



**HAL**  
open science

## Technologie des Microcapteurs de gaz

Philippe Menini

► **To cite this version:**

Philippe Menini. Technologie des Microcapteurs de gaz. Capteurs Chimiques Biocapteurs et Biopuces, pp.165-195, 2012, 978-2-7462-3832-9. <hal-02072334>

**HAL Id: hal-02072334**

**<https://laas.hal.science/hal-02072334v1>**

Submitted on 19 Mar 2019

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

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



HAL Authorization

# Technologie des micro-capteurs de Gaz

Philippe MENINI

## 1. Introduction

Aujourd'hui, nous pouvons trouver dans la littérature et dans le commerce divers équipements de détection de gaz qui utilisent des capteurs électrochimiques, des capteurs à base d'oxydes métalliques de type résistif, des capteurs catalytiques ou encore piézoélectriques ....

L'intérêt croissant pour ces capteurs aussi bien dans le domaine de la recherche qu'en industrie provient de plusieurs raisons. Nous pouvons citer entre autre, des coûts de fabrication avantageux favorisés par le développement des technologies de la microélectronique ; ce qui permet de réduire la taille des composants et donc de réaliser un grand nombre de capteurs sur une même plaquette de silicium. Par ailleurs, avec l'émergence des microsystèmes (début des années 80), nous assistons de plus en plus au développement de dispositifs miniatures, portables, « intelligents », intégrant le (ou les) capteurs, son alimentation, l'électronique de traitement et bien d'autres éléments ; on parle alors de nez électroniques intégrés.

La fabrication de ces dispositifs associe les technologies standards de la microélectronique mais également de nouvelles techniques d'élaboration et d'intégration de nouveaux matériaux souvent nanostructurés, ou encore de nouveaux procédés de micro-usinage ou d'assemblage. Tout ceci devrait permettre de répondre aux besoins du marché tels qu'un faible coût de fabrication, une consommation énergétique la plus basse possible, une bonne stabilité, reproductibilité et fiabilité du dispositif, et enfin une portabilité élevée. Déjà en 2005, plus de 70% des détecteurs de gaz sont portables avec une progression constante de ce taux d'année en année (76% aujourd'hui).

Parmi les capteurs développés à ce jour, les capteurs de gaz semi-conducteurs répondent le mieux encore aujourd'hui à ces besoins avec un coût de fabrication modéré (d'autant plus faible que le nombre fabriqué sera grand) ; ils sont en effet non seulement très bien adaptés aux techniques de la microélectronique mais intègrent également une grande diversité de matériaux tels que les oxydes métalliques, les polymères semiconducteurs et autres composites. Les premiers capteurs de gaz à base d'oxydes métalliques commercialisés ont été développés par Seiyama et Taguchi dans les années 60. Ils utilisaient le ZnO puis le SnO<sub>2</sub> comme matériaux sensibles pour la détection des gaz de pétrole liquéfiés (LPG : liquid petroleum gases). Depuis, de nombreux travaux de recherches ont été réalisés et le sont encore à ce jour pour améliorer leurs performances, toujours perfectibles notamment en termes de stabilité, de reproductibilité et surtout de sélectivité.

Au milieu des années 2000, les « Grand défis de la recherche » selon le forum international MNT Gas Sensor Forum (Déc.2006) étaient les suivants :

- La caractérisation de COV à l'intérieur et la qualité de l'air de l'habitacle automobile.
- l'identification des gaz expirés pour l'analyse médicale (mesure des variations anormales des marqueurs gazeux de maladies).
- **L'amélioration de la sélectivité et de la stabilité pour les capteurs de gaz semi-conducteurs**
- Une méthodologie d'optimisation combinatoire des matériaux de détection.
- Des **MEMS intégrés en utilisant des réseaux de capteurs** (combinaison des optima de détection).

Dans ce chapitre, nous aborderons deux grandes parties :

- L'évolution technologique des capteurs à oxydes métalliques
- Le développement d'une nouvelle génération de capteur de gaz communicant sans fil toutes deux répondant à ces grands défis toujours d'actualité.

## 2. La technologie des capteurs de gaz à oxydes métalliques

### 2.1. Rappel du principe de fonctionnement

Dans les capteurs de gaz à semiconducteurs, l'information chimique est traduite à travers la structure électronique du matériau et de ses surfaces en des caractéristiques électriques mesurables, comme le changement de conductivité. En effet, pour qu'elles soient mesurables, les interactions, essentiellement de type chimisorption, sont principalement des réactions d'oxydo-réduction qui font intervenir des échanges d'électrons entre le gaz et le matériau sensible.

Les principaux facteurs agissant sur la détection d'espèces gazeuses sur une couche dite sensible sont la température de la surface, les concentrations de  $O_2$  et  $H_2O$  (relatif au nombre de molécules en contact avec la surface) et le flux gazeux en surface (relatif au nombre de collisions gaz/surface). L'existence d'une espèce oxygénée en surface de la couche sensible dépend fortement de l'énergie fournie c'est-à-dire de la température de fonctionnement du capteur et de ces variations. **En d'autres termes, la sensibilité au gaz est fonction de l'état de surface d'une part et de la température de la couche sensible d'autre part.**

Enfin, la morphologie du matériau joue un rôle très important sur la transduction globale ; elle définit la surface spécifique et les propriétés de transport à l'intérieur du matériau. En effet, la sensibilité et la sélectivité aux gaz dépendent de la structure du matériau sensible, qu'il soit compact, poreux ou encore nanostructurés.

### 2.2. Structures Existantes

Comme nous l'avons vu, pour favoriser les phénomènes d'adsorption et les échanges d'électrons entre le gaz et le matériau sensible (oxyde métallique), il est nécessaire de chauffer la surface à des températures élevées (entre 300 et 500°C). Les capteurs de gaz à base d'oxydes métalliques sont donc composés de :

- Une couche sensible, constituant la partie qui va interagir avec l'ambiance gazeuse.
- Des électrodes pour la mesure électrique de cette couche sensible.
- Une partie chauffante pour amener la couche sensible en température. Cette partie doit bien entendu être isolée électriquement des électrodes de mesure.

Le schéma fonctionnel du capteur est rappelé sur la figure 1. Seulement quatre éléments technologiques sont nécessaires : les trois parties décrites, plus une couche isolante.

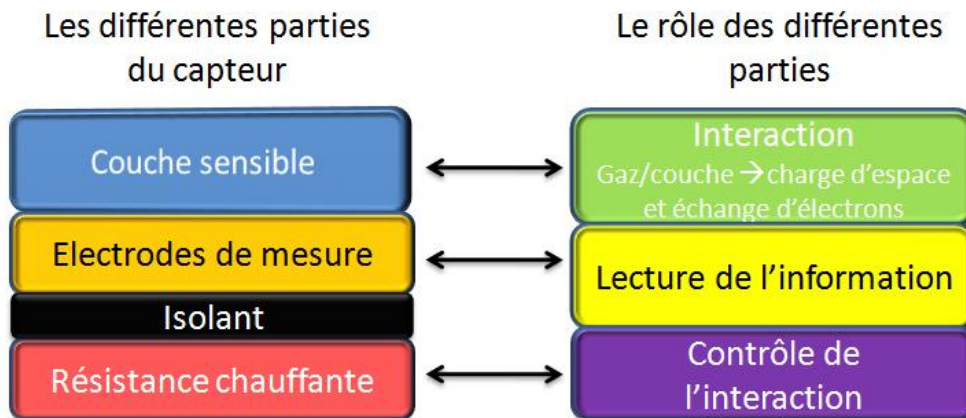


Figure 1 : Schéma fonctionnel d'un capteur de gaz semi-conducteur

Ce schéma traduit la simplicité du concept de ces systèmes et donc leur caractéristique « bas coût ».

Il est à noter que l'ensemble résistance chauffante/électrodes de mesure est appelé plateforme chauffante (« microhotplate » dans la littérature).

#### 2.2.1. Electrodes

Les électrodes permettent d'établir un contact électrique avec la couche sensible afin de mesurer sa conductivité (ou sa résistivité). Elles permettent la conduction des charges du matériau vers le circuit qui récupère le signal. Les électrodes sont dites optimales si elles établissent un bon contact ohmique avec la couche sensible et si elles favorisent le transfert du maximum de charges du matériau vers le circuit. Les paramètres qui entrent en jeu dans leur conception sont la géométrie et le matériau utilisé compte tenu du fait qu'elles doivent supporter les hautes températures.

### *A. Matériau pour les électrodes*

Les matériaux recherchés doivent être de bons conducteurs et rester stables au cours du temps et surtout en fonction de la température de fonctionnement très élevée. L'optimisation du contact électrode/couche sensible au niveau de la réponse (en termes de résistance, capacité, ...) entraîne l'utilisation de contacts purement métalliques. Les choix se portent sur des métaux comme l'Aluminium (Al, simple), l'Or (Au, noble), le Platine (Pt, noble), le Tungstène (W, réfractaire), le Tantale (Ta, noble) ou le Chrome (Cr, noble). Ces électrodes peuvent être une superposition de ces matériaux pour obtenir les caractéristiques visées.

Il a été démontré que les électrodes en Platine étaient les mieux adaptées pour un capteur de gaz avec une couche en SnO<sub>2</sub>, ce qui en fait le matériau le plus utilisé de nos jours. En effet, généralement associé à une « couche d'accroche » en Titane, le Platine voit ses caractéristiques très stables en températures et dans le temps (il ne s'oxyde pas en dessous de 650°C). Il permet également de jouer un effet catalyseur pour certains gaz comme le CO. En revanche, pour la détection de gaz oxydants, il a été montré que l'ajout d'une couche d'or améliorerait les performances.

### *B. Géométrie des électrodes*

La géométrie des électrodes détermine les lignes de courant (les chemins possibles pour les porteurs) dans le matériau. Les paramètres de conception sont la surface, la forme, l'espacement inter-électrode et la position. A partir des études existantes sur la simulation numérique de la forme et de la position des électrodes sur la réponse d'un capteur de gaz, nous constatons que la géométrie des électrodes a une influence sur la sensibilité et la sélectivité du capteur. Un mauvais choix d'électrodes peut aboutir à un mauvais capteur même si le matériau sensible est bien adapté. De même, plus la surface de contact électrode/couche sensible est grande, plus la résistance mesurée est faible (ce qui est intéressant pour les matériaux à forte résistivité).

Il existe plusieurs géométries adaptées pour des mesures à deux électrodes (mesure en deux points parallèles, perpendiculaires, contacts interdigités, ...), des mesures quatre points, les lignes à transmission ou encore le micro contact. Il existe dans la littérature des systèmes plus complexes multi-électrodes, de différentes tailles, formes et espacements. Il est alors possible de relever plus d'informations en comparaison avec les configurations précédentes. Un capteur à électrodes multiples est un système équivalent à un multi-capteur.

### *C. Eléments Chauffants*

L'élément chauffant est d'une grande importance pour nos capteurs. Il va permettre de porter la couche sensible à des très hautes températures (500°C, 600°C) ce qui, suivant la nature de la couche et du gaz à détecter, permettra la réaction optimale entre le gaz et la surface. Là encore, le choix du matériau est primordial pour supporter ces températures sans être dégradé.

#### Matériau utilisé

Les principales caractéristiques de la conception de la résistance chauffante sont tout d'abord la possibilité de monter à des températures suffisamment hautes pour l'adsorption des molécules mais aussi leur désorption pour rendre le capteur réversible. Plus la plage de température sera élevée et plus le nombre d'espèces adsorbées et désorbées sera important. La température maximale de chauffage dépend beaucoup du matériau utilisé.

Les capteurs commerciaux ont pour la plupart des résistances chauffantes en polysilicium ou en platine. Le polysilicium est facile à intégrer, avec une valeur de résistance ajustable par dopage, mais ses propriétés dérivent dans le temps. Sa valeur de résistance se modifie petit à petit et la température fournie par l'élément chauffant diffère avec le temps. Pour le faire fonctionner dans des conditions de températures identiques, il faut alors compenser ces défauts par un étalonnage régulier ou encore faire une régulation en puissance, ce qui accélère dans les deux cas le vieillissement de la résistance chauffante. Par ailleurs, les capteurs en polysilicium ont une température limite de fonctionnement de 450°C. L'utilisation de métaux comme le platine (ou Mo, Ti, Cr, TiN, ...) permet d'atteindre des températures beaucoup plus élevées (600°C ou plus) et offre une meilleure stabilité des performances (moins de dérive dans le temps).

#### Géométrie utilisée

L'homogénéité de la température est très importante. En effet il est préférable que la couche sensible soit chauffée uniformément. Les points chauds sont à éviter afin d'uniformiser les réactions de surface. Des écarts de température importants donnent la possibilité d'avoir beaucoup d'espèces différentes tout le long de la surface et, de plus, d'augmenter la possibilité de réactions différentes. Par ailleurs, un fort gradient de température sur la couche sensible peut engendrer des instabilités voire des dérives non contrôlées au cours du temps (oxydations partielles du matériau). Classiquement, les formes utilisées sont soit des plaques rectangulaires de polysilicium

qui procurent une très bonne homogénéité de température, soit un serpentin de platine. En pratique, ces structures chauffantes peuvent être très variées :

- Résistance chauffante enrobée de matériau sensible (1<sup>ers</sup> capteurs Figaro)
- Résistance métallique sur substrat isolant (alumine, verre,...)
- Résistance intégrée sur membrane fermée
- Résistance intégrée sur plateforme suspendue
- Plateforme sur substrat suspendu

#### D. Couche Sensibles

S'il existe plusieurs types de matériaux pour la détection de gaz (polymères, semiconducteurs élémentaires, organiques, ...), les oxydes métalliques sont à l'heure actuelle ceux qui font l'objet de plus d'attention car ce sont le plus souvent des matériaux ioniques permettant une grande sensibilité gazeuse. Par ailleurs, grâce aux nouvelles techniques de synthèse, il est possible d'obtenir un bon contrôle géométrique et structural (nanostructuré) avec une grande porosité, ce qui permet d'avoir une grande surface d'échange avec le gaz.

Les oxydes métalliques peuvent être obtenus sous forme de poudres, de films fins ou épais, de grains, de nanoparticules, ....

Deux approches sont utilisées pour les méthodes de synthèse:

- Les méthodes dites « top-down » : des méthodes physiques (érosion mécanique, électrique ou thermique, ...) sont appliquées sur un solide massif pour le diviser.
- Les méthodes « bottom-up » : au contraire, cette méthode consiste à condenser des atomes, ions ou molécules (en phase gazeuse ou en phase liquide).

L'oxyde métallique peut être synthétisé puis déposé sur le capteur ou fabriqué pendant son dépôt (dépôt chimique). Les principales techniques de synthèse sont rappelées sur le schéma de la figure 2.

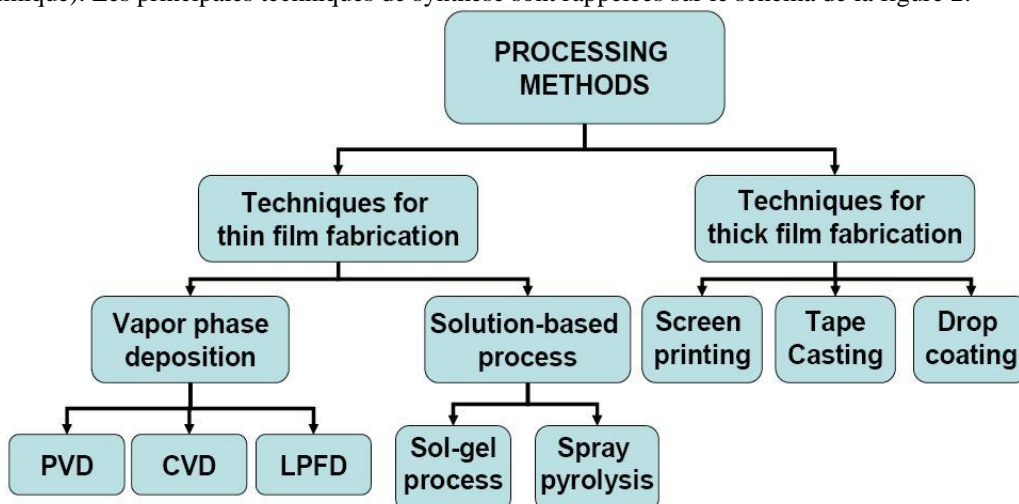


Figure 2 : Les principales techniques pour fabriquer des couches minces ou épaisses.

Les différentes techniques de dépôts (associées aux méthodes de synthèse) sont rappelées ici :

- Collage (slurry deposition)
- Screen-printing
- Drop deposition
- Dip coating
- Spray deposition
- Chemical Vapor Deposition (CVD)
- Thermal CVD
- Plasma activated CVD
- Laser induced CVD
- Electroless plating
- Physical Vapor Deposition (PVD)
- Sputtering
- Evaporation

Le choix de la méthode de synthèse et de la technique de dépôt définit la morphologie du matériau et ses propriétés de détection.

Aujourd'hui, et ce depuis quelques années, les méthodes « bottom-up » sont les plus utilisées en recherche notamment pour réaliser des matériaux nanostructurés (nanoparticules, nanobâtonnets, nanofils) pour obtenir des couches sensibles à forte surface effective.

### 2.3. Les différentes approches technologiques

#### 2.3.1. Les plateformes chauffantes sur substrat massif

Il est donc possible de trouver dans la littérature des plateformes sur substrat massif en alumine, en verre, en saphir, en arséniure de gallium GaAs et plus récemment en polymères.

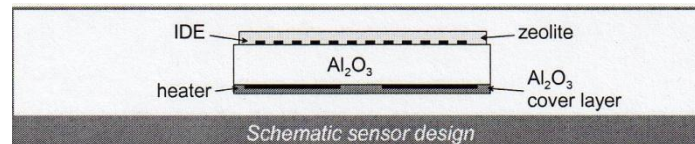


Figure 1 : schéma de principe d'une plateforme chauffante à base de substrat massif d'alumine

La résistance chauffante peut être soit en face arrière du substrat, soit isolée en face avant ou « enterrée » comme le montre la fig.4 qui représente une structure en polyimide avec des métallisations en platine. Cette structure « souple » permet d'atteindre la température de 325°C pour une puissance consommée de 130mW.

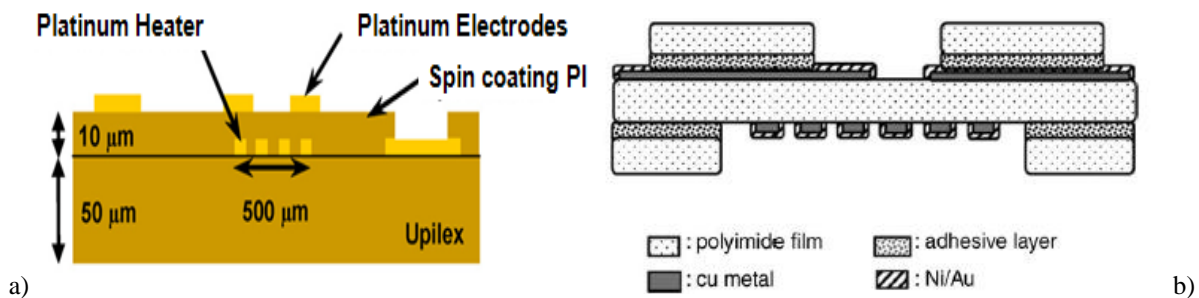


Figure 4 : Plateforme sur substrat : a) métallisations sur une face du substrat; b) sur substrat aminci

La fig. 4b) est un exemple de plateforme sur substrat aminci avec la résistance chauffante en face arrière. En revanche, ce système n'est conçu que pour un fonctionnement à basse température (autour de 100°C environ avec 80mW).

Il est clair que le choix des matériaux est capital pour réaliser cette plateforme chauffante. Même si la température maximale atteinte par les structures précédentes en polymère est convenable (350°C), elle reste insuffisante pour beaucoup d'applications ainsi que pour la désorption de certaines molécules fixées à la surface de la couche sensible.

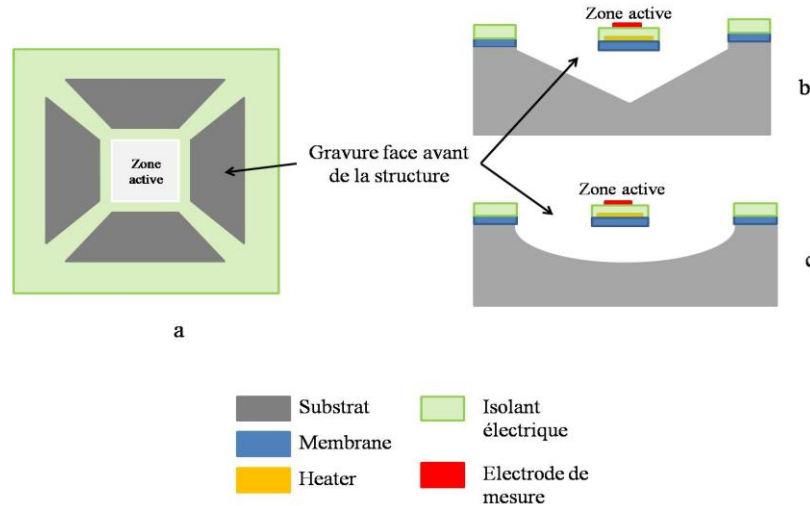
Il existe aujourd'hui des dispositifs commercialisés basés sur la structure à substrat massif sur céramique (alumine). Nous pouvons citer par exemple les capteurs de la série SP développés par la société FIS Inc. Ces plateformes atteignent 400°C (température typique de fonctionnement) pour une puissance consommée de l'ordre de 400mW. Cette consommation peut être améliorée par la réalisation d'une structure multicouche avec des matériaux spécifiques. C'est notamment le cas du capteur de monoxyde de carbone (CO) réalisé récemment par la société Figaro constitué d'un substrat en alumine, d'un heater (en RuO<sub>2</sub>) isolé thermiquement par du verre. La puissance consommée est alors réduite par un facteur deux en mode continu.

#### 2.3.2. Les plateformes chauffantes sur membrane

Construit sur le même principe que les plateformes précédentes, la plateforme sur membrane a pour principal but de réduire la puissance consommée tout en minimisant l'inertie thermique. Cet objectif est favorisé par le développement de la microélectronique qui permet la miniaturisation et l'intégration de dispositifs. Elle est basée sur la technologie silicium et comporte de façon générale, un substrat en silicium sur lequel repose successivement une membrane, l'élément chauffant et les connexions électriques. Dans cette section, nous citerons d'abord les différentes structures existantes ; ensuite nous synthétiserons les techniques de réalisations ainsi que les matériaux utilisés.

Deux principaux types d'architectures sont à distinguer :

- ❖ **les structures suspendues** dites compatibles à la technologie CMOS, car la libération de la structure s'effectue par la face avant du substrat. La zone active du capteur est alors réduite à une petite surface suspendue au substrat par des bras de suspension comme le montre la fig.5. D'un point de vue purement thermique, elle est préférée à la structure fermée puisqu'elle permet une bien meilleure isolation (moins de pertes thermiques par conduction vers le substrat) et donc une consommation en puissance minimisée. Un autre avantage de cette plateforme réside dans sa fabrication (rapidité et coût). En effet, l'ensemble des procédés de fabrication se déroule sur la face avant, les alignements de masque se font sur une face contrairement aux plateformes fermées qui nécessitent un alignement double face.



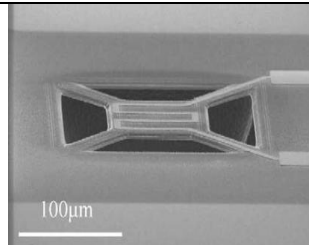
**Figure 5 : Plateforme suspendue a) vue face avant ; b et c deux exemples de gravure**

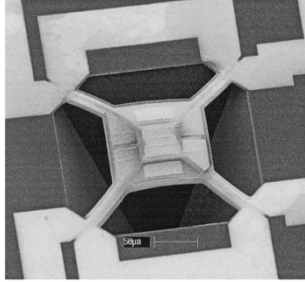
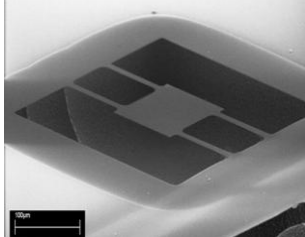
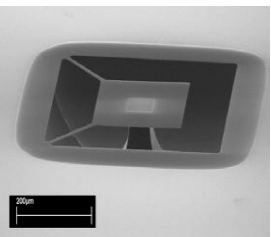
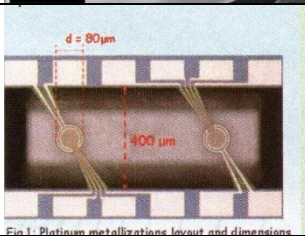
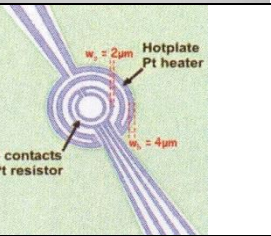
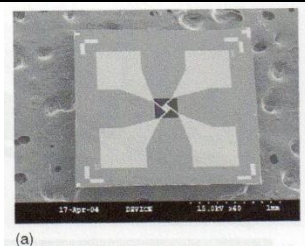
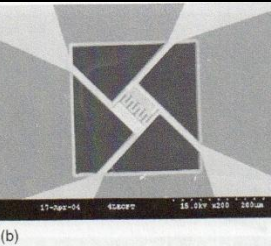
Le tableau suivant **Tableau** énumère quelques principaux dispositifs réalisés dans les laboratoires de recherche (aucune de ces structures n'est commercialisée à ce jour). Comme nous pouvons le voir, il est possible d'atteindre les températures classiques de fonctionnement pour une puissance consommée relativement basse suivant les matériaux et géométries utilisés.

Malgré ces performances thermiques très intéressantes, nous pouvons être perplexes quant à la stabilité mécanique du dispositif à haute température surtout si l'on travaille à température variable (mode pulsé) et si l'on doit intégrer des matériaux fortement contraints (couche sensible) en plus des diverses couches qu'intègre la plateforme (la membrane, l'élément chauffant et les connexions électriques). La principale limitation de toutes ces structures est leur fragilité mécanique liée aux déformations en température. Ces déformations peuvent être importantes et générer, outre les problèmes de rendement de fabrication et de rupture totale, des contraintes de cisaillement et de torsion au niveau de la couche sensible entraînant des fissures voire son décollement. A ce titre, la couche sensible doit nécessairement être mince (pas de couche épaisse) pour limiter ces contraintes.

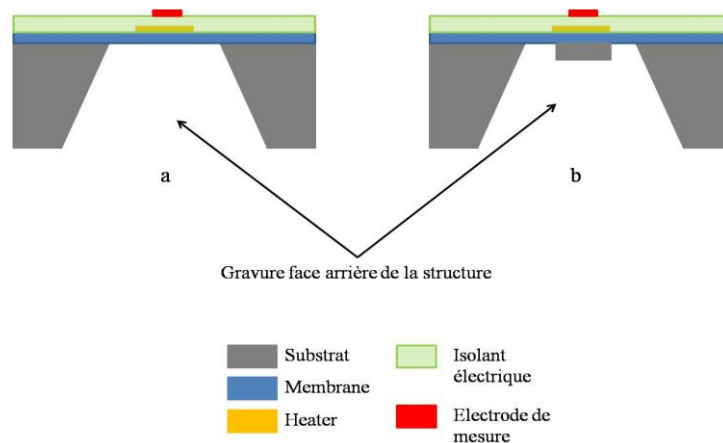
Le constat est aujourd'hui sans équivoque : la plupart de ces plateformes suspendues ont été développées au début des années 2000 et ne sont toujours pas aujourd'hui transférées vers l'industrie. En effet, ce manque de robustesse n'autorise pas l'industrialisation de ce type de plateformes chauffantes et donc de capteur, surtout s'il doit fonctionner à température variable.

**Tableau 1 : Quelques exemples de plateformes suspendues**

Plateformes suspendues	Matériaux et performances
	Structure suspendue par 4 bras de suspension <ul style="list-style-type: none"> <li>• Substrat Si</li> <li>• Membrane Si poreux 4µm + SiO<sub>2</sub> TEOS</li> <li>• Heater Ti/Pt ou polysilicium</li> </ul> Environ 15mW pour atteindre 300°C

		<p>Structure suspendue par 4 bras de suspension</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Substrat Si</li> <li>• Membrane SiO<sub>2</sub> thermique</li> <li>• Heater polysilicium</li> <li>• Double couche d'isolation SiO<sub>2</sub></li> <li>• Electrodes de mesure multicouches (Titane-Tungstène-Or)</li> </ul> <p>Environ 12mW nécessaire pour atteindre 300°C</p>
		<p>Structures bicouches SiO<sub>2</sub>/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> suspendues à 2 et 4 bras de 100µm x 25µm ; épaisseur 1µm. utilisées comme base pour microhotplate.</p>
		<p>Structure (SiO<sub>2</sub>/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) circulaire de 80µm de diamètre suspendue par 2 bras Heater en platine 400°C – 10 mW</p>
		<p>Structure suspendue de 85µm de côté et 10µm d'épaisseur. 350°C avec 220mW. La structure à 4µm d'épaisseur fait chuter la consommation à 61mW à 350°C.</p>

❖ **les structures dites fermées** présentées sur la fig. 6. Elles consistent en une ouverture de la face arrière du substrat afin de ne laisser qu'une fine membrane servant de support mécanique. L'homogénéité de cette distribution de la température sur la surface active peut être améliorée (au détriment de la puissance consommée) en laissant pendant la gravure un îlot conducteur thermique (en silicium par exemple) sous la zone active comme référencé à la fig. 6b). Les travaux effectués en laboratoire ont montré qu'il était possible d'augmenter l'homogénéité de température d'un facteur quatre avec une puissance consommée multipliée par deux (pour T=300°C, P= 75mW pour la structure a) et P=140mW pour la structure b)).



**Figure 6 : Plateforme fermée : a) sans îlot de silicium b) avec îlot de silicium**

Certains capteurs commerciaux ont une structure comparable à celle de la fig.6a) (sans îlot). Nous pouvons citer les capteurs MICS de la société E2V Sensors. Ces dispositifs, basés sur la technologie Silicium, disposent d'une résistance chauffante soit en polysilicium, soit en platine. Ils nécessitent une puissance de consommation moyenne de 50 à 80mW pour atteindre une température d'environ 350-400°C.

#### **2.4. Les améliorations technologiques de la plateforme chauffante**

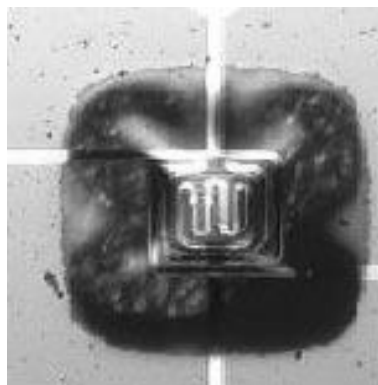
Pour que ces plateformes chauffantes soient capables de monter bien plus haut en température (pour faciliter et accélérer la désorption) tout en conservant une puissance nécessaire similaire minimale (<100mW), un temps de réponse minimal (<30ms) et enfin avec des déformations de membranes les plus faibles possibles, plusieurs voies d'optimisation ont été explorées en recherche notamment au LAAS-CNRS, sur la technologie la plus robuste à base de membrane fermée.

##### *2.4.1. Membrane : support mécanique et isolation thermique*

La première génération de membranes était de forme carrée et constituée d'une bicouche  $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$  déposée sur les deux faces du substrat (spécificité du four du dépôt). La couche de  $\text{SiO}_2$  d'épaisseur 1,4 $\mu\text{m}$  est obtenue par oxydation thermique dans un four à 1150°C. Ensuite, une couche de 0,6 $\mu\text{m}$  de  $\text{SiN}_x$  est déposée par LPCVD à une température de 750°C. Cette technique consiste à réaliser un dépôt chimique en phase vapeur à basse pression en injectant les gaz  $\text{SiH}_4$  et  $\text{NH}_3$  qui réagissent et synthétisent le matériau à déposer avec un très bon contrôle de la stœchiométrie ( $x = 1,2$ ).

Pour libérer cette membrane, il faut attaquer le silicium en face arrière en utilisant le procédé DRIE (Deep Reactive Ion Etching). Tout d'abord, ce type de gravure n'est pas uniforme sur toute la surface de la plaquette. De façon générale, la gravure s'effectue plus rapidement au bord de la plaquette qu'au centre pouvant provoquer une sur-gravure en périphérie. Ceci est un effet du réacteur utilisé pour la gravure. D'autre part, la gravure inhomogène (sous gravure) du silicium en face arrière peut laisser subsister des îlots de silicium pouvant atteindre 50 $\mu\text{m}$  dans les angles ce qui provoque un arrondissement des membranes (fig.7). Ces phénomènes peuvent également s'expliquer par un mauvais transfert thermique et donc une gravure incomplète du Silicium.

Un troisième point, et non des moindres, concerne l'aspect mécanique de la structure. La fig. 7 montre d'importantes déformations (en croix) subies par la membrane ; ces déformations sont issues des contraintes résiduelles dues à la superposition de matériaux différents, aux divers procédés technologiques avec différentes températures plus ou moins élevées (oxydation à 1150°C, recuits thermiques à 550°C...), nécessaires à la fabrication du dispositif. Il faut ajouter à ces déformations celles apparaissant durant le fonctionnement de la plateforme aux températures élevées. Des travaux précédents ont notamment montré des déformations pouvant atteindre 10 $\mu\text{m}$  de flèche en fonctionnement (et une flèche autour de 8 $\mu\text{m}$  au repos). Ces déformations peuvent favoriser une dégradation rapide de la plateforme remettant ainsi en cause la stabilité de la structure. Ces déformations peuvent aussi être néfastes à la couche sensible (craquelures voire décollement) affectant ainsi les performances du capteur, surtout lorsque le capteur est utilisé en mode de température pulsée.



**Figure 7 : Effet de la géométrie du heater sur le comportement mécanique de la plateforme de la génération précédente.**

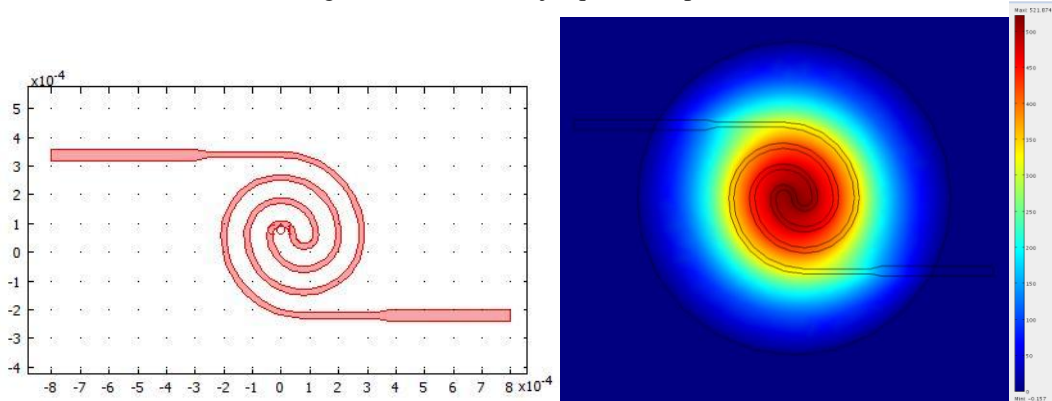
Pour pallier ces problèmes récurrents, une évolution de la géométrie de la membrane vers une forme totalement circulaire a été explorée pour supprimer tous les effets de bord cités précédemment. Ensuite, des études d'optimisation du dépôt bicouche  $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$  ont été menées afin de minimiser les contraintes résiduelles du dispositif complet (de l'ordre de 80MPa). La diminution de l'épaisseur de la membrane permet de minimiser les pertes thermiques ce qui est favorable à la baisse de la consommation et de l'inertie thermique.

#### 2.4.2. Résistance chauffante

L'architecture étudiée est basée sur la structure de plateforme sur membrane fermée que nous avons décrite précédemment. La première génération de plateformes disposait comme les capteurs commerciaux actuels, d'une résistance chauffante (ou « heater ») en polysilicium fortement dopé au phosphore. Ces dispositifs, même s'ils ont une très bonne homogénéité sur la surface active ( $|\Delta T|=10^{\circ}\text{C}$  à  $15^{\circ}\text{C}$ ), présentent des problèmes de fiabilité au cours du temps en fonctionnement autour de  $450^{\circ}\text{C}$  avec une dégradation inéluctable de la couche de polysilicium et de son interface avec les métallisations, ce qui dégrade les performances du capteur (et limite sa durée de vie).

Afin de résoudre ces problèmes de dérives, des études se sont orientées vers le remplacement du polysilicium par du platine qui possède de meilleures propriétés thermiques et plus stables dans le temps. Son dépôt par évaporation ou par pulvérisation cathodique nécessite une couche d'accroche sur de l'oxyde de silicium. Le Titane fait partie des matériaux les plus utilisés dans la littérature. Cette bi-couche de Titane/Platine a été optimisée avec les épaisseurs suivantes 15nm de Ti et 150nm de Pt suivies d'un recuit à  $550^{\circ}\text{C}$ .

La forme (design) spiralée arrondie de la résistance chauffante (fig. 8) a été obtenue après étude de multiples géométries par simulation multiphysiques comme COMSOL® dans la thèse de Pamela Yoboue (Univ. ToulouseIII, 2009). Cette géométrie offre un bon compromis entre homogénéité thermique et puissance consommée contrairement aux autres géométries utilisées jusque là (serpentin ou méandre).



**Figure 8 : design de la Résistance chauffante utilisée dans les capteurs du LAAS. Exemple de simulation thermique**

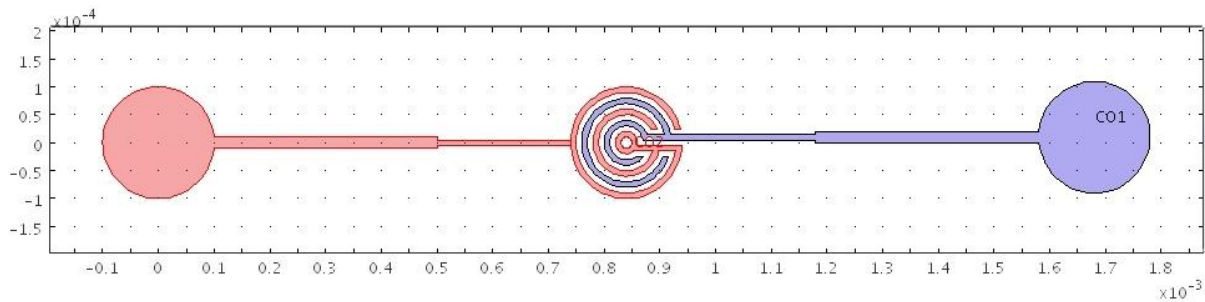
La forme arrondie de la spirale permet d'éviter des points chauds et d'avoir une meilleure répartition de la température en surface. Un exemple de simulation thermique nous permet de voir la bonne homogénéité de la température, au niveau de la zone sensible du capteur.

Au dessus de la résistance chauffante, une couche de passivation en  $\text{SiO}_2$  (déposée par PECVD à basse température,  $350^{\circ}\text{C}$  maximum) de  $0,5\mu\text{m}$  d'épaisseur est nécessaire pour l'isoler électriquement des électrodes de mesure en surface.

La plateforme chauffante ainsi réalisée permet de monter de la température ambiante à  $550^{\circ}\text{C}$  en 25ms. Le temps de refroidissement étant du même ordre de grandeur, cela permet à ce type de plateforme de générer des variations de température très rapides, particulièrement bien adapté pour un fonctionnement du capteur en mode pulsé.

#### 2.4.3. Electrodes

Les électrodes sont la plupart du temps réalisées en Titane/Platine pour leurs propriétés électriques et thermiques avec le même procédé que pour le « heater ». Des différentes géométries possibles étudiées au cours de la thèse de P. Yoboue, une forme arrondie peut être intéressante pour rester en adéquation avec une couche sensible déposée par gouttes). L'utilisation de doigts interdigités est généralement utilisée pour un meilleur contact électrique avec la couche sensible ayant généralement une forte résistivité (fig. 9).



**Figure 9 : Géométrie des électrodes de mesure utilisées pour les capteurs du LAAS.**

Une étude a également été menée sur l'effet de la géométrie (nombre de doigts interdigités) sur la déformation mécanique de la membrane et sur l'homogénéité de température sur cette zone dite active du capteur. Il est montré qu'une telle structure permettait d'homogénéiser la température (au détriment de la puissance à appliquer). La seule limitation possible est le poids ajouté sur la membrane, qui reste somme toute négligeable.

### 2.5. L'intégration du matériau sensible

L'inconvénient majeur lié à la technique d'intégration de matériaux sensibles par voie liquide (celle couramment utilisée pour intégrer des « nanomatériaux ») reste la non reproductibilité des dépôts en termes d'homogénéité, d'épaisseur (variabilité de concentration de nanoparticules au cours des dépôts, problème de sédimentation), d'alignement et de centrage. Ces couches présentent donc des résistances sous air très dispersées allant de quelques kilo ohms à plusieurs dizaines de Méga ohms.

Tous ces problèmes rendent difficilement maîtrisable, la quantité de matière effective sur la zone active d'un capteur donné et par conséquent la reproductibilité d'un capteur à l'autre.

La technique du jet d'encre (« inkjet printing ») existe dans la littérature (comme dans le commerce), notamment pour tracer des lignes métalliques ou encore déposer des matériaux polymères de manière structurée à très petite échelle (quelques  $\mu\text{m}$ ). Le principe du jet d'encre est basé sur la projection de gouttes de l'ordre du picolitre par des buses de diamètre variable ( $50\mu\text{m} - 80\mu\text{m}$ ). Il s'agit donc d'un procédé d'impression sans contact.

Les premiers essais réalisés au LAAS ont consisté à réaliser des dépôts d'oxyde métallique, dilué dans une encre, sur un substrat de Silicium oxydé, avec des électrodes de mesure en Ti/Pt comme le montre la fig. 10 pour la réalisation de capteurs de gaz. Au lieu d'une écriture en ligne (impression classique par jet d'encre), le jet s'effectue par une quantité déterminée de microgouttes qui occupera la zone active. Pour ces premiers essais, le matériau utilisé était du ZnO nanoparticulaire du commerce (Sigma-Aldrich) avec des tailles de grains comprises entre 50 et 70nm.

L'intégration du matériau sensible sur le substrat s'effectue en trois étapes principales :

- **Etape 1 : le traitement de surface**

Le traitement de surface consiste à fonctionnaliser différemment la zone active c'est-à-dire la surface de l'électrode ( $\text{SiO}_2$  et Ti/Pt) du reste de la plaquette. La surface active est laissée hydrophile tandis que le reste de la plaquette est rendue hydrophobe par un traitement à base d'Octadecyl TrichloroSilane (OTS). Pour cela, une étape de photolithographie est nécessaire pour protéger la zone à ne pas traiter.

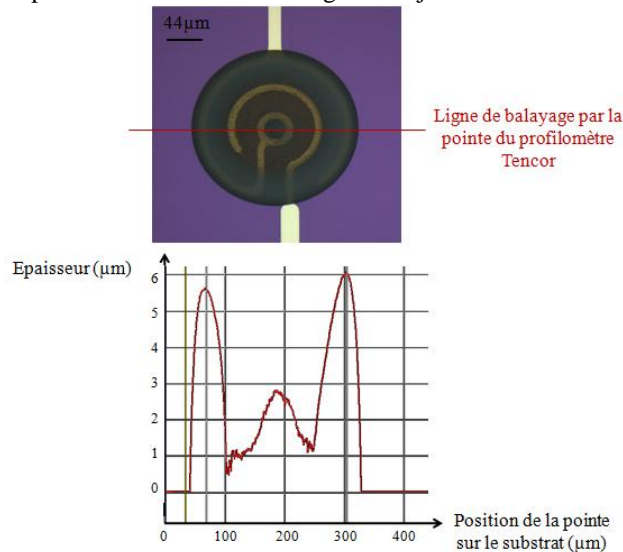
- **Etape 2 : le dépôt**

L'intégration de la couche sensible s'effectue selon la technologie DOD (Deposit on Demand) de la machine jet d'encre. Ce dispositif est entièrement automatique avec un très bon contrôle de tous les paramètres de dépôt.

Il existe **trois principaux paramètres d'influence** sur la qualité du dépôt notamment en termes d'homogénéité en épaisseur et de localisation sur la zone active:

- **La température de dépôt** qui est la température à laquelle est porté le « chuck » pendant le jet afin de faciliter l'évaporation de l'éthylène glycol (solvant). Ce paramètre est important car il joue un rôle dans la répartition des particules sur la zone active. Suivant la valeur de cette température, on observera une évaporation plus ou moins rapide du solvant. Une température trop élevée engendre une mauvaise répartition des particules (évaporation trop rapide) et une dégradation du traitement de surface OTS.

- **Le nombre de gouttes.** Il peut également agir sur la qualité du dépôt notamment sur l'homogénéité de la couche déposée avec l'apparition d'effet de bord ("coffee staining") plus ou moins important selon le nombre de gouttes éjectées.



**Figure 10 : Mesure de profil au profilomètre mécanique - Effet de bord pour une couche de ZnO de 80 gouttes**

- **La composition de l'encre** utilisée est également importante pour la qualité du dépôt. En effet, des tests effectués avec de l'éthylène glycol ont permis de montrer qu'une encre à base d'un mélange de 2,5%w/w de diéthylène glycol dans de l'éthylène glycol minimise l'effet de bord, ce qui permet d'améliorer l'homogénéité de la couche de ZnO.

- **Etape 3 : le recuit**

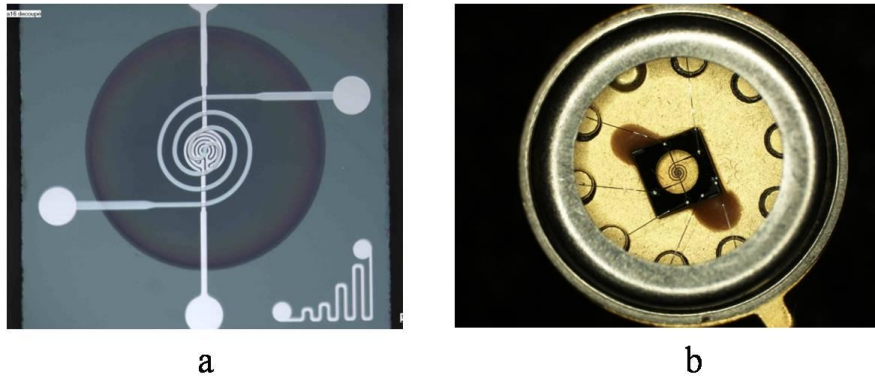
Afin d'assurer la cohésion de la couche, le ZnO doit subir un recuit dans un four sous air à 400°C pendant 20 minutes. Il est important de noter que cette température de recuit est beaucoup plus basse que celle que l'on peut trouver dans la littérature de plus de 600°C.

Des études complémentaires ont montré que cette technique offre une bonne reproductibilité de ce type de dépôt d'un capteur à l'autre et d'une plaquette à l'autre pour les mêmes paramètres ainsi qu'une homogénéité du dépôt relativement bonne (avec une épaisseur de  $0,5\mu\text{m} \pm 0,15\mu\text{m}$ ).

## 2.6. Bilan

Dans cette partie, nous avons présenté une nouvelle génération de plateformes chauffantes présentant des améliorations significatives par rapport à l'existant (et aux générations commerciales). Toutes les améliorations effectuées favorisent une température maximale et stable de 550°C pour 65mW c'est-à-dire un gain de 100°C par rapport à la température maximale atteinte par les précédentes générations. L'avantage d'un point de vue mécanique est tout aussi intéressant puisque la faible déformation devrait favoriser une stabilité de l'élément sensible sur la zone active et donc augmenter la durée de vie du capteur.

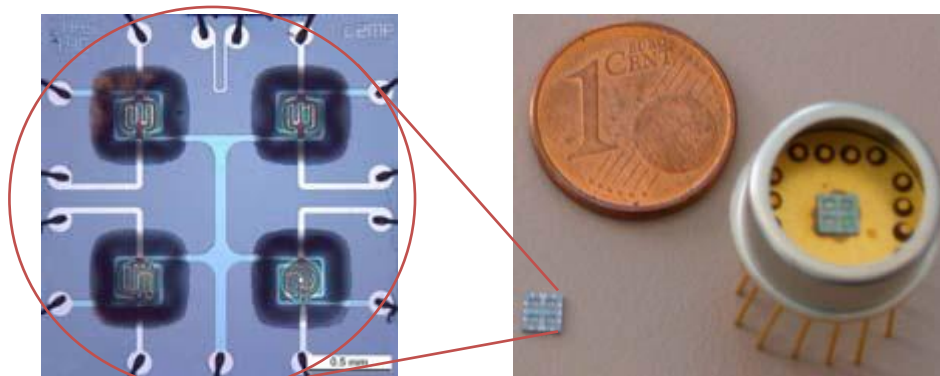
Pour terminer la fabrication du capteur, une fois l'étape de gravure face arrière (ou libération de la membrane) terminée, il faut découper la plaquette pour séparer chaque capteur (environ 1000 capteurs par substrat de silicium de 4 pouces). Une couche de résine est déposée sur la face avant de la plaquette pour la protéger des éclats de silicium. La découpe terminée, les plateformes sont nettoyées dans de l'acétone et prêtes à l'assemblage sur boîtier de type TO5 à huit broches par exemple (fig.11). La technique utilisée est celle du « wedge bonding » pour réaliser les connexions entre le capteur et son boîtier. Un fil d'aluminium de 25µm est amené par un stylet puis appliqué sur le plot à souder. La liaison entre le fil et la zone à connecter s'effectue à froid en combinant pression et vibration ultrasonore pour assurer un bon contact électrique.



**Figure 11 : Photos d'une plateforme a) découpée et b) montée en boîtier**

### Vers le multicapteur

Comme cela a été réalisé au cours de la thèse de Habib Chalabi (univ Aix MarseilleIII, 2007), des plateformes « multicapteurs » (intégration sur une même puce de plusieurs plateformes chauffantes en matrice) sont développées pour aller vers le nez électronique intégré. Ces structures peuvent donc recevoir une ou plusieurs couches sensibles différentes et être pilotées en puissance de manière commune ou indépendante. Plusieurs types de plateformes ont été réalisés pour montrer la faisabilité technologique avec 2, 4 et 6 cellules de mesure. La fig. 12 est un exemple de réalisation d'une structure à 4 cellules.



**Figure 12 : Image d'un multi capteur 4 cellules monté en boîtier TO-8 16 broches.**

## **3. Nouvelle génération de capteurs de gaz communicants sans fil**

### **3.1. Introduction**

L'explosion du marché des télécommunications a permis de voir apparaître de nouveaux capteurs autonomes sans fil aux fréquences millimétriques qui s'appuient sur la disponibilité, d'une part, d'éléments sensibles petits et performants et, d'autre part, de nouveaux circuits électroniques de communication à faible coût entre 300MHz et 3GHz. Ces composants répondent à la demande croissante pour des réseaux de capteurs communicants, autonomes, pour des applications distribuées de surveillance, d'analyse, de diagnostic, etc. Bien entendu, les capteurs de gaz en font partie et le déploiement de réseau de capteurs de gaz autonomes et distribués dans un espace donné aurait de multiples applications non couvertes à ce jour.

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

Ainsi, la communauté scientifique en charge du développement des capteurs de gaz communicants doit réussir à associer les compétences issues de différents domaines tels que: la microélectronique, les télécoms et les matériaux. Comme nous le verrons, les principaux verrous de cette technologie résident dans la conception et la réalisation de microcapteurs autonomes (faible consommation), dans l'élaboration du matériau sensible aux gaz

(toujours à la recherche d'amélioration des performances en termes de sensibilité, sélectivité et stabilité) et enfin dans les techniques de mesure, d'interrogation et d'identification. Leur mise en œuvre exige donc des avancées voire des ruptures technologiques qui nécessitent l'exploitation des connaissances issues des trois domaines : les matériaux, les microsystèmes et les hyperfréquences.

A ce jour, il existe des capteurs à ondes acoustiques de surface (SAW) qui utilisent la variation de la propagation d'une onde électromagnétique par les conditions environnementales. Ces capteurs sont très sensibles et peuvent fonctionner sur une gamme de fréquence de 300MHz à 3GHz suivant leur conception. Ces capteurs souffrent d'une faible distance d'interrogation (quelques dizaines de centimètres en général) et ne permettent pas d'envisager leur utilisation dans des réseaux de capteurs distribués spatialement par exemple.

Par ailleurs, nous assistons aujourd'hui à l'explosion du marché des capteurs RFID. L'abréviation RFID signifie « Radio Frequency IDentification », en français, « Identification par Radio Fréquence ». Cette technologie permet d'identifier un objet ou de mesurer une grandeur physique à distance grâce à une étiquette émettant des ondes radio, attachée ou incorporée à l'objet. L'étiquette radiofréquence (transpondeur, étiquette RFID), est composée d'une puce reliée à une antenne, encapsulée dans un support (RFID Tag ou RFID Label). Elle est lue par un lecteur qui capte et transmet l'information. Cependant, les systèmes RFID ont eux aussi quelques limitations :

- en fréquence : ils s'appuient sur différents standards en termes de bande de fréquence de transmission ou de puissance nécessaire. Ils fonctionnent en mode de propagation d'ondes et louent certaines bandes de fréquences bien spécifiques et réglementées. Par exemple dans la bande UHF, les systèmes RFID fonctionnent soit à 868-950MHz, soit à 2,45GHz.
- en distance d'interrogation : dans le 1<sup>er</sup> cas (868MHz), la communication est limitée à une distance de lecture d'un mètre, ce qui rend leur portée très faible. Dans le 2<sup>ème</sup> cas (2,45GHz), nous constatons que cette fréquence est la même que celle utilisée par les normes Bluetooth et Wi-Fi. Par conséquent, le standard RFID est confronté à des difficultés telles que la gestion de l'anticollision et des réflexions parasites.

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

C'est pour remédier à ces différents problèmes qu'il fallait concevoir une nouvelle génération de capteurs de gaz communicants sans fil, en utilisant de nouveaux modes de transduction hyperfréquence en s'affranchissant complètement des besoins énergétiques embarqués et qui permettent d'envisager une interrogation des capteurs sur des distances de plusieurs dizaines de mètres. Cette nouvelle génération, conçue est réalisée au LAAS, est présentée ici.

### ***3.2. Principe de détection***

D'après les études bibliographiques, le phénomène de relaxation diélectrique peut être utilisé comme principe de transduction dans un système de détection micro-ondes. En effet, cette approche utilise les variations des propriétés diélectriques (permittivité et pertes) d'un matériau en fonction de la fréquence notamment dans le domaine des hyperfréquences. Ce phénomène a d'ailleurs déjà été exploité pour d'autres applications telles que les capacités MIM (métal-isolant(diélectrique)-métal) intégrées ou d'autres fonctions passives dans les circuits intégrés HF.

Nous avons donc proposé une nouvelle transduction RF pour la détection de gaz qui est basée sur le changement de la permittivité d'un oxyde métallique (utilisé comme résonateur) par le phénomène de la relaxation diélectrique en présence de gaz, et qui engendre par conséquent un décalage en fréquence au niveau d'un filtre hyperfréquence.

Le principe de transduction développé est basé sur la modification, par la grandeur à mesurer, de la fréquence de résonance d'un résonateur. Plusieurs types de résonateurs peuvent être envisagés : des résonateurs planaires en technologie coplanaire ou microruban, ou encore des résonateurs diélectriques. Nous pouvons donner comme exemple l'utilisation du capteur comme un élément variable d'un filtre dont nous lisons la fréquence caractéristique avec un facteur de qualité le plus élevé possible pour avoir la meilleure sensibilité. Le principe de notre détecteur de gaz peut alors se schématiser comme sur la fig.13.

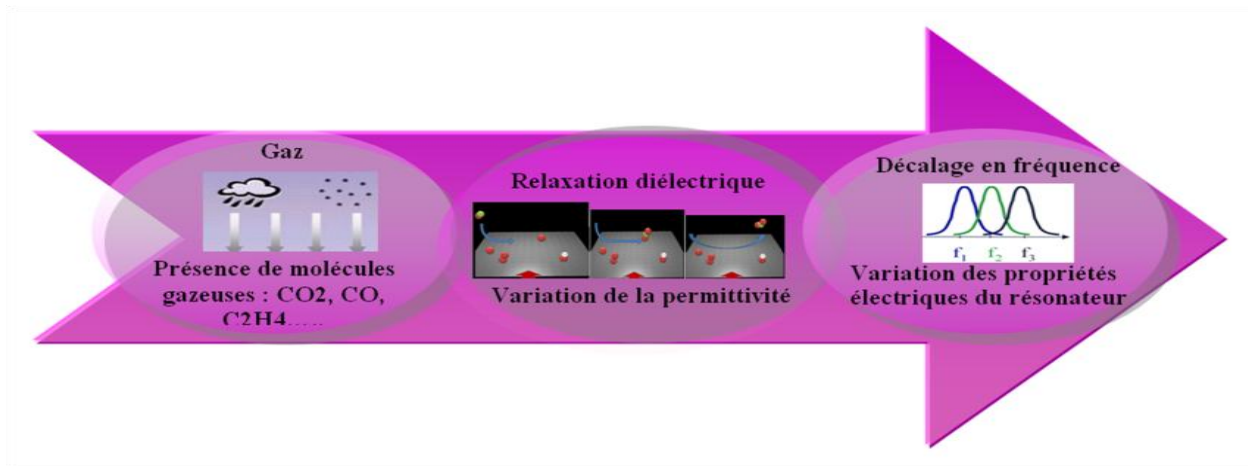


Figure 13 : Schéma du nouveau mode de transduction RF pour la détection de gaz

### 3.3. Conception - structure

Comme nous l'avons vu, le capteur est basé sur un résonateur diélectrique (RD) dont les caractéristiques diélectriques seront modifiées par l'environnement. Pour obtenir le meilleur facteur de qualité possible, nous avons opté pour une excitation en modes de galerie (WGM)<sup>1</sup> par des lignes coplanaires (100 fois supérieur à celui d'un RD excité sur des modes conventionnels TE ou TM). Ce type d'excitation pour les modes de galeries se traduit par un couplage de type directif entre la ligne et le RD. Par conséquent, ce couplage permettra d'envisager la conception d'un filtre directif à bande passante étroite qui nous permettra à son tour la mesure de gaz grâce au décalage de sa fréquence de résonance.

En ce qui concerne le filtre, la structure est basée sur des lignes coplanaires sur membrane. En effet, les lignes coplanaires sont moins dispersives que les lignes microruban ce qui est intéressant pour une utilisation aux fréquences millimétriques. D'autre part, le choix d'une structure sur membrane permet de minimiser les pertes. La couche d'air placée sous cette membrane constitue le substrat diélectrique de la ligne ainsi réalisée. Le substrat est donc transparent vis-à-vis de l'onde guidée et la permittivité relative effective de la ligne de transmission équivalente est proche de l'unité. L'épaisseur très faible du substrat implique donc une forte diminution des pertes diélectriques. On se place alors dans les conditions les plus favorables de propagation d'un mode TEM.

Un schéma en coupe de ces lignes coplanaires sur membrane est donné sur la fig.14.

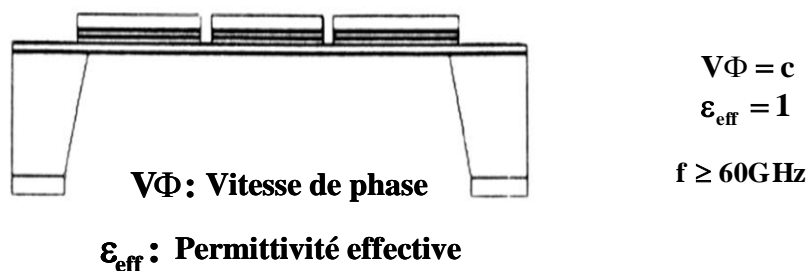


Figure 14 : Schéma en coupe des lignes coplanaires sur membrane

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

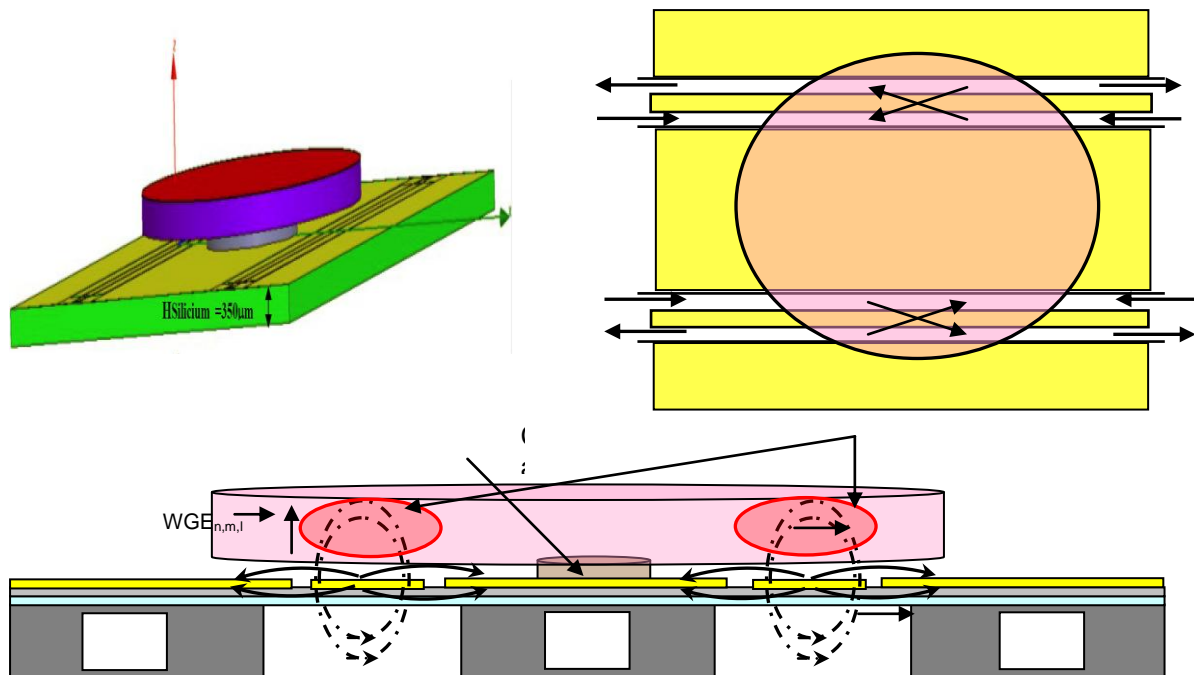
- Une réduction importante des pertes de signal grâce à la modulation directe du signal hyperfréquence par la grandeur à mesurer.
- Une grande sensibilité de la propagation électromagnétique à l'environnement mise à profit pour réaliser la fonction capteur.
- Une grande résolution spatiale et temporelle grâce à la fréquence élevée de fonctionnement.

<sup>1</sup> WGM : Whispering Gallery Mode

- Un choix plus souple de la fréquence de fonctionnement qui peut s'adapter aux différentes contraintes d'utilisation du capteur
- Une facilité d'intégration dans une chaîne de mesure (Radar et antennes).

La structure du capteur de gaz, présentée sur la fig.15a, se base donc sur une structure déjà connue dans le domaine des filtres micro-ondes; il est constitué de deux parties : deux lignes coplanaires micro-usinées et le résonateur diélectrique maintenu par une cale entre et au-dessus des deux lignes. La différence ici est que le résonateur diélectrique n'est pas du silicium mais un oxyde métallique.

Comme nous l'avons dit, ce capteur peut être considéré comme un filtre directif (fig.15b). Les paramètres S d'un tel système dépendent du coefficient de couplage entre le RD et chacune des lignes coplanaires, de l'atténuation  $\alpha$  et de la phase  $\phi$  de l'onde qui se propage dans le résonateur.



**Figure 15 : a) Design en 3D du nouveau capteur de gaz à transduction RF ; B) Filtre vue de dessus ; C) vue en coupe**

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

- Un couplage directif s'établit entre chaque ligne et le résonateur diélectrique (fig.15c).
- Une propagation de l'onde dans le résonateur produisant une atténuation  $\alpha$  et un déphasage  $\phi$ . A la résonance, cette onde revient en phase sur elle-même et le déphasage est alors  $\phi=2n\pi$  où  $n$  représente les variations azimutales du mode.

En accord avec la répartition du champ électromagnétique dans la ligne coplanaire et les composantes du champ d'un WGE<sup>2</sup>, ces derniers sont prioritairement excités dans ce type de structures. Le couplage s'effectue alors entre le champ magnétique de la ligne coplanaire et les champs excités dans un mode WGE <sub>$n,m,l$</sub> .

Les trois entiers  $n$ ,  $m$  et  $l$  rendent compte de la configuration spatiale du champ électromagnétique à l'intérieur du résonateur (nombre de variations du champ suivant les trois directions du repère cylindrique) :

- $n$ : nombre de variations suivant la direction azimutale
- $m$ : nombre de variations suivant la direction radiale
- $l$ : nombre de variations suivant la direction axiale

Lors des étapes de conception, il faut déterminer la géométrie et les dimensions optimales des lignes, de leur écartement, du résonateur diélectrique (diamètre, épaisseur), de l'écartement entre les lignes et le résonateur (hauteur de la cale) pour obtenir les meilleures performances possibles (minimum de pertes, des résonances en mode de galeries dans la bonne plage de fréquences, avec un facteur de qualité le plus élevé possible, ...).

<sup>2</sup> WGE : Champ d'excitation électrique ( )

### 3.4. Réalisation

La réalisation de ce nouveau capteur se décompose en 3 parties :

- Réalisation des lignes coplanaires sur membrane :
  - Dépôt d'une bicouche  $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$  (0,8/0,6 $\mu\text{m}$ ) à faibles contraintes résiduelles
  - Dépôt des métallisations (Ti/Au – 1 $\mu\text{m}$ ) par évaporation puis lift-off.
- Réalisation du résonateur diélectrique
  - Soit en céramique commerciale (BaSmTiOx) de chez Temex Ceramics
  - Soit en oxyde métallique ( $\text{TiO}_2$ ) par Stéréolithographie (au CTTC<sup>3</sup>) ou par frittage flash (réalisé à la plateforme PNF2<sup>4</sup> au CIRIMAT)
- Assemblage du RD sur les lignes.
  - Collage du RD avec la cale d'alumine
  - Collage de l'ensemble RD+Cale sur les lignes coplanaires par Flip-Chip

La description du procédé est détaillée dans la thèse de Hamida Hallil (Univ. ToulouseIII, 2010).

Les figures suivantes nous montrent un exemple de ces réalisations.

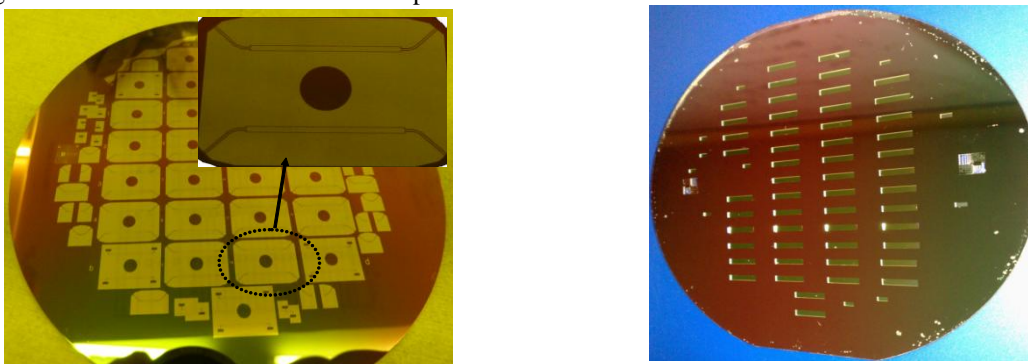


Figure 16 : Photo d'un wafer avec des lignes coplanaires : a) Face avant avant libération de la membrane ; b) Face arrière après gravure

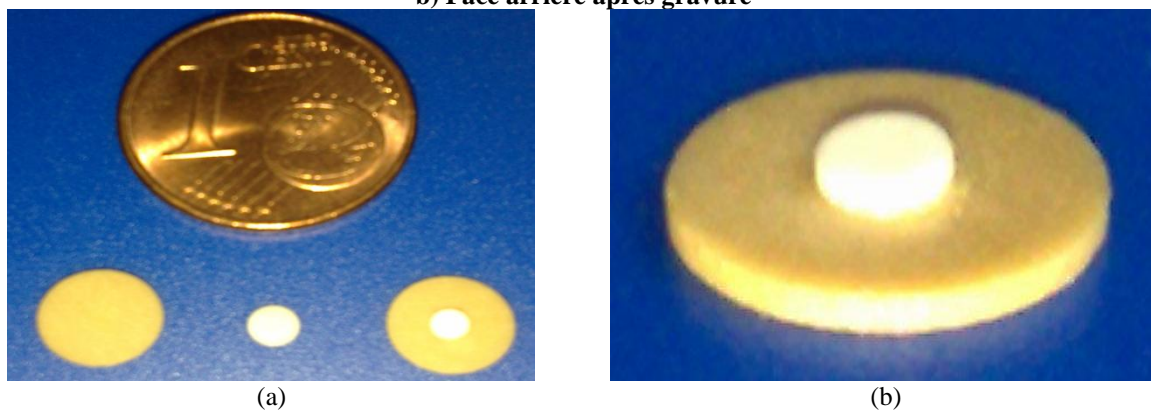
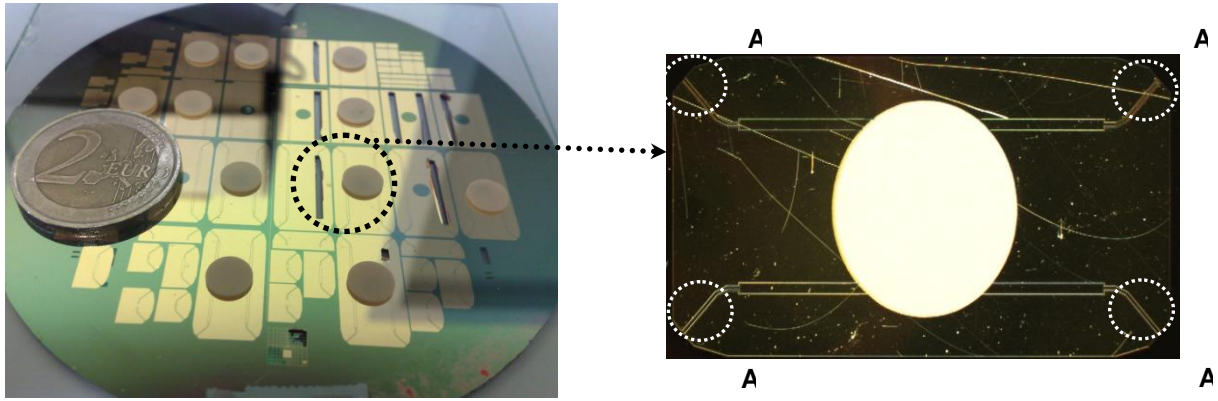


Figure 17 : Photos de l'assemblage de RD ( fabriquées par TEMEX-CERAMICS) avec la cale d'alumine : (a) de gauche à droite : le RD à base de BaSmTiOxide et la cale en alumine ; (b) l'ensemble du RD et la cale après collage.

<sup>3</sup> CTTC : Centre de Transfert de Technologies Céramiques de Limoges

<sup>4</sup> PNF2 : Plateforme Nationale de Frittage Flash



**Figure 18 : Photos des premiers capteurs de gaz à transduction électromagnétique**

Même si un certain nombre de capteurs ont pu être réalisés, nous pouvons signaler une difficulté non négligeable dans cette étape d'assemblage de ces structures. En effet, une maîtrise parfaite du procédé d'assemblage est indispensable pour garantir :

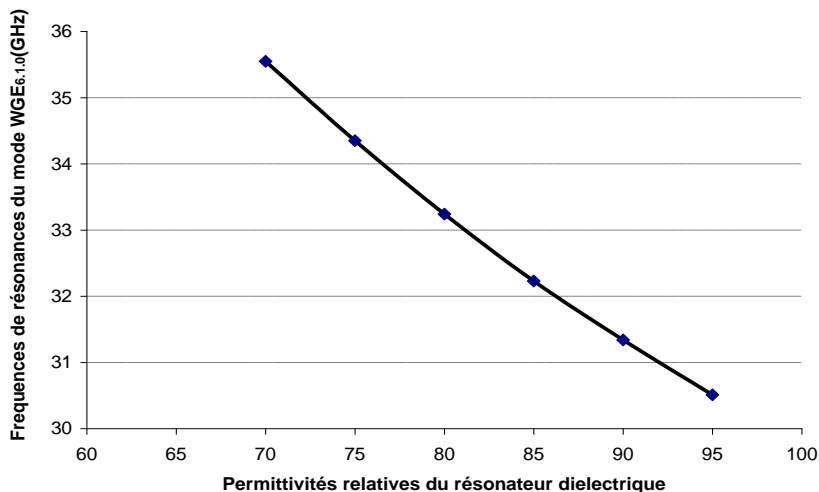
- le positionnement du RD bien centré entre les lignes,
- la planéité du résonateur et avoir un intervalle uniforme (et symétrique) vis-à-vis des deux lignes
- le bon état de la structure compte tenu de la fragilité des membranes

Ces nouveaux capteurs toujours en phase d'étude en recherche, utilisent d'une part, une transduction innovante basée sur la relaxation diélectrique d'un résonateur excité en mode de galerie, et d'autre part, une lecture à distance sans fil à l'aide d'un RADAR « classique ».

#### Application à la détection de gaz

Dans le « design » du nouveau capteur présenté précédemment, le champ électromagnétique est utilisé pour mesurer une concentration de gaz. Le principe de détection repose sur la mesure de la fréquence de résonance des modes de galeries (WGM) dans le résonateur diélectrique (RD) hyperfréquence. Le matériau diélectrique utilisé est un oxyde métallique (éventuellement du  $\text{TiO}_2$  ou du  $\text{SnO}_2$ ) dont les propriétés diélectriques dépendent de la concentration en gaz. L'adsorption des molécules gazeuses par ce matériau sensible induit principalement une modification plus ou moins importante de sa permittivité diélectrique. En s'appuyant sur les caractéristiques du matériau sensible utilisé, il est donc possible de déduire de cette mesure la concentration en gaz.

Nous rappelons donc que la sensibilité du capteur est la combinaison de la sensibilité du transducteur (variation de la fréquence de résonance avec la permittivité) avec celle de l'élément sensible (variation de la constante diélectrique ( $\epsilon_r$ ) en fonction de la concentration en gaz). Un exemple de réponse du capteur donné en figure 19, nous permet de calculer sa sensibilité représenté par la dérivée de cette courbe en tout point. Nous pouvons constater d'une part, que cette réponse est quasiment linéaire sur la plage de fréquence considérée, et d'autre part, que la sensibilité de ce capteur est particulièrement élevée (0,2GHz/unité d'  $\epsilon_r$ ).



**Figure 19 : Fréquence de résonance en fonction de la permittivité du RD (sensibilité du transducteur)  
(exemple du mode WGH6.1.0)**

#### **4. Conclusion**

Dans un futur proche et les années à venir, les voies de recherche à la fois ambitieuses mais aussi destinées à être un jour industrialisées sont focalisées sur trois principaux axes :

- L'intégration de nouveaux matériaux sensibles, sur des structures mono et multicapteurs.
- Le développement de microsystèmes multicapteurs permettant une détection sélective des espèces chimiques (gazeuse ou biologique).
- Le développement de nouvelles générations de capteurs communicants pouvant s'intégrer dans un réseau de capteurs pour l'intelligence ambiante, la sécurité ou encore l'environnement.