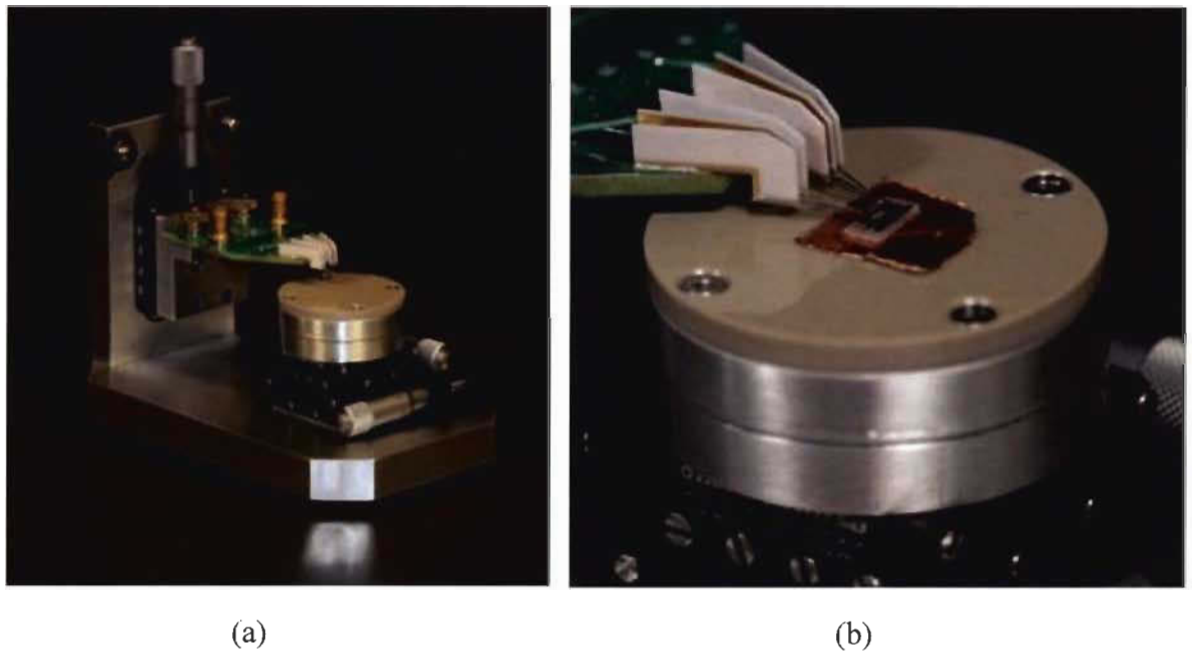


Figure 4.6 Station sous pointes miniature et carte d'acquisition «réalisées». (a). Station sous pointes miniature, (b). Carte d'acquisition.

4.4.2 Paramètres de test

Les capteurs sont testés dans un mélange d'hydrogène avec de l'air à différentes concentrations, à savoir, 0%, 0.67%, 0.83%, 1%, 1.17%, 1.33%, 1.5%, 1.67%, 1.83% et 2%. Un capteur commercial est également placé à l'intérieur de la chambre à côté de notre capteur d'hydrogène acoustique. Le capteur commercial est utilisé comme capteur de référence afin de valider la concentration réelle à l'intérieur de la chambre en tout temps. Le tout est effectué à l'aide d'un banc de test unique au monde (Figure 4.7) qui permet la qualification des capteurs de gaz. La conception et la mise en place d'un tel banc de test a nécessité un travail d'arrache-pied durant plusieurs mois afin de mettre en place un banc de test complet qui offre une grande flexibilité. Les tests sont effectués à température ambiante, une humidité relative de 4%, une pression de 14.7Psi et avec un débit du gaz qui est égale à 500scm.

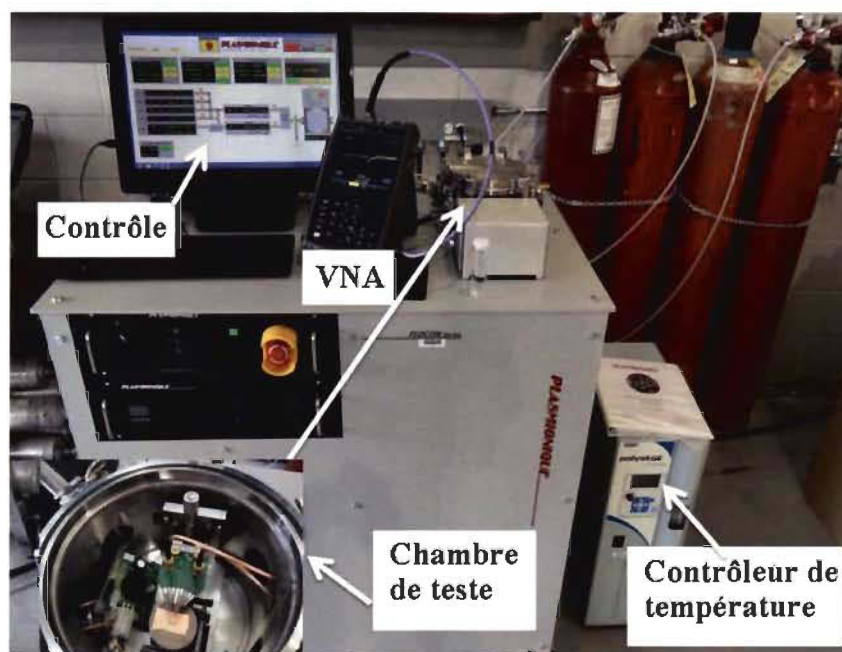


Figure 4.7 Banc de test global.

4.5 Étude en absence d'hydrogène

Dans le but de confirmer les résultats théoriques obtenus, des tests en absence d'hydrogène sont effectués dans un premier temps. Ces tests permettent de remonter jusqu'aux valeurs des paramètres étudiés, module de Young et densité, de la couche mince sélective. Les résultats obtenus confirment la validité de la méthodologie établie et ainsi de pouvoir passer à l'étape de caractérisation en environnement contrôlé sur de solides bases. Les mesures RF effectuées sur le capteur SAW permettent d'extraire, dans un premier temps, le coefficient de transmission S_{21} . Cette mesure permet l'identification des fréquences des deux modes exploités, dans notre cas les modes SH-SAW et Quasi-SAW sont identifiés respectivement à 171.2 et 172.9MHz. Aussi, la mesure effectuée permet l'extraction de la variation de la phase pour les deux lignes du capteur, avec et sans Palladium. En exploitant les résultats de la phase ainsi que les fréquences de fonctionnement des deux modes exploités, on arrive à extraire le décalage en phase entre les deux lignes du capteur, avec et sans Palladium, et ce aux deux fréquences exploitées. Ces décalages de phase sont par la suite exploités afin de remonter aux vitesses expérimentales des deux modes exploités, et ce grâce à l'équation d'extraction de la vitesse présentée dans le précédent chapitre. Ainsi, on obtient deux équations à deux inconnus. La résolution de ce système d'équation permet de remonter aux valeurs expérimentales des paramètres étudiés, module de Young et densité. La Figure 4.8 représente les résultats obtenus suite aux mesures RF effectuées, notamment le coefficient de transmission S_{21} ainsi que la variation de la phase pour les deux lignes à délai, avec et sans Palladium. Le Tableau 4.2 et le Tableau 4.3 résument les valeurs extraites pour la vitesse de propagation de l'onde acoustique dans la couche de Palladium, et ce pour les deux modes exploités.

Enfin, le Tableau 4.4 résume quant à lui les valeurs extraites des paramètres étudiés, module de Young et densité.

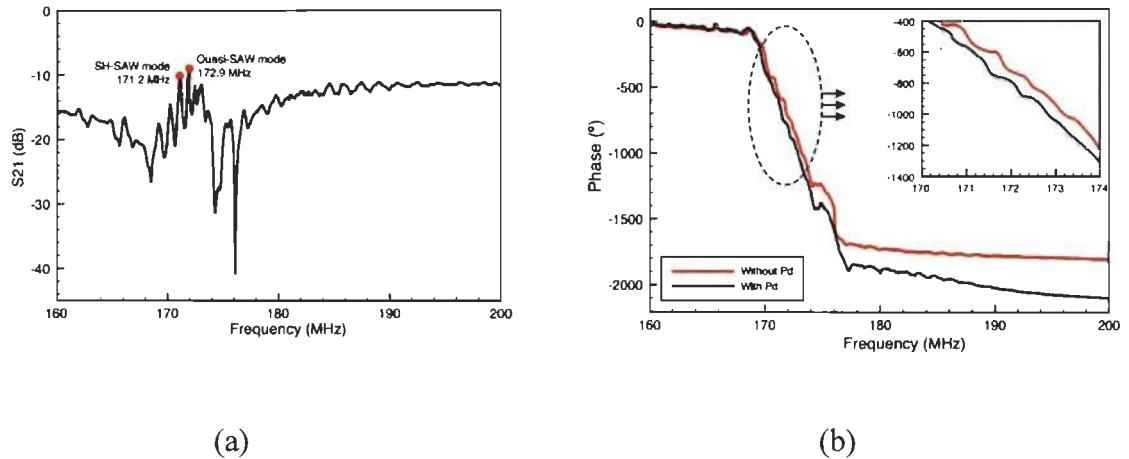


Figure 4.8 Mesures RF pour les deux lignes à délai (avec et sans Palladium). (a). Coefficient de transmission S21, (b). Variation de la phase. [174]

Tableau 4.2 Extraction de la valeur expérimentale du mode Quasi-SAW dans la couche de Palladium.

F (MHz)	V (m/s)	L_{Pd} (μm)	$\Delta\phi$ ($^\circ$)	V_{Pd} (m/s)
172.9	3478.1	1415	123.2	3461.4

Tableau 4.3 Extraction de la valeur expérimentale du mode SH-SAW dans la couche de Palladium.

F (MHz)	V (m/s)	L_{Pd} (μm)	$\Delta\phi$ ($^\circ$)	V_{Pd} (m/s)
171.3	3406.4	1415	50.7	3399.7

Tableau 4.4 Extraction des valeurs effectives des paramètres étudiés de la couche de Palladium.

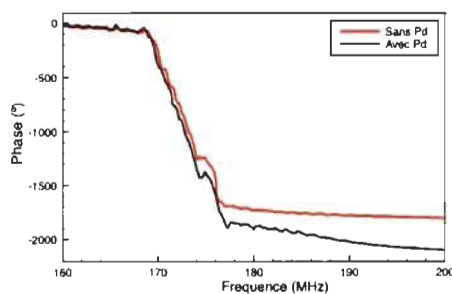
V_{Pd} «Quasi-SAW» (m/s)	V_{Pd} «SH-SAW» (m/s)	Module de Young (GPa)	Densité (kg/m^3)
3461.4	3399.7	219.6	10303.3

Les valeurs obtenues pour le module de Young et la densité de la couche mince étudiée sont assez semblables aux valeurs initiales. Cette légère différence entre les valeurs

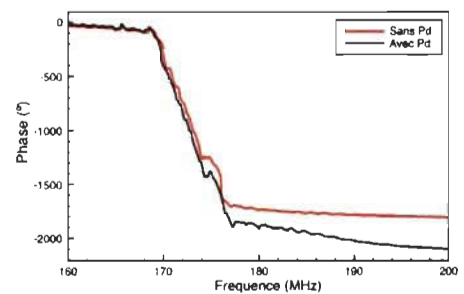
obtenues et les valeurs considérées initialement est tout à fait conventionnelles lorsqu'on manipule des couches minces comparativement aux valeurs des matériaux de base considérées initialement.

4.6 Étude en présence d'hydrogène

Dans le but d'étudier le comportement du capteur en conditions réelles et ainsi pouvoir expliquer le mécanisme de détection dans les couches minces, le capteur est testé à différentes concentrations d'hydrogène. En exploitant la méthodologie décrite précédemment, on arrive à déterminer l'effet de l'hydrogène sur les paramètres étudiés de la couche mince, module de Young et densité. Tel que mentionné précédemment, les tests sont effectués à neuf valeurs différents d'hydrogène dans l'air en plus de la mesure effectuée à 0% d'hydrogène. Les valeurs de concentrations considérées sont : 0.67%, 0.83%, 1%, 1.17%, 1.33%, 1.5%, 1.67%, 1.83% et 2% d'hydrogène dans l'air. Tout comme pour le test en absence d'hydrogène, les modes acoustiques exploités sont les modes Quasi-SAW et SH-SAW. Les résultats de mesures RF obtenus sont représentés dans la Figure 4.9 qui représente la variation de la phase pour les deux lignes à délai, avec et sans Palladium.



(a)



(b)

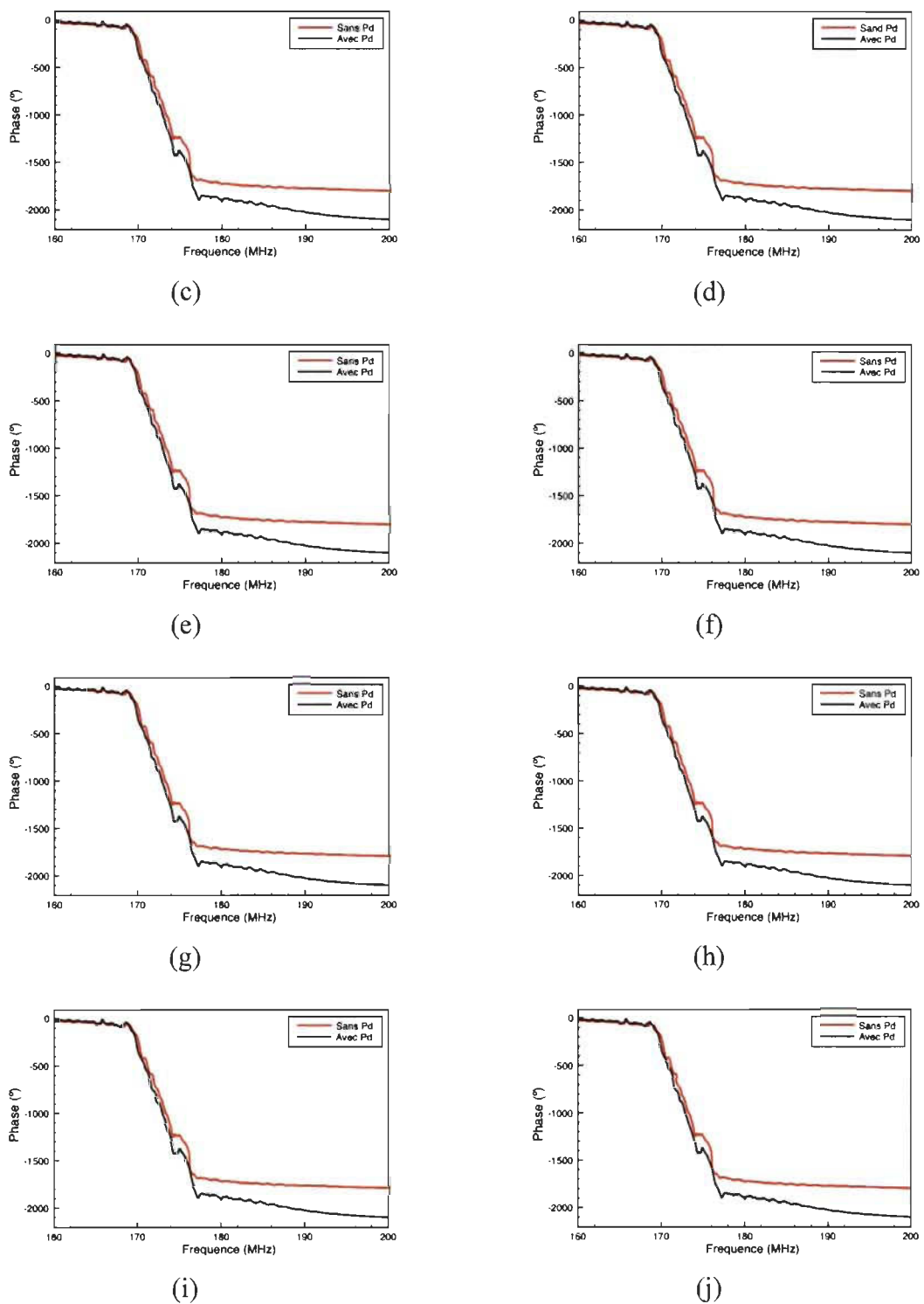


Figure 4.9 Variations de la phase pour les deux lignes à délai, avec et sans Palladium, à différentes concentrations d'hydrogène dans l'air. (a). 0%, (b). 0.67%, (c). 0.83%, (d). 1%, (e). 1.17%, (f). 1.33%, (g). 1.5%, (h). 1.67%, (i). 1.83%, (j). 2%.

Ainsi, en exploitant la formule d'extraction de la vitesse acoustique aux fréquences de fonctionnement des modes exploités, on arrive à extraire les variations de la vitesse de phase des modes exploités en fonction de la quantité d'hydrogène. La Figure 4.10 présente la variation la vitesse de phase pour les deux modes exploités en fonction de la quantité d'hydrogène disponible dans la chambre de test.

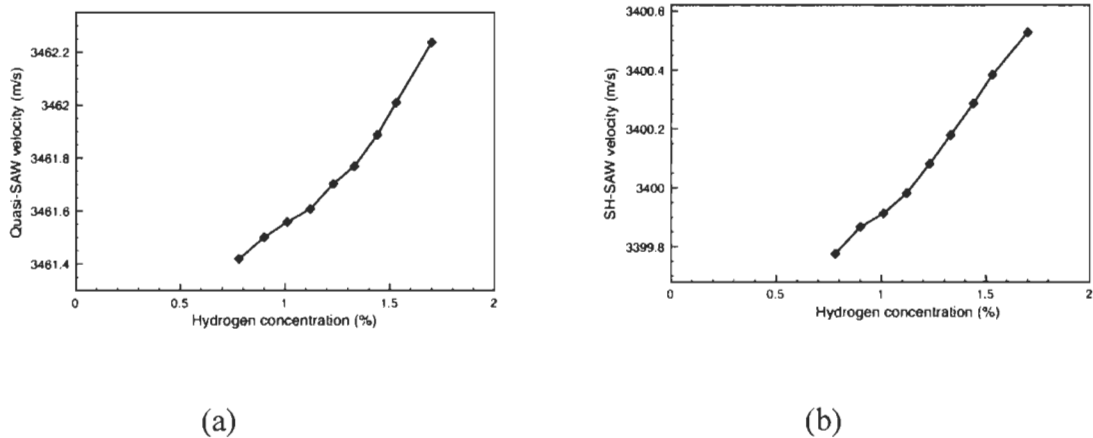
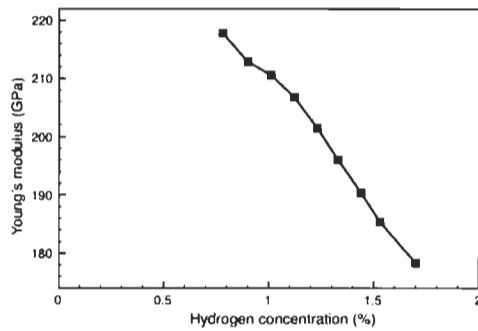
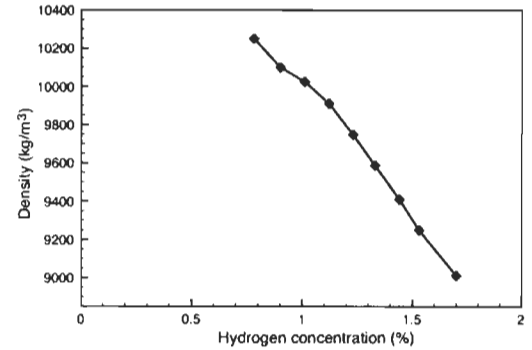


Figure 4.10 Variation de la vitesse de phase en fonction de la concentration d'hydrogène. (a). Mode Quasi-SAW, (b). Mode SH-SAW. [174]

On constate d'après les résultats obtenus et présentés dans la précédente figure une augmentation monotone de la vitesse de phase pour les deux modes étudiés. Ceci concorde avec les résultats obtenus Yamanaka et al. [175]. Par la suite, en exploitant les valeurs de vitesses obtenues et en se basant sur la méthodologie décrite précédemment, il est possible d'extraire les valeurs du module de Young et de la densité de la couche mince sélective en fonction de la quantité d'hydrogène disponible dans la chambre de test. L'évolution du module de Young et de la densité de la couche mince de Palladium en fonction de la concentration d'hydrogène est représentée dans la Figure 4.11.



(a)



(b)

Figure 4.11 Variation des paramètres étudiés de la couche de Palladium en fonction de la concentration d'hydrogène. (a). Variation du module de Young, (b). Variation de la densité. [174]

On constate d'après les résultats de la variation des paramètres étudiés en fonction de la concentration d'hydrogène une diminution monotone à la fois pour le module de Young et la densité. La diminution de la densité de la couche de Palladium observée dans la Figure 4.11 concorde avec l'augmentation de la vitesse de phase. Ceci est appuyé par le signe négatif du coefficient de la densité dans l'équation qui représente la variation de la vitesse de phase en fonction de la variation des paramètres étudiés, module de Young et densité. Par ailleurs, les atomes d'hydrogène absorbés par le film mince fournissent une certaine masse ajoutée. Cette absorption provoque ainsi une augmentation du volume du film de Palladium en raison de l'expansion de son réseau cristallin. Cette expansion vient compenser la variation de masse ce qui cause également la diminution des liens élastiques entre les atomes de Palladium. Ceci est traduit par la diminution de la valeur du module de Young au fur et à mesure que la concentration d'hydrogène augmente. Ces résultats concordent avec les travaux publiés par divers équipes de recherche [33-35].

Enfin, la variation relative des paramètres étudiés de la couche mince sélective, module de Young et densité, en fonction de la concentration d'hydrogène est représentée dans la Figure 4.12.

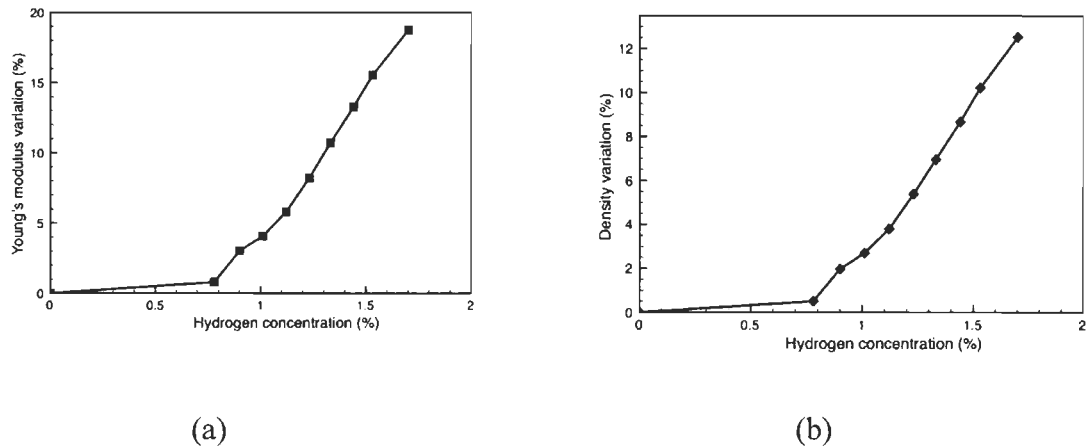


Figure 4.12 Variation relative des paramètres étudiés de la couche de Palladium en fonction de la concentration d'hydrogène. (a). Variation relative du module de Young, (b). Variation relative de la densité. [174]

La variation relative du module de Young et de la densité de la couche de Palladium est respectivement de 18% et 12% par rapport aux valeurs initiales de ces paramètres pour une concentration d'hydrogène de 1.7%. Ces valeurs de variation restent dans les plages d'études assumées initialement pour cette étude.

Ainsi, la méthodologie établie pour déterminer l'effet de l'hydrogène sur la couche mince sélective de Palladium permet l'explication du mécanisme de détection d'hydrogène dans les capteurs acoustiques. La méthodologie adoptée consiste en une étude théorique paramétrique qui permet de relier les variations de la vitesse de phase au module de Young et à la densité de la couche mince de Palladium. L'extraction expérimentale de la vitesse de phase à partir des mesures RF permet de fournir les valeurs expérimentales des paramètres étudiés, module de Young et densité, en absence et en présence d'hydrogène. En prenant en

considération les valeurs de variation du module de Young et de la densité en absence et en présence d'hydrogène, l'effet de l'hydrogène sur la couche de Palladium peut ainsi être déduit. Une diminution du module de Young et de la densité de la couche de Palladium est constatée. Cette diminution est causée par une augmentation de la vitesse de phase des deux modes étudiés au fur et à mesure que la concentration d'hydrogène augmente dans la chambre de test.

4.7 Étude de sensibilité des capteurs acoustiques (application sur le mode SAW)

L'étude de sensibilité du mode SAW est donnée par la variation de la vitesse de propagation de l'onde acoustique du mode étudié en fonction des valeurs relatives des paramètres étudiés de la couche mince sélective, module de Young (E_r) et densité (ρ_r) (Équation 4.1). Cette dépendance est obtenue en exploitant le modèle éléments finis présenté précédemment. Dans le cas du mode SAW, l'étude est effectuée pour le Niobate de Lithium (coupe-Y, propagation-Z). Ce matériau est le même utilisé pour la fabrication de notre capteur acoustique. Les raisons d'un tel choix sont décrites plus haut dans le manuscrit.

$$\text{Équation 4.1} \quad V_{Pd} = \alpha + \beta \cdot E_r + \gamma \cdot \rho_r + \delta \cdot E_r \cdot \rho_r \quad (m/s)$$

Cependant, dans le but de déterminer la sensibilité du mode SAW, l'étude est effectuée sous forme d'équation aux variables réduites (Équation 4.2). Ceci permet par la même occasion d'éliminer l'effet induit par la différence de vitesse entre les différents modes acoustiques étudiés. Ainsi, l'équation de la variation de la vitesse de propagation de l'onde acoustique dans la couche mince de Palladium en fonction des variables réduites est donnée sous la forme.

$$\text{Équation 4.2} \quad V_{Pd} = V_0 \cdot \left[1 + b \cdot \left(\frac{E-E_0}{E_0} \right) + c \cdot \left(\frac{\rho-\rho_0}{\rho_0} \right) + d \cdot \left(\frac{E-E_0}{E_0} \right) \cdot \left(\frac{\rho-\rho_0}{\rho_0} \right) \right]$$

Avec :

$$b = \frac{\beta}{\alpha} \quad c = \frac{\gamma}{\alpha} \quad d = \frac{\delta}{\alpha}$$

Ainsi, l'exploitation du modèle éléments finis (Figure 4.13) permet d'extraire la dépendance suivante.

$$\text{Équation 4.3} \quad V_{Pd} = 3452 + 22.19 \cdot E_r - 50.45 \cdot \rho_r + 3.322 \cdot E_r \cdot \rho_r$$

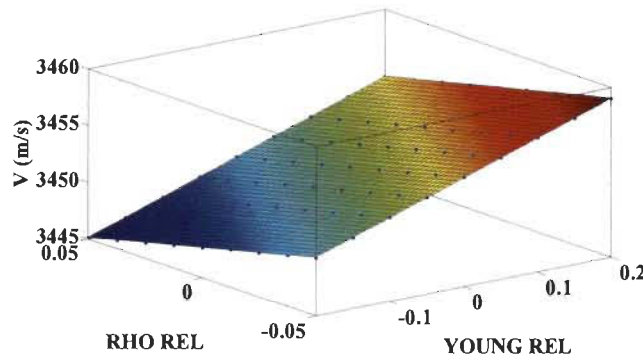


Figure 4.13 Variation de la vitesse de propagation de l'onde acoustique du mode SAW en fonction des valeurs relatives des paramètres étudiés.

En appliquant l'analogie entre l'Équation 4.1 et l'Équation 4.2, on arrive à l'équation aux valeurs réduites suivante.

Équation 4.4

$$V_{Pd} = 3452 \cdot \left[1 + 6.428e^{-3} \cdot \left(\frac{E-E_0}{E_0} \right) - 1.462e^{-2} \cdot \left(\frac{\rho-\rho_0}{\rho_0} \right) + 9.623e^{-4} \cdot \left(\frac{E-E_0}{E_0} \right) \cdot \left(\frac{\rho-\rho_0}{\rho_0} \right) \right]$$

La Figure 4.14 représente les coefficients de sensibilité du mode SAW aux variations du module de Young et de la densité de la couche mince de Palladium ainsi qu'à l'interaction entre les deux paramètres.

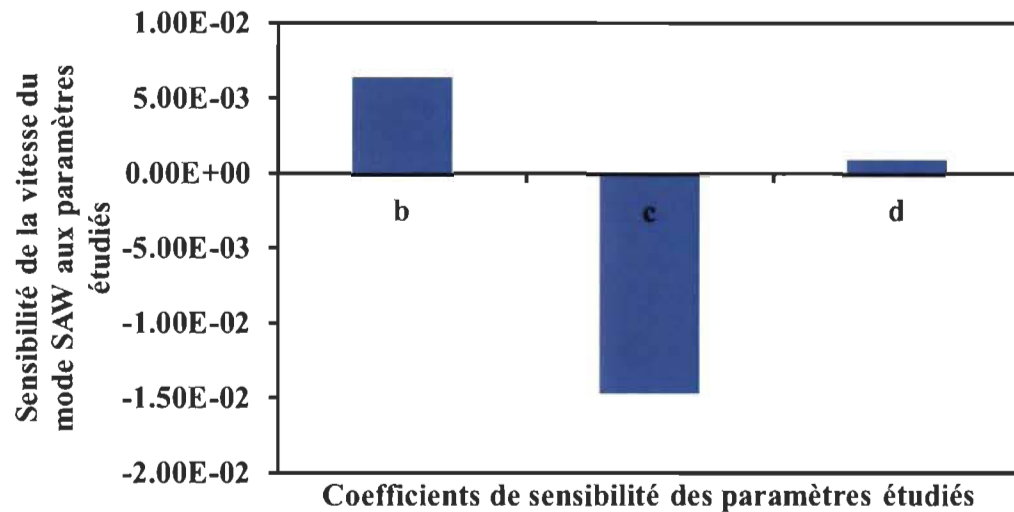


Figure 4.14 Coefficients de sensibilité du mode SAW dans le cas du Niobate de Lithium Y-Z.

On constate d'après la Figure 4.14 une grande sensibilité du mode SAW à l'effet de masse, suit l'effet de la variation du module de Young de la couche de Palladium à cette sensibilité. Enfin, l'effet de l'interaction entre les deux paramètres n'affecte pas grandement la sensibilité du mode SAW.

En exploitant la méthode d'étude de sensibilité présentée, les différents modes acoustiques sont étudiés afin de déterminer la sensibilité de chacun des modes aux paramètres étudiés, module de Young et densité. Les résultats de cette étude permettent l'identification du mode acoustique optimal dépendamment de l'application visée.

Ainsi, on arrive au terme du quatrième chapitre qui est consacré dans un premier temps à la présentation du procédé de fabrication établi ainsi qu'à la présentation des masques et dispositifs acoustiques réalisés. La deuxième partie est consacrée à la présentation et à l'analyse des résultats de caractérisation des capteurs d'hydrogène SAW en absence et en présence d'hydrogène ce qui permet d'expliquer le mécanisme de détection dans les

couches minces sélective. Enfin, le chapitre est conclu par la présentation d'une étude de sensibilité du mode SAW. L'avant dernier chapitre est quant à lui consacré à l'étude de sensibilité des différents modes acoustiques alternatifs. Un exemple de l'exploitation de cette étude de sensibilité afin d'améliorer le comportement des capteurs acoustiques en milieu humide est notamment détaillée.

Chapitre 5 - Nouvelle génération «Optimisation de la robustesse»

Tel que présenté et expliqué précédemment, pour assurer une sécurité optimale à l'utilisateur final d'un véhicule à hydrogène, un minimum de quatre capteurs est requis et à des différents emplacements. En effet, certains capteurs, comme ceux placés dans la pile à combustible, fonctionnent dans des conditions extrêmes, notamment en humidité. Or, les capteurs SAW présentent certaines faiblesses, notamment, pour des applications en milieu humide. Par ailleurs, un des nombreux avantages de la technologie acoustique est la présence de plusieurs modes de propagation de l'onde acoustique. Chaque mode offre des avantages qui peuvent être exploités pour répondre aux besoins en matière de performance. Ce chapitre est consacré à l'amélioration des performances des capteurs acoustiques dans les milieux humides. Ceci passe par l'identification du mode acoustique optimal suite à une étude de sensibilité des différents modes explorés. L'hypothèse de base est d'exploiter les modes acoustiques avec une polarisation horizontale de l'onde afin de diminuer la sensibilité du mode à l'effet de masse et par conséquent au dépôt des molécules d'eau sur la couche sensible. Ainsi, cette étude de sensibilité permet l'identification du mode optimal pour une exploitation en milieu humide et donc améliorer les performances du capteur en humidité. La même étude peut être exploitée afin d'améliorer les performances des capteurs dans les environnements sévères à l'aide de l'exploitation du mode optimal en fonction de l'application visée. Ainsi, dans ce chapitre, les modes alternatifs susceptibles d'être

exploités sont présentés et leur sensibilité est étudiée en appliquant la méthodologie décrite précédemment, à savoir,

- L'identification du mode acoustique exploré.
- Le choix du matériau de base et de son orientation cristalline.
- Le choix des propriétés étudiées.

Ainsi, l'analyse de l'effet de chacun des paramètres étudiés sur la sensibilité du capteur est effectuée. L'étude est effectuée en exploitant le modèle éléments finis établi et présenté plutôt dans le manuscrit. Dans un souci de rigueur, l'étude de sensibilité est effectuée en variables réduites afin d'éliminer l'effet induit par le fait que les modes explorés ne présentent pas tous la même vitesse.

5.1 Identification des modes acoustiques alternatifs exploités

Certains des modes acoustiques alternatifs présentés précédemment sont explorés afin d'exploiter les avantages qu'offre chacun des modes et ainsi pouvoir identifier le mode acoustique optimal dépendamment de l'application visée.

- Le mode Shear-Horizontal Surface Acoustic Waves «SH-SAW» : le mode SH-SAW est exploré en raison de sa polarisation qui ne contient pas de composante verticale. Ceci le rend candidat pour des applications en milieu humide.
- Le mode de Love : tout comme le mode SH-SAW, le mode de Love ne contient pas de composante verticale de la polarisation ce rend candidat pour des applications en milieu humide. Aussi, ce mode acoustique est exploré en raison de la présence d'une couche guidante qui permet le confinement de l'onde acoustique près de la surface ce qui permet d'augmenter éventuellement la sensibilité du capteur.

- Le mode de Lamb : l'un des principaux avantages du mode de Lamb est la présence de la possibilité d'exploiter plusieurs types d'ondes acoustiques dans le même dispositif de détection. Ceci permet de pallier à certaines faiblesses comme la compensation en température.

5.2 Conception des capteurs à base de modes acoustiques alternatifs et choix des matériaux

Cette section est consacrée à la présentation des matériaux utilisés dans chacun des modes explorés ainsi que la conception des capteurs exploitant ces modes. Les modes SH-SAW, Love et Lamb sont ainsi explorés.

5.2.1 Mode SH-SAW

Afin de bien exploré ce mode, trois matériaux de base «substrats» sont pris en considération. Le Niobate de Lithium, utilisé pour l'étude du mode SAW, mais aussi, le Tantalate de Lithium ainsi que le Quartz. Le changement de l'orientation cristalline du substrat permet de générer des ondes acoustiques avec une polarisation horizontale adaptée au type d'application visée. Ainsi, en favorisant un coefficient de couplage élevé, une orientation pour l'onde SH-SAW est identifiée pour chacun des matériaux étudiés. Afin d'identifier les bons angles de coupe, il est nécessaire de se baser sur les angles d'Euler pour le changement de base. Les nouvelles matrices des propriétés du substrat suite au changement de base sont données par les formules ci-dessous. [36], [176]

$$\text{Équation 5.1} \quad C'_{ij} = A \cdot C_{ij} \cdot A^{-1}$$

$$\text{Équation 5.2} \quad e'_{ij} = Q \cdot e_{ij} \cdot A^{-1}$$

$$\text{Équation 5.3} \quad \varepsilon'_{ij} = Q \cdot \varepsilon_{ij} \cdot Q^{-1}$$

Avec :

C'_{ij} : Matrice (6 · 6) des propriétés élastiques dans la base (X', Y', Z')

e'_{ij} : Matrice (3 · 6) des propriétés piézoélectriques dans la base (X', Y', Z')

ε'_{ij} : Matrice (3 · 3) de la permittivité dans la base (X', Y', Z')

C_{ij} : Matrice (6 · 6) des propriétés élastiques dans la base (X, Y, Z)

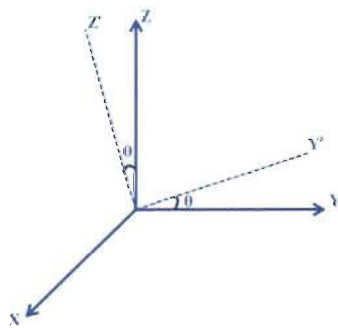
e_{ij} : Matrice (3 · 6) des propriétés piézoélectriques dans la base (X, Y, Z)

ε_{ij} : Matrice (3 · 3) de la permittivité dans la base (X, Y, Z)

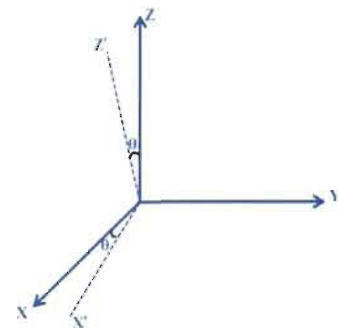
Q : Matrice de passage de la base (X, Y, Z) à la base (X', Y', Z')

A : Matrice de passage des propriétés du substrat de la base (X, Y, Z) à la base (X', Y', Z')

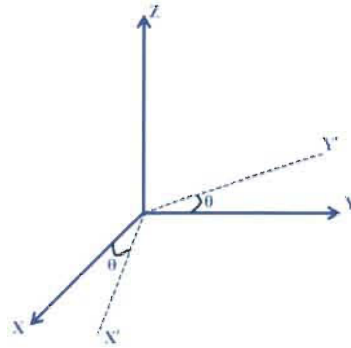
La matrice de changement de la base (X, Y, Z) vers la base (X', Y', Z') dépend de l'axe ainsi que de l'angle de rotation (Figure 5.1). Par conséquent, pour une rotation sur les trois axes (X, Y et Z), on obtient trois matrices dépendantes de l'angle de rotation sur chaque axe (Figure 5.2). [36], [176]



(a)



(b)



(c)

Figure 5.1 Changement de base. (a). Rotation sur X, (b). Rotation sur Y, (c). Rotation sur Z.

$$Q = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos(\theta) & \sin(\theta) \\ 0 & -\sin(\theta) & \cos(\theta) \end{bmatrix}$$

(a)

$$Q = \begin{bmatrix} 0 & \cos(\theta) & \sin(\theta) \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & \sin(\theta) & \cos(\theta) \end{bmatrix}$$

(b)

$$Q = \begin{bmatrix} \cos(\theta) & \sin(\theta) & 0 \\ -\sin(\theta) & \cos(\theta) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$

(c)

Figure 5.2 Matrices de changement de base. (a). Sur X, (b). Sur Y, (c). Sur Z.

La matrice de passage des propriétés du substrat entre les deux bases (X, Y, Z) et (X', Y', Z') est représentée ci-dessous. [177-178]

$$A = \begin{bmatrix} q_{11}^2 & q_{12}^2 & q_{13}^2 & 2 \cdot q_{12} \cdot q_{13} & 2 \cdot q_{13} \cdot q_{11} & 2 \cdot q_{11} \cdot q_{12} \\ q_{21}^2 & q_{22}^2 & q_{23}^2 & 2 \cdot q_{22} \cdot q_{23} & 2 \cdot q_{23} \cdot q_{21} & 2 \cdot q_{21} \cdot q_{22} \\ q_{31}^2 & q_{32}^2 & q_{33}^2 & 2 \cdot q_{32} \cdot q_{33} & 2 \cdot q_{33} \cdot q_{31} & 2 \cdot q_{31} \cdot q_{32} \\ q_{21} \cdot q_{31} q_{22} \cdot q_{32} q_{23} \cdot q_{33} (q_{22} \cdot q_{33}) + (q_{23} \cdot q_{32})(q_{21} \cdot q_{33}) + (q_{23} \cdot q_{31})(q_{22} \cdot q_{31}) + (q_{21} \cdot q_{32}) \\ q_{31} \cdot q_{11} q_{32} \cdot q_{12} q_{33} \cdot q_{13} (q_{12} \cdot q_{33}) + (q_{13} \cdot q_{32})(q_{13} \cdot q_{31}) + (q_{11} \cdot q_{33})(q_{11} \cdot q_{32}) + (q_{12} \cdot q_{31}) \\ q_{11} \cdot q_{21} q_{12} \cdot q_{22} q_{13} \cdot q_{23} (q_{12} \cdot q_{23}) + (q_{13} \cdot q_{22})(q_{13} \cdot q_{21}) + (q_{11} \cdot q_{23})(q_{11} \cdot q_{22}) + (q_{12} \cdot q_{21}) \end{bmatrix}$$

Dans le but d'identifier la meilleure orientation cristalline pour le mode SH-SAW, une rotation complète des trois matrices de propriétés est effectuée sur les trois principaux axes. Cette rotation permet d'extraire les nouvelles propriétés dépendamment de l'angle de rotation. Ces nouvelles valeurs des propriétés permettent ainsi de déterminer le coefficient de couplage selon une rotation sur les trois axes (X, Y et Z) et pour les trois matériaux (Niobate de Lithium, Tantalate de Lithium et Quartz). Ces valeurs de coefficients de couplage permettent ainsi d'identifier l'angle de rotation optimal pour chaque matériau afin de générer le mode SH-SAW. Un exemple du résultat de rotation des matrices de propriétés est présenté dans l'annexe B.

Par la suite, et dans le but d'identifier les angles de rotation optimaux qui permettent la génération du mode SH-SAW, une étude approfondie du coefficient de couplage est effectuée. Le coefficient de couplage électromécanique permet de déterminer le pourcentage de la conversion de l'énergie électrique en une énergie mécanique dans un dispositif acoustique et inversement. Par conséquent, plus le coefficient de couplage est élevé, plus la génération de l'onde acoustique visée est favorisée. Le coefficient de couplage est donné par la relation ci-dessous. [179]

$$\text{Équation 5.4} \quad K = \sqrt{\frac{v_d^2 - V}{v_d^2}}$$

Avec :

v_d : Vitesse de phase déterminée en prenant en considération la piézoélectricité du matériau.

V : Vitesse de phase déterminée sans prendre en considération la piézoélectricité du matériau.

Une validation de l'extraction du coefficient de couplage électromécanique est effectuée pour un substrat de Niobate de Lithium sur le plan YZ. Le coefficient de couplage des modes Quasi-transversale et quasi-longitudinal est extrait et représenté sur la Figure 5.3. Le résultat obtenu correspond parfaitement aux travaux publiés à cet effet [179].

Par la suite, l'étude sur le mode SH-SAW est effectuée sur les trois matériaux pris en considération. Les angles de rotation qui permettent de fournir le coefficient de couplage le plus élevé pour la génération de l'onde SH-SAW sont ainsi extraits. Les résultats obtenus sont résumés dans le Tableau 5.1.

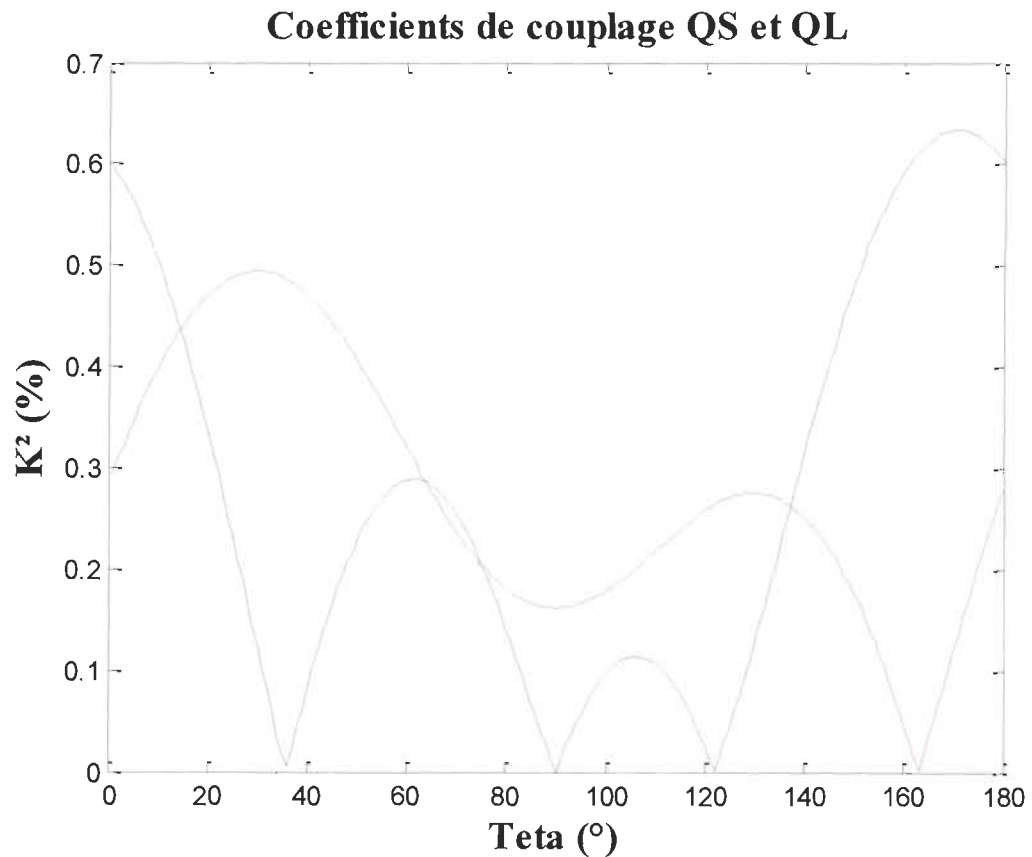


Figure 5.3 Coefficient de couplage du Niobate de Lithium dans le plan YZ.

Tableau 5.1 Choix des angles optimaux pour la génération du mode SH-SAW pour les trois matériaux étudiés.

	Niobate de Lithium	Tantalate de Lithium	Quartz
SH-SAW	Rotation sur Y (45°)	Rotation sur Y (45°)	Rotation sur X (5°)

Une fois les angles optimaux qui permettent la génération du mode SH-SAW sont déterminés. L'étape qui suit consiste à extraire les matrices des propriétés aux nouvelles orientations cristallines pour les trois matériaux étudiés. Les matrices de base des trois matériaux étudiés [180], ainsi que les nouvelles matrices de ces propriétés aux nouvelles orientations cristallines identifiées sont résumées en annexe C. Ces matrices de propriétés sont exploitées dans le modèle éléments finis établi et permettent l'étude de sensibilité du mode SH-SAW pour les trois matériaux explorés (LiNbO₃, LiTaO₃ et Quartz).

5.2.2 Mode de Love

La différence entre le mode SH-SAW et le mode de Love est la présence, dans le cas de ce dernier, d'une couche guidante qui permet le confinement de l'onde acoustique dans cette couche proche de la surface. La polarisation de l'onde acoustique quant à elle est transverse horizontale tout comme pour le mode SH-SAW. Par conséquent, la conception du capteur qui fonctionne à base d'onde de Love est identique à celle présentée précédemment dans le cas du mode SH-SAW pour ce qui est du choix du matériau de base ainsi que de son orientation cristalline. En revanche, une couche guidante est rajouter à la conception du capteur à ondes de Love. Deux couches guidante sont prises en considération pour cette étude, le ZnO ainsi que le SiO₂. Il est néanmoins primordiale de valider la possibilité de déposer la couche guidante sur le substrat de base avant de considérer toute configuration d'empilement des matériaux pour la conception du capteur à ondes de Love.

5.2.3 Mode de Lamb

L'un des principaux avantages des ondes de Lamb est la possibilité d'exploiter plusieurs ondes acoustiques dans une même plaque. Deux types d'ondes sont distingués, les ondes symétriques (S waves) ainsi que les ondes asymétriques (A waves). La Figure 5.4 décrit l'empilement des matériaux qui permet la génération des ondes de plaque de type Lamb. Dans un premier temps, l'exploitation d'un modèle mathématique permet la détermination des bandes de fréquences utilisées. Deux bandes ISM sont considérées, la bande 433.05MHz – 434.79MHz ainsi que la bande 902MHz – 928MHz. Par la suite, en exploitant un modèle éléments finis établi, l'identification des différents modes acoustiques est effectuée (Figure 5.5). Ceci permet de déterminer les fréquences de fonctionnement des différents modes explorés.

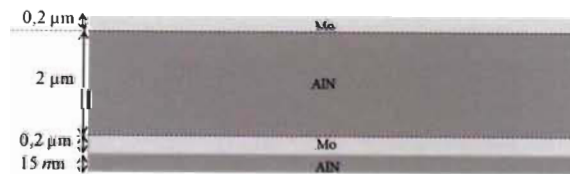


Figure 5.4 Empilement des matériaux des ondes de Lamb.

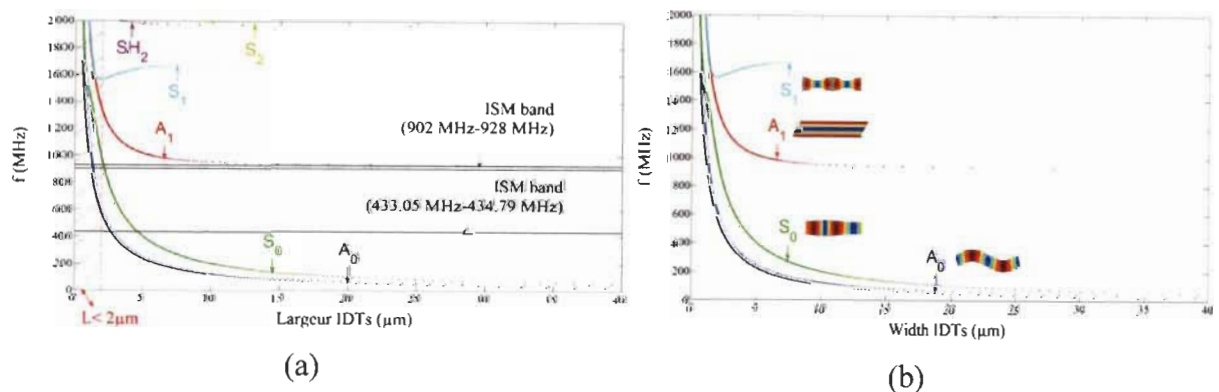


Figure 5.5 Conception du capteur à ondes de Lamb. (a). Détermination des bandes de fréquences, (b). Identification des modes acoustiques.

Une fois la phase de conception finalisée, le dessin de masque de plusieurs types de dispositifs acoustiques à base d'ondes de Lamb est effectué dans le but de pouvoir effectuer une validation expérimentale (Figure 5.6, Figure 5.7 et Figure 5.8).

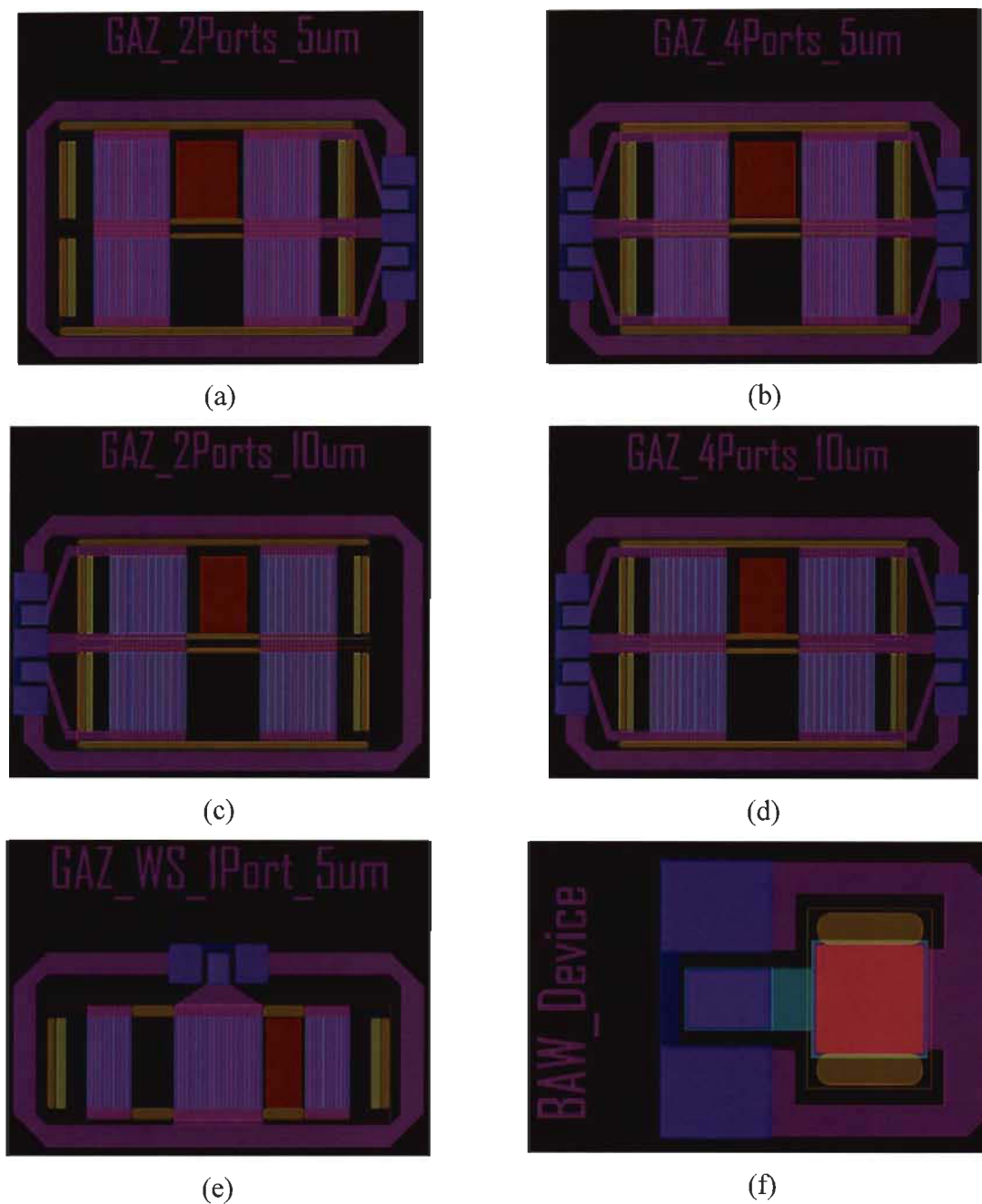


Figure 5.6 Dispositifs Lamb envisagés. (a). Capteur Lamb à deux ports (S_0), (b). Capteur Lamb à quatre ports (S_0), (c). Capteur Lamb à deux ports (A_1), (d). Capteur Lamb à quatre ports (A_1), (e). Capteur Lamb sans fil à un port, (f). Capteur BAW.

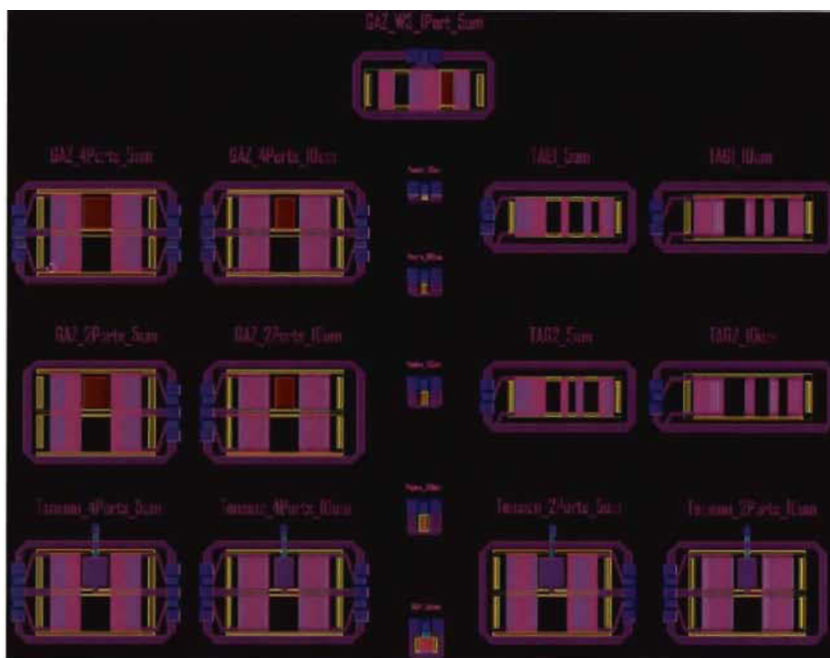


Figure 5.7 Dessin de masque final.

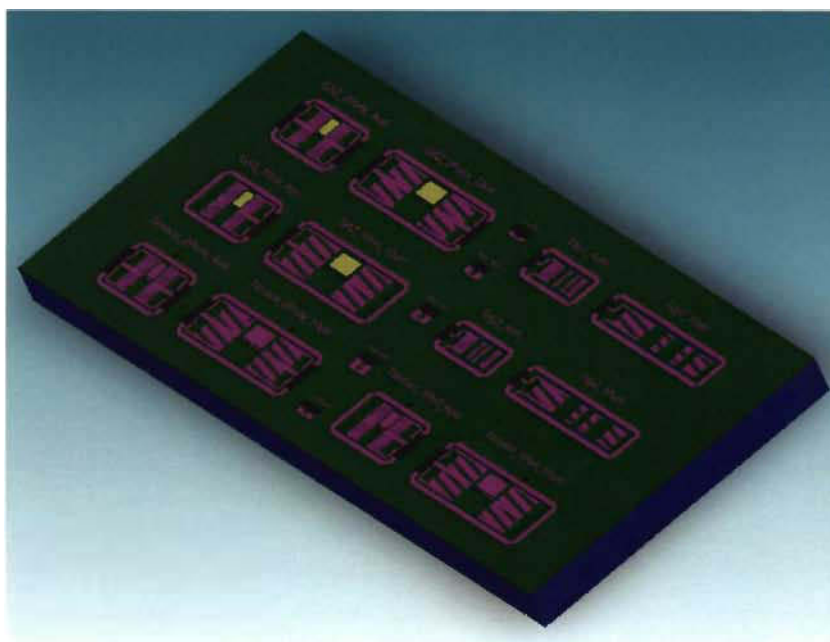


Figure 5.8 Aperçu 3D des dispositifs finaux.

Ainsi, les dispositifs envisagés sont des capteurs de gaz, des capteurs de tension, des tags, un dispositif BAW ainsi que des MEMS sous forme de poutre vibrante.

Deux types de dispositifs sont sélectionnés, le premier opère à une fréquence située dans la bande de fréquence ISM 433.05MHz – 434.79MHz, le deuxième quant à lui opère dans la bande de fréquence ISM 902MHz – 928MHz. Le Tableau 5.2 résume les caractéristiques des dispositifs envisagés.

Tableau 5.2 Résumé des caractéristiques des dispositifs à ondes de Lamb envisagés.

Mode de propagation	Bandes ISM (MHz)	Largeur des IDTs (μm)
S ₀	433.05 – 434.79	5
A ₁	902 – 928	10

5.3 Étude de sensibilité des différents cas

En se basant sur le modèle éléments finis établi, une étude de sensibilité est menée sur les trois modes explorés, le mode SH-SAW, le mode de Love et le mode de Lamb, et ce pour les trois matériaux envisagés. Enfin, une comparaison entre la sensibilité offerte par ces modes alternatifs et le mode SAW est effectuée afin de déterminer les avantages offerts par ces modes alternatifs. Tout comme pour le mode SAW, l'étude de sensibilité est effectuée en variables réduites afin d'éliminer l'effet induit par la différence de vitesse entre les différents modes acoustiques explorés.

5.3.1 Mode SH-SAW

L'exploitation du modèle éléments finis permet d'extraire les dépendances représentées sur la Figure 5.9, la Figure 5.10 et la Figure 5.11.

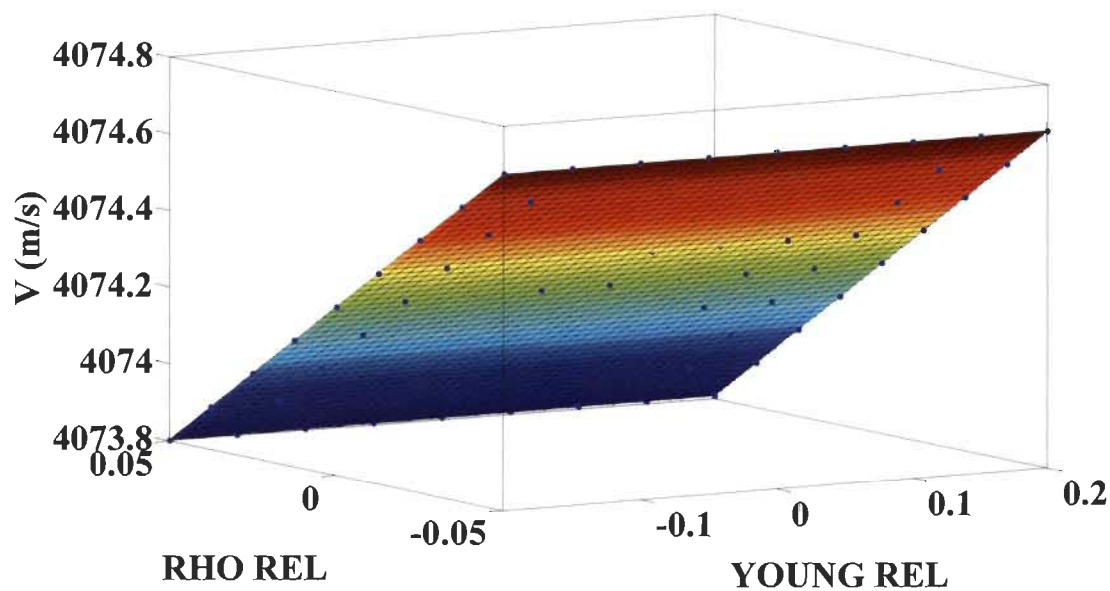


Figure 5.9 Variation de la vitesse de phase du mode SH-SAW en fonction des paramètres étudiés pour le LiNbO_3 avec une rotation de 45° sur l'axe Y.

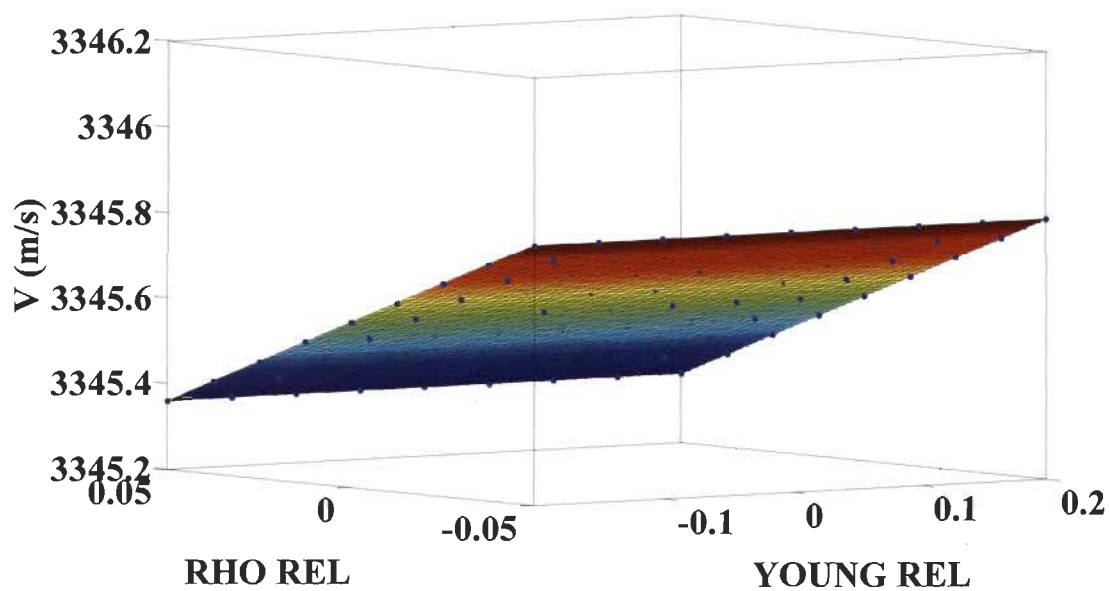


Figure 5.10 Variation de la vitesse de phase du mode SH-SAW en fonction des paramètres étudiés pour le LiTaO_3 avec une rotation de 45° sur l'axe Y.

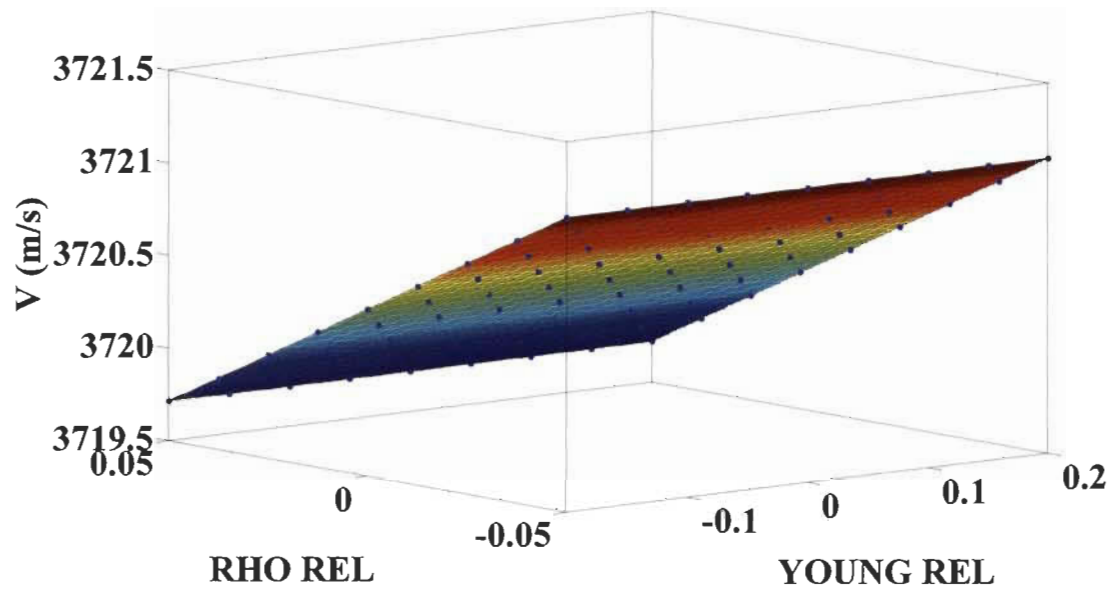


Figure 5.11 Variation de la vitesse de phase du mode SH-SAW en fonction des paramètres étudiés pour le Quartz avec une rotation de 5° sur l'axe des X.

Les précédentes figures représentent respectivement la variation de la vitesse de phase de l'onde SH-SAW en fonction des paramètres relatifs étudiés, module de Young et densité, et ce pour les trois matériaux pris en considération lors de cette étude, le Niobate de Lithium, le Tantalate de Lithium et le Quartz. La dépendance de la vitesse de phase au module de Young et à la densité est donnée par les relations ci-dessous. Ces équations représentent respectivement la variation de la vitesse de phase en fonction des paramètres relatifs étudiés pour le Niobate de Lithium, le Tantalate de Lithium et le Quartz.

$$\text{Équation 5.5 } V_{pd} = 4074 + 9.77e^{-3} \cdot E_r - 8.726 \cdot \rho_r + 1.958e^{-2} \cdot E_r \cdot \rho_r$$

$$\text{Équation 5.6 } V_{pd} = 3346 + 3.393e^{-3} \cdot E_r - 4.488 \cdot \rho_r + 6.749e^{-3} \cdot E_r \cdot \rho_r$$

$$\text{Équation 5.7 } V_{pd} = 3720 + 1.286e^{-2} \cdot E_r - 13.75 \cdot \rho_r + 2.502e^{-2} \cdot E_r \cdot \rho_r$$

La mise des différentes équations de dépendance sous forme d'équations à variables réduites permet l'extraction des coefficients de sensibilité du mode SH-SAW. Le Tableau

5.3 résume ces coefficients de sensibilité au module de Young, à la densité et à l'interaction des deux paramètres pour les trois matériaux étudiés (LiNbO₃, LiTaO₃ et Quartz).

Tableau 5.3 Résumé des coefficients de sensibilité au module de Young, à la densité et à l'interaction des deux paramètres.

	b	c	d
SH-SAW LiNbO ₃ (45° sur Y)	2.3981e ⁻⁶	-2.1e ⁻³	4.8061e ⁻⁶
SH-SAW LiTaO ₃ (45° sur Y)	1.014e ⁻⁶	-1.3e ⁻³	2.017e ⁻⁶
SH-SAW Quartz (5° sur X)	3.457e ⁻⁶	-3.7e ⁻³	6.7258e ⁻⁶

Les coefficients de sensibilité pour les trois cas de figure étudiés sont représentés dans la Figure 5.12. La figure représente les coefficients de sensibilité du mode SH-SAW au module de Young de la couche mince de Palladium, à sa densité ainsi qu'à l'interaction entre les deux paramètres pour le LiNbO₃, le LiTaO₃ ainsi que pour le Quartz.

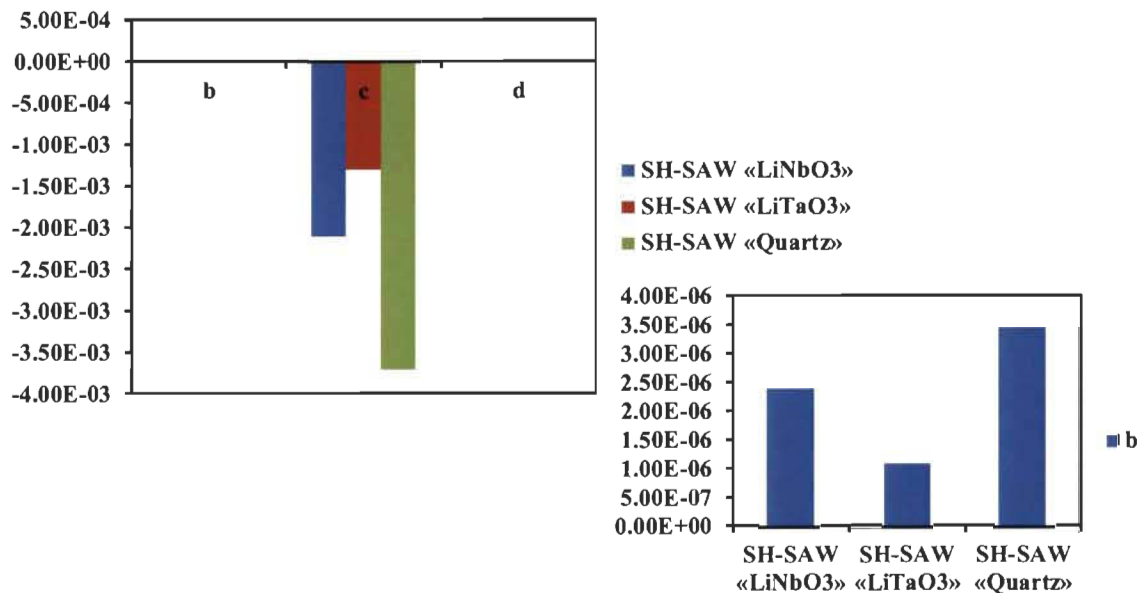


Figure 5.12 Coefficients de sensibilité aux paramètres étudiés pour les trois matériaux envisagés.

La Figure 5.12 démontre une grande sensibilité du mode SH-SAW à l'effet de masse comparativement à sa sensibilité au module de Young ainsi qu'à l'interaction entre les deux paramètres. Aussi, une plus grande sensibilité aux paramètres étudiés est observée dans le cas d'un substrat à base de Quartz suit le capteur à base de substrat en LiNbO_3 . Enfin, le capteur à base de substrat en LiTaO_3 est le moins sensible des trois cas étudiés. Cependant, il faut noter que le mode SH-SAW offre tout de même une diminution importante de la sensibilité à l'effet de masse comparativement au mode SAW ce qui le rend candidat potentiel à des applications en milieu humide. Néanmoins, ce mode est également beaucoup moins sensible au module de Young que le mode SAW. Ceci compromet la sensibilité globale de ce mode. Ainsi, le mode de Love est considéré afin d'exploiter le confinement de l'onde acoustique dans une couche guidante proche de la surface afin d'améliorer la sensibilité globale du capteur tout en gardant un bon rendement en milieu humide.

5.3.2 *Mode de Love*

Une couche guidante en ZnO et une autre en SiO_2 sont considérées pour cette étude.

A. *Couche guidante en ZnO*

L'exploitation du modèle éléments finis permet d'extraire les dépendances représentées sur la Figure 5.13, la Figure 5.14 et la Figure 5.15. Les figures représentent respectivement la variation de la vitesse de phase de l'onde de Love en fonction des paramètres relatifs étudiés, module de Young et densité, et ce pour les trois matériaux pris en considération lors de cette étude (LiNbO_3 , LiTaO_3 et Quartz) avec le ZnO comme couche guidante.

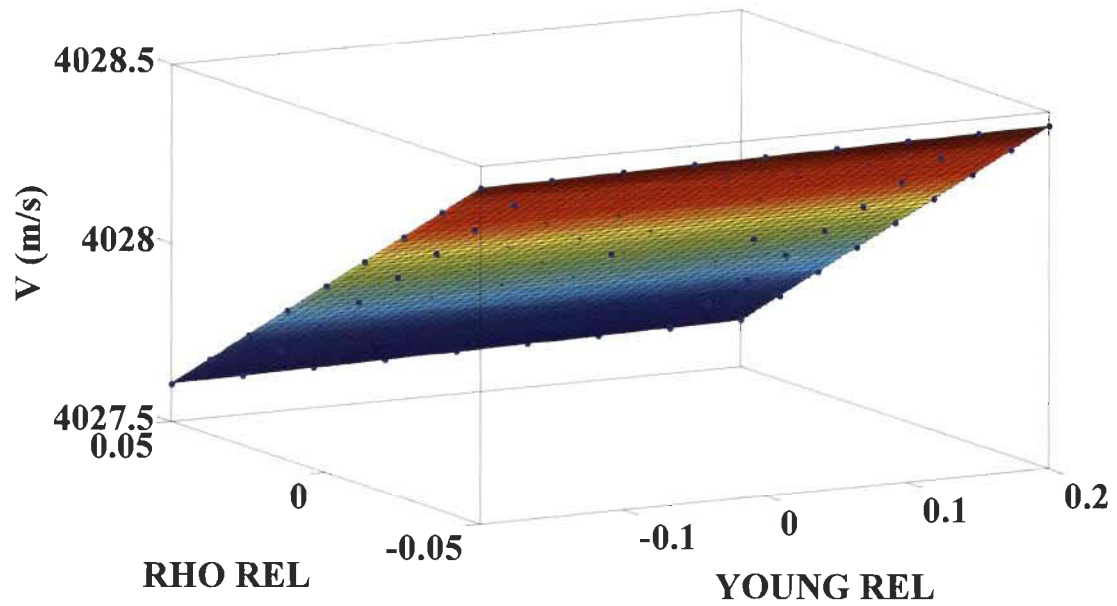


Figure 5.13 Variation de la vitesse de phase du mode de Love en fonction des paramètres étudiés pour le LiNbO_3 avec une rotation de 45° sur l'axe Y et une couche guidante en ZnO.

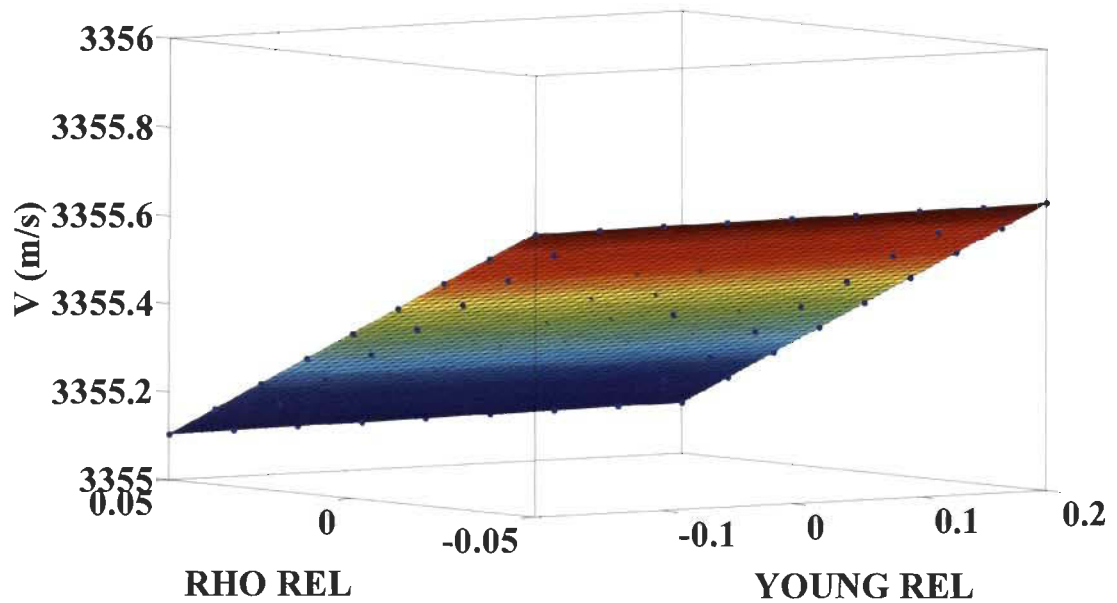


Figure 5.14 Variation de la vitesse de phase du mode de Love en fonction des paramètres étudiés pour le LiTaO_3 avec une rotation de 45° sur l'axe Y et une couche guidante en ZnO.

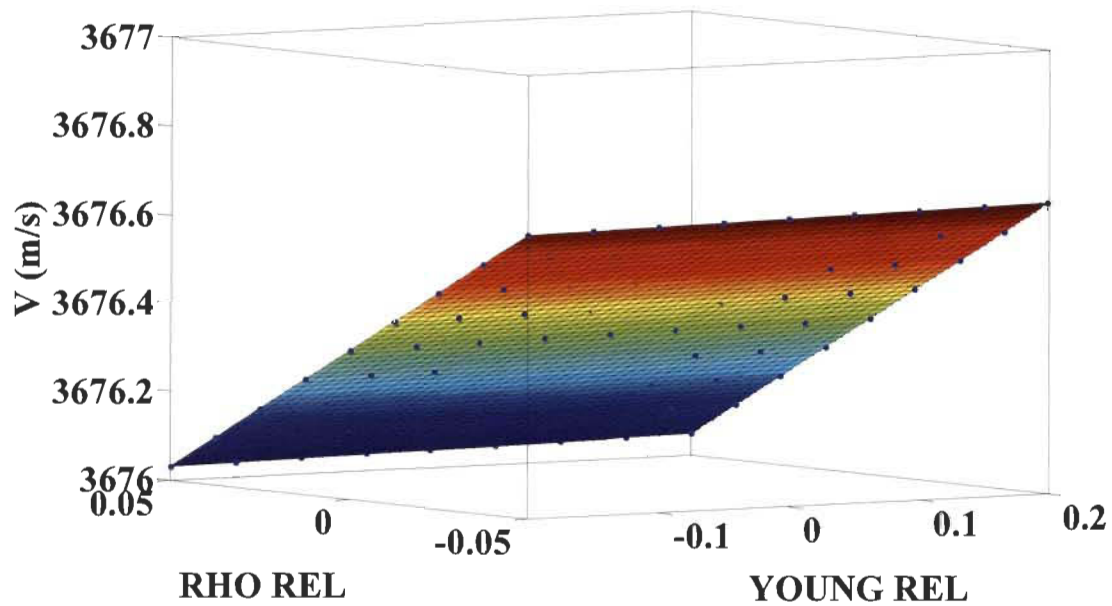


Figure 5.15 Variation de la vitesse de phase du mode de Love en fonction des paramètres étudiés pour le Quartz avec une rotation de 5° sur l'axe X et une couche guidante en ZnO.

La dépendance de la vitesse de phase au module de Young et à la densité est donnée par les relations ci-dessous. Ces équations représentent respectivement la variation de la vitesse de phase en fonction des paramètres relatifs étudiés pour le Niobate de Lithium, le Tantalate de Lithium et le Quartz, et ce avec une couche guidante en ZnO dans chaque cas.

$$\text{Équation 5.8} \quad V_{Pd} = 4028 + 5.584e^{-2} \cdot E_r - 8.304 \cdot \rho_r + 3.808e^{-2} \cdot E_r \cdot \rho_r$$

$$\text{Équation 5.9} \quad V_{Pd} = 3355 + 2.307e^{-2} \cdot E_r - 5.38 \cdot \rho_r + 1.727e^{-2} \cdot E_r \cdot \rho_r$$

$$\text{Équation 5.10} \quad V_{Pd} = 3676 + 4.138e^{-2} \cdot E_r - 6.086 \cdot \rho_r + 2.273e^{-2} \cdot E_r \cdot \rho_r$$

La mise des différentes équations de dépendance sous forme d'équations à variables réduites permet l'extraction des coefficients de sensibilité du mode de Love. Le Tableau 5.4 résume ces coefficients de sensibilité au module de Young, à la densité et à l'interaction

des deux paramètres pour les trois matériaux étudiés (ZnO-LiNbO₃, ZnO-LiTaO₃ et ZnO-Quartz).

Tableau 5.4 Résumé des coefficients de sensibilité au module de Young, à la densité et à l'interaction des deux paramètres.

	b	c	d
Love ZnO-LiNbO ₃ (45° sur Y)	1.3863e ⁻⁵	-2.1e ⁻³	9.4538e ⁻⁶
Love ZnO-LiTaO ₃ (45° sur Y)	6.8763e ⁻⁶	-1.6e ⁻³	5.1475e ⁻⁶
Love ZnO-Quartz (5° sur X)	1.1257e ⁻⁵	-1.7e ⁻³	6.1836e ⁻⁶

Les coefficients de sensibilité pour les trois cas de figure étudiés sont représentés dans la Figure 5.16. La figure représente les coefficients de sensibilité du mode de Love au module de Young de la couche mince de Palladium, à sa densité ainsi qu'à l'interaction entre les deux paramètres. La figure présente ces résultats à la fois pour le ZnO-LiNbO₃, ZnO-LiTaO₃ et ZnO-Quartz.

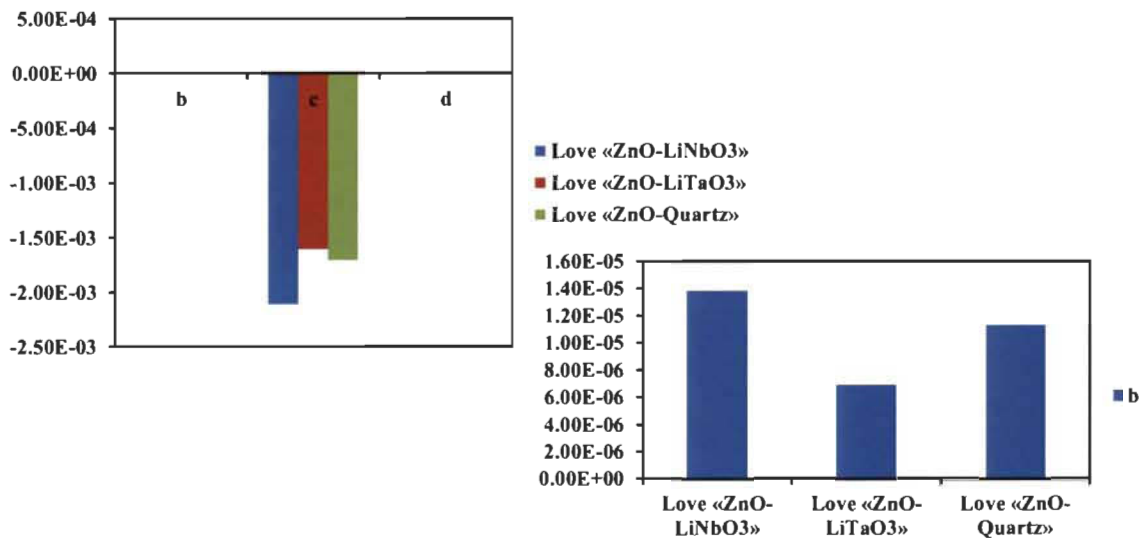


Figure 5.16 Coefficients de sensibilité aux paramètres étudiés pour les trois empilements envisagés.

La Figure 5.16 démontre un comportement similaire au mode SH-SAW. Ainsi, une grande sensibilité à l'effet de masse est observée comparativement à la sensibilité du mode au module de Young de la couche mince de Palladium ainsi qu'à l'interaction entre les deux paramètres. Néanmoins, la sensibilité aux variations du module de Young est supérieure à celle observée pour le mode SH-SAW. Ceci s'explique par le confinement de l'onde acoustique dans la couche guidante proche de la surface ce qui augmente la sensibilité du mode aux paramètres étudiés. Ainsi, l'exploitation du mode de Love permet un meilleur rendement humide tout en augmentant la sensibilité globale du capteur par rapport à celui à base d'ondes SH-SAW. Globalement, la structure composée d'un substrat en LiNbO_3 ainsi qu'une couche guidante en ZnO présente la meilleure sensibilité, suit celle à base d'un substrat en Quartz. Enfin, la structure à base d'un substrat en LiTaO_3 ainsi qu'une couche guidante en ZnO présente la sensibilité la moins élevée.

B. Couche guidante en SiO_2

L'exploitation du modèle éléments finis permet d'extraire les dépendances représentées sur la Figure 5.17, la Figure 5.18 et la Figure 5.19. Les figures ci-dessous représentent respectivement la variation de la vitesse de phase de l'onde de Love en fonction des paramètres relatifs étudiés, module de Young et densité, et ce pour les trois matériaux pris en considération lors de cette étude, le Niobate de Lithium, le Tantalate de Lithium et le Quartz. Une couche guidante en SiO_2 est envisagée dans chaque cas. Là aussi, la dépendance de la vitesse de phase au module de Young et à la densité est donnée par les relations ci-dessous. Ces équations représentent respectivement la variation de la vitesse de phase en fonction des paramètres relatifs étudiés pour le Niobate de Lithium, le Tantalate de Lithium et le Quartz, et ce avec une couche guidante en SiO_2 dans chaque cas.

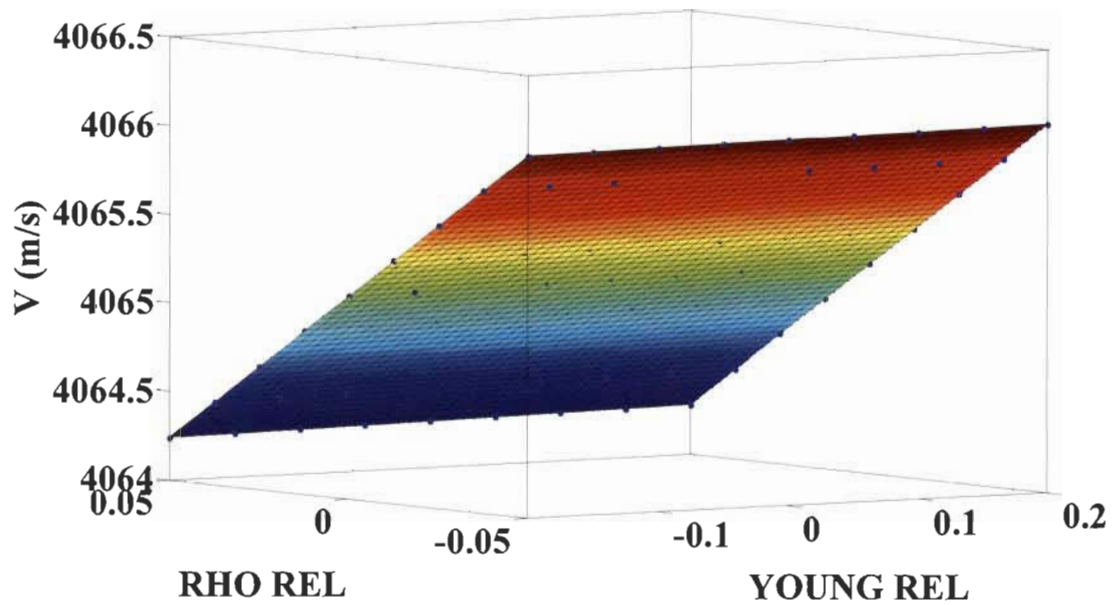


Figure 5.17 Variation de la vitesse de phase du mode de Love en fonction des paramètres étudiés pour le LiNbO_3 avec une rotation de 45° sur l'axe Y et une couche guidante en SiO_2 .

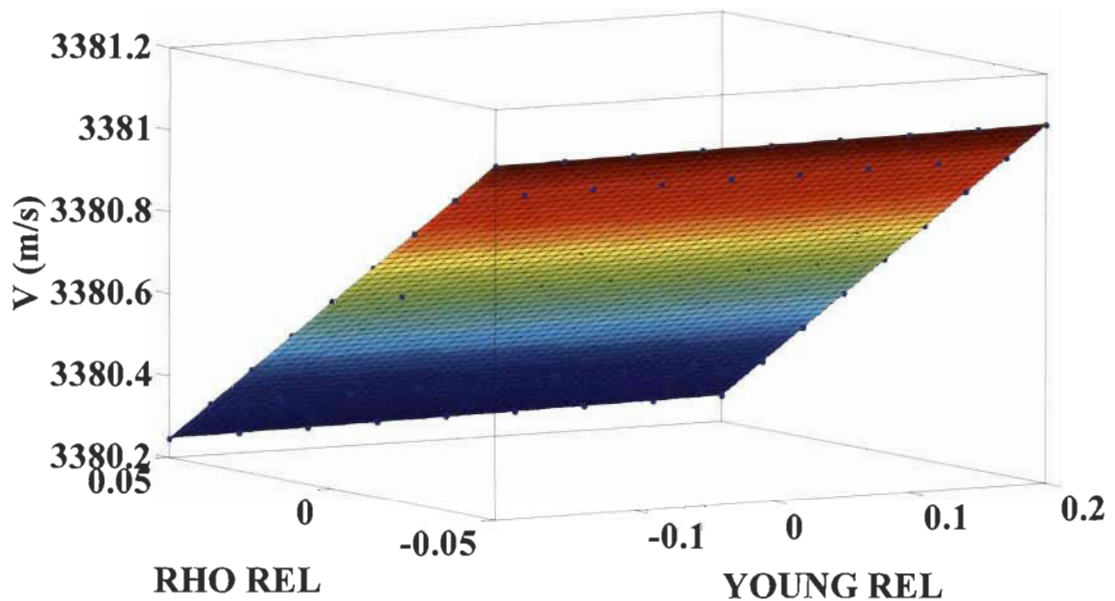


Figure 5.18 Variation de la vitesse de phase du mode de Love en fonction des paramètres étudiés pour le LiTaO_3 avec une rotation de 45° sur l'axe Y et une couche guidante en SiO_2 .

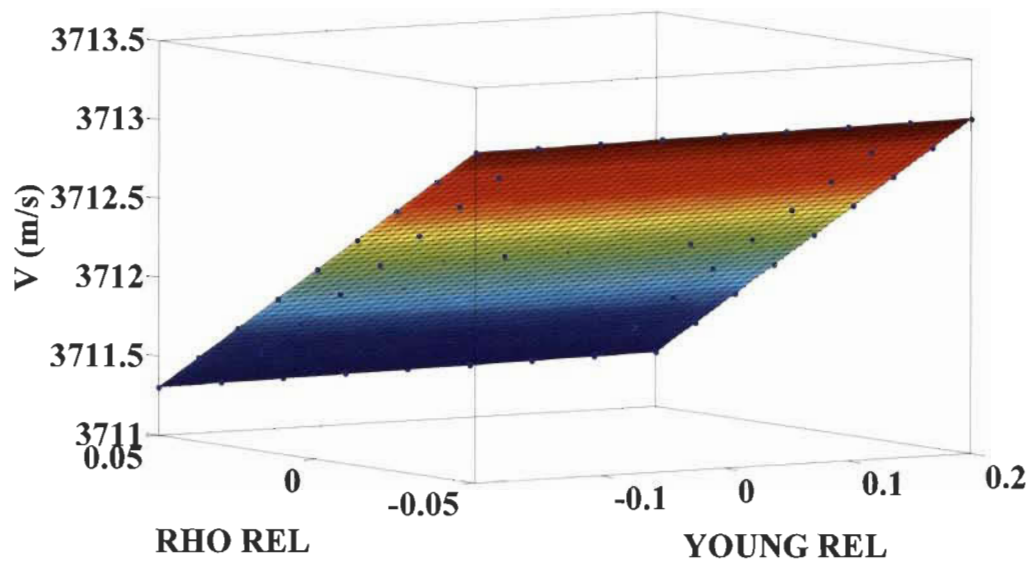


Figure 5.19 Variation de la vitesse de phase du mode de Love en fonction des paramètres étudiés pour le Quartz avec une rotation de 5° sur l'axe X et une couche guidante en SiO_2 .

$$\text{Équation 5.11 } V_{Pd} = 4065 + 9.194e^{-2} \cdot E_r - 18.04 \cdot \rho_r + 0.1525 \cdot E_r \cdot \rho_r$$

$$\text{Équation 5.12 } V_{Pd} = 3381 + 3.538e^{-2} \cdot E_r - 8.144 \cdot \rho_r + 5.089e^{-2} \cdot E_r \cdot \rho_r$$

$$\text{Équation 5.13 } V_{Pd} = 3712 + 9.016e^{-2} \cdot E_r - 17.81 \cdot \rho_r + 9.641e^{-2} \cdot E_r \cdot \rho_r$$

Le Tableau 5.5 résume ces coefficients de sensibilité aux différents paramètres pour les trois matériaux étudiés ($\text{SiO}_2\text{-LiNbO}_3$, $\text{SiO}_2\text{-LiTaO}_3$ et $\text{SiO}_2\text{-Quartz}$).

Tableau 5.5 Résumé des coefficients de sensibilité au module de Young, à la densité et à l'interaction des deux paramètres.

	b	c	d
Love $\text{SiO}_2\text{-LiNbO}_3$ (45° sur Y)	$2.2617e^{-5}$	$-4.4e^{-3}$	$3.7515e^{-5}$
Love $\text{SiO}_2\text{-LiTaO}_3$ (45° sur Y)	$1.0464e^{-5}$	$-2.4e^{-3}$	$1.5052e^{-5}$
Love $\text{SiO}_2\text{-Quartz}$ (5° sur X)	$2.4289e^{-5}$	$-4.8e^{-3}$	$2.5973e^{-5}$

Les coefficients de sensibilité pour les trois cas de figure étudiés sont représentés dans la Figure 5.20. La figure représente les coefficients de sensibilité du mode de Love au module de Young de la couche mince de Palladium, à sa densité ainsi qu'à l'interaction entre les deux paramètres. La figure présente ces résultats à la fois pour le $\text{SiO}_2\text{-LiNbO}_3$, $\text{SiO}_2\text{-LiTaO}_3$ et $\text{SiO}_2\text{-Quartz}$.

Les résultats obtenus démontrent une meilleure sensibilité dans le cas de la structure $\text{SiO}_2\text{-Quartz}$, suit la structure composée de l'empilement $\text{SiO}_2\text{-LiNbO}_3$. Enfin, la structure composée de l'empilement $\text{SiO}_2\text{-LiTaO}_3$ présente la sensibilité la moins élevée à E et ρ .

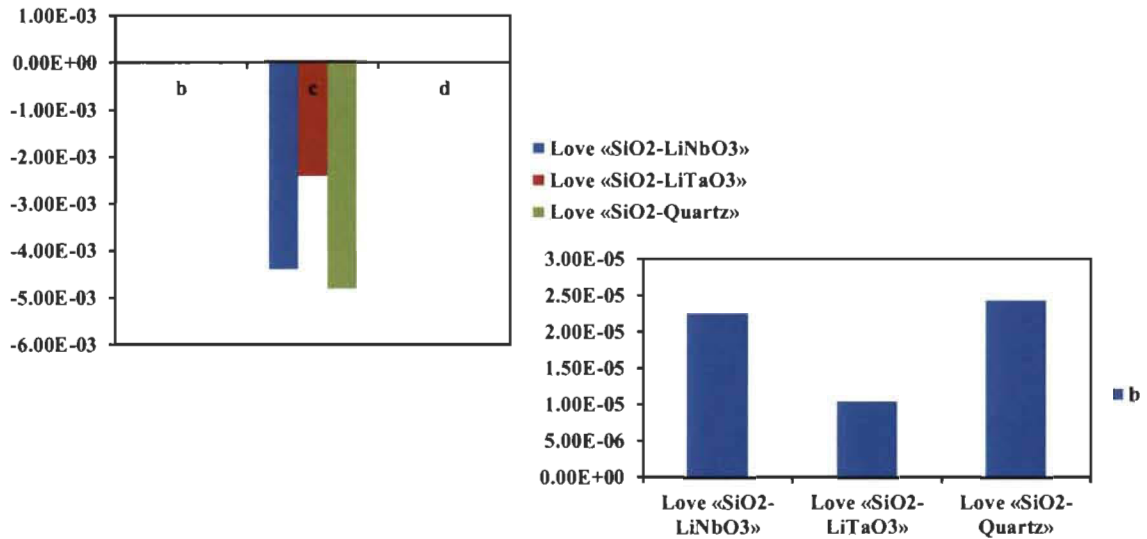


Figure 5.20 Coefficients de sensibilité aux paramètres étudiés pour les trois empilements envisagés.

Tout comme pour l'empilement ZnO-LiNbO_3 . Cette structure présente un net avantage par rapport au mode SH-SAW. En effet, les résultats obtenus permettent de constater une grande amélioration de la sensibilité aux variations du module de Young. Ceci augmente la sensibilité globale du capteur. Cette amélioration est accompagnée d'une nette diminution de la sensibilité à l'effet de masse offerte par les ondes de cisaillement. Ceci permet

d'exploiter ce type d'ondes dans des milieux humides contrairement au mode SAW tout en conservant une bonne sensibilité du capteur comparativement à celle offerte par le mode SH-SAW.

La Figure 5.21 présente un récapitulatif de l'étude de sensibilité effectuée sur le mode SH-SAW ainsi que le mode de Love. Les capteurs à base d'un substrat en Niobate de Lithium sont pris en considération. Pour le mode de Love, l'empilement $\text{SiO}_2\text{-LiNbO}_3$ est considéré pour cette étude comparative en raison de sa sensibilité plus élevée par rapport à l'empilement ZnO-LiNbO_3 .

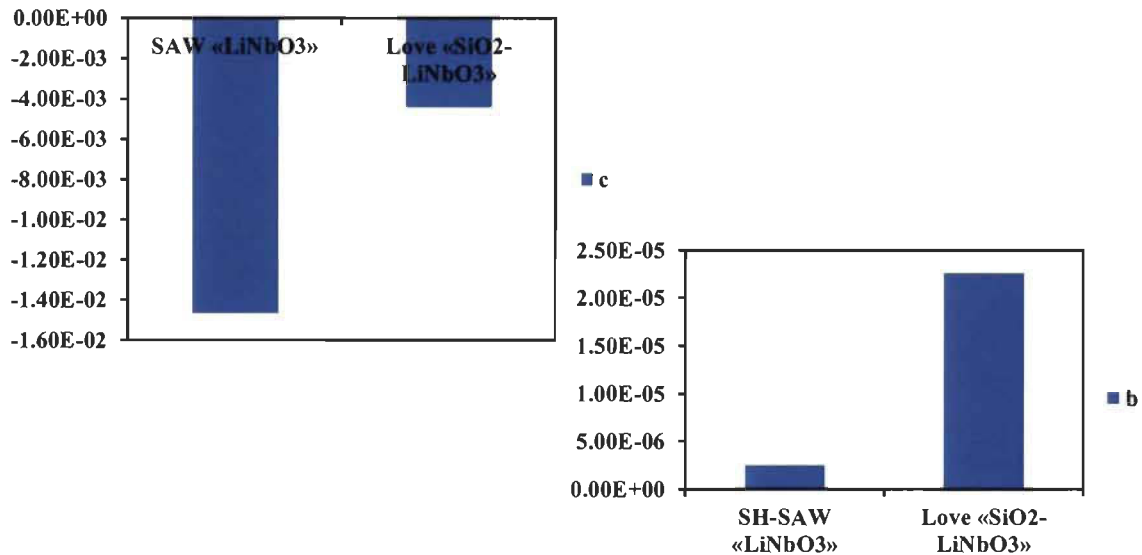


Figure 5.21 Effet du mode de cisaillement sur la sensibilité des capteurs.

Les structures considérées pour notre étude comparative sont constituées d'un capteur à base d'un substrat en Niobate de Lithium à la fois pour les modes SAW et SH-SAW ainsi qu'un empilement $\text{SiO}_2\text{-LiNbO}_3$ pour le mode de Love. Les résultats obtenus démontrent que l'exploitation du mode SH-SAW permet une diminution de la sensibilité à l'effet de masse d'un facteur de (x7) par rapport au mode SAW. Néanmoins, l'exploitation de ce mode diminue également la sensibilité au module de Young ce qui fragilise la sensibilité

globale du capteur à onde SH-SAW. L'exploitation du mode de Love, de son côté, démontre une grande amélioration du capteur aux variations du module de Young d'un facteur approximatif de (x10). Ceci augmente grandement la sensibilité globale du capteur. Par conséquent, l'exploitation du mode de Love permet de conserver une bonne sensibilité du capteur tout en diminuant considérablement la sensibilité à l'effet de masse par rapport au mode SAW. Ainsi, l'exploitation des avantages offerts par les ondes de cisaillement permettent d'optimiser sensiblement le rendement des capteurs, notamment, en milieux humides.

5.3.3 Mode de Lamb

L'étude de sensibilité des capteurs à ondes de Lamb est effectuée dans les plages fréquentielles établies lors de la conception du capteur, à savoir, la première bande ISM 433.05MHz – 434.79MHz où le mode S_0 , des ondes de Lamb, est pris en considération et comparé aux ondes SAW (Figure 5.22). La deuxième bande ISM varie de 902MHz – 928MHz. Pour cette bande fréquentielle, le mode A_1 , des ondes de Lamb, est considéré pour comparaison avec les ondes SAW (Figure 5.23). Ainsi, une étude de sensibilité des ondes SAW dans les mêmes plages fréquentielles est effectuée. Les coefficients de sensibilité extraits sont résumés dans le Tableau 5.6 et le Tableau 5.7.

Tableau 5.6 Résumé des coefficients de sensibilité au module de Young, à la densité et à l'interaction des deux paramètres. [168]

	b	c	d
S_0	0.0313	-0.1575	0
SAW	0.045	-0.1131	0

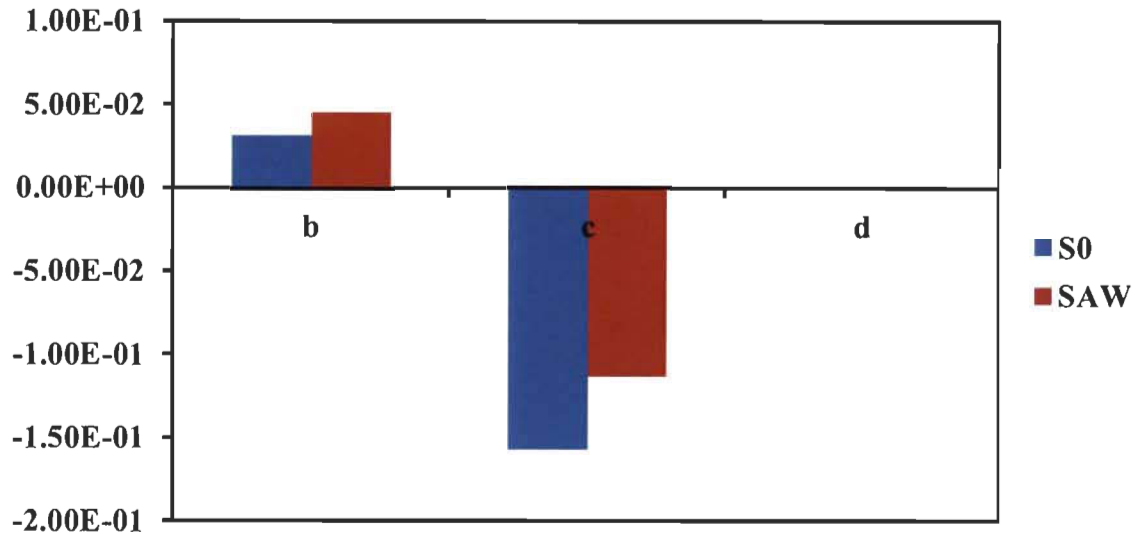


Figure 5.22 Coefficients de sensibilité aux paramètres étudiés pour les ondes de Lamb (Mode S_0) et les ondes SAW.

Les résultats présentés dans la Figure 5.22 démontrent une meilleure sensibilité aux variations du module de Young dans le cas des ondes SAW. Le mode S_0 quant à lui, présente une meilleure sensibilité à l'effet de masse. Les fréquences initiales pour les deux modes, SAW et S_0 , sont respectivement, 442MHz et 476MHz. En présence de 3% d'hydrogène, le module de Young de la couche mince de Palladium et sa densité diminuent respectivement de 20% et 4%. Ceci induit une variation de la fréquence de fonctionnement pour les deux modes. Une meilleure sensibilité dans le cas des ondes SAW est observée. Ceci se reflète par un décalage fréquentiel supérieur de 0.45% dans le cas des ondes SAW.

Tableau 5.7 Résumé des coefficients de sensibilité au module de Young, à la densité et à l'interaction des deux paramètres. [168]

	b	c	d
A_1	0.0388	-0.1949	0.1077
SAW	0.1037	-0.2388	0.1079

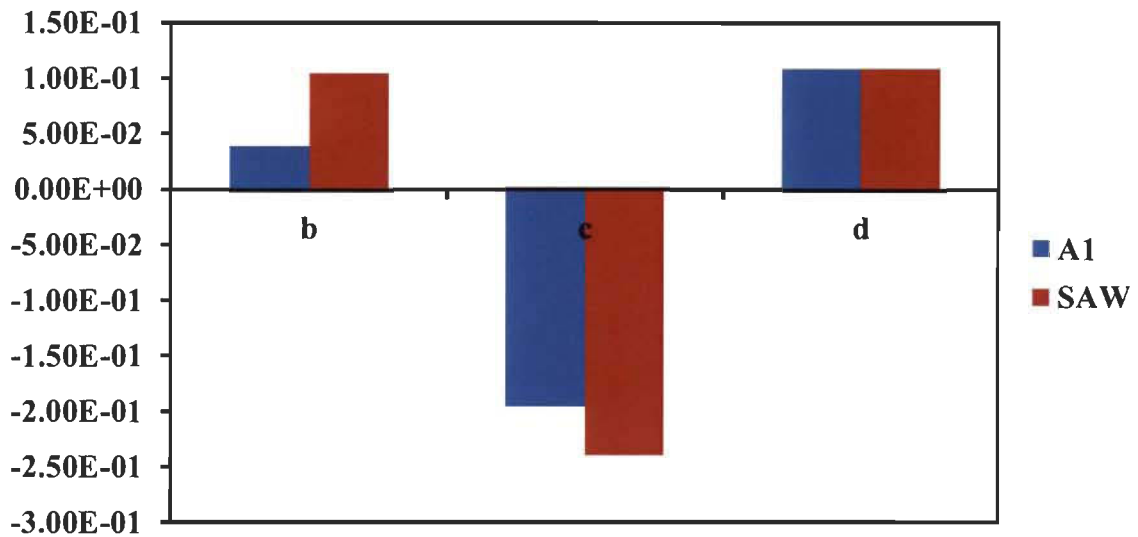


Figure 5.23 Coefficients de sensibilité aux paramètres étudiés pour les ondes de Lamb (Mode A_1) et les ondes SAW.

Les résultats obtenus pour cette étude et présentés dans la Figure 5.23 démontrent une meilleure sensibilité du mode SAW à la fois pour les variations du module de Young de la couche mince de Palladium ainsi que pour les variations de sa densité. L'étude effectuée dans la deuxième bande ISM permet également de constater une augmentation de la sensibilité du mode SAW aux variations des paramètres étudiés au fur et à mesure que la fréquence de de fonctionnement augmente. Ceci est attribué à la diminution de la profondeur de pénétration des ondes acoustiques lors de l'augmentation de la fréquence. Ceci permet par la même occasion un meilleur confinement de l'onde acoustique à la surface ce qui augmente la sensibilité du mode aux variations du module de Young et de l'effet de masse.

Ainsi, on arrive au terme du cinquième et avant dernier chapitre de cette thèse. Ce chapitre est consacré principalement à l'étude de sensibilité des différents modes acoustiques alternatifs. L'étude en question a permis de conclure que l'exploitation des

ondes acoustiques avec une polarisation horizontale diminue fortement la sensibilité à l'effet de masse et ainsi aux dépôts des molécules d'eau sur la couche sensible. Ceci vient améliorer grandement les performances du capteur acoustique en milieu humide. Dans le prochain et dernier chapitre, une conclusion générale est présentée en trois parties principales, à savoir, une synthèse des travaux effectués, un rappel des contributions scientifiques apportées ainsi que les perspectives futures du présent travail de thèse.

Chapitre 6 - Conclusion

Afin de conclure cette étude, un rappel des travaux effectués est présenté dans ce sixième et dernier chapitre. Cette étude récapitulative est divisée en trois principales parties. Une synthèse des travaux réalisés et une présentation contributions scientifiques apportées. Enfin, les perspectives futures de ce travail de recherche sont présentées. À noter que l'objectif établi est l'exploitation des avantages qu'offre la technologie acoustique pour permettre l'identification à l'aide d'un modèle théorique calibré expérimentalement d'un capteur acoustique robuste. Un capteur qui permet de répondre aux besoins et exigences de l'industrie automobile. Une identification rendue possible à l'aide du modèle établi et qui apporte une compréhension profonde du principe de fonctionnement et de détection des capteurs acoustiques. Ceci permet d'exploiter les avantages offerts par cette technologie acoustique en fonction de l'application visée.

6.1 Synthèse des travaux effectués

Dans le but de minimiser l'impact désastreux des gaz à effet de serre, la communauté scientifique exploite de plus en plus des énergies vertes, propres et renouvelables. Arrive en tête des énergies exploitées, l'hydrogène. Cette source d'énergie présente de nombreux avantages, notamment, l'absence d'émission de gaz à effet de serre lors de son exploitation. Cependant, dans le but d'exploiter cette source d'énergie propre, des mesures de sécurité doivent être envisagées, notamment, au niveau de la détection. D'autant plus que les produits disponibles sur le marché ne répondent pas aux besoins et exigences de l'industrie

en matière de performance et de fiabilité. Dans le cadre de ce travail de recherche, la technologie acoustique est identifiée comme une très bonne alternative qui offre la possibilité de répondre aux besoins et exigences des industriels. Ce travail mené permet ainsi d'identifier le dispositif de détection optimal, robuste, fiable et peu coûteux qui répond aux besoins de l'industrie en termes de performance et de fiabilité. Un objectif dont la réalisation nécessite une compréhension approfondie du principe de fonctionnement et de détection des capteurs acoustiques.

6.2 Contributions scientifiques apportées

Tout au long de cette thèse, plusieurs défis techniques et économiques sont relevés permettant ainsi d'apporter plusieurs contributions scientifiques. Plusieurs défis économiques sont relevés tout au long de ce projet de recherche, à la fois pour la partie théorique et expérimentale. Ainsi, un budget est prévu pour la partie théorique de l'étude, notamment, pour la procuration des logiciels de simulation «Comsol et ADS» et des dessins de masques «Tanner». Un budget plus conséquent est requis pour la partie expérimentale du projet dont une majorité est consacrée à la mise en place et la validation du procédé de fabrication. La partie restante est consacrée aux caractérisations des dispositifs fabriqués et l'extraction des résultats finaux, à la fois en absence et en présence d'hydrogène. Au-delà des défis économiques, plusieurs défis techniques sont relevés durant ce projet de thèse, à la fois pour la partie théorique de l'étude mais aussi sa partie expérimentale. Ainsi, durant la partie théorique de l'étude les défis relevés sont énumérés ci-dessous.

- La mise en place et l'amélioration de la solidité des modèles établis «électrique et multiphysique».

- L'apprentissage de nouveaux logiciels ainsi que les règles des dessins de masques.

Pour la partie expérimentale de l'étude, de nombreux défis sont relevés afin d'aboutir aux résultats escomptés. Ces défis se divisent sur trois principales tâches, la fabrication des dispositifs acoustiques, la caractérisation de ces dispositifs en absence d'hydrogène. Enfin, leur caractérisation en environnement contrôlé en présence d'hydrogène. Durant chacune de ces étapes, plusieurs défis sont relevés. Pour ce qui de la fabrication des dispositifs, les défis relevés sont énumérés ci-dessous.

- Le premier défi représente l'adaptation avec la pyroélectricité des substrats lors de la fabrication des dispositifs.
- L'optimisation de chacun des paramètres du procédé de fabrication (température de cuisson, temps de cuisson, temps et paramètres de dépôt «résine et différents métaux», temps et paramètres d'exposition UV, temps de développement et temps de lift-off).
- Enfin, pour chacune des étapes, le choix du matériau optimal représente un défi à relever.

Pour ce qui de la caractérisation des dispositifs acoustiques obtenus en absence d'hydrogène.

- Le défi principal consiste à identifier les modes acoustiques susceptible d'être exploités afin d'obtenir les résultats escomptés.
- Aussi, l'extraction de la vitesse acoustique pour chacun des modes acoustiques identifiés représente un défi à relever.

Enfin, les défis relevés lors de la caractérisation des dispositifs acoustiques en présence d'hydrogène sont énumérés ci-dessous.

- L'assemblage des capteurs acoustiques fabriqués (choix des boîtiers, conception des circuits et wire bonding). Cependant, en raison des nombreux problèmes causés par l'étape du wire bonding, la recherche d'une solution alternative s'est imposée.
- Identification de la méthode qui permet la mesure sous pointes des dispositifs acoustiques disponibles en environnement contrôlé en présence d'hydrogène et dans un volume restreint.

Ainsi, surmonter la totalité des défis techniques rencontrés a conduit à plusieurs contributions scientifiques.

- La proposition d'un modèle à la fois théorique et expérimental pour l'explication du mécanisme de détection dans les couches minces des capteurs acoustiques. Ceci apporte une meilleure compréhension du principe de fonctionnement et de détection de ce type de capteurs.
- L'élaboration d'une méthodologie d'étude de sensibilité des différents modes acoustiques disponibles.
- La réduction des coûts grâce à la fabrication en masse en exploitant les progrès de la micro-fabrication.
- L'optimisation de la robustesse et de la fiabilité des capteurs acoustiques. Ceci favorise leur utilisation en environnements sévères, augmente leur durée de vie et permet d'assurer ainsi leur succès commercial.

Ainsi, l'identification du mode acoustique optimal en fonction de l'application visée peut être effectuée. Ceci permet de répondre à la totalité des besoins et exigences des industriels en matière de performance et de fiabilité.

6.3 Perspectives futures

Le travail de recherche effectué tout au long de cette thèse établi les bases d'une meilleure compréhension du principe de fonctionnement et de détection des capteurs acoustiques. Aussi, les présente la méthode à suivre afin d'étudier la sensibilité des différents modes acoustiques disponibles. Enfin, ce travail de recherche présente la totalité des étapes de fabrication qui permettent l'obtention d'un procédé de fabrication solide et répétitif. Sur la base des contributions apportées dans le présent manuscrit, plusieurs travaux supplémentaires peuvent être envisagés.

- L'exploitation de capteurs qui peuvent fournir plusieurs modes acoustiques dans un même dispositif afin d'étudier l'effet de paramètres supplémentaires sur le principe de détection des couches minces. Le capteur à ondes de Lamb peut fournir cette opportunité.
- La validation expérimentale de l'étude de sensibilité présentée dans ce manuscrit. Cette validation nécessite la fabrication des capteurs acoustiques à base des différents modes acoustiques identifiés.
- L'étude de stabilité du capteur optimal en température et en humidité. Cette étude représente l'étape ultime avant le transfert de cette technologie pour exploitation dans l'industrie automobile.

Références

- [1] <http://www.esrl.noaa.gov/gmd/ccgg/carbontracker/>
- [2] Jos G. J. Olivier et al. «*Trends in Global CO₂ Emissions*», PBL Netherlands Environmental Assessment Agency and Joint Research Center, 2012 Report.
- [3] <http://www.temoignages.re/les-voitures-electriques-un-moyen,30672.html>
- [4] Environment Canada, «*Canada's Emissions Trends 2012*», August 2012.
- [5] P. Hoffmann, «*Tomorrow's Energy: Hydrogen Fuel Cells and the Prospects for a Cleaner Planet*», MIT Press, 2012.
- [6] S. Dutta et al. «*A review on Production, Storage of Hydrogen and its Utilization as an Energy Resource*», J. Ind. Eng. Chem. 204 (2014) 1148-1156.
- [7] I. Kerroum et al. «*Survey of Commercial Sensors and Emerging Miniaturized Technologies for Safety Applications in Hydrogen Vehicles*», Sensors Application Symposium, Brescia, Italy, 2012.
- [8] H. El-Matbouly et al. «*Hydrogen Gas Sensors: Flow, Measurement, Instrumentation and Sensors Handbook*», CRC Press, FL, 2014, pp. 12-21.
- [9] G. Cipriani et al. «*Perspective on Hydrogen Energy Carrier and its Automotive Applications*», International Journal on Hydrogen Energy 39 (16) (2014) 8482-8494.
- [10] V. Palmisano et al. «*Evaluation of Selectivity of Commercial Hydrogen Sensors*», International Journal on Hydrogen Energy 39 (35) (2014) 20491-20496.
- [11] L. Boon-Brett et al. «*Identifying Performance Gaps in Hydrogen Safety Sensor Technology for Automotive and Stationary Applications*», International Journal of Hydrogen Energy 35(2010) 373-384.
- [12] L. Boon-Brett et al. «*Reliability of Commercially Available Hydrogen Sensors for Detection of Hydrogen at Critical Concentrations: Part I – Testing Facility and Methodologies*», international journal of hydrogen energy 33 (2008) 7648 – 7657.
- [13] L. Boon-Brett et al. «*Reliability of Commercially Available Hydrogen Sensors for Detection of Hydrogen at Critical Concentrations: Part II – Selected Sensor Test Results*», international journal of hydrogen energy 34 (2009) 562 – 571.

- [14] L. Boon-Brett et al. «*Hydrogen Sensors – A Review*», Sensors and Actuators B157 (2011) 329-352.
- [15] Lei Xu et al. «*A High-Performance Three-Dimensional Microheater-Based Catalytic Gas Sensor*», IEEE ELECTRON DEVICE LETTERS, VOL. 33, NO. 2, FEBRUARY 2012.
- [16] Eike Brauns et al. «*A Nanoparticles Based Catalytic Gas Sensor with Improved Stability*», IEEE Sensors 2012.
- [17] Eui-Bok Lee et al. «*Micromachined Catalytic Combustible Hydrogen Gas Sensor*», Sensors and Actuators B 153 (2011) 392–397.
- [18] L.P. Martin et al. «*Electrochemical Hydrogen Sensor for Safety Monitoring*», Solid State Ionics 175 (2004) 527–530.
- [19] Xianbo Lu et al. «*Solid-State Amperometric Hydrogen Sensor Based on Polymer Electrolyte Membrane Fuel Cell*», Sensors and Actuators B 107 (2005) 812–817.
- [20] Ghenadii Korotcenkov et al. «*Review of Electrochemical Hydrogen Sensors*», Chem. Rev. 2009, 109, 1402–1433.
- [21] Joseph R. Stetter et al. «*Amperometric Gas Sensors – A Review*», Chem. Rev. 2008, 108, 352-366.
- [22] K. Kliche et al. «*Sensor for Gas Analysis Based on Thermal Conductivity, Specific Heat Capacity and Thermal Diffusivity*», MEMS 2011, Cancun, MEXICO, January 23-27, 2011.
- [23] Isolde Simon et al. «*Thermal and Gas-Sensing Properties of a Micromachined Thermal Conductivity Sensor*», The 11th International Conference on Solid-State Sensors and Actuators, Munich, Germany, June 10 – 14, 2001.
- [24] Vladimir Aroutiounian et al. «*Metal Oxide Hydrogen, Oxygen and Carbon Monoxide Sensors for Hydrogen Setups and Cells*», International Journal of Hydrogen Energy 32 (2007) 1145 – 1158.
- [25] Ling-Han Li et al. «*Design and Simulation of an Integrated Metal Oxide Based Micro NO₂ Gas Sensor*», International Symposium on Micro-NanoMechatronics and Human Science, 2006.
- [26] Mun Teng Soo et al. «*Advances of SiC-Based MOS Capacitor Hydrogen Sensors for Harsh Environment Applications*», Sensors and Actuators B 151 (2010) 39–55.
- [27] Adrian Trinchi et al. «*High Temperature Field Effect Hydrogen and Hydrocarbon Gas Sensors Based on SiC MOS Devices*», Sensors and Actuators B 133 (2008) 705–716.

- [28] Karin Potje-Kamloth, «*Semiconductor Junction Gas Sensors*», Chem. Rev. 2008, 108, 367-399.
- [29] W. P. Jakubik et al. «*Palladium and Phthalocyanine Bilayer Films for Hydrogen Detection in a Surface Acoustic Wave Sensor System*», Sensors and Actuators B96 (2003) 321-328.
- [30] B. H. Fisher et al. «*Study of Acoustoelectric Effect for SAW Sensors*», IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control 57 (2010).
- [31] D. C. Macheda et al. «*Acoustoelectric Effect Study for SAW Sensors*», IEEE International Frequency Control Symposium, Besançon, France, 2009, pp. 254-259.
- [32] A. Fabre et al. «*In Situ Measurement of Elastic Properties of PdH_x, PdD_x and PdT_x*», J. Alloys Compd. 356-357 (2003) 372-376.
- [33] M. Z. Atashbar et al. «*3D FE Simulation of H₂ SAW Gas Sensor*», Sensors and Actuators B 111-112 (2005) 213-218.
- [34] M. Z. Atashbar et al. «*3-D Finite Element Simulation Model of SAW Palladium Thin Film Hydrogen Sensor*», IEEE International Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control Joint 50th Anniversary Conference, 2004.
- [35] N. R. Krishnan et al. «*Simplified Finite Element Simulation of a SAW Hydrogen Sensor Using COMSOL Multiphysics*», Proceeding on the COMSOL Conference, Hannover, Germany, 2008.
- [36] Lamia El Fissi, «*Détection et Mesure de Nanoparticules pour les Applications de Capteurs en Milieu Liquide*», Thèse de Doctorat, Université de Franche-Comté, Décembre 2009.
- [37] S. Basu et al. «*Recent Developments on Graphene and Graphene Oxide Based Solid State Gas Sensors*», Sensors and Actuators B 173 (2012) 1– 21.
- [38] M. Benetti et al. «*Thin Film Bulk Acoustic Wave Resonator (TFBAR) Gas Sensor*», IEEE International Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control Joint 50th Anniversary Conference (2004).
- [39] Yiguang Tan et al. «*A Study of a Bio-Metric Recognition Material for the BAW Sensor by Molecular Imprinting and its Application for the Determination of Paracetamol in the Human Serum and Urine*», Talanta 55 (2001) 337–347.
- [40] Steven Mahon et al. «*Bulk Acoustic Wave Devices – Why, How and Where They are Going*», CS MANTECH Conference, May 14-17, 2007, Austin, Texas, USA.
- [41] Milena Moreira et al. «*Aluminum Scandium Nitride Thin-Film Bulk Acoustic Resonators for Wide Band Applications*», Vacuum 86 (2011) 23e26.

- [42] Humberto Campanella et al. «*Localized-Mass Detection Based on Thin-Film Bulk Acoustic Wave Resonators (FBAR): Area and Mass Location Aspects*», *Sensors and Actuators A* 142 (2008) 322–328.
- [43] H. Fritze et al. «*High Temperature Nanobalance Sensor Based on Langasite*», *Sensors and Actuators B* 76 (2001) 103–107.
- [44] H. Fritze et al. «*Operation Limits of Langasite High Temperature Nanobalances*», *Journal of the European Ceramic Society* 21 (2001) 1473–1477.
- [45] Jae Bin Lee et al. «*Deposition of ZnO Thin Films by Magnetron Sputtering for a Film Bulk Acoustic Resonator*», *Thin Solid Films* 435 (2003) 179–185.
- [46] Robert Aigner, «*SAW and BAW Technologies for RF Filter Applications: A Review of the Relative Strengths and Weaknesses*», 2008 IEEE International Ultrasonics Symposium Proceedings.
- [47] Xiaoli Su et al. «*Flow Injection Determination of Sulfite in Wines and Fruit Juices by Using a Bulk Acoustic Wave Impedance Sensor Coupled to a Membrane Separation Technique*», *Analyst*, February 1998, Vol. 123 (221–224).
- [48] Chengdu Liang et al. «*Study of a Molecular Imprinting Polymer Coated BAW Bio-Mimic Sensor and its Application to the Determination of Caffeine in Human Serum and Urine*», *Analyst*, 1999, 124, 1781–1785.
- [49] Robert Aigner, «*Bringing BAW Technology into Volume Production: The Ten Commandments and the Seven Deadly Sins*», 3rd International Symposium on Acoustic Wave Devices for Future Mobile Communication Systems, 2007.
- [50] Huankiat Seh et al. «*Defect Properties of Langasite and Effects on BAW Gas Sensor Performance at High Temperatures*», *Journal of the European Ceramic Society* 24 (2004) 1425–1429.
- [51] Bernhard Jakoby et al. «*The Potential of Microacoustic SAW and BAW-Based Sensors for Automotive Applications—A Review*», *IEEE SENSORS JOURNAL*, VOL. 2, NO. 5, OCTOBER 2002.
- [52] W.P. JAKUBIK et al. «*Surface Acoustic Wave Hydrogen Gas Sensor Based on Layered Structure of Palladium/Metal-Free Phthalocyanine*», *BULLETIN OF THE POLISH ACADEMY OF SCIENCES, TECHNICAL SCIENCES*, Vol. 56, No. 2, 2008.
- [53] W.P. Jakubik, «*Investigations of Thin Film Structures of WO_3 and WO_3 with Pd for Hydrogen Detection in a Surface Acoustic Wave Sensor System*», *Thin Solid Films* 515 (2007) 8345–8350.

- [54] Cristian Viespe et al. «*SAW Sensor Based on Highly Sensitive Nanoporous Palladium Thin Film for Hydrogen Detection*», *Microelectronic Engineering* xxx (2013) xxx–xxx.
- [55] S.J. Ippolito et al. «*Highly Sensitive Layered ZnO/LiNbO₃ SAW Device with InO_x Selective Layer for NO₂ and H₂ Gas Sensing*», *Sensors and Actuators B* 111–112 (2005) 207–212.
- [56] Samuel J Ippolito et al. «*Comparison between Conductometric and Layered Surface Acoustic Wave Hydrogen Gas Sensors*», *Smart Mater. Struct.* 15 (2006) S131–S136.
- [57] A.C. Fechete et al. «*SAW-Based Gas Sensors with RF Sputtered InO_x and PECVD SiN_x Films: Response to H₂ and O₃ Gases*», *Sensors and Actuators B* 118 (2006) 362–367.
- [58] Wiesław P. Jakubik et al. «*Bilayer Structure for Hydrogen Detection in a Surface Acoustic Wave Sensor System*», *Sensors and Actuators B* 82 (2002) 265–271.
- [59] Wiesław P. Jakubik et al. «*Palladium and Phthalocyanine Bilayer Films for Hydrogen Detection in a Surface Acoustic Wave Sensor System*», *Sensors and Actuators B* 96 (2003) 321–328.
- [60] Wiesław P. Jakubik et al. «*SAW Hydrogen Sensor with a Bilayer Structure Based on Interaction Speed*», *Sensors and Actuators B* 106 (2005) 602–608.
- [61] S.J. Ippolito et al. «*Layered SAW Hydrogen Sensor with Modified Tungsten Trioxide Selective Layer*», *Sensors and Actuators B* 108 (2005) 553–557.
- [62] Wiesław P. Jakubik et al. «*Palladium and Metal-Free Phthalocyanine Bilayer Structures for Hydrogen Detection in the SAW Sensor System Based on Interaction Speed*», *IEEE SENSORS JOURNAL*, VOL. 6, NO. 5, OCTOBER 2006.
- [63] Wiesław Jakubik et al. «*Metal-Free Phthalocyanine and Palladium Sensor Structure with a Polyethylene Membrane for Hydrogen Detection in SAW Systems*», *Sensors and Actuators B* 127 (2007) 295–303.
- [64] Abu Z. Sadek et al. «*Polyaniline Nanofiber Based Surface Acoustic Wave Gas Sensors—Effect of Nanofiber Diameter on H₂ Response*», *IEEE SENSORS JOURNAL*, VOL. 7, NO. 2, FEBRUARY 2007.
- [65] Cinzia Caliendo et al. «*Nanostructured Organometallic Polymer and Palladium/Polymer Hybrid: Surface Investigation and Sensitivity to Relative Humidity and Hydrogen in Surface Acoustic Wave Sensors*», *Nanotechnology* 18 (2007) 125504 (7pp).
- [66] Ya-Shan Huang et al. «*A Passive Wireless Hydrogen Surface Acoustic Wave Sensor Based on Pt-Coated ZnO Nanorods*», *Nanotechnology* 21 (2010) 095503 (6pp).

- [67] Fu-Chun Huang et al. «*A Room Temperature Surface Acoustic Wave Hydrogen Sensor with Pt Coated ZnO Nanorods*», *Nanotechnology* 20 (2009) 065501 (6pp).
- [68] B.H. Fisher et al. «*A Study on the Aging of Ultra-Thin Palladium Films on SAW Hydrogen Gas Sensors*», *IEEE International Frequency Control Symposium (FCS)*, 2010.
- [69] A.Z. Sadek et al. «*A ZnO Nanorod Based Layered ZnO/64° YX LiNbO₃ SAW Hydrogen Gas Sensor*», *Thin Solid Films* 515 (2007) 8705–8708.
- [70] Duy-Thach Phan et al. «*Surface Acoustic Wave Hydrogen Sensors Based on ZnO Nanoparticles Incorporated with a Pt Catalyst*», *Sensors and Actuators B* 161 (2012) 341–348.
- [71] Kazushi Yamanaka et al. «*BALL SAW DEVICE FOR HYDROGEN GAS SENSOR*», 2003 *IEEE ULTRASONICS SYMPOSIUM*.
- [72] Amol V. Chaudhari et al. «*Surface Acoustic Wave Sensors using Nanocrystalline Palladium for Hydrogen Gas Detection*».
- [73] A. D'Amico et al. «*Hydrogen Sensor using a Palladium Coated Surface Acoustic Wave Delay-Line*», *IEEE Ultrasonics Symposium*, 1982, pp. 308-311.
- [74] C. Viespe et al. «*Surface Acoustic Wave H₂ Gas Sensor using Pd Nanoporous Films Imprinted with Wave-Guide Channels*», *Sensors Letters* (11) (2013) 2060-2063.
- [75] M. Vanotti et al. «*Selective Detection of Hydrogen with Surface Acoustic Wave Devices using Palladium Layer Properties*», *Sensors and Transducers Journal. Int. Freq. Sens. Assoc. (IFSA)* 18 (Special Issue) (2013) 84-91.
- [76] C. Viespe, «*Surface Acoustic Wave Sensors Based on Nanoporous Films for Hydrogen Detection*», *Key Eng. Mater.* 605 (2014) 331-334.
- [77] S. Hagihara et al. «*Highly Sensitive Trace Moisture Ball Surface Acoustic Wave Sensor using SiO_x Film*», *Jpn. J. Appl. Phys.* 53 (7S) (2014) 07KD08.
- [78] Wen Wang et al. «*Optimal Design on SAW Sensor for Wireless Pressure Measurement Based on Reflective Delay Line*», *Sensors and Actuators A* 139 (2007) 2–6.
- [79] H.C. Hao et al. «*Development of a Portable Electronic Nose Based on Chemical Surface Acoustic Wave Array with Multiplexed Oscillator and Readout Electronics*», *Sensors and Actuators B* 146 (2010) 545–553.
- [80] Chunbae Lim et al. «*Development of SAW-Based Multi-Gas Sensor for Simultaneous Detection of CO₂ and NO₂*», *Sensors and Actuators B* 154 (2011) 9–16.

- [81] G. Tortissier et al. «*Langasite Based Surface Acoustic Wave Sensors for High Temperature Chemical Detection in Harsh Environment: Design of the Transducers and Packaging*», Sensors and Actuators B 156 (2011) 510– 516.
- [82] Li Fan et al. «*Optimization of Sensitivity Induced by Surface Conductivity and Sorbed Mass in Surface Acoustic Wave Gas Sensors*», Sensors and Actuators B 161 (2012) 114– 123.
- [83] Monika Tomar et al. «*Temperature Coefficient of Elastic Constants of SiO₂ Over-Layer on LiNbO₃ for a Temperature Stable SAW Device*», J. Phys. D: Appl. Phys. 36 (2003) 1773–1777.
- [84] Xianping Chen et al. «*Nanowire-Based Gas Sensors*», Sensors and Actuators B 177 (2013) 178– 195.
- [85] S. Fanget et al. «*Gas Sensors Based on Gravimetric Detection—A Review*», Sensors and Actuators B 160 (2011) 804– 821.
- [86] S. Basu et al. «*Recent Developments on Graphene and Graphene oxide Based Solid State Gas Sensors*», Sensors and Actuators B 173 (2012) 1– 21.
- [87] Wei-Kuo Tseng et al. «*Active Micro-Mixers using Surface Acoustic Waves on Y-cut 128° LiNbO₃*», J. Micromech. Microeng. 16 (2006) 539–548.
- [88] C.C.W. Ruppel et al. «*SAW Devices and Their Wireless Communications Applications*», IEEE Microwave Magazine, June 2002.
- [89] S. Ahmadi et al. «*Characterization of Multi- and Single-Layer Structure SAW Sensor*», Proceedings of IEEE Sensors, 2004.
- [90] Kazushi Yamanaka et al. «*Ultramultiple Roundtrips of Surface Acoustic Wave on Sphere Realizing Innovation of Gas Sensors*», IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, vol. 53, no. 4, april 2006.
- [91] Da-Jeng Yao et al. «*Gas Sensor Array Based on Surface Acoustic Wave Devices for Vapors Detection and Analysis*», Proceedings of the 2010 5th IEEE International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems January 20-23, Xiamen, China.
- [92] D. Ciplys et al. «*Surface Acoustic Waves in Graphene Structures: Response to Ambient Humidity*», IEEE Sensors, 2010.
- [93] I. Ben Youssef et al. «*Development of New Polyurethanamide Tailored Copolymers for SO₂ SAW Gas Microsensors*», IEEE International Ultrasonics Symposium Proceedings, 2010.

- [94] T.H Lin et al. «*SURFACE ACOUSTIC WAVE GAS SENSOR FOR MONITORING LOW CONCENTRATION AMMONIA*», Transducers'11, Beijing, China, June 5-9, 2011.
- [95] Shitang He et al. «*ADVANCES IN POLYMER-COATED SURFACE ACOUSTIC WAVE GAS SENSOR*», Transducers 11, Beijing, China, June 5-9, 2011.
- [96] Yi-Tian Li et al. «*Polymer-Coated Surface Acoustic Wave Sensor Array for Low Concentration NH₃ Detection*», Proceedings of the 2011 6th IEEE International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems February 20-23, 2011, Kaohsiung, Taiwan.
- [97] Kourosch Kalantar-Zadeh et al. «*Comparison of Layered Based SAW Sensors*», Sensors and Actuators B 91 (2003) 303–308.
- [98] J. Filipiak et al. «*SAW Delay Line for Vibration Sensors*», ACTA PHYSICA POLONICA A, Vol. 122 (2012), No. 5.
- [99] Hoang-Si Hong et al. «*High-Sensitivity Humidity Sensors with ZnO Nanorods Based Two-Port Surface Acoustic Wave Delay Line*», Sensors and Actuators B 171– 172 (2012) 1283– 1287.
- [100] Wei Luo et al. «*A Surface Acoustic Wave H₂S Gas Sensor Employing Nanocrystalline SnO₂ Thin Film*», Sensors and Actuators B 176 (2013) 746– 752.
- [101] Gwiy-Sang Chung et al. «*Finite Element Modeling of Surface Acoustic Waves in Piezoelectric Thin Films*», Journal of the Korean Physical Society, Vol. 57, No. 3, September 2010, pp. 446_450.
- [102] Clifford K. Ho et al. «*Development of a Surface Acoustic Wave Sensor for In-Situ Monitoring of Volatile Organic Compounds*», Sensors 2003, 3, 236-247.
- [103] C.C.W. Ruppel et al. «*Surface Acoustic Wave Devices for Wireless Local Area Networks*».
- [104] A. Janeliauskas, «*Design and Modeling of Surface Acoustic Wave Sensor with Staggered ID – Tag*», ISSN 1392-2114 ULTRAGARSAS (ULTRASOUND), Vol. 65, No.2, 2010.
- [105] Shi Chen et al. «*Shear Horizontal Surface Acoustic Waves in Semi-Infinite Piezoelectrics/Metal Superlattices*», Ultrasonics 49 (2009) 446–451.
- [106] Shi Chen et al. «*The Viscous Effects on Shear Horizontal Surface Acoustic Waves in Semi-Infinite Superlattices*», Ultrasonics 51 (2011) 29–33.
- [107] JUN KONDOH, «*Theoretical Consideration of High-Sensitivity Biosensor Using Shear Horizontal Acoustic Waves in Layered Structures*», Electronics and Communications in Japan, Vol. 95, No. 4, 2012.

- [108] Jun KOVDOH, «*MULTICHANNEL SHEAR HORIZONTAL SURFACE ACOUSTIC WAVE MICROSENSOR FOR LIQUID CHARACTERIZATION*», 1995 IEEE ULTRASONICS SYMPOSIUM.
- [109] Zhonghui Li et al. «*Design Considerations for High Sensitivity Guided SH-SAW Chemical Sensor for Detection in Aqueous Environments*», 2004 IEEE International Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control Joint 50th Anniversary Conference.
- [110] Arnold K. Mensah-Brown et al. «*Near Real-Time Monitoring of Organophosphate Pesticides in the Aqueous-Phase Using SH-SAW Sensors Including Estimation-Based Signal Analysis*», IEEE SENSORS JOURNAL, VOL. 9, NO. 12, DECEMBER 2009.
- [111] Sean Wu et al, «*Rayleigh and Shear Horizontal Surface Acoustic Properties of (100) ZnO Films on Silicon*», IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, vol. 57, no. 5, May 2010.
- [112] Hsu-Chao Hao et al. «*A Sensitive, Rapid and Specific Technique for the Detection of Antigen-specific Cells on Shear Horizontal Surface Acoustic Wave (SH-SAW) Sensors*», IEEE SENSORS 2010.
- [113] M. Weiss et al. «*Viscoelastic Behavior of Antibody Films on a Shear Horizontal Acoustic Surface Wave Sensor*», Anal. Chem. 1998, 70, 2881-2887.
- [114] Dana Y. Gallimore et al. «*Monitoring Polymer Properties Using Shear Horizontal Surface Acoustic Waves*», Applied Materials and Interfaces, VOL. 1, NO. 10, 2382-2389, 2009.
- [115] E. Berkenpas et al. «*Detection of Escherichia coli O157:H7 with Langasite Pure Shear Horizontal Surface Acoustic Wave Sensors*», Biosensors and Bioelectronics 21 (2006) 2255–2262.
- [116] Saburo Endo et al. «*Methanol Sensor Using Shear Horizontal Surface Acoustic Wave Device for Direct Methanol Fuel Cell*», Japanese Journal of Applied Physics 51 (2012).
- [117] A.L. Shuvalov et al. «*Existence and Spectral Properties of Shear Horizontal Surface Acoustic Waves in Vertically Periodic Half-Spaces*», Proc. R. Soc. A 2009 465.
- [118] S. Rupp, M. von Schickfus et al. «*A Shear Horizontal Surface Acoustic Wave Sensor for the Detection of Antigen–Antibody Reactions for Medical Diagnosis*», Sensors and Actuators B 134 (2008) 225–229.
- [119] Yan Wang, Shu-yi Zhang et al. «*Love Wave Hydrogen Sensors Based on ZnO Nanorod Film/36°YX-LiTaO₃ Substrate Structures Operated at Room Temperature*», Sensors and Actuators B 158 (2011) 97– 103.

- [120] Ren-Chuan Chang et al. «*A Study of Love Wave Devices in ZnO/Quartz and ZnO/LiTaO₃ Structures*», *Thin Solid Films* 498 (2006) 146 – 151.
- [121] Feng-mei Zhou et al. «*Experimental Study of Love-Wave Immuno Sensors Based on ZnO/LiTaO₃ Structures*», *Ultrasonics* 50 (2010) 411–415.
- [122] Nicole Barié et al. «*Vacuum-Deposited Wave-Guiding Layers on STW Resonators Based on LiTaO₃ Substrate as Love Wave Sensors for Chemical and Biochemical Sensing in Liquids*», *Ultrasonics* 50 (2010) 606–612.
- [123] N. Barié et al. «*Love Waves in SiO₂ Layers on STW-Resonators Based on LiTaO₃*», *Talanta* 62 (2004) 71–79.
- [124] D. Matatagui et al. «*Array of Love-Wave Sensors Based on Quartz/Novolac to Detect CWA Simulants*», *Talanta* 85 (2011) 1442–1447.
- [125] L. El Fissi et al. «*Fabrication and Packaging Technologies of Love-Wave-Based Microbalance for Fluid Analysis*», *Procedia Chemistry* 1 (2009) 52–55.
- [126] Ren-Chuan Chang et al. «*An Investigation of Preferred Orientation of Doped ZnO Films on the 36- YX-LiTaO₃ Substrates and Fabrications of Love-Mode Devices*», *Surface & Coatings Technology* 200 (2006) 3235 – 3240.
- [127] D. Matatagui et al. «*Love-Wave Sensor Array to Detect, Discriminate and Classify Chemical Warfare Agent Simulants*», *Sensors and Actuators B* xxx (2012) xxx– xxx.
- [128] Laurianne Blanc et al. «*Plateforme à Ondes de Love (Guided SH-SAW) à Couche Sensible Mésoporeuse pour la Détection de Composés Chimiques à l'État de Vapeurs*», 10^{ème} Congrès Français d'Acoustique, Lyon, 12-16 Avril 2010.
- [129] Glen McHale, «*Generalized Concept of Shear Horizontal Acoustic Plate Mode and Love Wave Sensors*», *Meas. Sci. Technol.* 14 (2003) 1847–1853.
- [130] Paul Roach et al. «*SU-8 Guiding Layer for Love Wave Devices*», *Sensors* 2007, 7, 2539-2547.
- [131] Michael I. Newton et al. «*ST Quartz Acoustic Wave Sensors with Sectional Guiding Layers*», *Sensors* 2008, 8, 4384-4391.
- [132] Geoffrey L Harding et al. «*Design and Properties of Quartz-Based Love Wave Acoustic Sensors Incorporating Silicon Dioxide and PMMA Guiding Layers*», *Smart Mater. Struct.* 6 (1997) 716–720.
- [133] Bernard Collet et al. «*Piezoelectric Love Waves on Rotated Y –cut mm² Substrates*», *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, vol. 53, no. 11, november 2006.

- [134] Konstantinos Mitsakakis et al. «*Integration of Microfluidics with a Love Wave Sensor for the Fabrication of a Multisample Analytical Microdevice*», JOURNAL OF MICROELECTROMECHANICAL SYSTEMS, VOL. 17, NO. 4, AUGUST 2008.
- [135] Chen-Tung Feng et al. «*PMMA/64° YX-LiNbO₃ Guided SH-SAW Based Immuno sensing System*», IEEE Sensors 2011.
- [136] Sheng-Yuan Chu et al. «*A Study of Love Wave Acoustic Sensors in ZnO/Quartz Structure*», Integrated Ferroelectrics, 2002, Vol. 44, pp. 91–100.
- [137] C. Zimmermann et al. «*A Love Wave Gas Sensor Coated with Functionalized Polysiloxane for Sensing Organophosphorus Compounds*», Sensors and Actuators B 76 (2001) 86–94.
- [138] Jonathan K. Kwan et al. «*High Sensitivity Love-Wave Humidity Sensors Using Glancing Angle Deposited Thin Films*», Sensors and Actuators B 173 (2012) 164–168.
- [139] F. Bender et al. «*Love-Wave Biosensors Using Cross-Linked Polymer Waveguides on LiTaO₃ Substrates*», ELECTRONICS LETTERS 14th September 2000 Vol. 36 No. 19.
- [140] Yolanda K. Jones et al. «*ATR-FTIR Spectroscopic Analysis of Sorption of Aqueous Analytes Into Polymer Coatings Used With Guided SH-SAW Sensors*», IEEE SENSORS JOURNAL, VOL. 5, NO. 6, DECEMBER 2005.
- [141] A. Tetelin et al. «*Guided SH-SAW Toluene Sensors with Mesoporous Silica Sensitive Coatings: Increased Sensitivity through Mesostructuration Control*», IEEE SENSORS 2010.
- [142] A. Tetelin et al. «*Guided SH-SAW Characterization of Elasticity Variations of Mesoporous TiO₂ Sensitive Films during Humidity Sorption*», IEEE SENSORS 2010.
- [143] S. Krishnamoorthy et al. «*Development of High Frequency ZnO/SiO₂/Si Love Mode Surface Acoustic Wave Devices*», Solid-State Electronics 50 (2006) 1113–1118.
- [144] Bernhard Jakoby et al. «*Properties of Love Waves: Applications in Sensors*», Smart Mater. Struct. 6 (1997) 668–679.
- [145] Laurent Fertier et al. «*Love Wave Immuno sensor for Antibody Recognition Using an Innovative Semicarbazide Surface Functionalization*», Sensors and Actuators B 140 (2009) 616–622.
- [146] Nicolas Moll et al. «*A Love Wave Immuno Sensor for Whole E. Coli Bacteria Detection Using an Innovative Two-Step Immobilisation Approach*», Biosensors and Bioelectronics 22 (2007) 2145–2150.

- [147] F. Fournel et al. «*Love Wave Biosensor for Real-Time Detection of Okadaic Acid as DSP Phycotoxin*», *Procedia Engineering* 5 (2010) 831–834.
- [148] Konstantinos Mitsakakis et al. «*Integration of Microfluidics with a Love Wave Sensor for the Fabrication of a Multi-Sample Analytical Micro-Device*», *JOURNAL OF MICROELECTROMECHANICAL SYSTEMS*, VOL. 17, NO. 4, AUGUST 2008.
- [149] Gregory Tortissier et al. «*MESOPOROUS THIN FILMS AS VERSATILE SENSITIVE MATRICES ON LOVE WAVE SENSORS FOR FAST SUB-PPM VAPOR DETECTION*», *Transducers 2009*, Denver, CO, USA, June 21-25, 2009.
- [150] T. Song et al. «*A WIRELESS LOVE WAVE BIOSENSOR PLATFORM FOR SIMULTANEOUS DETECTIONS OF TWO DIFFERENT BIOMOLECULES*», *Transducers'11*, Beijing, China, June 5-9, 2011.
- [151] Laurianne Blanc et al. «*Love Wave Characterization of the Shear Modulus Variations of Mesoporous Sensitive Films during Vapor Sorption*», *IEEE SENSORS JOURNAL*, VOL. 12, NO. 5, MAY 2012.
- [152] F. Moreira et al. «*PANI/ZnO/Quartz Structure for Love Wave Gas Sensor*», *Eur. Phys. J. Appl. Phys.* 47, 12702 (2009).
- [153] Wen Wang et al. «*Sensitivity Evaluation of a Love Wave Sensor with Multi-Guiding-Layer Structure for Biochemical Application*», *Sensors & Transducers Journal*, Vol. 96, Issue 9, September 2008, pp. 32-41.
- [154] Chih-Ming Lin et al. «*MICROMACHINED ALUMINUM NITRIDE ACOUSTIC RESONATORS WITH AN EPITAXIAL SILICON CARBIDE LAYER UTILIZING HIGH-ORDER LAMB WAVE MODES*», *MEMS 2012*, Paris, FRANCE, 29 January - 2 February 2012.
- [155] N. Tirole et al. «*LAMB WAVES PRESSURE SENSOR USING AN ACNISI STRUCTURE*», *1993 ULTRASONICS SYMPOSIUM*.
- [156] Hisanori Matsumoto et al. «*Multilayer Film Piezoelectric Lamb Wave Resonator for Several GHz Applications*», *IEEE International Frequency Control Symposium and Exposition*, 2006.
- [157] Chih-Ming Lin et al. «*Temperature-Compensated Aluminum Nitride Lamb Wave Resonators*», *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, vol. 57, no. 3, March 2010.
- [158] A. Choujaa et al. «*AlN/Silicon Lamb-Wave Micro-Sensors for Pressure and Gravimetric Measurements*», *Sensors and Actuators A* 46-47 (1995) 179–182.

- [159] Pablo Gómez et al. «*Lamb Waves and Dispersion Curves in Plates and its Applications in NDE Experiences Using Comsol Multiphysics*», Proceedings of the 2011 Comsol Conference, Stuttgart, Germany.
- [160] Kohji Toda, «*Lamb-Wave Delay Lines with Interdigital Electrodes*», J. Appl. Phys., Vol. 44, No.1, January 1973.
- [161] Seth S. Kessler et al. «*DAMAGE DETECTION IN COMPOSITE MATERIALS USING LAMB WAVE METHODS*», *Smart Mater. Struct.* 11 269, 2002.
- [162] Glen McHale, «*Generalized Concept of Shear Horizontal Acoustic Plate Mode and Love Wave Sensors*», *Meas. Sci. Technol.* 14 (2003) 1847–1853.
- [163] Reiner Dahint et al. «*A Concentration Dependent Study of Acoustic Plate Mode Immuno Sensor Response Using Antigen/Antibody Systems with Different Binding Ability*», *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, vol. 45, no. 5, September 1998.
- [164] R. Dahint et al. «*Acoustic Plate Mode Sensor for Immuno Chemical Reactions*», *Anal. Chem.* 1994, 66, 2888-2892.
- [165] Xin Wang et al. «*Numerical Study of the Effects of Film Properties to the Mass Sensitivity of Surface Acoustic Wave Sensors*», *IEEE International Frequency Control Symposium and Exposition*, 2005.
- [166] Mohamed M. EL Gowini et al. «*A Finite Element Model of a MEMS-Based Surface Acoustic Wave Hydrogen Sensor*», *Sensors* 2010, 10, 1232-1250.
- [167] Wiesław P. Jakubik, «*Surface Acoustic Wave-Based Gas Sensors*», *Thin Solid Films* 520 (2011) 986–993.
- [168] A. Ndieguene et al. «*Sensitivity Comparison between SAW and Lamb Acoustic Hydrogen Gas Sensors*», *IARIA*, August, Barcelona, Spain, 2013.
- [169] F. Afshar et al. «*Survey of the Theory and Experimental Measurements of Residual Stress in Pd Thin Film*», *JOURNAL OF APPLIED PHYSICS* 108, 093513 (2010).
- [170] James F. Shackelford et al. «*CRC Materials Science and Engineering Handbook, Third Edition*», CRC Press 2000.
- [171] Trang HOANG, «*Design and Realization of SAW Pressure Sensor Using Aluminum Nitride*», Thèse de Doctorat, Université JOSEPH FOURIER, Janvier 2009.
- [172] Wadell, Brian Charles, «*Transmission Line Design Handbook*», Norwood, Mass. : Artech House, 1991.

- [173] W. Richard Smith et al. «*Analysis of Interdigital Surface Acoustic Wave Transducers by Use of an Equivalent Circuit Model*», IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, Vol. MTT-17, NO. 11, November 1969.
- [174] I. Kerroum et al. «*Hydrogen Effect on Density and Young's Modulus of Thin Films in Acoustic Sensors*», Sensors and Actuators B 223 (2016) 520-526.
- [175] K. Yamanaka et al. «*Ball SAW Device for Hydrogen Gas Sensor*», IEEE Ultrasonics Symposium, 2003.
- [176] Ollivier TAMARIN, «*ETUDE DE CAPTEURS A ONDES DE LOVE POUR APPLICATIONS EN MILIEU LIQUIDE. CAS DE LA DETECTION DE BACTERIOPHAGES EN TEMPS REEL*», Thèse de Doctorat, Université Bordeaux 1, Décembre 2002.
- [177] B.A. Auld, «*Acoustic Fields and Waves in Solids – Volume I*», A Wiley-Interscience Publication 1973.
- [178] B.A. Auld, «*Acoustic Fields and Waves in Solids – Volume II*», A Wiley-Interscience Publication 1973.
- [179] D. Royer et al. «*Ondes Élastiques dans les Solides, Tome 1 : Propagation Libre et Guidée*», Ed. Masson, 1997.
- [180] «*SAW Gas Sensor*», Comsol Help.
- [181] Kirt R. Williams et al. «*Etch Rates for Micromachining Processing – Part II*», Journal of Micro Electro Mechanical Systems, Vol. 12, No. 6, December 2003.

Annexe A – Publications résultantes du projet de recherche

Tout au long du travail de recherche effectué dans le cadre de cette thèse, plusieurs contributions scientifiques et rapports techniques sont effectués. Dans ce qui suit la liste des contributions scientifiques et rapports techniques produits.

- **I. Kerroum**, M. Fall, A. Reinhardt and F. Domingue «Hydrogen Effect on Density and Young's Modulus of Thin Films in Acoustic Sensors», Sensors and Actuators B: Chemical, September 2015.
- A. Ndieguene, **I. Kerroum**, F. Domingue and A. Reinhardt «Empirical Model Dedicated to the Sensitivity Study of Acoustic Hydrogen Gas Sensors Using COMSOL», COMSOL Conference, Boston 2013.
- A. Ndieguene, **I. Kerroum**, F. Domingue and A. Reinhardt «Sensitivity Comparison Between Surface Acoustic Wave and Lamb Acoustic Wave Hydrogen Sensors», The Fourth International Conference on Sensor Device Technologies and Applications, SENSORDEVICES 2013, Barcelona, Spain, August 2013.
- **I. Kerroum** and F. Domingue «First Results of Surface Acoustic Wave Sensors and Future Vision of Gas Detection Devices for Safety Applications in Hydrogen Vehicles», MicroTech 2012, Santa Clara, CA, USA, June 2012.

- O. Bekkaoui, **I. Kerroum** and F. Domingue «Wireless Passive Hydrogen Gas Sensors», Canadian Conference on Electrical and Computer Engineering (CCECE2012), Montreal (QC), Canada, May 2012.
- **I. Kerroum**, H. El Matbouly and F. Domingue «Survey of Commercial Sensors and Emerging Miniaturized Technologies for Safety Applications in Hydrogen Vehicles», Sensors Applications Symposium (SAS2012), Brescia, Italy, February 2012.
- **I. Kerroum**, N. Boughanmi and F. Domingue «Sensors Market: Principle of operation, advantage, weakness and futures prospects», Industrial report for the company Ballard Power System, Mars 2011.
- **I. Kerroum**, N. Boughanmi and F. Domingue «Reliability and robustness of the hydrogen sensors: Test method and design of experiments (DOE)», Industrial report for the company Ballard Power System, July 2011.
- **I. Kerroum** and F. Domingue «Acoustic filters, fabrication process», Industrial report for the company Huawei, February 2012.
- **I. Kerroum** and F. Domingue «Acoustic filters characterization», Industrial report for the company Huawei, April 2012.
- **I. Kerroum** and F. Domingue «Survey of Commercial Hydrogen Sensors», H2CAN annual meeting, Niagara Falls (ON), Canada, June 2012.
- **I. Kerroum** and F. Domingue «Study of Acoustic Technologies for Hydrogen Detection and Sensing Mechanism in Thin Film», H2CAN annual meeting, Mont-Tremblant (QC), Canada, June 2013.

- Participation au concours d'affiche organisé à l'Université du Québec à Trois-Rivières, Mars 2011.
- Participation au concours d'affiche organisé à l'Université du Québec à Trois-Rivières, Mars 2013.
- Participation au concours des conférenciers organisé par Ingénierie Trois-Rivières (ITR), Mars 2012.

Annexe B – Rotation des matrices

Dans le but d'identifier la meilleure orientation cristalline pour le mode SH-SAW, une rotation complète des trois matrices de propriétés est effectuée sur les trois principaux axes. Cette rotation permet d'extraire les nouvelles propriétés dépendamment de l'angle de rotation. Un exemple du résultat de rotation des matrices de propriétés est représenté dans la Figure B.1 et la Figure B.2. L'exemple présenté considère une rotation des matrices de propriétés du Niobate de Lithium sur l'axe X.

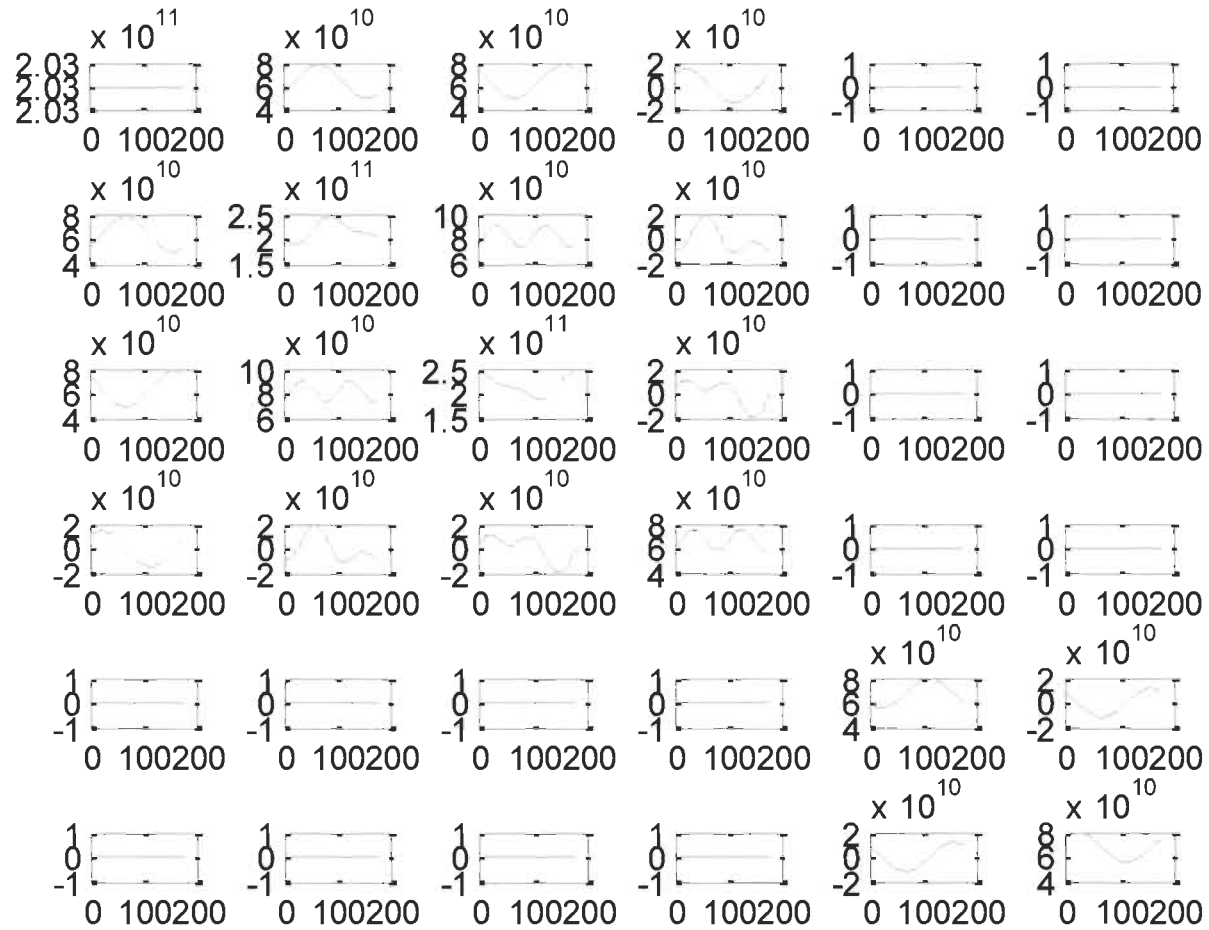
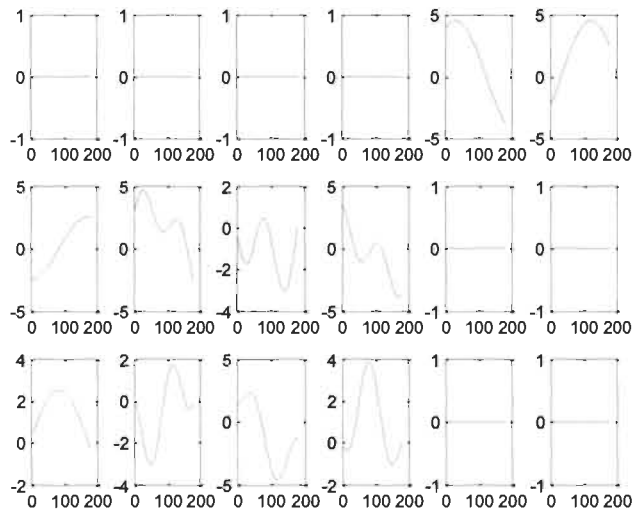
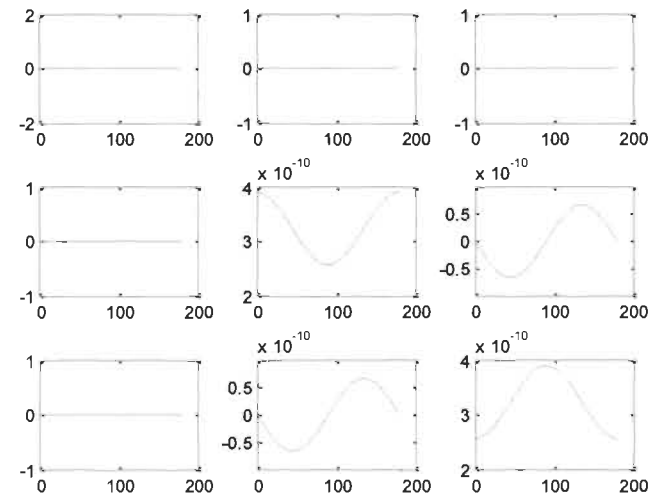


Figure B.1 Rotation de la matrice d'élasticité du Niobate de Lithium sur L'axe X.



(a)



(b)

Figure B.2 Rotation des matrices du Niobate de Lithium sur l'axe X. (a). Matrice de piézoélectricité, (b). Matrice de permittivité.

Annexe C – Matrices de base et nouvelles matrices

A. Matrices de base

a. Niobate de Lithium (LiNbO_3)

Matrice d'élasticité

.E¹⁰

20.3	5.3	7.5	0.9	0	0
5.3	20.3	7.5	-0.9	0	0
7.5	7.5	24.5	0	0	0
0.9	-0.9	0	6.0	0	0
0	0	0	0	6.0	0.9
0	0	0	0	0.9	7.5

Matrice de piézoélectricité

0	0	0	0	3.7	-2.5
-2.5	2.5	0	3.7	0	0
0.2	0.2	1.3	0	0	0

Matrice de permittivité

.E⁻¹¹

38.9	0	0
0	38.9	0
0	0	25.7

b. Tantallate de Lithium (LiTaO_3)

Matrice d'élasticité

$.E^{10}$

23.3	4.7	8.0	-1.1	0	0
4.7	23.3	8.0	1.1	0	0
8.0	8.0	27.5	0	0	0
-1.1	1.1	0	9.4	0	0
0	0	0	0	9.4	-1.1
0	0	0	0	-1.1	9.3

Matrice de piézoélectricité

0	0	0	0	2.6	-1.6
-1.6	1.6	0	2.6	0	0
0	0	1.9	0	0	0

Matrice de permittivité

 $.E^{-11}$

36.3	0	0
0	36.3	0
0	0	38.1

c. Quartz

Matrice d'élasticité

 $.E^{10}$

8.674	0.699	1.191	-1.791	0	0
0.699	8.674	1.191	1.791	0	0
1.191	1.191	10.72	0	0	0
-1.791	1.791	0	5.794	0	0
0	0	0	0	5.794	-1.791
0	0	0	0	-1.791	3.9875

Matrice de piézoélectricité

0.171	-0.171	0	-0.0436	0	0
0	0	0	0	0.0436	-0.171
0	0	0	0	0	0

Matrice de permittivité

.E⁻¹¹

4	0	0
0	4	0
0	0	4.1

B. Nouvelles matrices

a. Niobate de Lithium (LiNbO₃) «Rotation de 45° sur Y»

Matrice d'élasticité

.E¹⁰

20.05	7.30	20.05	0	20.05	0
7.30	20.30	7.30	0	7.30	0
20.05	7.30	20.05	0	20.05	0
0	0	0	7.65	0	7.65
20.05	7.30	20.05	0	20.05	0
0	0	0	7.65	0	7.65

Matrice de piézoélectricité

4.0305	-1.6263	4.0305	0	4.0305	0
0	0	0	0.8485	0	0.8485
4.0305	-1.6263	4.0305	0	4.0305	0

Matrice de permittivité

.E⁻¹¹

57.3	0	57.3
0	84.0	0
57.3	0	57.3

b. Tantalate de Lithium (LiTaO₃) «Rotation de 45° sur Y»

Matrice d'élasticité

.E¹⁰

27.20	5.25	27.20	0	27.20	0
5.25	23.30	5.25	0	5.25	0
27.20	5.25	27.20	0	27.20	0
0	0	0	8.25	0	8.25
27.20	5.25	27.20	0	27.20	0
0	0	0	8.25	0	8.25

Matrice de piézoélectricité

3.0759	-1.1314	3.0759	0	3.0759	0
0	0	0	0.7071	0	0.7071
3.0759	-1.1314	3.0759	0	3.0759	0

Matrice de permittivité

.E⁻¹¹

47.9	0	47.9
0	50.9	0
47.9	0	47.9

c. Quartz «Rotation de 5° sur X»

Matrice d'élasticité

.E¹⁰

8.674	0.392	1.498	-1.721	0	0
0.392	9.353	0.838	2.076	0	0
1.498	0.838	10.746	-0.134	0	0
-1.721	2.076	-0.134	5.441	0	0
0	0	0	0	6.091	-1.607
0	0	0	0	-1.607	3.690

Matrice de piézoélectricité

0.1710	-0.1773	0.0063	-0.0281	0	0
0	0	0	0	0.0581	-0.1659
0	0	0	0	-0.0051	0.0145

Matrice de permittivité

$\cdot E^{-11}$

45.2	0	0
0	45.2	0.1
0	0.1	46.8

Annexe D – Procédé de fabrication des capteurs à ondes de Love

Le présent annexe est consacré à la présentation du procédé de fabrication qui permet la réalisation des capteurs acoustiques à ondes de Love. La mise en place du procédé de fabrication vient suite à l'étude de sensibilité des différents modes acoustiques et qui a permis d'en arriver à la conclusion que les capteurs à ondes de Love présente la meilleure robustesse en milieux humides.

A. Réalisation technologique du capteur à ondes de Love «description du procédé de fabrication»

Afin d'aboutir au dispositif final souhaité, plusieurs étapes de microfabrication sont requises. Ces étapes peuvent être résumées en quatre parties fondamentales.

- Une étape primaire qui constitue à mettre en place notre matériau de base depuis le matériau brut.
- Par la suite, arrive une étape de microfabrication qui comporte plusieurs sous étapes (nettoyage, dépôt, photolithographie et gravure). Ces étapes réalisées autant de fois que nécessaire et dans un ordre bien précis forment le procédé de fabrication qui permet d'aboutir au dispositif final.
- La troisième étape consiste à découper le produit obtenu afin d'avoir en main le dispositif souhaité.
- Enfin, arrive une étape d'emballage et de test afin d'avoir sous la main le dispositif final prêt à être commercialisé.

Dans ce qui suit, les principales étapes du procédé de fabrication qui permettent d'aboutir au dispositif souhaité sont présentées. La toute première partie du procédé de fabrication consiste à mettre en place les motifs des IDTs, des PADs de caractérisation ainsi que la couche guidante qui permet le confinement de l'onde acoustique. Les étapes du procédé de fabrication sont résumées comme suit.

- 1- Nettoyage du substrat «acétone + IPA + eau déionisée» afin d'enlever toute éventuelle présence de résidu ou de poussière qui pourrait affecter le dispositif final (Figure D.1.a).
- 2- Dépôt de résine photosensible par tournette. Une fine couche de HMDS est déposée dans un premier temps afin d'améliorer l'adhésion de la résine (Figure D.1.b).
- 3- Exposition UV en utilisant l'aligneur de masques. Une étape de cuisson avant et après l'exposition est effectuée afin de durcir les parties de résine visées dans le but de faciliter le développement (Figure D.1.c).
- 4- Développement du substrat pour enlever les parties de résine non souhaitées «dans le cas d'une résine négative, les parties non exposées disparaissent lors du développement» (Figure D.1.d).
- 5- Nettoyage du substrat avec de l'eau.
- 6- Dépôt de métal des IDTs et des PADs par évaporation thermique en utilisant l'évaporateur. Pour certains matériaux une couche d'adhésion est déposée avant le dépôt de métal des IDTs afin d'améliorer l'adhésion, habituellement du chrome. Une autre couche d'anticorrosion est déposée après le métal des IDTs, habituellement de l'or. Le taux de dépôt dans ce cas varie en fonction de l'épaisseur

souhaitée, habituellement, le dépôt débute avec un taux faible pour une meilleure adhésion. Par la suite, le taux est augmenté afin de minimiser le temps de dépôt. Enfin, le taux est à nouveau minimisé dans la dernière partie du dépôt pour une meilleure uniformité de la couche déposée (Figure D.1.e).

7- Procédé de lift-off pour enlever les parties de résine restantes. Lors de la suppression de la résine, le métal déposé par-dessus ces régions disparaît automatiquement. Cela permet d'obtenir les motifs des IDTs et des PADs souhaités. (Figure D.1.f).

8- Nettoyage du substrat.

9- Dépôt de la couche guidante par voie chimique assistée par plasma «PECVD» (Figure D.1.g).

Dans le but de pouvoir caractériser le dispositif, une étape d'ouverture des pointes de contact est requise. Cette étape donne accès aux PADs des IDTs. Cette étape nécessite à son tour des sous étapes pour pouvoir accéder aux PADs. Les étapes requises sont résumées comme suit.

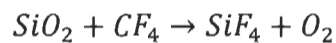
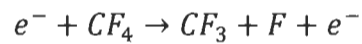
10- Dépôt d'une couche de résine photosensible par tournette (Figure D.1.h).

11- Exposition UV en utilisant l'aligneur de masques (Figure D.1.i).

12- Développement du substrat pour enlever les parties de résine non souhaitées «dans le cas d'une résine négative, les parties non exposées disparaissent lors du développement donnant ainsi accès aux parties de la couche guidante qui couvrent les PADs» (Figure D.1.j).

13- Nettoyage du substrat.

14- Gravure par voie sèche en utilisant la gravure physico-chimique qui utilise à la fois le bombardement ionique et la réaction chimique entre les molécules générées à partir d'un réactif et la surface du substrat «RIE : Reactive Ionic Etching». Les gaz typiques utilisés pour la gravure du SiO₂ sont des mélanges de C_xF_yH_z. Ex. CF₄ (Figure D.1.k). La réaction est comme suit.



15- Nettoyage de la résine restante (Figure D.1.l).

Enfin, et dans le but d'avoir en main notre capteur, une ultime étape de dépôt de la couche sensible à notre gaz cible est requise dont les étapes sont résumées comme suit.

16- Dépôt d'une couche de résine photosensible par tournette.

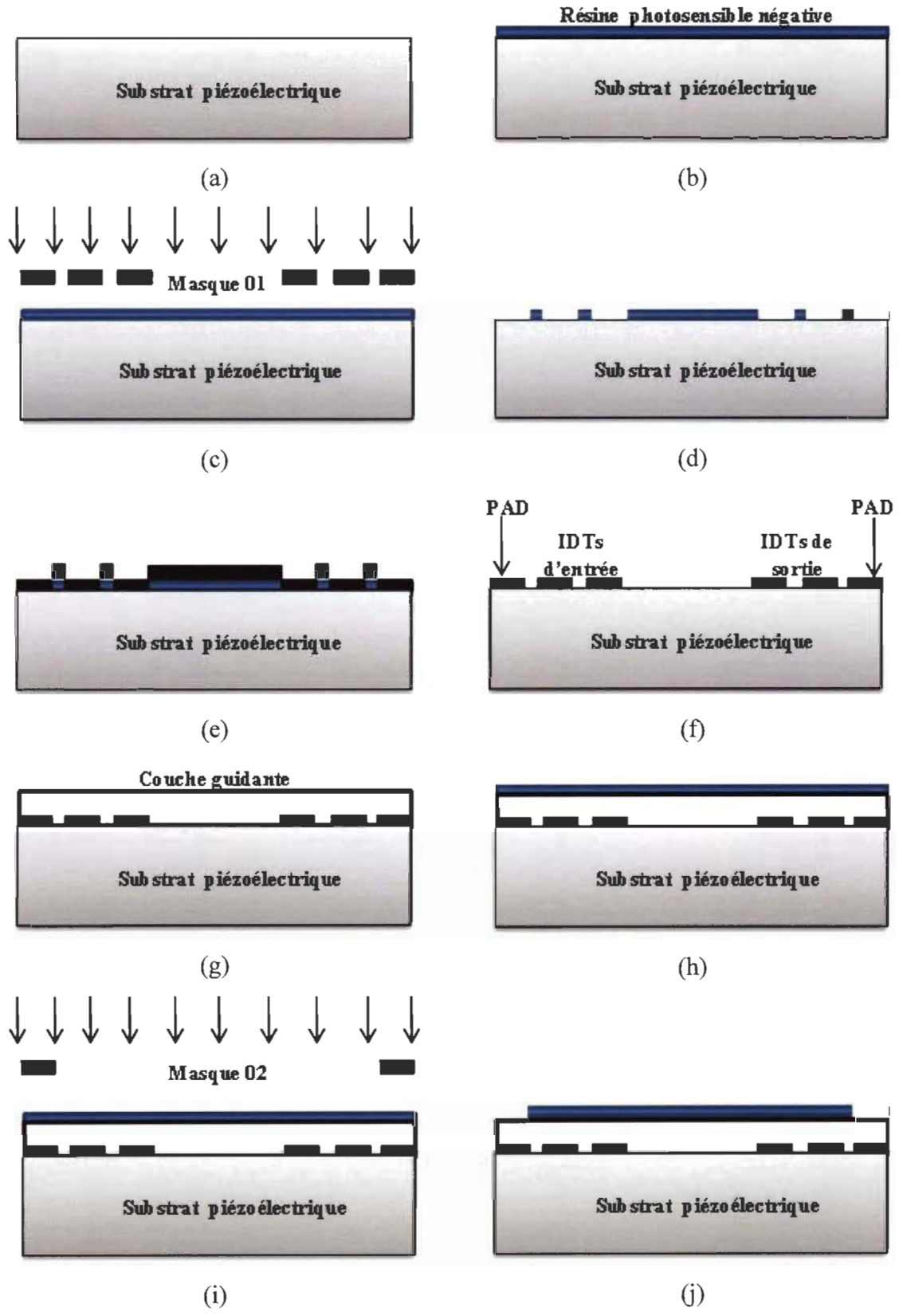
17- Exposition UV en utilisant l'aligneur de masques (Figure D.1.m).

18- Développement du substrat pour enlever les parties de résine non souhaitées «dans le cas d'une résine négative, les parties non exposées disparaissent lors du développement» (Figure D.1.n).

19- Dépôt de métal de la couche sélective par évaporation thermique en utilisant l'évaporateur (Figure D.1.o).

20- Procédé de lift-off pour enlever les parties de résine restantes. Lors de la suppression de la résine, le métal déposé par-dessus ces régions disparaît automatiquement. Cela permet d'obtenir notre couche sélective (Figure D.1.p).

21- Nettoyage final du substrat.



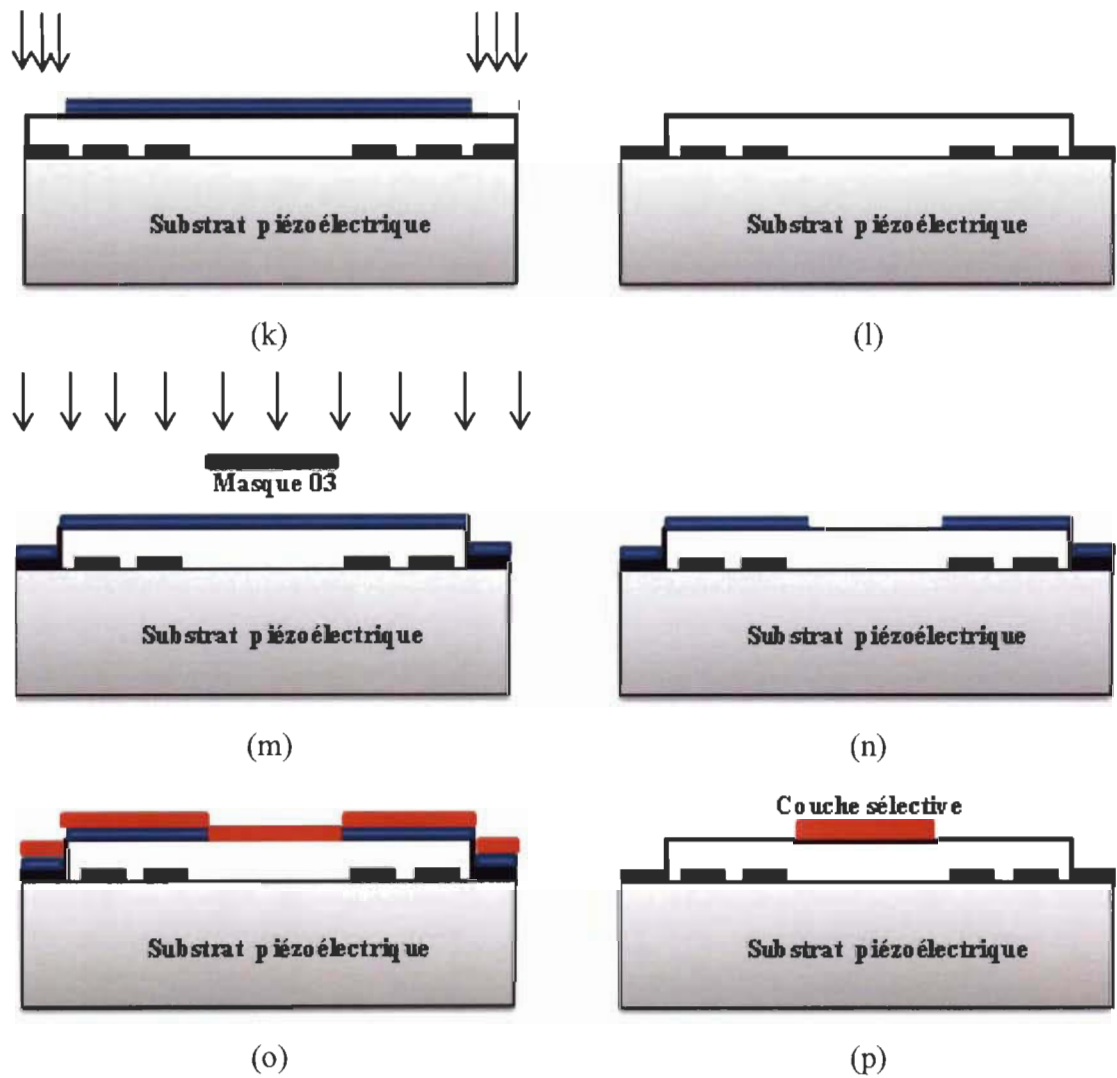


Figure D.1 Étapes de fabrication d'un capteur acoustique à ondes de Love.

Le Tableau D.1, le Tableau D.2 et le Tableau D.3 résument les principaux paramètres requis afin de pouvoir fabriquer le dispositif. Le résumé est divisé en trois parties.

- i- Une première partie qui permet d'aboutir aux motifs des IDTs.
- ii- Une deuxième partie qui permet le dépôt de la couche guidante.
- iii- Enfin, une troisième partie qui permet le dépôt de la couche sélective.

B. Paramètres de fabrication

Les paramètres requis pour l'étape de la photolithographie identiques pour les trois masques sont résumés dans le Tableau D.1, le Tableau D.2 et le Tableau D.3.

Tableau D.1 Paramètres de fabrication pour l'obtention des motifs des IDTs.

Étape	Équipement	Paramètres
Nettoyage	Banc humide	D.I – Acétone – IPA – D.I
Déshydratation	Plaque chauffante	150°C – 5min
Dépôt de HMDS	Tournette	15sec à 500rpm puis 30sec à 4000rpm
Dépôt de résine «N-LOF 2020»	Tournette	10sec à 500rpm puis 60sec à 2000rpm
Cuisson	Plaque chauffante de la tournette	100°C – 1min
Exposition UV «masque #01»	Aligneur de masques	68mj/cm ²
Cuisson	Plaque chauffante de la tournette	100°C – 1min
Développement «MF-CD-26»	Paillasse Litho	150sec
Dépôt du métal des IDTs «110nm»	Évaporateur	Pression «5e ⁻⁶ Torr» Taux «0.5-1.5A°/s»
Lift-off «Kwik Strip»	Banc humide	4h «vitesse de rotation : 150rpm (2h) – 200rpm (2h)»
Nettoyage	Banc humide	D.I – Acétone – IPA – D.I

Tableau D.2 Paramètres de fabrication pour le dépôt de la couche guidante et l'ouverture des accès.

Étape	Équipement	Paramètres
Dépôt de la couche guidante	PECVD	Puissance RF à 13.56MHz «10W» Pression «800mTorr» Température «300°C» Gaz «2% SiH ₄ / Ar (500sccm); N ₂ O (1410sccm)» [181]
Dépôt HMDS	Tournette	15sec à 500rpm puis 30sec à 4000rpm
Dépôt de résine «N-LOF 2020»	Tournette	10sec à 500rpm puis 60sec à 2000rpm
Cuisson	Plaque chauffante de la tournette	100°C – 1min
Exposition UV «masque #02»	Aligneur de masque	68mj/cm ²
Cuisson	Plaque chauffante de la tournette	100°C – 1min
Développement «MF-CD- 26»	Paillasse Litho	150sec
Gravure	Gravure RIE	Pression «0.1Torr» Gaz «mélange C _x F _y H _z . Ex. CF ₄ » [181]
Nettoyage	Banc humide	D.I – Acétone – IPA – D.I

Tableau D.3 Paramètres de fabrication pour le dépôt de la couche sélective.

Étape	Équipement	Paramètres
Dépôt de HMDS	Tournette	15sec à 500rpm puis 30sec à 4000rpm
Dépôt de résine «N-LOF 2020»	Tournette	10sec à 500rpm puis 60sec à 2000rpm
Cuisson	Plaque chauffante de la tournette	100°C – 1min
Exposition UV «masque #03»	Aligneur de masque	68mj/cm ²
Cuisson	Plaque chauffante de la tournette	100°C – 1min
Développement «MF-CD-26»	Paillasse Litho	150sec
Dépôt du métal de la couche sélective «100nm»	Évaporateur	Pression «5e ⁻⁶ Torr» Taux «0.8A°/s»
Lift-off «Kwik Strip»	Banc humide	4h «vitesse de rotation : 150rpm (2h) – 200rpm (2h)»
Nettoyage	Banc humide	D.I – Acétone – IPA – D.I

Annexe E – Fabrication et caractérisation des dispositifs acoustiques



Figure E.1 Fabrication des dispositifs acoustiques.



Figure E.2 Caractérisation des dispositifs acoustiques.

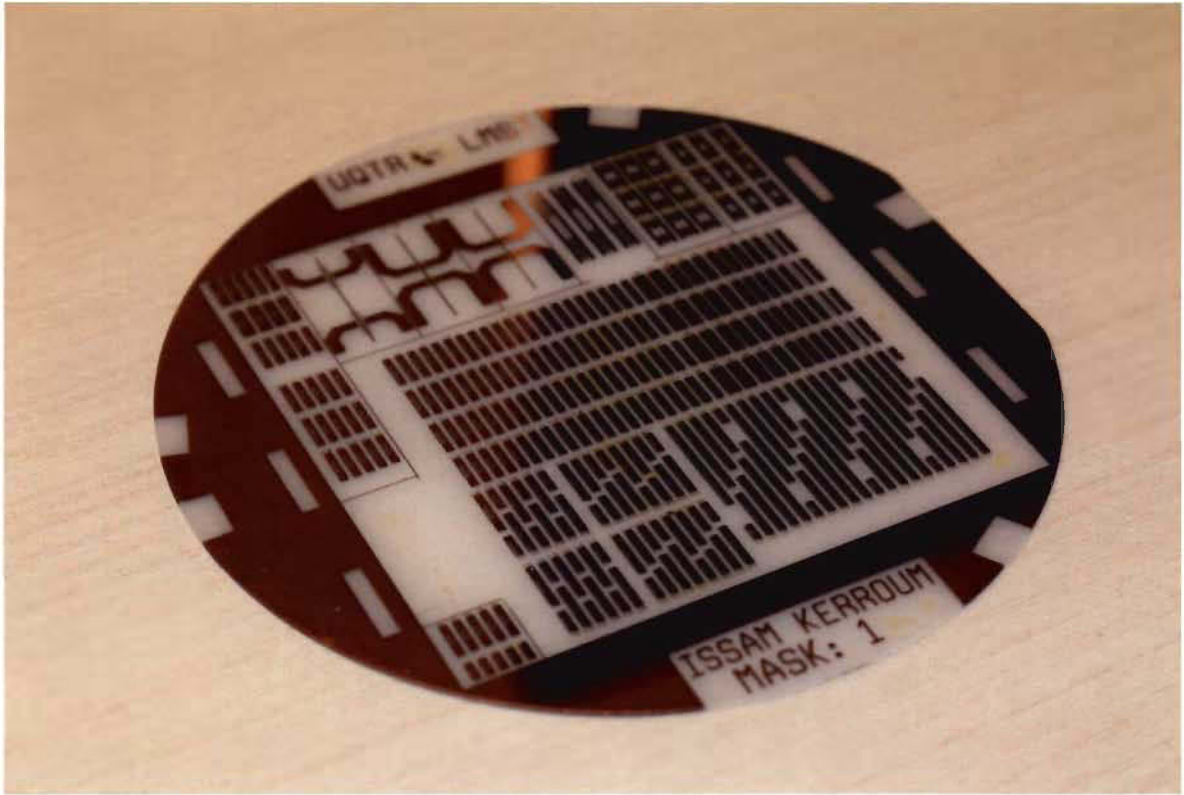


Figure E.3 Photographie d'un substrat fabriqué.