

THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITÉ BORDEAUX 1

ÉCOLE DOCTORALE DE SCIENCES PHYSIQUES ET DE L'INGÉNIEUR

par **Frédéric LOCHON**

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR

SPÉCIALITÉ : ÉLECTRONIQUE

Développement de microcapteurs chimiques à base de micropoutres dédiés au contrôle de la qualité de l'air: détection temps réel de Composés Organiques Volatils (COV)

Soutenue le : 4 juillet 2007

Après avis des rapporteurs :

M ^{me}	Elisabeth DUFOUR-GERGAM	Professeur, université Paris-sud 11 .	Rapporteur
M ^{me}	Anne-Marie GUÉ	Directeur de Recherche, CNRS	Rapporteur

Devant la commission d'examen composée de :

M.	Jean-Pierre AIMÉ	Directeur de recherche, CNRS	Rapporteur de soutenance
M ^{me}	Isabelle DUFOUR	Chargé de recherche, CNRS	Directeur de thèse
M ^{me}	Elisabeth DUFOUR-GERGAM	Professeur, université Paris-sud 11 .	Rapporteur
M ^{me}	Anne-Marie GUÉ	Directeur de Recherche, CNRS	Rapporteur
M.	Pascal NOUET	Professeur, université Montpellier 2	Président
M.	Dominique REBIÈRE	Professeur, université Bordeaux 1 .	Codirecteur de thèse

À papy, parti cent quarante six jours trop tôt

有德者必有言、有言者不必有德。

« Un homme vertueux ne peut qu'être éloquent ; un homme loquace n'est pas nécessairement vertueux. »

KǒNG FŪZǐ (孔夫子), dit CONFUCIUS, *Les entretiens de Confucius*

Ces travaux de thèse ont été réalisés en partie grâce au financement d'une bourse de thèse de l'agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie (ADEME) co-financée par le conseil régional d'Aquitaine.

Remerciements

Les travaux présentés ici se sont déroulés au laboratoire d'étude de l'intégration des composants et système électroniques (IXL) devenu depuis le laboratoire IMS de l'intégration du matériau au système, CNRS UMR 5218. Je souhaite ici remercier les institutions et quelques personnes qui ont participé à l'élaboration de ces travaux.

J'adresse mes remerciements à messieurs André Touboul et Pascal Fouillat, respectivement ancien et actuel directeurs du laboratoire, de m'avoir accueilli au sein du laboratoire.

Je remercie l'agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie (ADEME) et le conseil régional d'Aquitaine pour avoir participé au financement de cette thèse.

J'adresse mes remerciements à monsieur Pascal Nouet, professeur de l'université de Montpellier 2, pour la présidence du jury de soutenance.

Je remercie également madame Anne-Marie Gué, directeur de recherche au CNRS, et madame Elisabeth Dufour-Gergam, professeur de l'université Paris 11, pour avoir accepté, en qualité de rapporteur, d'examiner ce mémoire avec attention et précision, et pour leur présence au jury de soutenance.

Je remercie également monsieur Jean-Pierre Aimé, directeur de recherche au CNRS, pour sa participation au jury de soutenance.

J'exprime mes remerciements à monsieur Dominique Rebière, professeur de l'université Bordeaux 1, pour avoir co-encadré mes travaux de thèse, pour sa présence au jury de soutenance et pour avoir participé à la défense du dossier de demande d'allocation de thèse auprès, en particulier, de la région Aquitaine.

Je remercie de plus madame Isabelle Dufour, chargé de recherche au CNRS, pour avoir dirigé mes travaux de thèse en tant que directrice de thèse, pour sa présence au jury de soutenance et pour, notamment, sa réactivité et sa disponibilité irréfutables tout au long de mes années de thèse.

Je remercie messieurs Stephen Heinrich et Fabien Josse de l'université Marquette (Milwaukee, Wisconsin) pour la collaboration que nous avons pu établir, en particulier concernant la prise en compte des effets viscoélastiques,

et pour les discussions scientifiques et moins scientifiques que nous avons eues.

Je remercie également messieurs Olivier Francais, Patrick Sangouard, Patrick Poulichet de l'école supérieure d'ingénieurs en électronique et électrotechnique (ESIEE, Marne-la-Vallée) pour la fabrication, parfois délicate, des micropoutres.

Je remercie Serge Destor pour les diverses réalisations mécaniques, indispensables à la mise en pratique, réalisées avec justesse parfois dans l'urgence. Je remercie également Jean-Luc Lachaud pour ses divers coups de main et sa précieuse aide dans la mise au point du banc de dépôt dans sa configuration optimale et finale.

Je remercie aussi Nicole Lavigne pour son amour du travail bien fait, sa patience et son incroyable minutie lors des premiers essais de câblage par fil d'or, ainsi que Magalie Dematos pour plusieurs autres câblages.

Je remercie également Guy-Philippe Léger et Patrick Bérenguer pour, notamment, leurs interventions dans la salle « capteurs » lorsque la température montait un peu trop.

Je tenais aussi à remercier l'équipe « laser » pour avoir accueilli le banc de détection laser dans leur salle malgré un espace précieux, l'équipe « puissance » pour leurs autorisations ponctuelles d'utilisation de leur analyseur gain-phase HP4194, l'équipe « caractérisation » et plus spécifiquement Thomas Zimmer pour le prêt d'une durée manifestement indéterminée de leur HP4194, ainsi que Yannick Deshayes pour ses quelques conseils pour débutants sur le logiciel ANSYS.

Je remercie également Wei Feng pour m'avoir aidé à choisir la traduction de la citation située sur la page où se trouve l'épigraphe, Pierre Mazein pour des astuces sur les logiciels de calculs type Matlab, Vincent Raimbault et Naser Belmiloud pour quelques considérations sur les polymères, Yannick Bornat pour ses quelques astuces \LaTeX et quelques discussions pas forcément très scientifiques et Nicolas Moll pour d'autres astuces \LaTeX .

Plus globalement, je remercie les diverses personnes qui ont contribué au bon déroulement de mes travaux de thèse, tant du point de vue scientifique que du point de vue humain. Qu'elles veuillent bien m'excuser de ne pas les avoir remerciées nominativement, je pense plus particulièrement aux doctorants que j'ai pu côtoyer et aux nombreuses personnes du groupe « capteurs ».

Je voulais également remercier plus personnellement les divers membres de ma famille qui m'ont soutenu dans les périodes difficiles.

Enfin, je voulais remercier celle que j'aime, que je supporte et qui me supporte, et qui m'a fait un premier cadeau le 14 septembre 2006.

Table des matières

Introduction	19
1 Présentation des capteurs à base de micropoutres résonantes	21
1.1 Les capteurs chimiques	21
1.2 Les capteurs chimiques à base de micropoutres	22
1.2.1 Historique	22
1.2.2 Principe de transduction	23
1.3 Modélisation sans pertes et dans le vide	23
1.3.1 Hypothèses de calcul, approximations	23
1.3.2 Paramétrisation	24
1.3.3 Équation différentielle du mouvement	25
1.3.4 Fréquence de résonance	26
1.3.5 Influence de la couche	28
1.3.6 Sensibilité	28
1.3.6.1 Définition	28
1.3.6.2 Sensibilité au gaz	29
1.3.7 Limites du modèle	29
1.4 Mesure de la fréquence de résonance	30
1.4.1 Méthodes d'excitation et de détection du mouvement	30
1.4.1.1 Méthodes d'excitation	30
1.4.1.2 Méthodes de détection du mouvement	31
1.4.2 Principes de mesure	31
1.4.2.1 Balayage en fréquence	31
1.4.2.2 Oscillateur bouclé à micropoutres	32
1.5 Rapport signal sur bruit	33
1.5.1 Le bruit dans les oscillateurs	34
1.5.2 Rapport signal sur bruit	35
1.6 Conclusion	35

2	Modélisation sans couche : influence des pertes	37
2.1	Les pertes dans les micropoutres résonantes	37
2.1.1	Facteur de qualité	38
2.1.2	Pertes visqueuses	39
2.1.2.1	Présentation du modèle de Sader	39
2.1.2.2	Fonction hydrodynamique	40
2.1.2.3	Effets dissipatifs et inertiels	41
2.1.3	Pertes à l'encastrement	41
2.1.3.1	Mécanismes physiques	41
2.1.3.2	Modèles théoriques existants	41
2.1.3.3	Discussion sur la limitation des modèles	42
2.1.4	Pertes internes	42
2.1.4.1	Mécanismes physiques	42
2.1.4.2	Modèle théorique	43
2.1.5	Modélisation de la propagation acoustique	44
2.1.5.1	Puissance rayonnée	44
2.1.5.2	Facteur de qualité	45
2.2	Résolution de l'équation différentielle du mouvement	45
2.2.1	Description de l'approche	46
2.2.2	Équation différentielle considérée	46
2.2.3	Résolution	47
2.2.3.1	Cas d'une force ponctuelle en bout de poutre	47
2.2.3.2	Cas d'une pression uniforme répartie	49
2.2.4	Méthode d'extraction de la fréquence de résonance et du facteur de qualité	51
2.3	Réponse fréquentielle	53
2.3.1	Déformée en bout de poutre et moment fléchissant à l'encastrement	53
2.3.2	Mesure par piézorésistance	55
2.3.2.1	Mise en équation	55
2.3.2.2	Influence de la longueur de la piézorésistance	56
2.4	Optimisation du facteur de qualité	57
2.5	Influence de la température et de la pression	62
2.5.1	Dépendances des divers paramètres vis-à-vis de la tem- pérature et de la pression	62
2.5.2	Approche analytique	63
2.5.3	Confirmation par l'exemple	64
2.6	Conclusion	65

3	Modélisation : influence de la couche	67
3.1	Optimisation de la sensibilité	67
3.1.1	Réduction de la longueur ou utilisation d'un mode d'ordre supérieur	68
3.1.1.1	Problématique	68
3.1.1.2	Pertes visqueuses	68
3.1.1.3	Pertes internes	68
3.1.1.4	Pertes par propagation acoustique	69
3.1.1.5	Pertes à l'encastrement	69
3.1.1.6	Effet global	69
3.1.2	Augmentation de l'épaisseur de couche sensible	70
3.1.3	Effet d'échelle	71
3.2	Modélisation avec viscoélasticité	72
3.2.1	Les polymères et la viscoélasticité	72
3.2.2	Modèle de base	73
3.2.2.1	Hypothèses, approximations	73
3.2.2.2	Rigidité équivalente de la poutre	74
3.2.3	Poutre totalement recouverte	75
3.2.3.1	Fréquence de résonance et facteur de qualité	75
3.2.3.2	Illustration par l'exemple	75
3.2.3.3	Conclusion sur l'effet de l'épaisseur de couche sensible	78
3.2.4	Poutre partiellement recouverte	78
3.2.4.1	Description de l'approche	78
3.2.4.2	Résolution	78
3.2.4.3	Illustration par l'exemple	79
3.3	Optimisation en terme de limite de détection	80
3.3.1	Épaisseur de couche optimale à poutre totalement recouverte	81
3.3.2	Taux de couverture optimal à épaisseur de couche donnée	83
3.3.3	Vers la recherche d'un couple optimal taux de couverture — épaisseur de couche sensible	85
3.4	Influence de la sorption sur les propriétés viscoélastiques	86
3.4.1	Données de base	87
3.4.2	Modification de la fréquence de résonance	88
3.4.3	Modification du facteur de qualité	89
3.4.4	Conclusion sur l'influence des variations de viscoélasticité	90
3.5	Conclusion	91

4	Réalisation, caractérisation	93
4.1	Conception, réalisation	93
4.1.1	Jeu de micropoutres	94
4.1.1.1	Largeurs et longueurs	94
4.1.1.2	Épaisseurs	96
4.1.2	Mise en œuvre	96
4.1.3	Classification	99
4.2	Caractérisation sans couche	99
4.2.1	Allure générale des réponses fréquentielles observées	99
4.2.2	Cas d'une plaquette <i>SOI</i>	102
4.2.2.1	Fréquence de résonance	102
4.2.2.2	Facteur de qualité	104
4.2.3	Cas des plaquettes non <i>SOI</i>	105
4.2.3.1	Fréquence de résonance	106
4.2.3.2	Facteur de qualité	110
4.2.4	Facteur de qualité optimal	112
4.3	Caractérisation avec couche	113
4.3.1	Banc de pulvérisation	113
4.3.2	Protocole de dépôt	114
4.3.3	Facteur de qualité en fonction du dépôt	115
4.3.4	Déduction des propriétés viscoélastiques du PEUT	118
4.4	Conclusion	120
5	Détections de vapeurs	123
5.1	Oscillateur et bruit	123
5.1.1	Électronique utilisée	124
5.1.2	Bruit dans les oscillateurs	124
5.1.3	Phénomènes de bruit	126
5.1.4	Oscillateurs bouclés	127
5.1.5	Désaccord de Allan	131
5.1.6	Quelques règles simples sur le bruit	133
5.2	Couches sensibles et vapeurs	133
5.2.1	Affinité des couches sensibles sélectionnées vis-à-vis des gaz à détecter	133
5.2.2	Génération des vapeurs	134
5.3	Détections	136
5.3.1	Présentation des détections	136
5.3.1.1	Cas du PIB	138
5.3.1.2	Cas du PECH	140
5.3.1.3	Cas du PEUT	142
5.3.2	Exploitation des détections	145

5.3.2.1	Cas de la détection d'éthanol	145
5.3.2.2	Cas de la détection de toluène	146
5.3.3	Comparaison des détections	148
5.3.4	Limites de détection	149
5.4	Conclusion	151
Conclusion générale		153
Perspectives		155
A Injection des pertes		157
A.1	Pertes thermoélastiques	157
A.2	Pertes à l'encastrement	157
A.3	Pertes acoustiques	158
B Liste des poutres		159
Bibliographie		163
Liste des publications relatives à ces travaux		167

Introduction

Certains composés organiques volatils¹, en participant à des réactions photochimiques, favorisent, entre autres, l'apparition de l'ozone à basse altitude menaçant ainsi l'environnement. De plus, ils sont souvent cancérogènes, tératogènes ou mutagènes. Une réglementation, tant au niveau international, communautaire ou national, fixe donc divers plafonds d'émissions ou d'exposition afin d'en limiter les effets.

C'est pourquoi, l'ADEME (agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie) finance partiellement des travaux de recherche afin, notamment, de surveiller ces composés organiques volatils (COVs). Ainsi, les travaux présentés ici, qui s'inscrivent dans cette logique, ont pour but le développement de capteurs afin de détecter et de quantifier ces COVs.

L'étude menée ici se situe dans la continuité des travaux de l'équipe Capteurs-Microsystèmes du laboratoire IMS-Bordeaux, notamment des travaux de thèse de Ludivine Fadel. Ces travaux, qui résident dans l'étude de capteurs basés sur des micropoutres résonantes, ont pour but de rechercher plusieurs moyens d'optimisation.

L'ambition du travail présenté est de proposer des pistes d'études afin de clarifier le comportement des micropoutres vis-à-vis de plusieurs paramètres, notamment les dimensions, pour ainsi améliorer les performances de ces capteurs chimiques.

Le premier chapitre se concentre sur la présentation des capteurs à base de micropoutres résonantes, en décrivant les principales parties qui les composent. La notion de capteurs chimiques est tout d'abord introduite puis le cas plus particulier des capteurs chimiques à base de micropoutre est présenté. Des modèles simples sont présentés afin d'illustrer les différentes problématiques survenant lors de la recherche d'optimisations.

Le chapitre 2 se concentre sur la présentation et l'exploitation théorique d'une modélisation des micropoutres en présence de pertes. Il y est ainsi

¹Définition de l'arrêté du 29 mai 2000 : tout composé organique, hors méthane, ayant une pression de vapeur de 0,01 kPa ou plus à une température de 293,15 K ou ayant une volatilité correspondante dans des conditions d'utilisation particulières

détaillé comment optimiser le facteur de qualité, paramètre clé pour l'utilisation de micropoutre. Des règles simples concernant les dimensions sont ainsi proposées.

Le chapitre 3 se concentre sur l'influence de la couche sensible utilisée dans un capteur à base de micropoutres. Plus particulièrement, la dépendance du facteur de qualité vis-à-vis des propriétés viscoélastiques de cette couche sensible est étudiée afin, notamment, de quantifier cette dépendance. Une telle étude autorise ainsi une meilleure prédiction du comportement d'une micropoutre pour, par exemple, faciliter la recherche d'épaisseur optimale de couche sensible.

Le chapitre 4 présente des expériences réalisées dans le but de valider les modèles, présentés dans les chapitres précédents, décrivant la dépendance du facteur de qualité d'une micropoutre vis-à-vis de ses dimensions et des propriétés viscoélastiques d'une couche déposée en surface.

Le dernier chapitre présente des détections de vapeurs afin, notamment, de vérifier la sensibilité des capteurs utilisant des épaisseurs importantes de couches sensibles polymériques.

Chapitre 1

Présentation des capteurs à base de micropoutres résonantes

1.1 Les capteurs chimiques

Les capteurs chimiques, et plus particulièrement les capteurs chimiques gazeux, sont des éléments clés dans la surveillance des composés gazeux. Les domaines d'application de ces capteurs sont très variés et concernent aussi bien les environnements de travail (notamment les usines) que les habitations collectives et individuelles. L'utilisation typique varie elle aussi du simple détecteur de monoxyde de carbone jusqu'à la détection de neurotoxiques ou la surveillance de cheminées industrielles en passant par le suivi de procédés. Enfin, les seuils de détection peuvent être extrêmement différents selon l'usage ou le contexte et aller des traces dans le cas des neurotoxiques jusqu'à plusieurs pour cents dans le cas du monoxyde de carbone.

Toutes ces applications potentielles répondent à des critères souvent exclusifs qui obligent une recherche et un développement constant des capteurs.

Par exemple, la surveillance de la pollution atmosphérique nécessite des capteurs à temps de réponse très court avec un seuil de détection très bas pour les concentrations de chaque gaz dans un mélange de multiples gaz, le tout dans un environnement perturbé par des poussières. À l'opposé, l'observation du taux d'humidité dans une pièce concerne des concentrations élevées et, généralement, aucune contrainte particulière n'existe sur le temps de réponse.

Pour répondre à ces divers besoins, plusieurs type de capteurs de gaz existent, allant du capteur unique et dédié aux réseaux multi-capteurs de type nez-électronique.

Parmi les différents type de capteur, on peut citer les capteurs à oxydes semi-conducteurs (typiquement à base d'oxyde de zinc ou d'oxyde d'étain),

les capteurs de type potentiométriques comme la sonde *Lambda*, les capteurs de type catalytique mesurant des effets thermiques (combustion par exemple), les capteurs à fibres optiques ou bien encore les capteurs résonants comme les capteurs à ondes acoustiques ou à structure vibrante.

1.2 Les capteurs chimiques à base de micropoutres

Classés dans la catégorie capteurs résonants, les capteurs à base de micropoutres sont d'une approche relativement nouvelle et présentent certains atouts tel, par exemple, la possibilité d'une miniaturisation du capteur complet grâce à l'utilisation de procédés de fabrication issus de la microélectronique. Ces techniques de fabrication permettant la miniaturisation complète du capteur, permettent d'intégrer ainsi l'électronique et le capteur dans une seule et même puce. Ces systèmes complets, incluant parfois l'électronique de traitement et plusieurs capteurs, sont communément classés dans la catégorie MEMS (Micro-Electro-Mechanical Systems) ou NEMS (Nano-Electro-Mechanical Systems).

1.2.1 Historique

Pour palier les limitations du microscope à effet tunnel, le microscope à force atomique (AFM) a vu le jour en 1986. Son principe repose sur l'exploration, sans contact, d'une surface par l'intermédiaire d'une poutre élastique, couramment appelée microlevier. Les dimensions typiques de ces poutres sont de quelques centaines de micromètre de longueur, quelques dizaines de micromètres de largeur et quelques micromètres d'épaisseur. Les matériaux les plus utilisés sont ceux rencontrés dans les procédés microélectronique, à savoir le silicium, ses oxydes, ses nitrures et ses oxynitrures.

Du fait de l'extrême sensibilité de ces micropoutres, ce principe de microscopie a aussi un inconvénient important : une sensibilité vis-à-vis des facteurs environnants, tels la température, la pression, l'humidité et les bruits acoustiques [Mau99]. C'est ainsi qu'en exploitant ces phénomènes, deux équipes, l'une du Oak Ridge National Laboratory (USA) et l'autre de IBM Zurich (Suisse) [Thu94] [Bar94], ont montré en 1994 la faisabilité de détourner une poutre d'un AFM de façon à réaliser un capteur physique ou chimique. Depuis, de nombreuses équipes de recherche ont montré la potentialité de tels capteurs tant en milieu gazeux qu'en milieu liquide.

1.2.2 Principe de transduction

Il existe deux grands principes de transduction dans les capteurs à micropoutres :

- la mesure de la déformation induite par des contraintes
- et la mesure de la variation de fréquence de résonance mécanique.

La mesure de la déformation induite par des contraintes en surface est très souvent utilisée, mais n'est généralement adaptée qu'à des micropoutres de très faible épaisseur ou composées d'un matériau relativement souple. En effet, les contraintes apparaissant en surface vont plus facilement déformer la micropoutre lorsqu'un matériau souple est utilisé ou lorsque l'épaisseur est faible.

À l'opposé, les micropoutres basées sur des matériaux rigides tel le silicium sont moins déformées par les contraintes. Il est donc souvent plus judicieux de préférer mesurer les variations de fréquence de résonance dans le cas de matériaux rigides.

Le principe de base des capteurs résonants à micropoutre réside sur la mesure de la perturbation de la fréquence de résonance mécanique. En effet, comme la fréquence de résonance mécanique d'une micropoutre dépend, entre autres, de la masse de la structure, il est possible de détecter et mesurer toute variation de masse de la structure en observant la fréquence de résonance.

Afin de réaliser un capteur chimique, une couche dite sensible est déposée, le plus souvent sur une seule surface et généralement sur la surface la plus accessible et la plus grande. Cette couche, choisie en fonction de ses affinités avec les gaz à détecter, voit sa masse augmenter en présence des gaz par des phénomènes d'absorption. Cette variation de masse induite entraîne donc une variation de la fréquence de résonance de la structure.

1.3 Modélisation sans pertes et dans le vide

1.3.1 Hypothèses de calcul, approximations

La modélisation classique des micropoutres est basée sur la modélisation des « consoles » en mécanique. Le terme « console » vient de la mécanique classique et représente un type de structure mécanique particulier correspondant à un parallélépipède encastré rigidement dans un support (ou encastrement) par une seule face.

Du fait des rapports de forme généralement considérés (épaisseur et largeur très petites devant la longueur), la modélisation des micropoutres peut être faite grâce à un modèle 1-dimension dans lequel les seules contraintes considérées sont celles ayant lieu le long de la poutre.

Ce modèle 1-dimension repose sur une hypothèse de faibles oscillations de façon à supposer que le mouvement ne se fait que dans le sens de la flexion, ce qui implique que l'abscisse x du bout de poutre ne change pas. Cette condition permet ainsi de travailler avec des équations linéaires ne dépendant pas de l'amplitude des oscillations.

Le modèle se base sur les paramètres mécaniques des matériaux et utilise plus spécifiquement le module de Young. Or, parce que la largeur n'est pas forcément suffisamment petite devant la longueur, il faut tenir compte des effets ayant lieu le long de la largeur de la micropoutre par l'intermédiaire du coefficient de Poisson du matériau.

Ainsi, on pourra considérer un module de Young effectif \hat{E} lié au module de Young E et au coefficient de Poisson ν par les relations suivantes :

- quand la largeur est suffisamment petite devant la longueur, le module de Young effectif est donné par $\hat{E} = E$
- et quand la largeur est comparable à la longueur, le module de Young effectif est donné par $\hat{E} = E / (1 - \nu^2)$

1.3.2 Paramétrisation

Les propriétés physiques, chimiques ou mécaniques de la poutre sont associées à l'indice 1, celles de la couche à l'indice 2 et celles de l'environnement (l'air par exemple) à l'indice 0.

De plus, des lettres spécifiques sont attribuées selon les paramètres, les constantes et les variables. Sans détailler tous les cas, on peut citer par exemple :

- L , b et h représentent respectivement des longueurs (selon l'axe x), des largeurs (selon l'axe y) et des épaisseurs (selon l'axe z)
- m , μ et ρ représentent respectivement des masses, des masses par unité de longueur et des masses par unité de volume ou masses volumiques
- x et w représentent respectivement l'abscisse selon l'axe x par rapport à l'encastrement et les déplacements selon l'axe z par rapport à la position de repos (sans déformation) et leur version en lettres capitales seront utilisées pour le domaine fréquentiel (dans les domaines de Fourier et Laplace, par exemple)
- et t , f , ω et ν représentent respectivement le temps, une fréquence, une pulsation et une fréquence de porteuse (ou fréquence moyenne d'oscillation)

La figure 1.1 représente une micropoutre avec couche sensible ainsi que la position des axes et quelques dimensions géométriques.

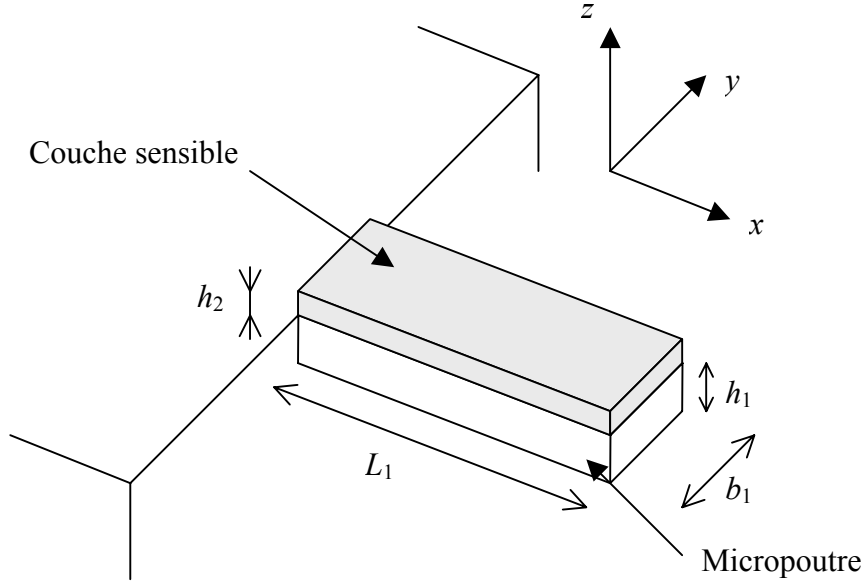


FIG. 1.1: Géométrie d'une micropoutre avec sa couche sensible

1.3.3 Équation différentielle du mouvement

L'équation différentielle du mouvement, pour une modélisation en 1-dimension, est exprimée par :

$$\frac{\partial^2}{\partial x^2} \left(\hat{E}I \frac{\partial^2}{\partial x^2} w(x, t) \right) + \mu \frac{\partial^2}{\partial t^2} w(x, t) = 0 \quad (1.1)$$

où $w(x, t)$ est la déflexion au point x selon l'axe z à l'instant t , μ est la masse par unité de longueur de la micropoutre et I est le moment quadratique de la section d'abscisse x par rapport à l'axe z .

Dans le cas où la section est constante le long de la poutre et où la poutre est homogène, l'équation (1.1) devient :

$$\hat{E}I \frac{\partial^4}{\partial x^4} w(x, t) + \mu \frac{\partial^2}{\partial t^2} w(x, t) = 0 \quad (1.2)$$

Afin de résoudre l'équation différentielle pour déterminer la fréquence de résonance, il semble judicieux de raisonner dans le domaine fréquentiel plutôt que dans le domaine temporel. De plus, un raisonnement dans le domaine fréquentiel permet de connaître la déformée de la poutre aux fréquences de résonance. En prenant la transformée de Fourier de l'équation (1.2), on obtient :

$$\hat{E}I \frac{\partial^4}{\partial x^4} W(x, \omega) - \omega^2 \mu W(x, \omega) = 0 \quad (1.3)$$

où $W(x, \omega)$ est la transformée de Fourier de $w(x, t)$ et ω est la pulsation.

La résolution de l'équation différentielle du mouvement est ainsi simplifiée, passant d'une équation différentielle à deux variables à une nouvelle équation différentielle à une variable.

1.3.4 Fréquence de résonance

L'équation (1.3) a pour solution générale :

$$W(x, \omega) = A \sin \lambda_n x + B \cos \lambda_n x + C \sinh \lambda_n x + D \cosh \lambda_n x \quad (1.4)$$

où A , B , C et D sont des constantes d'intégration à déterminer grâce aux conditions aux limites et avec :

$$\lambda_n = \left(\frac{\omega^2 \mu}{\hat{E}I} \right)^{\frac{1}{4}} L_1 \quad (1.5)$$

Si on considère les conditions aux limites d'une poutre type « console », on a :

– Pas de déplacement à l'encastrement :

$$W(0, \omega) = 0 \quad (1.6)$$

– Pas de pente à l'encastrement :

$$\left[\frac{\partial}{\partial x} W(x, \omega) \right]_{x=0} = 0 \quad (1.7)$$

– Pas de moment fléchissant à l'extrémité libre :

$$\left[\frac{\partial^2}{\partial x^2} W(x, \omega) \right]_{x=L_1} = 0 \quad (1.8)$$

– Pas de contrainte de cisaillement à l'extrémité libre :

$$\left[\frac{\partial^3}{\partial x^3} W(x, \omega) \right]_{x=L_1} = 0 \quad (1.9)$$

La résolution des conditions aux limites permet d'exprimer la déformée en fonction de x aux résonances :

$$W(x, \omega) = W_0 \Phi_{vide} \quad (1.10)$$

avec

$$\Phi_{vide} = \left(\frac{\cosh \lambda_n + \cos \lambda_n}{\sinh \lambda_n + \sin \lambda_n} \right) \left(\sinh \frac{\lambda_n x}{L_1} - \sin \frac{\lambda_n x}{L_1} \right) + \cos \frac{\lambda_n x}{L_1} - \cosh \frac{\lambda_n x}{L_1} \quad (1.11)$$

et W_0 l'amplitude de vibration.

La condition de résonance, qui dicte les valeurs possibles de λ_n , est exprimée via l'équation transcendante :

$$1 + \cos \lambda_n \cosh \lambda_n = 0 \quad (1.12)$$

La résolution numérique de l'équation (1.12) permet d'exprimer λ_n . Les valeurs ainsi obtenues sont présentées dans le tableau 1.1.

TAB. 1.1: Valeurs approchées de λ_n pour les 5 premiers modes

Mode	1	2	3	4	5
λ_n	1,875 104	4,694 091	7,854 757	10,995 54	14,922 57

En utilisant l'équation (1.5), on peut donc exprimer la pulsation de résonance :

$$\omega_n = \left(\frac{\lambda_n}{L_1} \right)^2 \sqrt{\frac{\hat{E}I}{\mu}} \quad (1.13)$$

Si on considère le cas d'une micropoutre de section rectangulaire, on peut exprimer le moment quadratique I en fonction des dimensions :

$$I = \frac{b_1 h_1^3}{12} \quad (1.14)$$

ainsi que la masse par unité de longueur μ d'une micropoutre sans couche sensible :

$$\mu = \rho_1 b_1 h_1 \quad (1.15)$$

où ρ_1 est la masse volumique du matériau de la micropoutre.

En combinant les équations (1.13), (1.14) et (1.15), on peut exprimer la pulsation de résonance d'une micropoutre de section rectangulaire et homogène :

$$\omega_n = \lambda_n^2 \frac{h_1}{L_1^2} \sqrt{\frac{\hat{E}}{12\rho_1}} \quad (1.16)$$

De plus, il est parfois pratique d'écrire cette expression sous une autre forme, en faisant apparaître une masse équivalente m_{eq} et la raideur k de la poutre. La raideur de la poutre est calculée en exprimant la déflexion en bout de poutre quand on applique une force ponctuelle en bout de poutre. On peut ainsi trouver :

$$k = \frac{3\hat{E}I}{L_1^3} \quad (1.17)$$

D'où :

$$\omega_n = \sqrt{\frac{k}{m_{eq}}} \quad (1.18)$$

avec :

$$m_{eq} = \frac{3m}{\lambda_n^4} \quad (1.19)$$

où m est la masse totale de la poutre.

1.3.5 Influence de la couche

Les couches sensibles, déposées généralement en surface des micropoutres, sont très souvent de type polymère alors que les micropoutres sont très classiquement en silicium ou ses dérivés. On peut donc facilement supposer que la raideur d'une micropoutre est très peu modifiée par la présence de la couche sensible. En effet, les modules de Young des polymères sont beaucoup plus faibles que les modules de Young du silicium et ses dérivés, souvent dans un rapport bien plus grand que 1 000.

L'influence de la couche sensible est donc principalement un effet de masse, à savoir que seule la masse par unité de longueur est affectée. On peut donc exprimer la masse par unité de longueur, μ_{12} , de la micropoutre avec couche sensible en tenant compte de la masse de la couche sensible :

$$\mu_{12} = \rho_1 b_1 h_1 + \rho_2 b_1 h_2 \quad (1.20)$$

où ρ_2 est la masse volumique du matériau de la couche sensible et h_2 est l'épaisseur de la couche sensible déposée en surface de la micropoutre.

En remplaçant μ par μ_{12} , on peut exprimer la pulsation de résonance d'une micropoutre de section rectangulaire homogène avec couche sensible par :

$$\omega_n = \lambda_n^2 \frac{h_1}{L_1^2} \sqrt{\frac{\hat{E}}{12 \left(\rho_1 + \rho_2 \frac{h_2}{h_1} \right)}} \quad (1.21)$$

1.3.6 Sensibilité

1.3.6.1 Définition

La sensibilité d'un capteur est définie comme le rapport entre la variation d'une grandeur en sortie pour une variation de la grandeur d'entrée.

Dans le cas des micropoutres, on définit la sensibilité à une concentration de gaz C_g par :

$$S_{C_g} = \left| \frac{df}{dC_g} \right| \quad (1.22)$$

1.3.6.2 Sensibilité au gaz

Pour appliquer la définition présentée par l'équation (1.22), on doit dans un premier temps exprimer la dépendance de la pulsation de résonance avec la concentration du gaz à détecter. Pour ceci, il faut mettre en équation les phénomènes de physisorption se produisant dans la couche sensible en présence de gaz.

Ainsi, on doit exprimer la dépendance de la masse volumique de la couche sensible en fonction de la concentration du gaz. On a :

$$\rho_2(C_g) = \rho_2 + KC_g \quad (1.23)$$

où C_g est la concentration du gaz dans le fluide environnant et K le coefficient de partage du couple couche sensible — gaz à détecter, définit par :

$$K = \frac{C_g[\text{couche}]}{C_g[\text{fluide}]} \quad (1.24)$$

avec $C_g[\text{couche}]$ la concentration du gaz dans la couche sensible et $C_g[\text{fluide}]$ la concentration du gaz à détecter dans le fluide environnant.

En injectant les équations (1.23) et (1.24) dans (1.21), on obtient :

$$\omega_n(C_g) = \left(\frac{\lambda_n}{L_1}\right)^2 h_1 \sqrt{\frac{\hat{E}}{12 \left(\rho_1 + (\rho_2 + KC_g) \frac{h_2}{h_1}\right)}} \quad (1.25)$$

d'où, si on suppose que $KC_g \ll \rho_2$:

$$S_{C_g} = \frac{f_n(0)}{2} \frac{Kh_2}{\rho_1 h_1 + \rho_2 h_2} \quad (1.26)$$

où $f_n(0)$ est la fréquence de résonance en l'absence du gaz à détecter.

À partir de l'équation (1.26), on peut remarquer que la sensibilité est proportionnelle à la fréquence de résonance et est proportionnelle à l'épaisseur de la couche pour de faibles épaisseurs de couche.

Il est ainsi possible de formuler deux principes permettant d'augmenter la sensibilité :

- augmenter la fréquence de résonance par n'importe quel moyen
- utiliser des épaisseurs importantes de couche sensible

1.3.7 Limites du modèle

Le modèle présenté a l'inconvénient de n'être utilisable que si les pertes sont négligées et si aucune sollicitation n'est exercée. Ceci entraîne que les seules fréquences pouvant exister sont les fréquences de résonance.

Ainsi, si on veut étudier le comportement à des fréquences autres que les fréquences de résonance, il faut compléter l'équation différentielle (1.3) par un second membre qui va modéliser l'excitation. La résolution d'une telle équation devient ainsi possible en dehors des fréquences de résonance et impossible aux fréquences de résonance (il y aurait divergence aux fréquences de résonance du fait de l'excitation et du manque de pertes).

Donc, le modèle le plus adapté pour une étude du comportement autour de la fréquence de résonance est un modèle comportant un second membre et un terme représentant les pertes. La résolution complète d'un tel modèle (qui compte des pertes généralement observées dans les micropoutres) est décrite dans les deux chapitres suivants.

1.4 Mesure de la fréquence de résonance

La mesure de la fréquence de résonance consiste à trouver pour quelle fréquence une excitation donnée produit le plus grand mouvement.

Afin d'y parvenir, deux grands principes de mesure de la fréquence de résonance existent : le balayage en fréquence et la réalisation d'un oscillateur ayant comme base la micropoutre.

Dans le premier cas, on va parcourir une plage de fréquence donnée et déterminer à quelle fréquence le rapport entre mouvement et excitation est le plus grand.

Au contraire, dans le deuxième cas, la réalisation d'un oscillateur électrique va consister à se caler sur un point de fonctionnement particulier qui correspond à la fréquence de résonance de la poutre. On aura donc une image électrique de la fréquence de résonance.

Dans les deux cas, il faut être capable d'exciter la micropoutre et de mesurer son mouvement.

1.4.1 Méthodes d'excitation et de détection du mouvement

1.4.1.1 Méthodes d'excitation

De nombreuses méthodes existent pour mettre en mouvement une micropoutre.

Pour ne parler que des plus courantes, on peut citer, l'excitation électromagnétique [Van03], où une force de Laplace s'exerce sur une micropoutre plongée dans un champ magnétique à la surface de laquelle est déposée une piste parcourue par un courant électrique, l'excitation thermoélectrique

[Hag01], où des contraintes mécaniques induites par un échauffement localisé et contrôlé électriquement provoquent une déformation à l'image de l'effet bilame, l'excitation par couche piézoélectrique [Yi02], où un effet bilame est généré via une couche piézoélectrique déposée en surface de la micropoutre, l'excitation par céramique piézoélectrique [Ber00], où l'application d'une tension électrique aux bornes d'une céramique piézoélectrique provoque un déplacement du support de la micropoutre induisant ainsi une déformation de la micropoutre de par son inertie, et l'excitation électrostatique [Dav00], où l'application d'une forte tension électrique entre deux électrodes placées en vis-à-vis, l'une sur une face de la micropoutre et l'autre sur une partie fixe du support, génère la déformation de la micropoutre.

1.4.1.2 Méthodes de détection du mouvement

Parmi les méthodes de détection du mouvement les plus utilisées, on peut citer la mesure optique externe [Dat99], où un faisceau est réfléchi à la surface de la micropoutre pour être détectée par des photodiodes, la mesure capacitive [Aba01], où on vient mesurer la capacité formée par une face de la micropoutre et une électrode en vis-à-vis (le mouvement modifie la distance inter-électrodes et donc la capacité), la mesure piézorésistive [Boi00], où on vient mesurer les variations d'une piézorésistance placée à un endroit où les contraintes varient fortement (à l'image d'une jauge de contrainte), et la mesure par couche piézoélectrique déposée à la surface de la micropoutre [Ada03], où les contraintes générées par le mouvement sont traduites en une tension électrique par l'effet piézoélectrique direct.

1.4.2 Principes de mesure

1.4.2.1 Balayage en fréquence

Le principe du balayage consiste à parcourir un domaine de fréquence sur lequel on excite la micropoutre et on mesure une grandeur représentative du mouvement. L'étude du rapport entre la mesure et la commande ainsi que du déphasage entre les deux signaux permet de déterminer la fréquence de résonance.

L'avantage principal de cette méthode de mesure est qu'il est possible de mesurer le facteur de qualité de la micropoutre, valeur image des pertes et impactant sur la précision de la mesure.

L'inconvénient principal de cette méthode est la lenteur de la mesure car il faut faire des mesures à un grand nombre de fréquence avec une précision importante pour déterminer précisément la fréquence de résonance.

Toutefois, il existe une variante du balayage en fréquence qui consiste à utiliser le mouvement naturel de l'air autour de la micropoutre. En effet, le mouvement de l'air, assimilé à un mouvement aléatoire de type Brownien, excite la micropoutre à toutes les fréquences à la fois. Ainsi, en analysant le bruit du signal de mesure il est possible de déterminer la fréquence de résonance. En revanche, du fait de la faible efficacité d'excitation de la micropoutre par l'air, les mouvements à observer sont très faibles et imposent ainsi le choix d'une méthode de mesure extrêmement précise. L'utilisation d'une méthode optique semble la seule approche réaliste, rendant ainsi la miniaturisation très délicate.

Globalement, ces deux méthodes seront donc plutôt à éviter pour les détections de gaz car les phénomènes à observer sont très souvent trop rapides.

1.4.2.2 Oscillateur bouclé à micropoutres

Le principe de la mesure via des oscillateurs à micropoutres consiste à prélever le signal de sortie en provenance de la micropoutre, image du mouvement, et à l'amplifier de façon à le réinjecter à l'entrée de la micropoutre pour générer le mouvement. On réalise donc une boucle (voir figure 1.2) dans laquelle sont placés un amplificateur et une micropoutre, considérée comme un résonateur.

Le signal électrique ainsi obtenu en sortie de l'amplificateur sera image de la fréquence de résonance mécanique de la micropoutre.

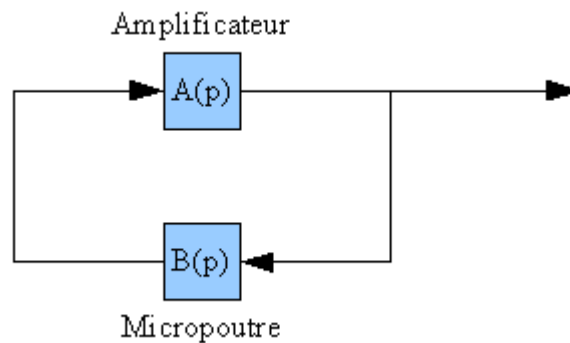


FIG. 1.2: Synoptique d'un oscillateur

Pour maintenir en oscillation le système, l'amplificateur doit amplifier et déphaser le signal de mesure d'une façon telle qu'à la fréquence d'oscillation, l'ensemble amplificateur — micropoutre ait un gain unitaire et aucun déphasage (le signal à la fréquence d'oscillation se perpétuant). Cette condition est appelée condition de Barkhausen et s'écrit :

$$G(p) = A(p)B(p) = 1 \quad (1.27)$$

où $A(p)$, $B(p)$ et $G(p)$ sont, respectivement, les fonctions de transfert de l'amplificateur, de la micropoutre et du système dans le domaine de Laplace.

En pratique, il faut pouvoir assurer le démarrage des oscillations pour que le signal de sortie atteigne la valeur désirée. Ceci n'est possible que si l'amplificateur a un gain $A_L(p)$ dans sa zone linéaire tel que :

$$A_L(p)B(p) > 1 \quad (1.28)$$

Ainsi, le signal d'oscillation peut croître jusqu'à atteindre les non-linéarités de l'amplificateur. L'amplitude des oscillations va ensuite se limiter grâce aux non-linéarités jusqu'à atteindre $A_{NL}(p)B(p) = 1$ où $A_{NL}(p)$ est le gain en régime non-linéaire à la fréquence des oscillations.

L'inconvénient d'une telle approche est l'apparition d'harmoniques dues aux distortions et saturations. Ces harmoniques ont pour effet de limiter les performances en détection du fait de leur impact en terme de bruit de mesure (voir chapitre 5).

1.5 Rapport signal sur bruit

Afin de caractériser les performances des capteurs, il n'est pas suffisant de ne prendre en compte que la sensibilité des capteurs. En effet, le bruit de mesure ne peut pas être négligé car deux capteurs de sensibilité comparable n'auront pas les mêmes facultés de détection si l'un d'entre eux est plus bruyant.

Ainsi, en combinant la sensibilité et le bruit d'un capteur, on peut caractériser sa limite de détection qui se définit comme la plus petite valeur significative mesurable.

1.5.1 Le bruit dans les oscillateurs

Du fait de la structure de l'oscillateur, l'amplificateur et la micropoutre forment une boucle dans laquelle les signaux circulent. De ce fait, une perturbation de phase dans la boucle va se traduire via la condition de Barkhausen (1.27) par une perturbation de la fréquence d'oscillation.

Ainsi, il faut analyser comment un bruit de phase $\psi(t)$ à l'intérieur de la boucle se répercute sur le signal de l'oscillateur (voir figure 1.3).

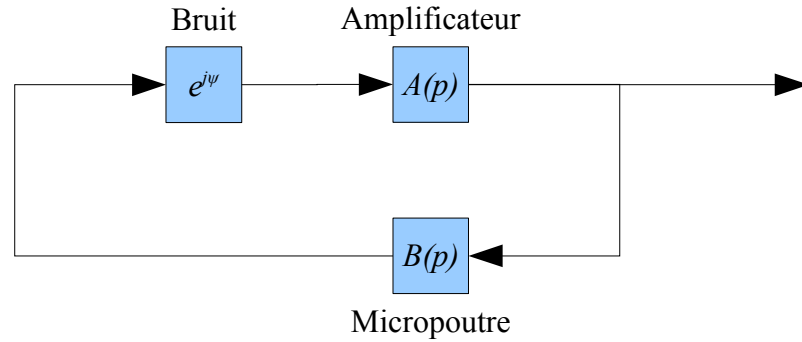


FIG. 1.3: Synoptique d'un oscillateur avec du bruit de phase à l'intérieur de la boucle

Pour exprimer la dépendance de la variation de phase autour de la fréquence de résonance, on modélise la réponse fréquentielle de la micropoutre par la réponse fréquentielle d'un résonateur, dont l'expression est :

$$H(\omega) = \frac{H_0}{1 + iQ \left(\frac{\omega}{\omega_0} - \frac{\omega_0}{\omega} \right)} \quad (1.29)$$

où H_0 est le gain à la résonance, ω_0 est la pulsation de résonance et Q est le facteur de qualité du résonateur et représente les pertes.

Autour de la résonance, l'expression devient :

$$H(\delta\omega) = \frac{H_0}{1 + iQ \left(\frac{2\delta\omega}{\omega_0} \right)} \quad (1.30)$$

où $\delta\omega$ est l'écart de pulsation par rapport à la pulsation de résonance.

D'où la pente de la phase autour de la fréquence de résonance f_0 sans perturbation :

$$\frac{\partial \Phi_H}{\partial f} = -2 \frac{Q}{f_0} \quad (1.31)$$

En utilisant la condition de Barkhausen, on peut exprimer la fluctuation de fréquence de résonance $\Delta f(t)$ en fonction d'une fluctuation de phase dans la boucle d'oscillation :

$$\Delta f(t) = \frac{f_0}{2Q} \psi(t) \quad (1.32)$$

où f_0 est la fréquence de résonance sans perturbation.

Cette approche simple permet de montrer l'intérêt d'utiliser des micropoutres de fréquence de résonance faible (ce qui va à l'encontre d'un gain de sensibilité) et à facteur de qualité élevé. Une approche plus rigoureuse, développée au chapitre 5, confirme cet intérêt.

1.5.2 Rapport signal sur bruit

Si on combine les équations (1.26) et (1.32) on peut exprimer le rapport entre le décalage de fréquence dû à une détection et le décalage de fréquence dû à une fluctuation de phase.

On obtient ainsi l'expression de ce rapport « signal sur bruit » :

$$SNR = \frac{S_{C_g} C_g}{\Delta f(t)} = Q \frac{h_2}{\rho_1 h_1 + \rho_2 h_2} K \frac{C_g}{\psi(t)} \quad (1.33)$$

Grâce à cette expression, on peut remarquer qu'utiliser des micropoutres à fort facteur de qualité est toujours intéressant. De même, on remarque que, logiquement, il faut minimiser les fluctuations de phase dans la boucle de l'oscillateur, et choisir une couche sensible à forte affinité avec le gaz à détecter.

Enfin, on remarque que la fréquence de résonance n'apparaît pas directement dans l'expression mais intervient par l'intermédiaire des épaisseurs de la poutre et de la couche sensible.

1.6 Conclusion

Après une présentation du fonctionnement des capteurs à base de micropoutres résonantes, ce chapitre a présenté un modèle permettant de déterminer de façon simple la fréquence de résonance d'une micropoutre avec sa couche sensible, ainsi que la sensibilité. Toutefois, comme l'a montré l'étude rapide de l'impact du bruit sur les performances en terme de seuil de détection, il est indispensable de prendre en compte le bruit de mesure donc de prendre en compte comment le bruit de l'électronique se traduit en bruit sur la mesure de la fréquence de résonance par l'intermédiaire du facteur de qualité de la micropoutre. Ainsi, l'étude du facteur de qualité, et donc des

pertes, s'avère très pertinente pour déterminer avec méthode comment choisir, par exemple, les dimensions de façon à prendre en compte l'effet combiné de la sensibilité et du bruit de mesure.

Chapitre 2

Modélisation sans couche : influence des pertes

Le but de ce chapitre est de décrire un modèle qui tient compte des principales pertes rencontrées dans les capteurs chimiques à base de micropoutre afin d'en déterminer l'influence. Un tel modèle permettrait ainsi de mieux concevoir les capteurs en adaptant par exemple la géométrie en fonction des performances souhaitées.

À partir des nombreuses publications traitant de micropoutres, que ce soit lorsqu'elles sont utilisées comme résonateur ou comme capteurs et ceci dans des milieux tels que le vide [Blo92], l'air [Ber99], l'eau [Li03], ou tout autre fluide [Shi01], on peut remarquer que l'essentiel des pertes liées à la micropoutre provient de quatre phénomènes :

- les pertes visqueuses dues à la viscosité du fluide environnant (l'air le plus souvent pour la détection de gaz)
- les pertes acoustiques dues à la propagation d'une onde acoustique dans le fluide environnant
- les pertes à l'encastrement dues au défaut de rigidité du support entraînant ainsi la propagation d'une onde mécanique dans le support
- et dans une moindre mesure les pertes internes dues à des effets thermiques ayant lieu dans le matériau constituant les micropoutres

Les pertes internes dans la couche sensible sont ici négligées et leur étude fait l'objet du prochain chapitre.

2.1 Les pertes dans les micropoutres résonantes

Lorsque les micropoutres sont utilisées comme des résonateurs, elles sont généralement placées dans le vide afin de s'affranchir le plus possible de l'in-

fluence de l'air. Dans ce cas, les pertes les plus couramment rencontrées sont dues au défaut de raideur du support ou à des pertes internes au matériau.

En revanche, lorsque les micropoutres sont utilisées en tant que capteur chimique, il devient difficile de se s'affranchir de l'influence de l'air. Ainsi, deux pertes viennent se rajouter et concernent les pertes dues à la viscosité du fluide et, plus rarement, les pertes dues à la propagation d'une onde acoustique.

2.1.1 Facteur de qualité

Afin de quantifier les pertes, on introduit la notion de facteur de qualité Q défini comme le rapport entre l'énergie du système W_{total} et l'énergie cédée à l'environnement ΔW_{total} au cours d'un cycle :

$$Q_{total} = 2\pi \frac{W_{total}}{\Delta W_{total}} \quad (2.1)$$

De plus, afin de dissocier l'influence de chaque perte, on peut décomposer l'énergie perdue en plusieurs termes (en supposant que les pertes sont indépendantes). On peut ainsi écrire :

$$\Delta W_{total} = \Delta W_{visq} + \Delta W_{acous} + \Delta W_{enc} + \Delta W_{int} \quad (2.2)$$

où ΔW_{visq} , ΔW_{acous} , ΔW_{enc} et ΔW_{int} sont les pertes par effet visqueux, les pertes acoustiques, les pertes à l'encastrement et les pertes internes respectivement.

D'où :

$$Q_{total} = 2\pi \frac{W_{total}}{\Delta W_{visq} + \Delta W_{acous} + \Delta W_{enc} + \Delta W_{int}} \quad (2.3)$$

Ainsi, on peut exprimer des facteurs de qualité équivalents correspondants à chaque terme de perte :

$$Q_{visq} = 2\pi \frac{W_{total}}{\Delta W_{visq}} \quad (2.4)$$

$$Q_{acous} = 2\pi \frac{W_{total}}{\Delta W_{acous}} \quad (2.5)$$

$$Q_{enc} = 2\pi \frac{W_{total}}{\Delta W_{enc}} \quad (2.6)$$

$$Q_{int} = 2\pi \frac{W_{total}}{\Delta W_{int}} \quad (2.7)$$

Chaque perte peut donc être étudiée indépendamment en calculant le facteur de qualité équivalent associé. Le facteur de qualité total peut être déduit grâce à la relation :

$$\frac{1}{Q_{total}} = \frac{1}{Q_{visq}} + \frac{1}{Q_{acous}} + \frac{1}{Q_{enc}} + \frac{1}{Q_{int}} \quad (2.8)$$

2.1.2 Pertes visqueuses

2.1.2.1 Présentation du modèle de Sader

Une modélisation des effets visqueux sur la vibration d'une micropoutre a été proposée par J. E. Sader en 1998 [Sad98]. Le modèle présenté a l'avantage de prendre en compte à la fois les aspects dissipatifs et inertiels dans le fluide.

En effet, en dehors des pertes qui apparaissent, un effet inertiel dû au fluide est aussi présent du fait qu'une partie de la masse du fluide est mise en mouvement.

Le modèle se base sur les hypothèses suivantes :

- la section (dans le plan normal à la longueur) est uniforme sur toute la longueur de la micropoutre
- la longueur L_1 est plus grande que la largeur b_1
- la micropoutre est un solide élastique linéaire isotrope
- et l'amplitude de vibration est très faible comparée à toutes les dimensions de la micropoutre

Ainsi, il est possible d'obtenir l'expression de la force par unité de longueur exercée par le fluide le long de la micropoutre en fonction de la fréquence en tenant compte des paramètres du fluide :

$$F_{hydro}(x, \omega) = \frac{\pi}{4} \rho_0 \omega^2 b_1^2 \Gamma(\omega) W(x, \omega) \quad (2.9)$$

où $F_{hydro}(x, \omega)$ est la transformée de Fourier de la force par unité de longueur exercée par le fluide, ρ_0 est la masse volumique du fluide, $W(x, \omega)$ est la transformée de Fourier de la déformée de la micropoutre et $\Gamma(\omega)$ est la « fonction hydrodynamique » obtenue en résolvant les équations du mouvement du fluide :

$$div \vec{u} = 0 \quad (2.10)$$

et

$$- grad P + \eta_0 \tilde{\Delta} \vec{u} = i \rho_0 \omega \vec{u} \quad (2.11)$$

où η_0 est la viscosité dynamique (ou absolue) du fluide, ρ_0 sa masse volumique, P la pression et $\tilde{\Delta}$ est le Laplacien vectoriel¹ du champ de vitesse \vec{u} .

2.1.2.2 Fonction hydrodynamique

La résolution des équations (2.10) et (2.11) dans le cas d'une micropoutre de section rectangulaire est très délicate et n'a, apparemment, jamais été faite.

Toutefois, J. E. Sader a proposé une expression² approchée de la fonction hydrodynamique $\Gamma_{rect}(\omega)$ d'une poutre de section rectangulaire en corrigeant la fonction hydrodynamique $\Gamma_{circ}(\omega)$ d'une poutre de section circulaire :

$$\Gamma_{rect}(\omega) = \Omega(\omega)\Gamma_{circ}(\omega) \quad (2.12)$$

avec :

$$\Gamma_{circ}(\omega) = 1 - \frac{4iK_1(i\sqrt{-iRe})}{\sqrt{-iRe}K_0(i\sqrt{-iRe})} \quad (2.13)$$

où K_0 , K_1 sont les fonctions de Bessel de la deuxième espèce et Re le nombre de Reynolds donné par :

$$Re = \frac{\rho_0\omega b_1^2}{4\eta_0} \quad (2.14)$$

et avec $\Omega(\omega)$ une fonction de correction donnée par :

$$\Omega(\omega) = \Omega_r(\omega) - i\Omega_i(\omega) \quad (2.15)$$

où :

$$\begin{aligned} \Omega_r(\omega) = & (0,91324 - 0,48274T + 0,46842T^2 - 0,12886T^3 \\ & + 0,044055T^4 - 0,0035117T^5 + 0,00069085T^6) \\ & (1 - 0,56964T + 0,48690T^2 - 0,13444T^3 \\ & + 0,045155T^4 - 0,0035862T^5 + 0,00069085T^6)^{-1} \end{aligned} \quad (2.16)$$

et

$$\begin{aligned} \Omega_i(\omega) = & (-0,024134 - 0,029256T + 0,016294T^2 \\ & - 0,00010961T^3 + 0,000064577T^4 - 0,000044510T^5) \\ & (1 - 0,59702T + 0,55182T^2 - 0,18357T^3 \\ & + 0,079156T^4 - 0,014369T^5 + 0,0028361T^6)^{-1} \end{aligned} \quad (2.17)$$

¹Le Laplacien vectoriel d'un champ vectoriel est le vecteur défini par le Laplacien scalaire de chacune des composantes du champ vectoriel.

²La convention utilisée dans l'article original est différente de celle utilisée pour ce document (transformée de Fourier impliquant le terme $\exp i\omega t$ dans l'intégrale)

avec $T = \log_{10}(Re)$.

Ainsi, l'expression de $\Gamma_{rect}(\omega)$ permet d'obtenir une précision de 0,1% sur l'intervalle $Re \in [10^{-6}, 10^4]$ par rapport à la solution exacte de la fonction hydrodynamique dans le cas d'une poutre infiniment fine ($h_1 \ll b_1$).

2.1.2.3 Effets dissipatifs et inertiels

En analysant l'expression de $\Gamma_{rect}(\omega)$, il est possible de séparer les parties réelles et imaginaires. Ainsi, il est possible de remarquer que la partie réelle est toujours positive et que la partie imaginaire est toujours négative.

Du fait de la transformée de Fourier et des signes des parties réelles et imaginaires, on peut donc affirmer que la partie réelle va correspondre à un effet inertiel s'ajoutant ainsi à la masse de la poutre, et que la partie imaginaire va correspondre à des pertes contribuant ainsi à l'atténuation de l'amplitude de vibration de la poutre.

2.1.3 Pertes à l'encastrement

2.1.3.1 Mécanismes physiques

Lorsque la poutre est en mouvement, elle exerce des forces à son encastrement. Ces forces appliquées à la face encastree de la poutre (en $x = 0$) peuvent être décomposées en deux termes : une force de cisaillement dirigée selon l'axe z , et un moment exercé autour de l'axe y .

Dans la pratique, l'encastrement n'étant pas parfaitement rigide, cette force et ce moment se traduisent par un mouvement de la face d'encastrement, entraînant ainsi un travail mécanique.

Ce travail fourni par la poutre représente donc une perte d'énergie, fournie au support, qu'il faut quantifier.

2.1.3.2 Modèles théoriques existants

Peu d'études théoriques analytiques existent sur les pertes à l'encastrement. On peut en citer deux : le modèle de Jimbo et Itao (1968) [Jim68] et le modèle de Hao, Erbil et Ayazi (2003) [Hao03].

Ces deux modèles étudient l'influence de la vibration d'une micropoutre sur son support. Plus précisément, ces modèles quantifient le travail mécanique fourni par la poutre du fait des contraintes de cisaillement et des moments à l'encastrement.

Du fait des hypothèses prises, et plus spécifiquement de l'hypothèse d'un support beaucoup plus épais que la poutre, l'étude se limite à l'étude des contraintes de cisaillement selon l'axe de vibration (axe z).

Les contraintes de cisaillement vont donc entraîner un déplacement de la face à l'encastrement générant ainsi une onde élastique dans le support.

Le résolution analytique des équations du mouvement dans le support, combinée à la détermination des contraintes de cisaillement à l'encastrement permet d'exprimer le facteur de qualité équivalent associé aux pertes à l'encastrement.

Dans le cas d'un matériau à coefficient de Poisson de 0,28, on obtient :

$$Q_{enc} = 3,966 \frac{1}{\lambda_n} \left(\frac{\cos \lambda_n + \cosh \lambda_n}{\sin \lambda_n - \sinh \lambda_n} \right)^2 \left[\frac{L_1}{h_1} \right]^3 \quad (2.18)$$

où λ_n prend la valeur de la table 1.1 correspondant au mode n .

2.1.3.3 Discussion sur la limitation des modèles

Il est important de rappeler que les modèles présentés précédemment ne sont valables que dans le cas où l'épaisseur du support est beaucoup plus importante que l'épaisseur de la poutre.

En effet, une approche plus générale, présentée par D. M. Photiadis et J. A. Judge en 2004 [Pho04], montre que si l'épaisseur du support ne peut plus être considérée comme très grande devant l'épaisseur de la poutre, alors le travail mécanique généré par les moments à l'encastrement peut ne plus être négligeable.

De plus, même si l'épaisseur du support est beaucoup plus importante que l'épaisseur de la poutre, certains encastrement non abrupts (voir figure 2.1) peuvent être très souples et peuvent donc occasionner des pertes significatives.

2.1.4 Pertes internes

2.1.4.1 Mécanismes physiques

La vibration de la poutre induit des contraintes en compression et en expansion à l'intérieur de la micropoutre. Ces contraintes se traduisent par des variations locales de température. Le gradient de température ainsi généré provoque des échanges thermiques.

Ce phénomène est appelé thermoélasticité et dépend de la géométrie de la poutre, des propriétés du matériau de la poutre et de la fréquence de vibration.

En effet, à basse fréquence, la propagation d'éventuels effets thermiques est très rapide, et minimise ainsi le gradient de température. En revanche, à

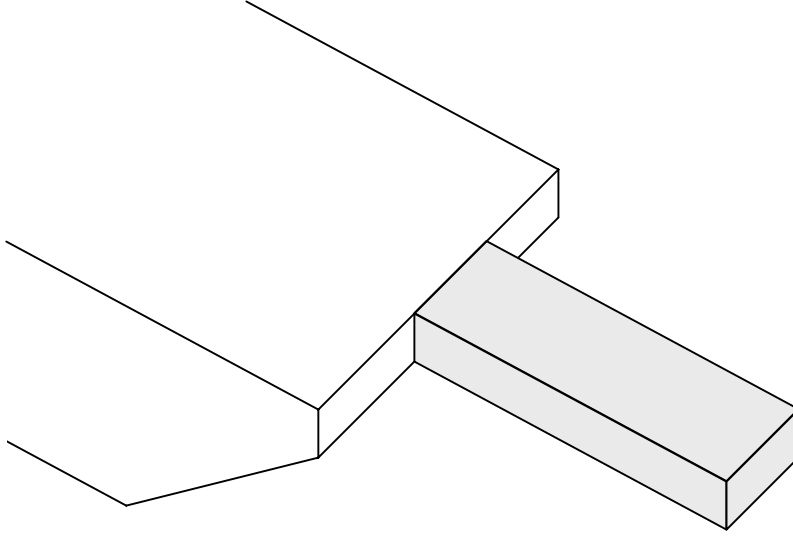


FIG. 2.1: Exemple d'encastrement non abrupt

haute fréquence, les échanges thermiques n'ont pas le temps de se faire. Dans ces deux cas, on aura donc très peu de pertes.

Par contre, à fréquence moyenne, les échanges thermiques vont entraîner des pertes du fait des dilatations dans le matériau qui s'opposent à son mouvement.

2.1.4.2 Modèle théorique

À l'heure d'écriture de ces lignes, le modèle le plus adapté à l'étude des pertes thermoélastiques dans les micropoutres de section rectangulaire est le modèle proposé par R. Lifshitz et M. L. Roukes [Lif00].

Ce modèle permet de quantifier les pertes internes au matériau d'une poutre en fonction de la fréquence de vibration, des dimensions de la poutre et des propriétés du matériau.

On a donc :

$$Q_{int} = \frac{C_{p1}\rho_1}{E_1\alpha_1^2 T} \left(\frac{6}{\zeta^2} - \frac{6 \sinh \zeta + \sin \zeta}{\zeta^3 \cosh \zeta + \cos \zeta} \right)^{-1} \quad (2.19)$$

avec :

$$\zeta = h_1 \sqrt{\frac{\omega \rho_1 C_{p1}}{2\kappa_1}} \quad (2.20)$$

où T est la température et α_1 , C_{p1} et κ_1 sont, respectivement, le coefficient linéaire de dilatation thermique, la capacité thermique massique et la conductivité thermique du matériau de la poutre.

De plus, il est possible de remarquer que l'expression (2.19) possède un minimum pour $\zeta_{min} \approx 2,225$. À cette valeur, on a :

$$Q_{int_{min}} = 2,024 \frac{C_{p1} \rho_1}{E_1 \alpha_1^2 T} \quad (2.21)$$

Dans le cas d'une micropoutre en silicium à une température $T = 300$ K, on a $E_1 \approx 130$ GPa pour l'orientation cristalline $\langle 100 \rangle$, $\alpha_1 \approx 2,6 \cdot 10^{-6}/K$, $\rho_1 \approx 2\,330$ kg/m³ et $C_{p1} \approx 700$ J/kg · K.

D'où le facteur de qualité minimal :

$$Q_{int_{min}} \approx 10\,851 \quad (2.22)$$

2.1.5 Modélisation de la propagation acoustique

2.1.5.1 Puissance rayonnée

La vibration d'une micropoutre dans un fluide compressible entraîne la génération et la propagation d'une onde dans le milieu. L'onde ainsi générée représente une perte d'énergie et est donc représentable par un facteur de qualité équivalent.

L'étude de ces pertes repose sur la résolution de l'équation différentielle suivante :

$$\Delta P + \frac{1}{c_0^2} \frac{\partial^2 P}{\partial t^2} = 0 \quad (2.23)$$

où P est la pression acoustique et c_0 la vitesse de propagation du son dans le fluide.

La résolution de cette équation appliquée au cas d'une poutre de section rectangulaire est extrêmement délicate.

En revanche, W. K. Blake [Bla74] a proposé une résolution approchée en approximant la poutre par une poutre de section elliptique en se plaçant dans un repère elliptique. Il en résulte l'expression de l'énergie totale rayonnée :

$$\Delta W_{acous}(\omega) = \frac{\rho_0 c_0 (k_0 b_1)^4 \omega}{1024} \int_{\theta=0}^{\pi} \sin^3 \theta |\hat{U}_\omega(k_0 \cos \theta)|^2 d\theta \quad (2.24)$$

où $\hat{U}_\omega(\gamma)$ est la transformée de Fourier de la vitesse de la poutre en fonction de x et avec :

$$k_0 = \frac{\omega}{c_0} \quad (2.25)$$

Toutefois, cette expression n'est valable que pour des nombres d'ondes dans le fluide k_0 petits par rapport au nombre d'onde structurel ($k_n = \lambda_n/L_1$),

ce qui correspond à la *non coïncidence* acoustique et donc à une faible efficacité de l'excitation du fluide. On a, ainsi, une expression pour le cas des faibles pertes.

En considérant l'expression (1.10) de la déformée de la poutre dans le vide et sans pertes, on peut écrire :

$$\hat{U}_\omega(\gamma) = i\omega \int_{x=0}^{L_1} W(x, \omega) \exp^{-i\gamma x} dx \quad (2.26)$$

2.1.5.2 Facteur de qualité

Pour exprimer le facteur de qualité associé aux pertes par rayonnement acoustique, il faut, connaissant l'énergie rayonnée $\Delta W_{acous}(\omega)$, déterminer l'énergie totale de la poutre. Pour cela, on exprime l'énergie cinétique de la poutre à l'instant où il n'y a plus de déformations et donc où l'énergie élastique est nulle :

$$W_{total} = \frac{1}{2} \mu \omega^2 \int_{x=0}^{L_1} W^2(x, \omega) dx \quad (2.27)$$

D'où l'expression³ du facteur de qualité associé au rayonnement acoustique :

$$Q_{acous} = \frac{1024\pi\mu\omega \int_{x=0}^{L_1} W^2(x, \omega) dx}{\rho_0 c_0 (k_0 b_1)^4 \int_{\theta=0}^{\pi} \sin^3 \theta \left| \int_{x=0}^{L_1} W(x, \omega) \exp^{-ixk_0 \cos \theta} dx \right|^2 d\theta} \quad (2.28)$$

2.2 Résolution de l'équation différentielle du mouvement

Cette section détaille une méthode de résolution de l'équation différentielle du mouvement de la poutre en incluant les différentes pertes. L'intérêt d'une telle résolution repose sur plusieurs aspects.

Il est ainsi possible d'obtenir de façon analytique la déformée de la poutre en fonction de la fréquence et le long de la poutre pour une méthode d'excitation donnée. Il devient donc possible de comparer l'influence des méthodes d'excitation en terme de contraintes le long de la poutre, ou d'exprimer l'efficacité d'un mode de détection en fonction de son positionnement le long de la poutre.

³Les deux intégrales de la variable x sont facilement calculables mais n'ont pas été intégrées dans l'expression dans un but de clarté

2.2.1 Description de l'approche

Du fait de la complexité de la tâche, il est inconcevable d'essayer de résoudre l'équation différentielle du mouvement de la poutre en incluant directement les différentes pertes. Dès lors, il faut utiliser une méthode alternative.

La méthode proposée repose sur la résolution de l'équation différentielle suivante :

$$\hat{E}I \frac{\partial^4}{\partial x^4} W(x, \omega) + i\omega\xi W(x, \omega) - \omega^2 \mu W(x, \omega) = F(x, \omega) \quad (2.29)$$

où $F(x, \omega)$ est la résultante des forces par unité de longueur s'exerçant sur la poutre, et ξ un terme dit « de pertes ».

Par analogie avec la réponse d'un oscillateur simple harmonique, il est possible d'établir le lien entre le terme ξ et le facteur de qualité Q :

$$\xi = \frac{\mu\omega}{Q} \quad (2.30)$$

Étant donné que le facteur de qualité est déterminé en calculant le rapport entre énergie totale et énergie perdue pendant un cycle, il est calculable à toute fréquence, même s'il est de coutume de l'associer à un mode de résonance.

Ainsi, le terme ξ représente les pertes de par son lien avec le facteur de qualité. On utilisera donc la relation (2.30) pour « injecter » dans l'équation différentielle des termes représentant les pertes qui, autrement, ne pourraient pas (ou difficilement) être prises en compte lors de la résolution.

En résolvant l'équation (2.29), il devient ainsi possible d'obtenir la réponse fréquentielle approchée de la poutre en tenant compte de toutes les pertes. Ceci suppose, bien sûr, de disposer d'une expression du facteur de qualité en fonction de la fréquence.

Il faut noter toutefois que cette approche ne permet de prendre en compte que les effets dissipatifs des pertes. En effet, les éventuels effets inertiels causés par les mécanismes de pertes étudiés ne sont pas représentés, par définition, par le facteur de qualité et doivent donc être prises en compte de façon plus complète.

2.2.2 Équation différentielle considérée

Afin de déterminer le plus fidèlement possible la déflexion de la poutre en fonction de x et ω , on utilise l'équation différentielle (2.29) avec :

$$F(x, \omega) = F_{hydro}(x, \omega) + F_{exc}(x, \omega) \quad (2.31)$$

où $F_{exc}(x, \omega)$ la force appliquée sur la poutre représentant l'excitation considérée et $F_{hydro}(x, \omega)$ la force de rappel exercée par le fluide du fait de sa viscosité et de sa densité (via le modèle de Sader), et avec $\xi(\omega)$ le terme de pertes calculé grâce à l'expression suivante :

$$\xi(\omega) = \mu\omega \left(\frac{1}{Q_{acous}} + \frac{1}{Q_{enc}} + \frac{1}{Q_{int}} \right) \quad (2.32)$$

De cette façon, l'effet inertiel dû à la viscosité du fluide est pris en compte ainsi que les effets dissipatifs de toutes les pertes (viscosité du fluide, propagation acoustique, encastrement non parfait et thermoélasticité). Cette équation se justifie d'autant plus que les pertes les plus rencontrées dans les capteurs chimiques à base de micropoutres sont les pertes dues à la viscosité du fluide. Les éventuels effets inertiels des autres pertes (par exemple un éventuel effet inertiel du fait de la propagation acoustique) ont donc une influence moindre en proportion.

2.2.3 Résolution

La résolution de l'équation différentielle (2.29) dans le cas général (forces d'excitations arbitraires) n'étant pas pertinente, seuls les cas rencontrés en pratique sont étudiés.

La résolution se limitera donc aux deux méthodes d'excitation suivantes :

- cas d'une force ponctuelle en bout de poutre
- cas d'une pression uniformément répartie sur la longueur de la poutre

Ces deux méthodes correspondent aux deux méthodes classiquement utilisées au laboratoire IMS, à savoir un actionnement électromagnétique et un actionnement par céramique piézoélectrique.

2.2.3.1 Cas d'une force ponctuelle en bout de poutre

L'actionnement électromagnétique consiste à faire circuler un courant électrique dans une piste conductrice placée en bout de poutre. La présence d'un champ magnétique va ainsi entraîner l'apparition d'une force de Laplace localisée en bout de poutre (voir figure 2.2 page suivante).

Cette force ponctuelle $F_{mag}(\omega)$ se traduit par une contrainte en cisaillement sur la face en bout de poutre. On a donc :

$$\left[\frac{\partial^3}{\partial x^3} W(x, \omega) \right]_{x=L_1} = \frac{F_{mag}(\omega)}{\hat{E}I} \quad (2.33)$$

L'équation à résoudre devient donc :

$$\hat{E}I \frac{\partial^4}{\partial x^4} W(x, \omega) + i\omega\xi(\omega)W(x, \omega) - \omega^2\mu W(x, \omega) = F_{hydro}(x, \omega) \quad (2.34)$$

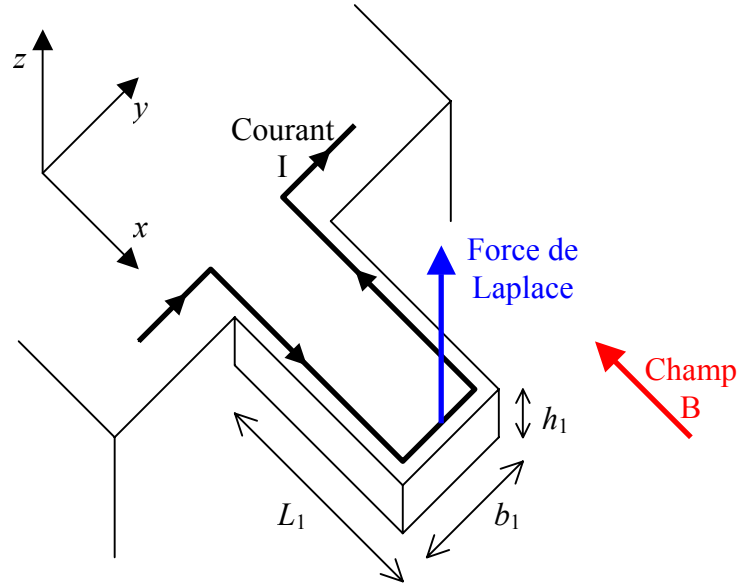


FIG. 2.2: Micropoutre actionnée par une force ponctuelle à son extrémité, exemple d'une force de Laplace

où $F_{hydro}(x, \omega)$ est la force par unité de longueur exercée par le fluide le long de la poutre donnée par le modèle de Sader.

Et les conditions aux limites sont l'équation (2.33) et :

$$W(0, \omega) = 0 \quad (2.35)$$

$$\left[\frac{\partial}{\partial x} W(x, \omega) \right]_{x=0} = 0 \quad (2.36)$$

$$\left[\frac{\partial^2}{\partial x^2} W(x, \omega) \right]_{x=L_1} = 0 \quad (2.37)$$

Après résolution, on obtient l'expression analytique de la déformée en fonction de x et ω :

$$W(x, \omega) = \frac{F_{mag}(\omega)L_1^3}{2\lambda^3 \hat{E}I} \frac{1}{R_\lambda} \Phi_{mag}(x, \omega) \quad (2.38)$$

avec :

$$R_\lambda = \cos \lambda + \frac{1}{\cosh \lambda} \quad (2.39)$$

et

$$\begin{aligned} \Phi_{mag}(x, \omega) = & \left(\cos \frac{\lambda x}{L_1} - \cosh \frac{\lambda x}{L_1} \right) \left(\frac{\sin \lambda}{\cosh \lambda} + \tanh \lambda \right) \\ & + \left(\sinh \frac{\lambda x}{L_1} - \sin \frac{\lambda x}{L_1} \right) \left(\frac{\cos \lambda}{\cosh \lambda} + 1 \right) \end{aligned} \quad (2.40)$$

où

$$\lambda = L_1 \left(\frac{-i\omega\xi(\omega) + \omega^2\mu + \frac{\pi}{4}\omega^2\rho_0 b_1^2 \Gamma_{rect}(\omega)}{\hat{E}I} \right)^{\frac{1}{4}} \quad (2.41)$$

On peut remarquer que l'amplitude de vibration est, depuis la prise en compte des pertes, déterminée grâce aux conditions aux limites. En revanche, la fréquence de résonance n'est plus directement calculable. Ceci provient du fait que λ est complexe et n'annule donc plus l'expression (2.39).

Cette particularité impose une étude spécifique pour la détermination de la fréquence de résonance et fait l'objet de la section 2.2.4.

2.2.3.2 Cas d'une pression uniforme répartie

L'actionnement par céramique piézoélectrique consiste à faire bouger le support de la poutre à la fréquence d'excitation voulue (voir figure 2.3 page suivante). Le mouvement ainsi généré interdit de considérer le référentiel associé au support comme Galiléen.

L'étude du mouvement de la poutre dans le référentiel associé au support doit donc faire intervenir la force d'inertie due au mouvement du support. Si on considère un déplacement $z(t)$ selon l'axe z , la force d'inertie $df_i(t)$ qui s'applique à un élément de masse dm s'exprime par :

$$df_i(t) = \frac{d^2 z(t)}{dt^2} dm \quad (2.42)$$

Ce qui, autrement écrit, donne :

$$df_i(t) = \left(\frac{d^2 z(t)}{dt^2} \rho_1 h_1 \right) (b_1 dL_1) \quad (2.43)$$

où dL_1 est la longueur de l'élément de masse considéré.

On remarque bien ainsi que le mouvement du support se traduit en une pression uniformément répartie sur toute la surface de la poutre (surface $L_1 b_1$).

En appliquant la force d'inertie sur des volumes de longueur unitaire, l'équation à résoudre devient :

$$\hat{E}I \frac{\partial^4}{\partial x^4} W(x, \omega) + i\omega\xi(\omega)W(x, \omega) - \omega^2\mu W(x, \omega) = F_{hydro}(x, \omega) + F_{inertie} \quad (2.44)$$

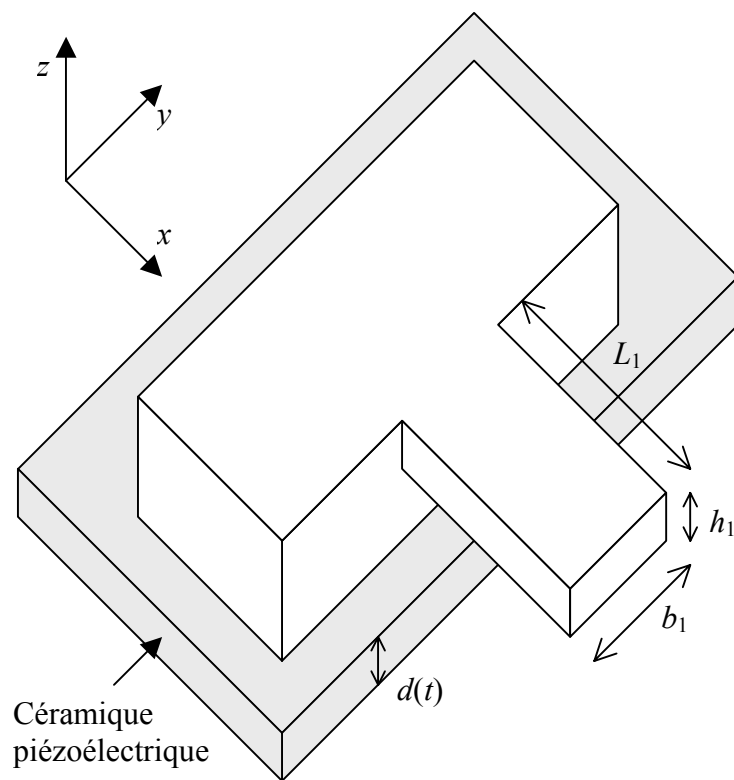


FIG. 2.3: Micropoutre actionnée par une céramique piézoélectrique

où $F_{hydro}(x, \omega)$ est la force exercée par unité de longueur par le fluide le long de la poutre donnée par le modèle de Sader et avec la force d'inertie par unité de longueur donnée par :

$$F_{inertie} = -\omega^2 \mu Z(\omega) \quad (2.45)$$

où $Z(\omega)$ est l'amplitude du déplacement.

Il est possible de remarquer à partir de l'expression précédente que l'efficacité d'une telle excitation croît avec le carré de la fréquence d'excitation.

Les conditions aux limites sont :

$$W(0, \omega) = 0 \quad (2.46)$$

$$\left[\frac{\partial}{\partial x} W(x, \omega) \right]_{x=0} = 0 \quad (2.47)$$

$$\left[\frac{\partial^2}{\partial x^2} W(x, \omega) \right]_{x=L_1} = 0 \quad (2.48)$$

$$\left[\frac{\partial^3}{\partial x^3} W(x, \omega) \right]_{x=L_1} = 0 \quad (2.49)$$

Après résolution, on obtient la déformée en fonction de x et ω :

$$W(x, \omega) = \frac{Z(\omega)\omega\mu L_1^4}{\lambda^4 \hat{E}I} \left[1 + \frac{1}{2R_\lambda} \Phi_{piezo}(x, \omega) \right] \quad (2.50)$$

avec :

$$\begin{aligned} \Phi_{piezo}(x, \omega) = & \left(\cos \frac{\lambda x}{L_1} - \cosh \frac{\lambda x}{L_1} \right) (\sin \lambda \tanh \lambda) \\ & + \left(\sinh \frac{\lambda x}{L_1} - \sin \frac{\lambda x}{L_1} \right) (\cos \lambda \tanh \lambda + \sin \lambda) \\ & - \left(\cos \frac{\lambda x}{L_1} + \cosh \frac{\lambda x}{L_1} \right) R_\lambda \end{aligned} \quad (2.51)$$

où λ est toujours défini par l'équation (2.41).

2.2.4 Méthode d'extraction de la fréquence de résonance et du facteur de qualité

À partir des expressions (2.38) et (2.50) des déformées, une étude simple peut être menée pour approcher la fréquence de résonance.

En effet, quand λ est réel, le terme R_λ s'annule pour des valeurs particulières λ_n solutions de l'équation (1.12). Ceci correspond au cas où aucune perte n'est présente et traduit ainsi la divergence du fait de la résonance et de la présence d'une force d'excitation.

En revanche, quand λ est complexe mais à partie imaginaire proche de 0 (donc en présence de faibles pertes), le terme R_λ ne s'annule plus mais est minimum pour certaines valeurs de λ . La résonance ne se traduit ainsi plus par une divergence et ne peut donc plus être déterminée aussi facilement.

Toutefois, compte tenu de la forme des expressions (2.40) et (2.51) dictant l'allure de la déformée le long de la poutre, il est possible d'observer qu'aucune variation brutale ne se produit quand λ « tend ⁴ » vers λ_n . Ainsi, le comportement en fonction de λ des expressions des déformées est principalement dicté par le comportement du terme R_λ autour de λ_n . En effet, autour de λ_n , le terme $|\frac{1}{R_\lambda}|$ possède un maximum quand $|\lambda|$ tend vers λ_n avec λ à partie imaginaire proche de 0.

Ceci entraîne qu'il est possible d'obtenir une bonne approximation de la fréquence de résonance en présence de faibles pertes en résolvant l'équation :

$$|\lambda| = \lambda_n \quad (2.52)$$

En revanche, la détermination du facteur de qualité à un mode de résonance ne peut pas se faire en se limitant à l'étude de λ . Il est donc judicieux de déterminer le facteur de qualité en analysant la courbe de la réponse fréquentielle autour de la résonance.

Le facteur de qualité est déduit grâce à l'expression suivante :

$$Q = \frac{f_0}{\Delta f} \quad (2.53)$$

où f_0 est la fréquence de résonance et Δf la largeur de bande où l'amplitude en module vaut $\frac{1}{\sqrt{2}}$ fois l'amplitude en module à la résonance.

Toutefois, cette méthode de détermination du facteur de qualité, bien que systématique, possède deux, légers, inconvénients. Premièrement, le facteur de qualité déduit est imprécis dans le cas des fortes pertes voire indéterminable lorsque le pic de résonance n'est pas assez prononcé. Deuxièmement, l'expression (2.8) présentée plus tôt est utilisable directement si on dispose des expressions permettant de calculer le facteur de qualité associé à chaque perte.

Malgré tout, la méthode proposée permet l'analyse du mouvement à toute abscisse x en fonction de la fréquence. Il est ainsi possible de prendre en

⁴ λ étant complexe, il serait plus judicieux de parler du module de λ quand sa partie imaginaire tend vers 0

compte la méthode de détection du mouvement (mesure optique de la déflexion ou mesure des contraintes par exemple) afin de déterminer à la fois l'amplitude des signaux de mesure ainsi que l'éventuel déphasage.

Une telle méthode permet ainsi de connaître avec précision la réponse fréquentielle de la poutre en incluant un éventuel effet du système de mesure ou d'excitation comme par exemple la présence d'une résonance électrique.

2.3 Réponse fréquentielle

Afin d'observer l'influence de l'excitation sur la réponse de la poutre, il est possible de tracer la réponse fréquentielle de la poutre pour les deux modes d'excitation proposés.

Il est possible de montrer, par l'exemple, l'influence du mode d'excitation sur la réponse fréquentielle. Pour cela, on choisit une poutre fabriquée en silicium mono-cristallin orienté $\langle 100 \rangle$, baignant dans l'air à température ambiante ($T = 300\text{K}$) et à pression atmosphérique $P = 1\text{bar}$, et de dimensions $L_1 = 100\ \mu\text{m}$, $b_1 = 30\ \mu\text{m}$ et $h_1 = 5\ \mu\text{m}$.

Le matériau considéré pour la poutre a pour caractéristiques principales :

- $\hat{E}_1 = 133,6\ \text{GPa}$
- $\nu_1 = 0,279$
- $\rho_1 = 2\ 330\ \text{kg/m}^3$
- $\alpha_1 = 2,6\ 10^{-6}/\text{K}$
- $C_{p_1} = 700\ \text{J/kg} \cdot \text{K}$
- $\kappa_1 = 150\ \text{W/m} \cdot \text{K}$

Le fluide considéré (l'air) a pour caractéristiques principales :

- $\rho_0 = 1,179\ \text{kg/m}^3$
- $\eta_0 = 18,57\ 10^{-6}\ \text{Pa} \cdot \text{s}$
- $c_0 = 347,6\ \text{m/s}$

2.3.1 Déformée en bout de poutre et moment fléchissant à l'encastrement

Les deux modes d'excitation envisagés (électromagnétique et céramique piézoélectrique) sont comparés en terme d'influence sur la déformée en bout de poutre et sur le moment fléchissant à l'encastrement.

Afin de faciliter la comparaison graphique des deux modes d'excitation, la déformée dans le cas de l'excitation par céramique piézoélectrique sera déterminée en considérant que la force d'inertie est indépendante de la fréquence.

En effet, la résolution faite dans la section précédente fait apparaître un terme ω^2 lié au fait que l'excitation est une force d'inertie. On considérera

donc une force d'excitation indépendante de la fréquence afin de faire disparaître l'influence du terme ω^2 afin de pouvoir comparer les comportements de façon graphique.

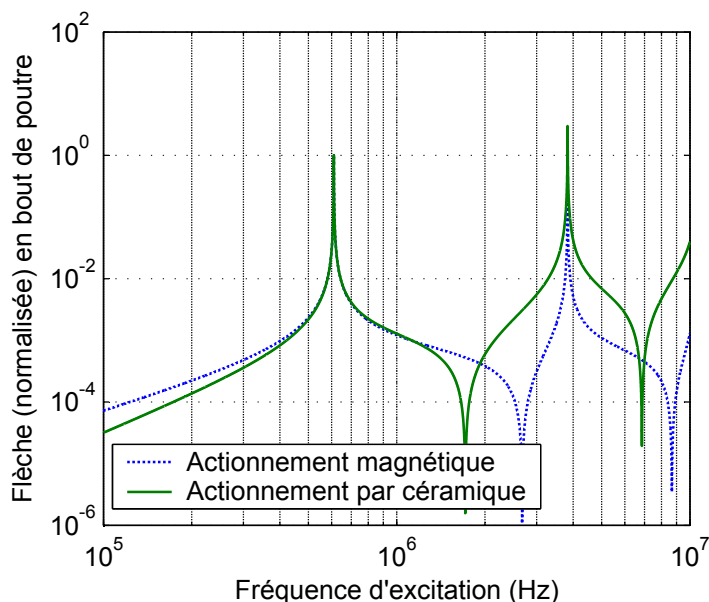


FIG. 2.4: Flèche (en module) en bout de poutre normalisée à l'amplitude du premier mode de vibration, pour les deux modes d'actionnement

Les figures 2.4 et 2.5 illustrent le comportement fréquentiel d'une micro-poutre selon le mode d'excitation.

Il est ainsi possible de remarquer que le comportement général est le même quel que soit le mode d'excitation et plus particulièrement à la résonance.

En dehors de la résonance, il est possible de remarquer l'existence d'anti-résonances pour la flèche en bout de poutre entre les modes de vibration. De plus, ces anti-résonances ne se produisent pas à la même fréquence d'excitation selon le mode d'excitation, illustrant ainsi l'influence de l'excitation sur le comportement de la poutre en dehors de la résonance.

En revanche, aucune anti-résonance n'est présente dans le cas de l'actionnement magnétique si on observe les contraintes normales à l'encastrement, alors que des anti-résonances existent lors d'une excitation par céramique piézoélectrique.

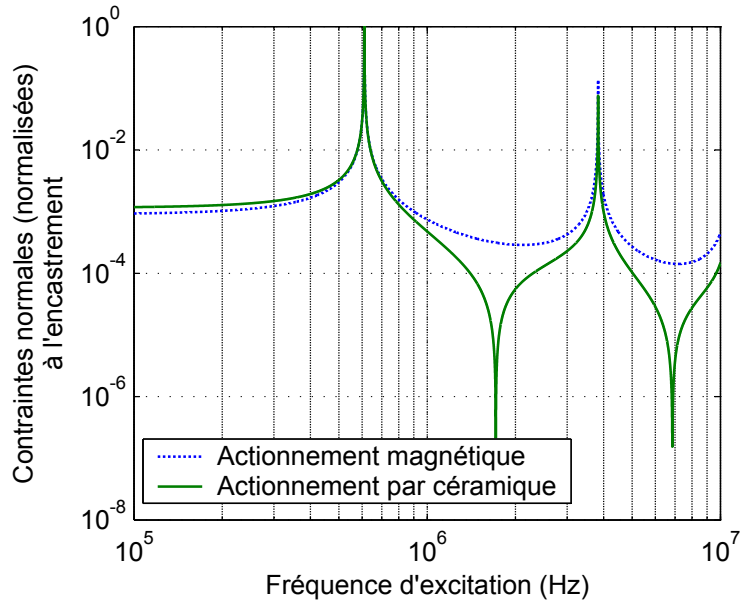


FIG. 2.5: Contraintes normales (en module) à l'encastrement normalisées à l'amplitude du premier mode de vibration, pour les deux modes d'actionnement

2.3.2 Mesure par piézorésistance

Afin d'obtenir un signal représentatif du mouvement de la poutre, la méthode de mesure choisie au laboratoire, dans un souci de miniaturisation et d'intégration, est une mesure piézorésistive.

L'idée principale d'une telle mesure provient du fait que le silicium dopé est un matériau piézorésistif, c'est-à-dire un matériau dont la résistivité dépend des contraintes appliquées.

Ainsi, en plaçant une piézorésistance à l'endroit où les contraintes normales (selon l'axe x) générées par le mouvement de la poutre sont maximales il est possible d'obtenir un signal électrique dont les variations sont liées au mouvement de la poutre.

Cette piézorésistance sera donc réalisée lors du procédé de fabrication de la poutre par dopage de bore dans le silicium.

2.3.2.1 Mise en équation

Dans le cas des faibles déflexions, les contraintes normales selon l'axe x σ_{xx} sont liées au moment fléchissant M_x dans la section d'abscisse x par la

relation :

$$\sigma_{xx} = -\frac{M_x h_p}{I} \quad (2.54)$$

où h_p est la distance à l'axe neutre à laquelle est placée la piézorésistance, et avec :

$$M_x = -\hat{E}I \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} \quad (2.55)$$

On obtient donc :

$$\sigma_{xx} = -h_p \hat{E} \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} \quad (2.56)$$

Si on ne tient compte que des contraintes normales selon l'axe x , la dépendance aux contraintes normales d'un élément de résistance de longueur dl à l'abscisse l est donnée par :

$$dR_{piezo} = R_{\square}(1 + \pi_L \sigma_{xx}(l)) \frac{dl}{b_{piezo}} \quad (2.57)$$

où R_{\square} est la résistance par carré⁵, π_L est le coefficient piézorésistif longitudinal et b_{piezo} la largeur de la résistance.

2.3.2.2 Influence de la longueur de la piézorésistance

Si on trace la courbe représentant le moment fléchissant le long de la poutre pour les premiers modes, on peut justifier le fait de placer la piézorésistance à l'encastrement de la poutre (voir figure 2.6). En effet, le moment fléchissant est maximal à l'encastrement et donc la variation de résistance sera maximale.

De plus, il faut être prudent sur le choix de la taille de la piézorésistance. En effet, il est facile d'observer que si la résistance est très longue, la somme des variations de résistance le long de la poutre peut s'annuler pour certains modes de résonance.

De façon grossière, une règle simple pourrait stipuler que pour observer le mode d'ordre n le rapport entre la longueur de la poutre et la longueur de la résistance ne doit pas être un multiple de $n - 1$. Par exemple, une résistance d'environ la moitié de la longueur de la poutre ne peut pas observer le mode 3.

⁵ donnée technologique dépendante du procédé de fabrication indiquant la valeur d'une résistance implantée dont la longueur est égale à sa largeur

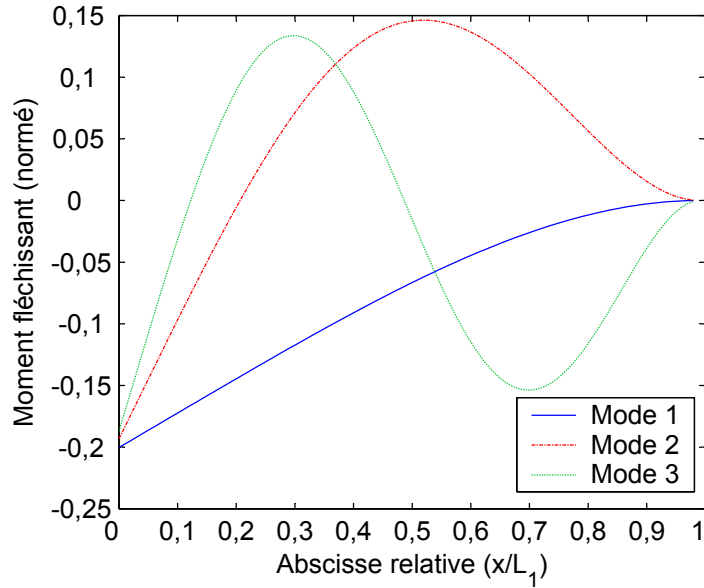


FIG. 2.6: Moment fléchissant (normé) le long de la poutre pour les trois premiers modes de résonance en l'absence de pertes

2.4 Optimisation du facteur de qualité

Lorsqu'on exprime le facteur de qualité total en tenant compte de toutes les pertes, il est possible d'observer, à matériau et fluide donnés, qu'en fonction de la géométrie certaines pertes sont dominantes par rapport aux autres.

Ainsi, il est possible de remarquer que :

- les pertes visqueuses sont dominantes pour des grandes valeurs de $\frac{L_1}{h_1}$ ou pour des largeurs b_1 très faibles
- les pertes à l'encastrement sont dominantes pour des grandes valeurs de $\frac{h_1}{L_1}$
- les pertes acoustiques sont dominantes pour des grandes largeurs ou pour des poutres proches de la coïncidence acoustique (nombre d'onde dans le milieu proche du nombre d'onde structural)
- les pertes internes sont généralement faibles mais maximales pour une valeur particulière de $h_1\sqrt{\omega}$.

À partir de ces constatations, il est possible de voir qu'il n'y a, a priori, pas de géométrie idéale pour minimiser toutes les pertes en même temps.

En revanche, à longueur donnée il existe un couple épaisseur — largeur qui maximise le facteur de qualité.

En effet, il semble intuitif de constater qu'il peut exister un rapport $\frac{L_1}{h_1}$ pour lequel les contributions des pertes visqueuses et des pertes à l'encas-

trement sont comparables, et qu'il peut exister une largeur pour laquelle les contributions des pertes visqueuses et des pertes acoustiques sont comparables.

À matériau et à fluide donné, en déterminant le facteur de qualité pour une longueur de poutre donnée on peut observer qu'il existe bien une largeur et une épaisseur optimale en terme de facteur de qualité.

La figure 2.7 représente le comportement du facteur de qualité en fonction de l'épaisseur et de la largeur pour une poutre de longueur $L_1 = 100\mu\text{m}$. On peut ainsi constater les zones dans lesquelles certaines pertes dominent et remarquer ainsi que pour des rapports de forme classiques ($\frac{L_1}{h_1} > 100$ et $\frac{L_1}{b_1} > 10$) la perte dominante est liée à la viscosité du fluide (l'air ici).

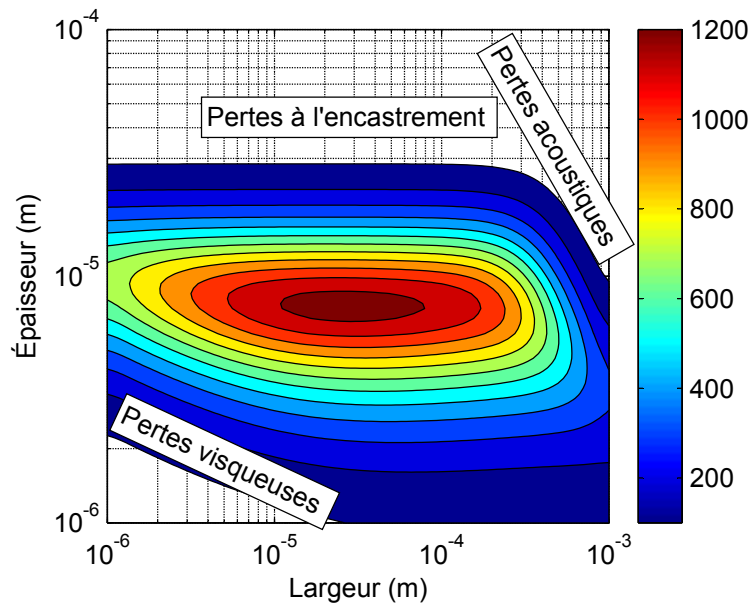


FIG. 2.7: Facteur de qualité (iso-valeurs) à $L_1 = 100\mu\text{m}$ en fonction de la largeur et de l'épaisseur

Il est possible d'observer plus en détail l'influence de chaque perte autour de cet optimum et de constater que l'épaisseur optimale est principalement dictée par la combinaison des pertes visqueuses et des pertes à l'encastrement (voir figure 2.8) et que la largeur optimale est principalement dictée par les pertes visqueuses et dans une moindre mesure par les pertes par rayonnement acoustique (voir figure 2.9).

De plus, on peut aussi remarquer que les pertes thermoélastiques n'ont qu'un effet modéré sur la localisation de l'optimum.

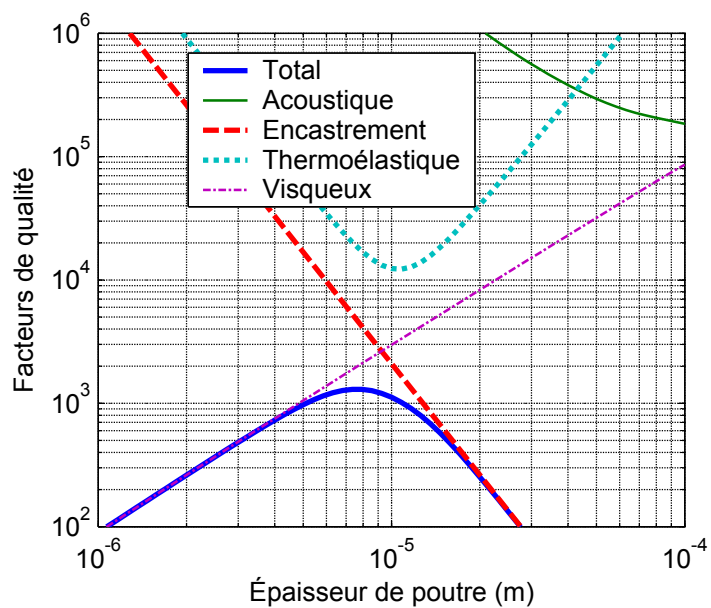


FIG. 2.8: Dépendance à l'épaisseur d'une poutre de $100 \mu\text{m}$ de long à la largeur optimale ($26,9 \mu\text{m}$)

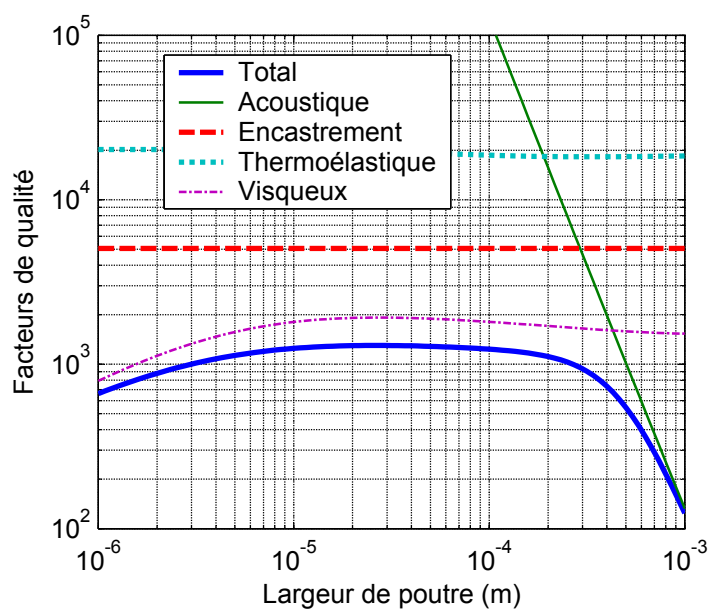


FIG. 2.9: Dépendance à la largeur d'une poutre de $100 \mu\text{m}$ de long à l'épaisseur optimale ($7,46 \mu\text{m}$)

Ainsi, il est possible de classer les pertes par ordre d'importance :

1. pertes visqueuses
2. pertes à l'encastrement
3. pertes par rayonnement acoustique
4. pertes thermoélastiques

Ces résultats, illustrés ici dans un cas précis, se confirment quelle que soit la longueur considérée. Il est ainsi possible de déterminer les épaisseurs et largeurs optimales pour différentes longueurs de poutre et de construire une courbe donnant les dimensions optimales à longueur de poutre donnée.

Plus précisément, il est plus judicieux de construire une courbe donnant les rapports de forme $\frac{L_1}{b_1}$ et $\frac{L_1}{h_1}$ pour différentes longueurs (voir figures 2.10 et 2.11).

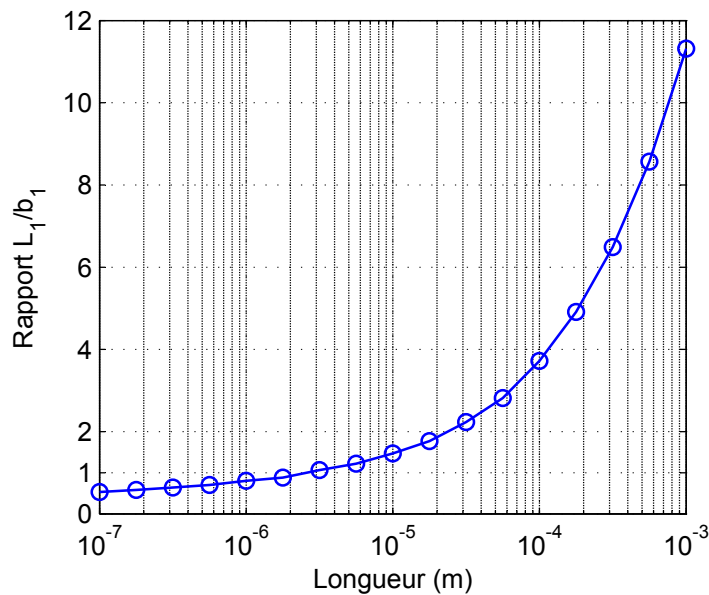


FIG. 2.10: Rapport $\frac{L_1}{b_1}$ à facteur de qualité optimal pour différentes longueurs de poutre

À partir de ces courbes, il est ainsi possible d'énoncer une règle simple pour déterminer de façon approchée la largeur et l'épaisseur d'une poutre de longueur donnée. En effet, on peut constater qu'utiliser les rapports de forme $\frac{L_1}{b_1} = 3$ et $\frac{L_1}{h_1} = 10$ permet de s'approcher simplement de l'optimum de facteur de qualité. Ces rapports de forme particuliers ont l'avantage de proposer un facteur de qualité pour lequel la part des pertes relatives au rayonnement

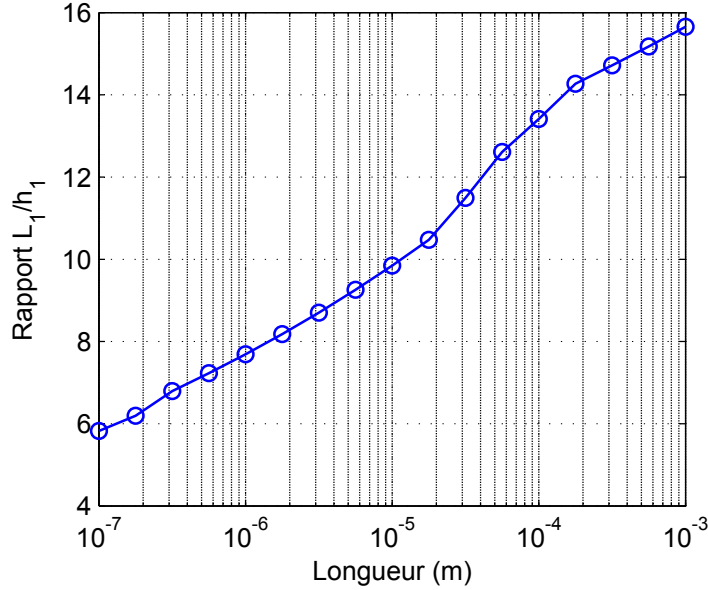


FIG. 2.11: Rapport $\frac{L_1}{h_1}$ à facteur de qualité optimal pour différentes longueurs de poutre

acoustique est moindre, rendant ainsi le résultat moins imprécis dans le cas d'erreurs dues au calcul des pertes acoustiques.

De plus, cette règle simple est aussi intéressante du point de vue de la fréquence de résonance car la sensibilité augmente avec la fréquence de résonance. En effet, comme il est possible de le constater dans la table 2.1, la fréquence de résonance est plus importante avec les rapports de forme proposés qu'avec les rapports de forme couramment rencontrés dans le domaine des micropoutres, c'est-à-dire pour $\frac{L_1}{h_1} > 50$ et $\frac{L_1}{b_1} > 10$.

TAB. 2.1: Comparaison entre différents rapports de forme pour $L_1 = 100\mu\text{m}$

$\frac{L_1}{h_1}$	$\frac{L_1}{b_1}$	Facteur de qualité	Fréquence de résonance
10	3	1 120	1 220kHz
20	3	977	611kHz
50	10	221	242kHz
100	20	53	120kHz

Ainsi, en choisissant les rapports de forme proposés pour la fabrication d'une micropoutre, il est possible d'optimiser le facteur de qualité tout en maintenant une fréquence de résonance élevée. Ceci permet donc, potentiellement, de s'assurer d'une bonne limite de détection.

Toutefois, ce raisonnement peut être compromis par des pertes jusqu'ici négligées. En effet, l'influence des pertes dans la couche sensible n'a pas été prise en compte et pourrait modifier les conclusions avancées ici.

L'influence de ces pertes fait l'objet d'une étude détaillée et est présentée dans le chapitre suivant.

2.5 Influence de la température et de la pression

À partir de l'équation (2.41) et de la méthode d'extraction de la fréquence de résonance proposée en section 2.2.4, il est possible d'avoir une bonne approximation du comportement de la micropoutre, et donc, plus particulièrement, de bien prédire le comportement vis-à-vis des variations de température et de pression.

2.5.1 Dépendances des divers paramètres vis-à-vis de la température et de la pression

Il faut, dans un premier temps, déterminer les effets de la température et de la pression sur les divers paramètres géométriques et physiques. Ces effets interviennent à deux niveaux, sur la poutre et sur son environnement (l'air).

La température agit sur les dimensions et sur la masse volumique du silicium par l'intermédiaire de la dilatation thermique et permet ainsi d'en exprimer leur dépendance pour de faibles variations de température.

$$L_1 = L_{10}(1 + \alpha_1(T - T_0)) \quad (2.58)$$

$$b_1 = b_{10}(1 + \alpha_1(T - T_0)) \quad (2.59)$$

$$h_1 = h_{10}(1 + \alpha_1(T - T_0)) \quad (2.60)$$

$$\rho_1 = \rho_{10}(1 - 3\alpha_1(T - T_0)) \quad (2.61)$$

où α_1 le coefficient de dilatation thermique et vaut $2,6 \cdot 10^{-6}/\text{K}$, T est la température, T_0 la température de définition des paramètres, ρ_{10} la masse volumique du silicium à $T = T_0$ et L_{10} , h_{10} et b_{10} sont les dimensions à $T = T_0$.

La température agit aussi sur la rigidité du silicium et peut s'exprimer, pour de faibles variations de température, grâce à l'expression :

$$E_1 = E_{10}(1 + \alpha_E(T - T_0)) \quad (2.62)$$

avec $\alpha_E = -92 \cdot 10^{-6}/\text{K}$.

Si on assimile l'air à un gaz parfait, ses propriétés sont affectées par les variations de température et de pression. La viscosité absolue de l'air dépend ainsi de la température et sa masse volumique dépend de la température et de la pression.

Dans ces conditions, on a :

$$\rho_0 = \Lambda_\rho \frac{P}{T} \quad (2.63)$$

$$\eta_0 = \eta_A T + \eta_B \quad (2.64)$$

où P est la pression du gaz et avec $\eta_A = 4,9 \text{ nPa} \cdot \text{s/K}$, $\eta_B = 17,1 \text{ } \mu\text{Pa} \cdot \text{s}$ et $\Lambda_\rho = 3,536 \cdot 10^{-3} \text{ s}^2 \cdot \text{K/m}^2$.

2.5.2 Approche analytique

Étant donnée la forme de l'expression modélisant les pertes dues à la viscosité du fluide, il est difficile de prévoir analytiquement la dépendance de la fréquence de résonance vis-à-vis de la température et de la pression. En revanche, il est possible de déterminer quels paramètres influent majoritairement.

En reformulant l'équation (2.41) il est possible d'obtenir :

$$\omega = \left(\frac{\lambda_n}{L_1} \right)^2 \sqrt{\frac{\hat{E}I}{\mu + \frac{\pi}{4} \rho_0 b_1^2 \Re(\Gamma(\omega))}} \left[1 + \left(\frac{-\frac{\mu}{Q} + \frac{\pi}{4} \rho_0 b_1^2 \Im(\Gamma(\omega))}{\mu + \frac{\pi}{4} \rho_0 b_1^2 \Re(\Gamma(\omega))} \right)^2 \right]^{-\frac{1}{4}} \quad (2.65)$$

où \Re et \Im représentent, respectivement, les fonctions partie réelle et partie imaginaire.

Si, de plus, on considère que l'influence des pertes est négligeable, l'expression devient :

$$\omega = \left(\frac{\lambda_n}{L_1} \right)^2 \sqrt{\frac{\hat{E}I}{\mu + \frac{\pi}{4} \rho_0 b_1^2 \Re(\Gamma(\omega))}} \quad (2.66)$$

qui, si on remplace I et μ par leurs expressions et en regroupant certains termes, devient :

$$\omega = \left[\left(\frac{\lambda_n}{L_1} \right)^2 h_1 \sqrt{\frac{\hat{E}}{12\rho l}} \right] \cdot \left[\sqrt{\frac{1}{1 + \frac{\pi}{4} \frac{\rho_0 b_1}{\rho l h_1} \Re(\Gamma(\omega))}} \right] \quad (2.67)$$

À partir de cette équation, il est possible d'étudier séparément les deux termes entre crochets. Le premier terme représente la fréquence de résonance

sans pertes et dans le vide, alors que le deuxième terme représente l'influence des effets inertiels dûs au fluide.

En connaissant la dépendance des caractéristiques du matériau de la poutre vis-à-vis de la température, il est possible de remarquer que l'effet dominant (à plus de 97%) dans la dépendance à la température de la fréquence de résonance dans le vide est causé par les variations du module de Young, l'influence de la dilatation étant négligeable.

La contribution des effets inertiels est, en revanche, plus délicate à déterminer. Néanmoins, en étudiant les caractéristiques de l'air, il est possible de constater que la variation des propriétés de l'air (viscosité absolue et masse volumique) est la principale cause de la modification des effets inertiels devant la variation des propriétés physiques de la poutre.

La dépendance à la pression est, quant à elle, liée à la modification des propriétés de l'air et est donc principalement liée à la variation de la masse volumique de l'air, la viscosité absolue de l'air ne variant que très peu en fonction de la pression.

2.5.3 Confirmation par l'exemple

Pour illustrer plus précisément l'influence de la température et de la pression, une poutre est choisie arbitrairement.

Si on choisit une poutre en silicium de longueur $L_1 = 100 \mu\text{m}$ de largeur $b_1 = 30 \mu\text{m}$ et d'épaisseur $h_1 = 5 \mu\text{m}$ résonant dans l'air à $T = 300 \text{ K}$ et $P = 1 \text{ bar}$, sa fréquence de résonance est :

$$f_0 \approx 610\,588 \text{ Hz} \quad (2.68)$$

Si on calcule la variation de fréquence associée à une variation de température en considérant la dépendance en température de tous les paramètres (module de Young, coefficient de Poisson, masse volumique, longueur, largeur, épaisseur, viscosité et masse volumique de l'air), on obtient une dépendance à la température de :

$$\frac{\Delta f}{\Delta T} \approx -12,1 \cdot 10^{-3} \cdot \frac{f_0}{T} \quad (2.69)$$

En revanche, si on ne considère que la dépendance du module de Young, du coefficient de Poisson et de la viscosité et masse volumique de l'air, on obtient une dépendance à la température de :

$$\frac{\Delta f}{\Delta T} \approx -12,4 \cdot 10^{-3} \cdot \frac{f_0}{T} \quad (2.70)$$

Les deux valeurs obtenues confirment donc bien le fait qu'il est possible de négliger la dilatation du matériau de la poutre et de ne considérer que les variations de propriétés mécanique de la poutre et les variations des propriétés physiques de l'air.

En étudiant plus précisément la dépendance à la température, il est possible de remarquer que la contribution des effets inertiels a une influence sur la variation de fréquence opposée à celle produite par la variation de module de Young. Ainsi, selon la géométrie de la poutre, il est possible d'avoir une dépendance de signe opposé à celle présentée par l'expression (2.69). Il est donc envisageable de concevoir une poutre dont la fréquence de résonance soit, au premier ordre, indépendante de la température.

Si on s'intéresse à l'influence de la pression, la variation de fréquence de résonance induite est liée à la variation de masse volumique de l'air et vaut :

$$\frac{\Delta f}{\Delta P} \approx -1,47 \cdot 10^{-3} \cdot \frac{f_0}{P} \quad (2.71)$$

Ainsi, grâce à la connaissance de ces dépendances à la température et à la pression, il est possible de remarquer que, dans le cas d'une détection chimique dans une pièce climatisée, un capteur utilisant une telle poutre verrait sa fréquence de résonance varier d'environ 100 ppm alors que la température ne varie que de quelques degrés et la pression de quelques dizaines de millibar.

2.6 Conclusion

Après une présentation des modèles existants pour décrire l'essentiel des pertes liées aux micropoutres résonant dans l'air, ce chapitre a présenté une méthode de résolution de l'équation différentielle du mouvement en présence de pertes et soumis à une excitation arbitraire. La méthode a ensuite été appliquée aux cas d'excitation rencontrés au laboratoire afin d'illustrer l'influence du mode d'excitation sur la réponse fréquentielle d'une micropoutre.

L'étude des pertes en fonction de la géométrie d'une poutre a permis de mettre en évidence la possible optimisation des dimensions à longueur de poutre donnée de façon à maximiser le facteur de qualité. Une telle optimisation permet ainsi, à partir d'une longueur de poutre donnée, de choisir facilement l'épaisseur et la largeur de la poutre garantissant la meilleure stabilité de la mesure de la fréquence de résonance en fonctionnement oscillateur.

Chapitre 3

Modélisation : influence de la couche

Pour convertir les micropoutres en capteur chimique, il faut déposer à la surface de celles-ci une couche sensible capable de détecter les molécules concernées.

La présence d'une telle couche vient modifier le comportement mécanique de la structure notamment du fait de sa masse et de sa rigidité. De plus, les couches utilisées étant majoritairement des polymères, le solide ne peut, en général, plus être modélisé par un simple solide élastique.

En effet, ces matériaux sont très souvent des matériaux dans lesquels des pertes apparaissent lorsqu'ils sont sollicités. Ainsi, lorsqu'ils sont utilisés pour réaliser des capteurs chimiques à base de micropoutres, leurs propriétés viscoélastiques ont un impact important sur les caractéristiques du capteur.

C'est pourquoi, dans ce chapitre, un modèle intégrant les aspects viscoélastiques des couches sensibles est présenté en vue d'optimiser le capteur vis-à-vis de sa limite de détection. La sensibilité et le facteur de qualité des poutres sont étudiés et plusieurs approches d'optimisation sont détaillées.

3.1 Optimisation de la sensibilité

Afin d'augmenter la sensibilité des capteurs, il existe deux principales approches comme vu dans la section 1.3.6.2. La première consiste à augmenter la fréquence de résonance et la deuxième consiste à augmenter l'épaisseur de couche. Ces deux approches sont étudiées dans les sections suivantes en gardant à l'esprit l'influence probable de la couche sensible.

3.1.1 Réduction de la longueur ou utilisation d'un mode d'ordre supérieur

3.1.1.1 Problématique

La réduction de la longueur ou l'augmentation de l'ordre du mode permettent dans les deux cas d'augmenter la fréquence de résonance. Ces deux méthodes peuvent être comparées car, comme le fait apparaître l'équation (1.21), rappelée ci-après, utiliser un mode de résonance plus élevé revient à réduire la longueur de la poutre.

$$\omega_n = \lambda_n^2 \frac{h_1}{L_1^2} \sqrt{\frac{\hat{E}}{12 \left(\rho_1 + \rho_2 \frac{h_2}{h_1} \right)}} \quad (1.21)$$

L'étude proposée ici consiste à comparer les deux méthodes, équivalentes en terme de sensibilité, afin de déterminer s'il y en a une meilleure en terme de bruit de mesure et donc en terme de facteur de qualité. En effet, toutes les pertes considérées n'ont pas les même dépendances vis-à-vis de l'ordre du mode de résonance, de la géométrie ou de la fréquence. Il faut donc étudier plus précisément les impacts respectifs des deux méthodes.

En observant les expressions permettant de calculer les différentes pertes, il est possible de comparer les deux méthodes lorsqu'elles entraînent la même augmentation de fréquence.

3.1.1.2 Pertes visqueuses

En observant l'expression (2.9), rappelée ci-après, il est possible de remarquer que ni la longueur ni l'ordre du mode n'interviennent et que seule la fréquence de résonance intervient. Il n'y aura donc pas de différence en terme de pertes visqueuses entre une augmentation du mode et une réduction de la longueur du moment que la fréquence de résonance est identique.

$$F_{hydro}(x, \omega) = \frac{\pi}{4} \rho_0 \omega^2 b_1^2 \Gamma(\omega) W(x, \omega) \quad (2.9)$$

3.1.1.3 Pertes internes

À partir de l'expression (2.19), rappelée ci-après, il est possible de remarquer que, comme pour les pertes visqueuses, seule la fréquence intervient. Il n'y a donc pas de différence en terme de pertes internes entre les deux méthodes.

$$Q_{int} = \frac{C_{p1}\rho_1}{E_1\alpha_1^2 T} \left(\frac{6}{\zeta^2} - \frac{6}{\zeta^3} \frac{\sinh \zeta + \sin \zeta}{\cosh \zeta + \cos \zeta} \right)^{-1} \quad (2.19)$$

3.1.1.4 Pertes par propagation acoustique

L'expression (2.28), rappelée ci-après, ne faisant intervenir que la fréquence de résonance, les deux méthodes étudiées auront donc, aussi, le même impact en terme de pertes par propagation acoustique.

$$Q_{acous} = \frac{1024\pi\mu\omega \int_{x=0}^{L_1} W^2(x, \omega) dx}{\rho_0 c_0 (k_0 b_1)^4 \int_{\theta=0}^{\pi} \sin^3 \theta \left| \int_{x=0}^{L_1} W(x, \omega) \exp^{-ixk_0 \cos \theta} dx \right|^2 d\theta} \quad (2.28)$$

3.1.1.5 Pertes à l'encastrement

En ce qui concerne les pertes à l'encastrement, le raisonnement est moins immédiat car il dépend des modes considérés.

À partir de l'équation de la fréquence de résonance, il est facile de montrer qu'utiliser le mode 2 au lieu du mode 1 est équivalent à réduire la longueur par un facteur d'environ 2,5.

Ainsi, un rapide calcul de l'expression (2.18), rappelée ci-après, montre que réduire la longueur fait beaucoup plus chuter le facteur de qualité qu'utiliser un mode d'ordre supérieur.

$$Q_{enc} = 3,966 \frac{1}{\lambda_n} \left(\frac{\cos \lambda_n + \cosh \lambda_n}{\sin \lambda_n - \sinh \lambda_n} \right)^2 \left[\frac{L_1}{h_1} \right]^3 \quad (2.18)$$

De façon plus générale, il est possible de remarquer qu'il vaut mieux, pour les pertes à l'encastrement, utiliser les modes d'ordre supérieur.

3.1.1.6 Effet global

Globalement, au vu des dépendances de chaque perte par rapport aux deux méthodes étudiées, l'utilisation de modes d'ordres supérieur est à privilégier par rapport à la réduction de la longueur. Ceci est d'autant plus intéressant que, la tendance actuelle étant de réduire les dimensions, il peut s'avérer plus délicat de réaliser les dépôts de couche sensible de façon fiable lorsque les dimensions se réduisent.

Toutefois, cette étude ne permet pas de savoir si augmenter la fréquence par l'une ou l'autre de ces deux méthodes est préférable en terme de pertes.

En effet, bien que la fréquence de résonance soit plus élevée et que la sensibilité soit augmentée, il est possible que les pertes soient plus importantes et que, globalement, la limite de détection soit moins bonne.

3.1.2 Augmentation de l'épaisseur de couche sensible

À partir de l'expression (1.26), il est possible d'étudier l'influence de l'épaisseur de couche sensible sur la sensibilité. L'expression de la sensibilité peut s'écrire sous la forme :

$$S_{C_g} = \frac{\lambda_n^2}{L_1^2} \frac{1}{8\pi\sqrt{3}} \sqrt{\hat{E}_1} K \frac{h_1^{\frac{3}{2}} h_2}{(\rho_1 h_1 + \rho_2 h_2)^{\frac{3}{2}}} \quad (3.1)$$

Cette expression fait apparaître un terme noté γ dépendant des épaisseurs et des masses volumiques des matériaux :

$$\gamma = \frac{h_1^{\frac{3}{2}} h_2}{(\rho_1 h_1 + \rho_2 h_2)^{\frac{3}{2}}} \quad (3.2)$$

L'étude du terme γ permet de mettre en évidence l'existence d'un optimum théorique d'épaisseur de couche sensible (voir figure 3.1). Cet optimum $h_{2_{opt}}$ est donné par l'expression :

$$h_{2_{opt}} = 2 \frac{\rho_1}{\rho_2} h_1 \quad (3.3)$$

À cet optimum le terme γ vaut γ_{opt} qui s'exprime par :

$$\gamma_{opt} = \frac{2}{3\sqrt{3}} \frac{h_1}{\rho_2 \sqrt{\rho_1}} \quad (3.4)$$

Ainsi il est possible de constater que, tant qu'une épaisseur de couche sensible optimale est choisie, la sensibilité augmente avec l'épaisseur de la poutre. Toutefois, l'épaisseur de poutre ne peut pas indéfiniment être augmentée, notamment pour les raisons de validité du modèle qui imposent une épaisseur plus petite que la longueur. On ne peut donc que constater que, pour optimiser les épaisseurs, il faut choisir une poutre d'épaisseur relativement importante, c'est-à-dire un rapport $\frac{L_1}{h_1}$ le plus petit possible et ajuster l'épaisseur de couche sensible en conséquence en utilisant l'expression (3.3).

Cette optimisation n'est toutefois valable que pour des couches sensibles dont le module de Young est très faible par rapport au module de Young du matériau utilisé pour la poutre, c'est-à-dire lorsque la présence de la couche sensible ne vient pas modifier la raideur de la structure.

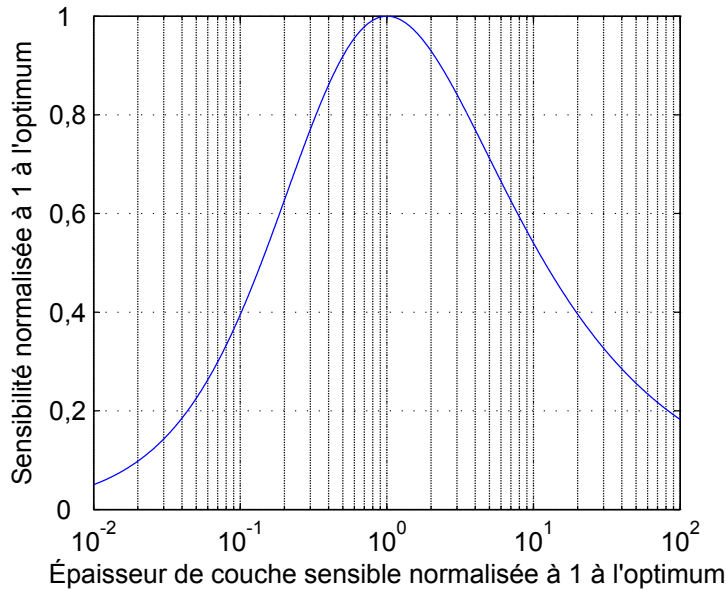


FIG. 3.1: Sensibilité normalisée à 1 à l'optimum en fonction de l'épaisseur de couche sensible normalisée à 1 à l'optimum

De plus, cet optimum se traduit, vu les matériaux utilisés classiquement (silicium pour la poutre, polymères pour la couche sensible), par une expression approchée :

$$h_{2opt} \approx 4h_1 \quad (3.5)$$

Un tel optimum suppose donc une épaisseur de couche très importante par rapport à l'épaisseur de la poutre et peut avoir deux effets. Le premier concerne le temps de réponse qui peut devenir handicapant selon l'application désirée, et le deuxième concerne les pertes dans la couche sensible qui ont été ignorées pour la recherche de cet optimum.

En effet, comme la prochaine section 3.2 le montrera, des épaisseurs de couche importantes peuvent être associées à des pertes importantes lorsque des matériaux viscoélastiques sont utilisés et peuvent donc compromettre la limite de détection du fait de l'augmentation du bruit de mesure.

3.1.3 Effet d'échelle

Les deux sections précédentes ont montré l'influence de la longueur et de l'épaisseur de façon indépendante et il a été montré qu'il fallait privilégier l'utilisation d'ordres supérieurs, les faibles longueurs et les fortes épaisseurs.

Ces deux conclusions ont pour effet de privilégier l'utilisation de poutres dont le rapport $\frac{L_1}{h_1}$ est relativement faible, par exemple proche de 10.

Toutefois, aucune indication quant aux ordres de grandeurs n'est donnée et c'est pourquoi l'étude de l'influence du facteur d'échelle est intéressante. Cette étude permet, à rapports de forme constants ($\frac{L_1}{h_1}$, $\frac{L_1}{b_1}$ et $\frac{h_2}{h_1}$), de voir l'influence d'une réduction ou d'une augmentation des dimensions.

À partir de l'expression (3.1), et en posant $\frac{h_1}{L_1} = r$ et $h_2 = 2\frac{\rho_1}{\rho_2}h_1$, on obtient l'expression :

$$S_{C_g} = \frac{\lambda_n^2}{36\pi} \sqrt{\frac{\hat{E}_1}{\rho_1}} K \frac{1}{\rho_2} r \frac{1}{L_1} \quad (3.6)$$

On constate ainsi que la réduction des dimensions, à rapports de forme constants et à épaisseur optimale de couche sensible, permet d'augmenter la sensibilité et la fréquence de résonance.

3.2 Modélisation avec viscoélasticité

3.2.1 Les polymères et la viscoélasticité

La modélisation utilisée jusqu'à présent repose principalement sur la loi de Hooke où les contraintes sont toujours directement proportionnelles à l'élongation relative. Or, certains solides ne répondent pas parfaitement à cette loi. En particulier certains matériaux soumis à une élongation constante ne maintiennent pas une contrainte constante dans le temps. Ainsi, de tels matériaux soumis à des élongations sinusoïdales, ne génèrent pas de contraintes parfaitement en phase ni parfaitement en quadrature. Par conséquent une partie de l'énergie fournie au matériau est restituée et une partie est dissipée.

Malgré tout, ces matériaux, classés comme viscoélastiques, peuvent être étudiés en utilisant une modélisation très similaire à celle utilisée jusqu'à présent, en leur associant un module de Young complexe dont la partie imaginaire reflète l'énergie dissipée.

Les polymères, de par leur structure, sont de bons exemples de matériaux viscoélastiques. En effet, les chaînes de monomères peuvent se déformer de deux façons. À échelle microscopique, les chaînes sont élastiques, mais à plus grande échelle les chaînes peuvent se réorganiser en se déroulant, par exemple.

L'objet de cette section consiste donc à proposer un modèle permettant de modéliser le comportement d'une poutre élastique recouverte par un polymère viscoélastique. Grâce à un tel modèle il devient possible de mieux prédire l'impact des pertes et donc du bruit sur la limite de détection.

3.2.2 Modèle de base

Le modèle de base, qui est décrit dans cette section, a été développé en collaboration avec Marquette University [Sam06] [Duf07] et repose sur la détermination de la rigidité d'une structure composée d'une poutre en matériau élastique (le silicium par exemple) recouverte par une couche viscoélastique (voir figure 3.2).

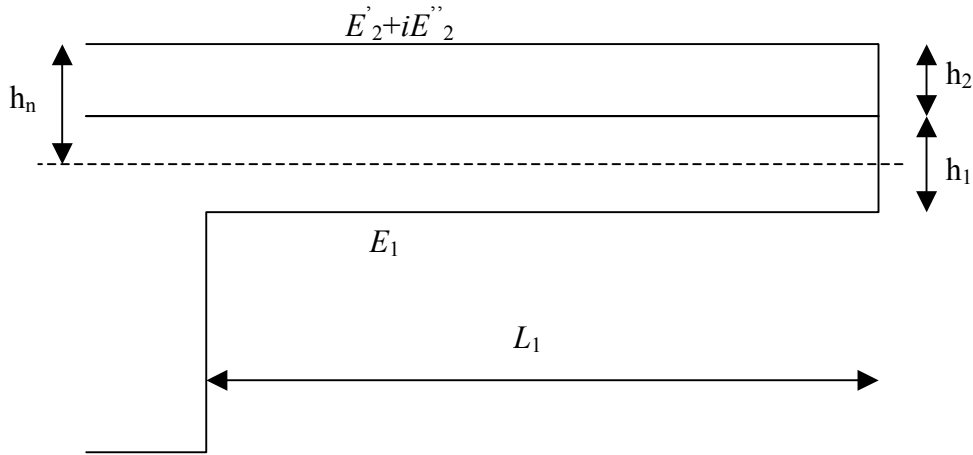


FIG. 3.2: Vue de côté d'une poutre recouverte de sa couche sensible

Ce modèle repose sur la description des matériaux par leur module de Young. Dans le cas de la couche viscoélastique, le module de Young considéré comporte une partie imaginaire reflétant les pertes.

3.2.2.1 Hypothèses, approximations

Les hypothèses considérées sont celles présentées dans la section 1.3.1 dans le but d'utiliser un modèle en 1-dimension.

À partir de ces hypothèses et en considérant un mouvement sinusoïdal, il est possible d'établir les relations temporelles entre contraintes normales et allongement relatif pour la poutre et la couche viscoélastique. Ainsi, en supposant que l'ensemble des contraintes normales à une abscisse x donnée ne génère pas de force axiale (orientée selon la longueur de la poutre), il est possible d'établir la position de l'axe neutre.

L'expression ainsi obtenue fait apparaître, dans le cas général, une position de l'axe neutre variant au cours d'une période d'oscillation. Toutefois, cette dépendance avec le temps étant relativement peu importante, il est possible d'approximer la position de l'axe neutre par sa valeur moyenne au cours du temps.

On obtient donc l'expression de la position moyenne de l'axe neutre par rapport à la surface libre de la couche sensible :

$$h_n = \frac{h_2}{2} + \frac{h_1 E_1}{2} \frac{(h_1 + h_2)(h_1 E_1 + h_2 E'_2)}{(h_1 E_1 + h_2 E'_2)^2 + h_1^2 E_2''^2} \quad (3.7)$$

où h_1 est l'épaisseur de la poutre, h_2 est l'épaisseur de la couche, E_1 est le module de Young du matériau de la poutre, et E'_2 , E''_2 sont, respectivement, la partie réelle et la partie imaginaire du module de Young complexe du matériau de la couche sensible à la fréquence considérée.

3.2.2.2 Rigidité équivalente de la poutre

À partir de la connaissance de la position de l'axe neutre, il devient possible d'établir la rigidité équivalente de la structure à partir du calcul du moment fléchissant.

On obtient ainsi l'expression de la rigidité équivalente EI^* :

$$EI^* = E_1 I_1 + E'_2 I_2 + i E''_2 I_2 \quad (3.8)$$

avec :

$$I_1 = \frac{b_1 h_1^3}{12} + b_1 h_1 \left(h_n - h_2 - \frac{h_1}{2} \right)^2 \quad (3.9)$$

$$I_2 = \frac{b_1 h_2^3}{12} + b_1 h_2 \left(h_n - \frac{h_2}{2} \right)^2 \quad (3.10)$$

Cette rigidité équivalente permet ainsi de résoudre l'équation différentielle du mouvement d'une poutre homogène, par l'intermédiaire de l'équivalence entre une poutre élastique recouverte d'un matériau viscoélastique et une poutre viscoélastique homogène, en considérant la rigidité équivalente EI^* et en tenant compte de la masse de la couche. Pour cela, on utilise les expressions suivantes :

$$EI = EI^* \quad (3.11)$$

et

$$\mu = \mu_{12} = \rho_1 b_1 h_1 + \rho_2 b_1 h_2 \quad (3.12)$$

3.2.3 Poutre totalement recouverte

3.2.3.1 Fréquence de résonance et facteur de qualité

À partir de l'équivalence exposée dans la section précédente, il est possible de résoudre l'équation différentielle du mouvement d'une poutre recouverte d'une couche sensible viscoélastique en l'absence d'autres pertes.

La résolution permet d'extraire la fréquence de résonance de la structure ainsi que le facteur de qualité.

On obtient ainsi [Sam05] les expressions de la fréquence de résonance f_{couche} :

$$f_{couche} = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{\lambda_n}{L_1} \right)^2 \sqrt{\frac{E_1 I_1 + E_2' I_2}{\mu_{12}}} \quad (3.13)$$

et du facteur de qualité associé aux pertes viscoélastiques Q_{couche} :

$$Q_{couche} = \frac{1}{2 \left(1 - \sqrt{\frac{E_2' I_2}{E_1 I_1 + E_2' I_2}} \right)} \quad (3.14)$$

3.2.3.2 Illustration par l'exemple

Pour illustrer la dépendance du facteur de qualité à l'épaisseur de couche sensible, on considère une poutre fabriquée en silicium mono-cristallin orienté $\langle 100 \rangle$, baignant dans l'air à température ambiante ($T = 300\text{K}$) et à pression atmosphérique $P = 1\text{bar}$, et de dimensions $L_1 = 100 \mu\text{m}$, $b_1 = 30 \mu\text{m}$ et $h_1 = 5 \mu\text{m}$.

Le matériau considéré pour la poutre a pour caractéristiques principales :

- $\hat{E}_1 = 133,6 \text{ GPa}$
- $\nu_1 = 0,279$
- $\rho_1 = 2\,330 \text{ kg/m}^3$
- $\alpha_1 = 2,6 \cdot 10^{-6} / \text{K}$
- $C_{p_1} = 700 \text{ J/kg} \cdot \text{K}$
- $\kappa_1 = 150 \text{ W/m} \cdot \text{K}$

Le fluide considéré (l'air) a pour caractéristiques principales :

- $\rho_0 = 1,179 \text{ kg/m}^3$
- $\eta_0 = 18,57 \cdot 10^{-6} \text{ Pa} \cdot \text{s}$
- $c_0 = 347,6 \text{ m/s}$

La poutre est totalement recouverte par une couche sensible qui est un polymère, le PIB (polyisobutylène), et dont les propriétés viscoélastiques (E'_2 et E''_2) dépendent de la fréquence. Les données considérées sont données par Ferry [Fer04] et sont tracées en figure 3.3. Les autres caractéristiques utiles sont :

- sa masse volumique, $\rho_2 = 917 \text{ kg/m}^3$
- son coefficient de Poisson, $\nu_2 = 0,49$.

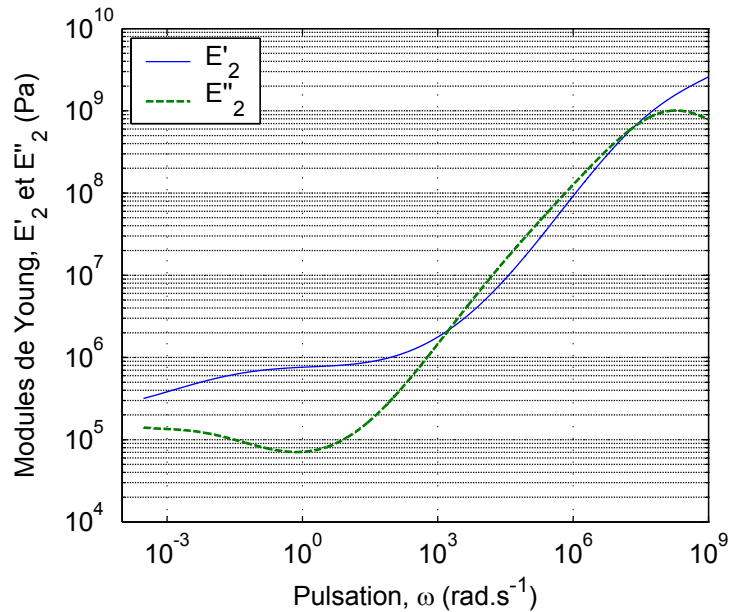


FIG. 3.3: Parties réelles et imaginaire du module de Young complexe du PIB en fonction de la pulsation de sollicitation

En utilisant l'expression (3.14), on obtient la figure 3.4.

On peut remarquer que le facteur de qualité chute rapidement pour atteindre moins de 100 à partir de $3 \mu\text{m}$ d'épaisseur de couche sensible. La rapidité de cette chute s'explique principalement par la fréquence de résonance. En effet, à 611 kHz, la sollicitation du polymère génère beaucoup de pertes du fait d'un E''_2 élevé ($E''_2 = 306 \text{ MPa}$).

Pour des poutres avec d'autres géométries, résonant à plus basse fréquence, il serait possible d'observer deux phases de variation pour le facteur de qualité (voir figure 3.5). Durant une première phase, mettant en oeuvre des épaisseurs faibles, le facteur de qualité peut augmenter avec l'épaisseur de couche du fait d'un apport de masse plus rapide que l'apparition de pertes viscoélastiques. Ensuite, à épaisseur plus importante, les pertes viscoélastiques interviendraient de façon plus prononcée faisant ainsi chuter le facteur de qualité.

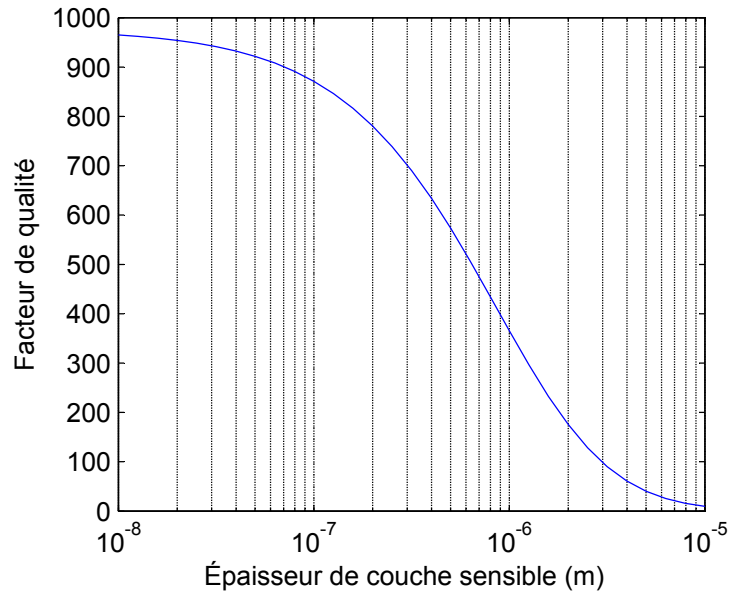


FIG. 3.4: Facteur de qualité en fonction de l'épaisseur de polymère pour une poutre de 100 μm de long, 30 μm de large et 5 μm d'épais

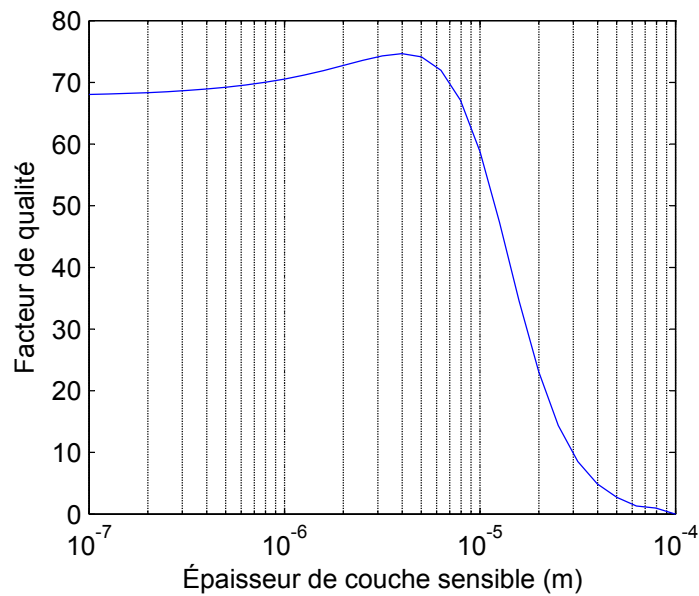


FIG. 3.5: Facteur de qualité en fonction de l'épaisseur de polymère pour une poutre de 1 mm de long, 30 μm de large et 5 μm d'épais

3.2.3.3 Conclusion sur l'effet de l'épaisseur de couche sensible

L'augmentation de l'épaisseur de couche sensible permet l'augmentation de la sensibilité, mais induit la diminution du facteur de qualité du fait de la présence de pertes viscoélastiques dans la couche sensible. Le bruit de mesure en fonctionnement oscillateur augmente donc avec l'épaisseur de la couche et doit être comparé à l'augmentation de sensibilité afin de vérifier l'impact sur la limite de détection.

Une telle étude fait l'objet de la section 3.3 qui détaille l'optimisation possible de l'épaisseur de couche sensible vis-à-vis de la limite de détection.

3.2.4 Poutre partiellement recouverte

Étant donné que les pertes viscoélastiques sont dues à la sollicitation de la couche sensible, il semble intuitif que placer la couche seulement aux endroits de faible sollicitation devrait permettre de réduire les pertes viscoélastiques.

Ce gain potentiel implique de placer la couche sensible seulement du côté de l'extrémité libre (voir figure 3.6). Or, un calcul simple permet de trouver que l'influence d'une masse additionnelle est d'autant plus importante qu'elle est proche de l'extrémité libre. Ces deux effets semblent donc bénéfiques et il semble judicieux de disposer d'un modèle décrivant l'influence de la couche en fonction de la couverture de la poutre.

3.2.4.1 Description de l'approche

Afin d'estimer le gain en terme de facteur de qualité, il est possible d'utiliser une approche simplifiée qui modélise une poutre partiellement recouverte par deux morceaux de poutres, le premier, proche de l'encastrement, peut être modélisé par le modèle présenté dans le chapitre précédent, tandis que le deuxième morceau, proche de l'extrémité libre, peut être modélisé par le modèle présenté dans la section précédente.

3.2.4.2 Résolution

La résolution est donc basée sur la résolution de deux équations différentielles modélisant le comportement des deux morceaux (avec et sans couche sensible).

Les conditions initiales sont donc associées à trois abscisses le long de la poutre : à l'encastrement ($x = 0$), à l'extrémité libre ($x = L_1$) et au niveau de la transition sans/avec couche ($x = (1 - \delta) L_1$).

Plus précisément, ces conditions initiales sont :

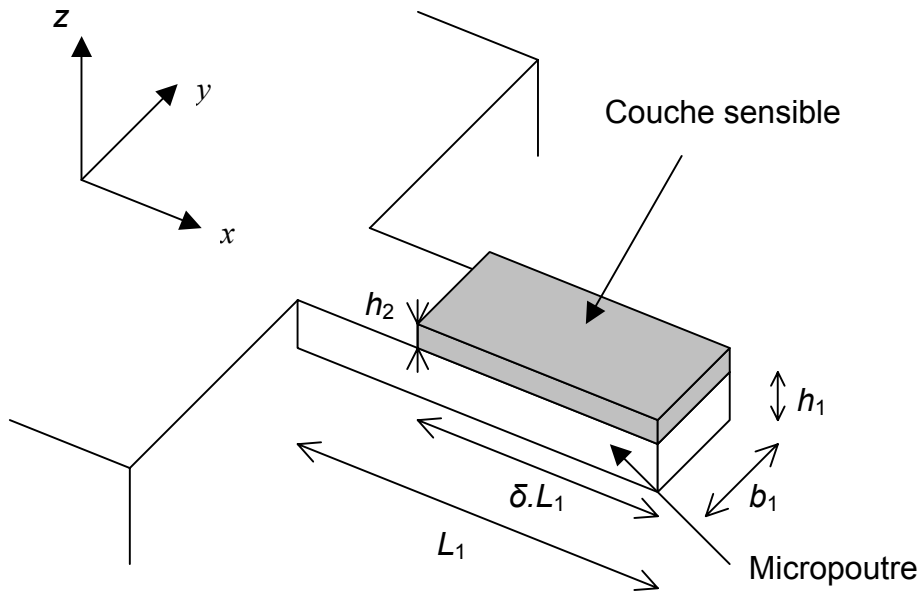


FIG. 3.6: Géométrie d'une micropoutre partiellement recouverte de couche sensible

- à l'encastrement et à l'extrémité libre, celles utilisées jusqu'à présent (pas de mouvement à l'encastrement, pas de contraintes à l'extrémité libre).
- au niveau de la transition, on considère qu'il y a continuité du mouvement et continuité des contraintes.

La résolution analytique de l'équation différentielle, bien que sans difficultés particulières, permet d'obtenir une expression analytique de la déformée de la poutre en fonction de l'abscisse et de la fréquence. Toutefois, l'expression obtenue est d'une taille (en nombre de termes) qui rend difficile sa manipulation autrement que par l'utilisation d'un logiciel de calcul numérique.

L'expression permet néanmoins de déterminer, numériquement, la fréquence de résonance et le facteur de qualité.

Par la suite, on désignera par taux de couverture la valeur de δ (valant 1, ou 100%, pour une poutre totalement recouverte et s'approchant de 0 pour une couche localisée à l'extrémité libre de la poutre).

3.2.4.3 Illustration par l'exemple

Afin d'illustrer la dépendance du facteur de qualité en fonction du taux de couverture, on prend en exemple la poutre décrite dans la section 3.2.3.2 avec la même couche sensible mais avec une épaisseur de $5 \mu\text{m}$.

Après calcul, on obtient la figure 3.7, sur laquelle on peut observer que, de façon générale, moins la couche est présente à l'encastrement, plus le facteur de qualité est important.

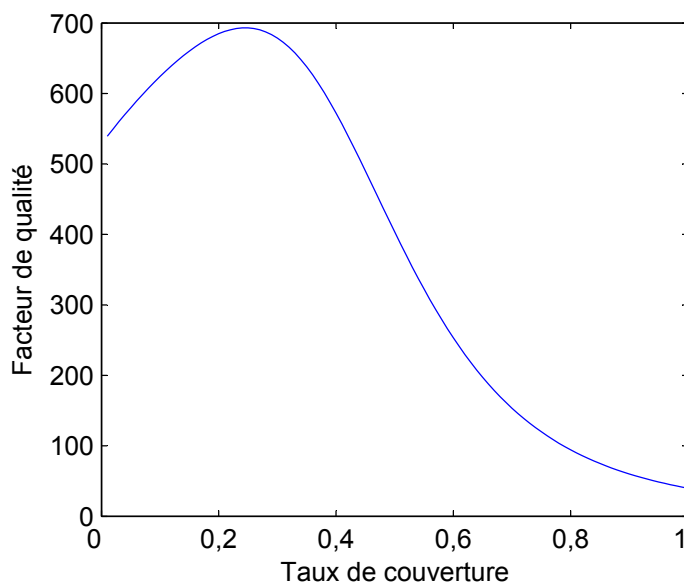


FIG. 3.7: Facteur de qualité en fonction du taux de couverture pour une poutre de 100 μm de long, 30 μm de large et 5 μm d'épais couverte de 5 μm de PIB

Pour les faibles taux de couverture, on peut remarquer un extremum local qui est dû au fait que la réduction des pertes est plus importante que la réduction de masse, ce qui se traduit par une poutre dont l'énergie ne décroît pas aussi vite que les pertes, augmentant ainsi le facteur de qualité.

3.3 Optimisation en terme de limite de détection

La détermination des performances en terme de limite de détection d'une poutre faisant intervenir à la fois la sensibilité et le bruit de mesure, il est important, et judicieux, de prendre en considération la dépendance de la sensibilité et du facteur de qualité vis-à-vis de l'épaisseur de couche sensible.

En effet, comme l'ont montré certaines études [Fad04] [Lan02], la sensibilité et le bruit augmentant avec l'épaisseur de couche sensible, il faut étudier l'effet global afin de déterminer l'impact sur la limite de détection.

À partir de deux exemples, deux études sont proposées pour illustrer comment optimiser la limite de détection d'une poutre donnée en choisissant soit l'épaisseur de couche sensible à déposer sur toute la poutre, soit le taux de couverture à épaisseur de couche donnée.

La poutre utilisée comme modèle est celle décrite en section 3.2.3.2, appliquée à la détection de toluène avec du PIB comme couche sensible dont le coefficient de partage vaut $K = 583$ [Jon05].

3.3.1 Épaisseur de couche optimale à poutre totalement recouverte

Cette première étude (basée sur les expressions présentées dans la section 3.2.3) illustre, par exemple, le cas d'une optimisation lorsqu'il n'est pas possible d'ajuster le taux de couverture de la poutre alors qu'il est possible d'ajuster l'épaisseur de couche sensible déposée.

L'augmentation de l'épaisseur de couche sensible entraînant, comme vu précédemment, la diminution du facteur de qualité (voir figure 3.4) mais entraînant aussi l'augmentation de la sensibilité (voir figure 3.8), il faut étudier la limite de détection, combinaison du bruit et de la sensibilité, définie comme la plus petite concentration détectable si on suppose être capable de discerner un décalage de fréquence égal à « trois fois le bruit ».

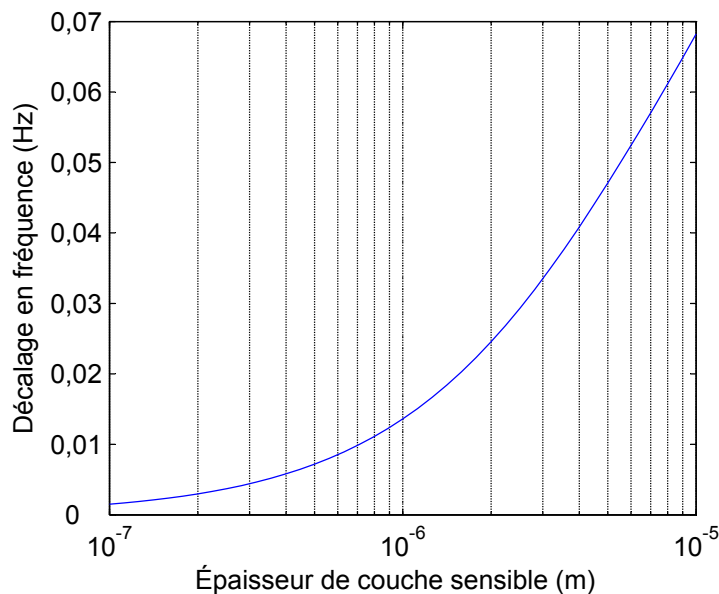


FIG. 3.8: Décalage de fréquence, dû à la détection de 1 mg/m^3 de toluène avec du PIB, en fonction de l'épaisseur de polymère pour une poutre de $100 \text{ }\mu\text{m}$ de long, $30 \text{ }\mu\text{m}$ de large et $5 \text{ }\mu\text{m}$ d'épais

Le « bruit » considéré est le décalage de fréquence lié à une fluctuation de phase $\psi(t)$ dans la boucle de l'oscillateur, donné par l'expression (1.32).

$$\Delta f_{bruit}(t) = \frac{f_0}{2Q} \psi(t) \quad (1.32)$$

On peut ainsi écrire l'expression de la limite de détection, notée LOD :

$$LOD = \frac{3\Delta f_{bruit}(t)}{S_{C_g}} \quad (3.15)$$

À partir de cette expression, on peut représenter la limite de détection en fonction de l'épaisseur de couche sensible, en la normalisant en un point afin de s'affranchir des termes inconnus (la fluctuation de phase de l'oscillateur, par exemple).

Cette courbe (voir figure 3.9) fait apparaître une épaisseur optimale aux environs de $1,3 \mu\text{m}$ pour une poutre de $100 \mu\text{m}$ de long, $30 \mu\text{m}$ de large et $5 \mu\text{m}$ d'épais. À cet optimum le facteur de qualité vaut environ 280 alors que le facteur de qualité sans couche sensible vaut environ 976.

Cette épaisseur optimale ($h_2 = 1,3 \mu\text{m}$), est bien en deçà de l'épaisseur optimale en terme de sensibilité ($h_2 \approx 25 \mu\text{m}$) pour une couche qui serait très peu rigide. Un tel écart illustre bien la nécessité de prendre en compte les aspects concernant le bruit de mesure en plus de la sensibilité.

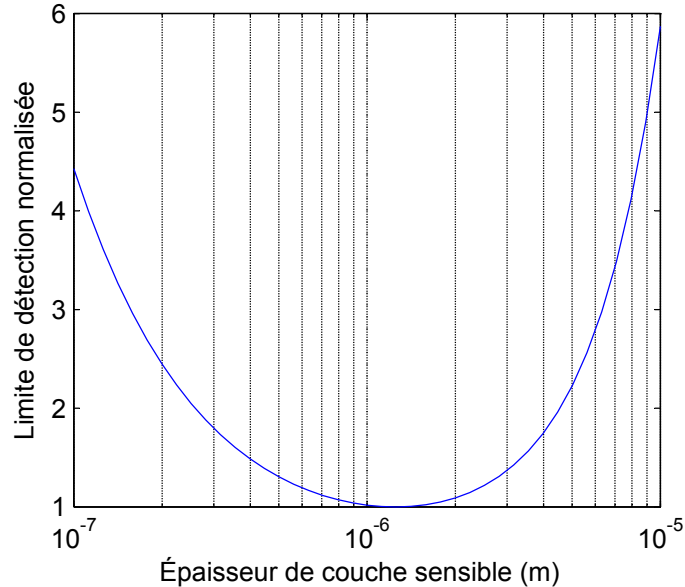


FIG. 3.9: Limite de détection, normalisée à 1 pour l'épaisseur optimale ($1,3 \mu\text{m}$), en fonction de l'épaisseur de polymère pour une poutre de $100 \mu\text{m}$ de long, $30 \mu\text{m}$ de large et $5 \mu\text{m}$ d'épais

L'intérêt principal de cette étude est de montrer qu'il est possible de prédire théoriquement l'épaisseur de couche sensible à condition de connaître les propriétés viscoélastiques de la couche sensible dans la plage de fréquence d'utilisation. En l'absence de données sur la couche sensible, il faudrait se contenter d'une approche expérimentale qui consisterait à déposer différentes épaisseurs de couche sensible et à faire des mesures de bruit afin d'estimer au cas par cas la limite de détection.

3.3.2 Taux de couverture optimal à épaisseur de couche donnée

Cette étude (basée sur le calcul des expressions présentées dans la section 3.2.4) illustre le cas où il n'est pas possible d'ajuster l'épaisseur de couche (du fait de contraintes liées au procédé de dépôt, par exemple) mais qu'il est possible d'ajuster le taux de couverture (classiquement en cas de procédé par photo-lithographie).

Comme précédemment, à partir du calcul du facteur de qualité (voir figure 3.7) et du décalage de fréquence (voir figure 3.10) en fonction du taux de couverture (la couche étant présente seulement à l'extrémité libre de la poutre), il est possible de déterminer le taux optimal de couverture afin de minimiser la limite de détection.

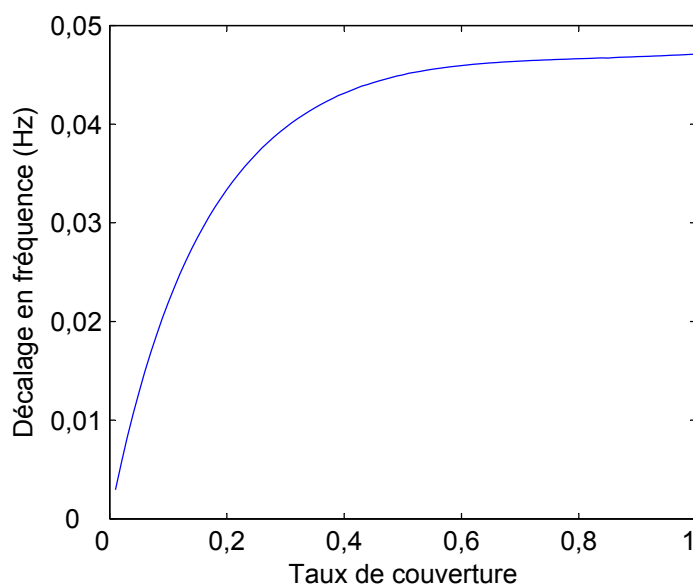


FIG. 3.10: Décalage de fréquence dû à la sorption de 1 mg/m^3 de toluène en fonction du taux de couverture pour une poutre de $100 \text{ }\mu\text{m}$ de long, $30 \text{ }\mu\text{m}$ de large, $5 \text{ }\mu\text{m}$ d'épais et couverte de $5 \text{ }\mu\text{m}$ de PIB

On obtient ainsi la figure 3.11 sur laquelle il est possible d'observer que la couverture optimale est d'environ 0,32 soit 32% pour une poutre de 100 μm de long, 30 μm de large, 5 μm d'épais et couverte de 5 μm de PIB. À ce taux de couverture, le facteur de qualité vaut environ 666 alors que sans couche sensible il est d'environ 976 et qu'avec une couverture totale il ne dépasse pas 40.

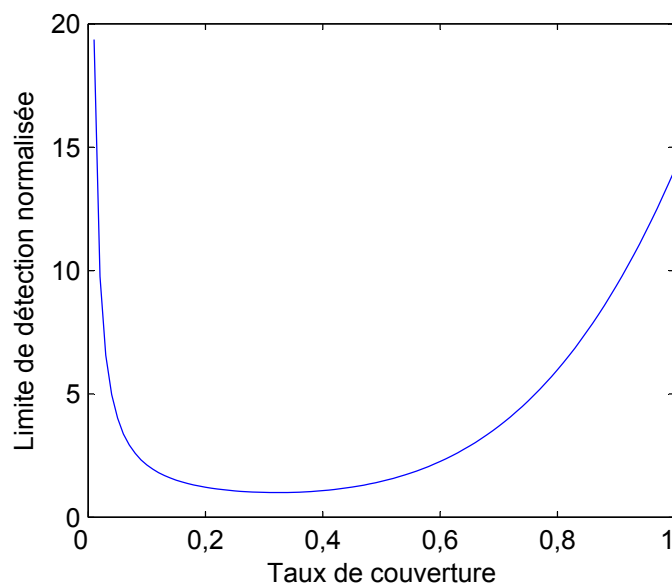


FIG. 3.11: Limite de détection, normalisée à 1 pour le taux de couverture optimal, en fonction du taux de couverture pour une poutre de 100 μm de long, 30 μm de large, 5 μm d'épais et couverte de 5 μm de PIB

On peut comparer le facteur de qualité ainsi obtenu (666) avec le facteur de qualité obtenu dans la section précédente (280) où une couche plus fine était déposée sur la totalité de la poutre. De plus, le décalage de fréquence en sorption précédemment obtenu (environ 16,7 mHz) est nettement inférieur à celui obtenu avec une épaisseur de couche plus importante et un taux de couverture de 32% (environ 40,5 mHz).

On constate que ne déposer la couche sensible que sur une partie de la poutre permet un gain significatif en terme de sensibilité, de facteur de qualité et donc de limite de détection.

3.3.3 Vers la recherche d'un couple optimal taux de couverture — épaisseur de couche sensible

À partir de la poutre précédemment étudiée et en prenant en compte à la fois l'épaisseur de couche sensible et le taux de couverture, il est possible de montrer qu'il est intéressant, en terme de limite de détection, de localiser au maximum un volume important de couche sensible en bout de poutre (voir figure 3.12).

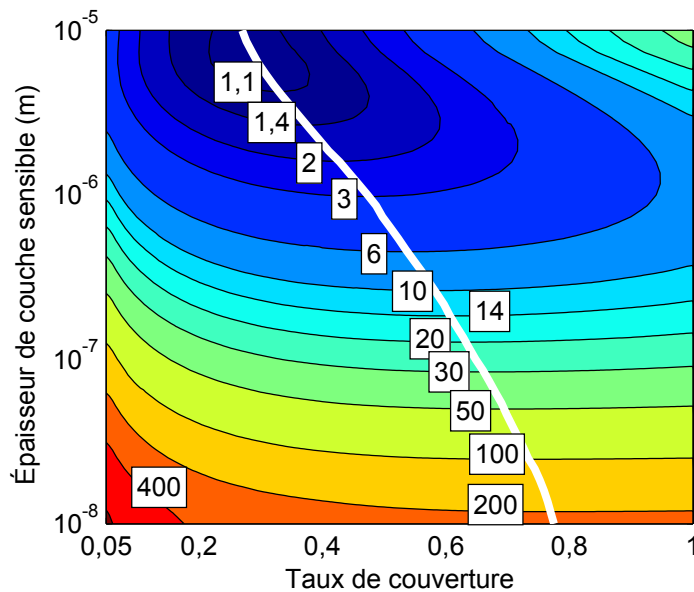


FIG. 3.12: Isovaleurs de la limite de détection, normalisée à 1 au minimum, en fonction du taux de couverture et de l'épaisseur de couche sensible, et lieu des points (ligne blanche) indiquant le taux de couverture optimal à épaisseur donnée. Les valeurs indiquées correspondent à la limite de détection normalisée

On peut ainsi remarquer, qu'avec une épaisseur de couche sensible de $10\ \mu\text{m}$ avec un taux de couverture de 0,27 le gain en terme de limite de détection est d'environ 3 par rapport à une couche sensible de $1\ \mu\text{m}$ d'épaisseur avec un taux de couverture de 0,47.

On peut aussi remarquer que le gain en terme de limite de détection croît de moins en moins rapidement quand on augmente l'épaisseur de couche.

Néanmoins, il semble qu'il existe toujours un taux de couverture optimal quelle que soit l'épaisseur de couche sensible considérée et qu'un cas extrême consisterait à réaliser une couche sur une très grande épaisseur localisée à

extrémité libre de la poutre. Malheureusement, cette modélisation ne permet pas de vérifier ces comportements pour de grandes épaisseurs de couche sensible du fait des approximations faites lors de la résolution de l'équation différentielle, notamment la condition de continuité utilisée au niveau de la jonction poutre simple — poutre avec couche sensible.

3.4 Influence de la sorption sur les propriétés viscoélastiques

La sorption d'un gaz dans la couche sensible provoque principalement la modification de sa masse volumique, comme considéré jusqu'à présent, mais peut aussi provoquer une modification des propriétés viscoélastiques [Li05]. Deux effets ont lieu et proviennent du fait que les molécules de gaz interagissent avec les molécules de la couche sensible modifiant ainsi les interactions entre les molécules de la couche sensible. Il en résulte une modification des composantes E'_2 et E''_2 qui se traduisent généralement par une baisse de rigidité (E'_2) et une augmentation des pertes (E''_2).

À partir des expressions (3.7) à (3.10) il est possible de séparer les effets des variations de E'_2 et E''_2 sur les expressions (3.13) et (3.14) en trois phénomènes. Le premier concerne la modification directe de EI^* via la variation de E'_2 , le second concerne la modification directe de EI^* via la variation de E''_2 et le troisième concerne la modification indirecte de EI^* causée par la modification de la position de l'axe neutre (et donc de I_1 et I_2) via les variations de E'_2 et E''_2 . On peut ainsi écrire :

$$\frac{\Delta f_{couche}}{f_{couche}} = -\frac{\Delta\mu_{12}}{\mu_{12}} + \frac{I_2\Delta E'_2}{2(E_1I_1 + E'_2I_2)} + \frac{E'_2\Delta I_1 + E'_2\Delta I_2}{2(E_1I_1 + E'_2I_2)} \quad (3.16)$$

À partir des développements limités à l'ordre 1 des expressions (3.9) et (3.10), puis en supposant $h_2E'_2 \ll h_1E_1$ et $h_2E''_2 \ll h_1E_1$, on obtient les variations relatives de I_1 et I_2 en fonction des variations relatives de E'_2 et E''_2 :

$$\frac{\Delta I_1}{I_1} = o(\Delta E'_2) + o(\Delta E''_2) \quad (3.17)$$

$$\begin{aligned} \frac{\Delta I_2}{I_2} = & -\frac{12 \left(1 + \frac{h_1}{h_2}\right)^2}{1 + 3 \left(1 + \frac{h_1}{h_2}\right)^2} \left(\frac{h_2 E_2''}{h_1 E_1}\right)^2 \frac{\Delta E_2''}{E_2''} + o(\Delta E_2'') \\ & - \frac{6 \left(1 + \frac{h_1}{h_2}\right)^2}{1 + 3 \left(1 + \frac{h_1}{h_2}\right)^2} \frac{h_2 E_2'}{h_1 E_1} \frac{\Delta E_2'}{E_2'} + o(\Delta E_2') \end{aligned} \quad (3.18)$$

On peut ainsi remarquer qu'il est possible de négliger les variations de I_1 et I_2 lorsque $h_2 E_2' \ll h_1 E_1$ et $h_2 E_2'' \ll h_1 E_1$, ce qui revient à négliger les variations de position de l'axe neutre, et ainsi de ne prendre en compte que les modifications directes de EI^* .

3.4.1 Données de base

Trop peu de données étant disponibles pour déterminer de façon théorique les variations de E_2' et E_2'' au cours de la sorption, les données considérées (voir tableau 3.1) sont déduites de mesures en milieu liquide de toluène à l'aide de dispositifs à ondes acoustiques [Li05] utilisant du PIB comme couche sensible.

TAB. 3.1: Modification du module de Young complexe du PIB en fonction de la concentration de toluène

Concentration de toluène dans le liquide (g/m ³)	Concentration dans la couche (kg/m ³)	Variation de E_2' (%)	Variation de E_2'' (%)
57,6	8,06	-2,08	20,8
115	16,13	-4,17	41,7
172	24,19	-6,25	62,5
230	32,26	-8,33	83,3
288	40,32	-10,42	104,1

Bien que les données proposées dans le cadre des dispositifs à ondes acoustiques semblent très éloignées, notamment en terme de fréquence de sollicitation, de celles requises pour des micropoutres, on supposera que les taux de variations de E_2' et E_2'' sont comparables.

Ainsi, on normalise les variations présentées aux valeurs de E_2' et E_2'' , en prenant soin de les faire correspondre aux concentrations de toluène *dans la couche sensible*.

3.4.2 Modification de la fréquence de résonance

À partir de l'expression (3.16) et compte tenu que l'influence de la variation de l'axe neutre peut être négligée, on peut distinguer deux effets lors de la sorption d'un gaz. Le premier est la variation de masse volumique de la couche sensible et le deuxième est la variation de la partie réelle du module de Young complexe de la couche sensible.

Ainsi, pour de petites variations de la fréquence de résonance, on peut écrire :

$$\frac{\Delta f_{couche}}{f_{couche}} = -\frac{\Delta\mu_{12}}{\mu_{12}} + \frac{I_2\Delta E'_2}{2(E_1I_1 + E'_2I_2)} \quad (3.19)$$

où Δf est la variation de fréquence, $\Delta\mu_{12}$ est la variation de masse par unité de longueur et $\Delta E'_2$ la variation de la partie élastique (E'_2) du module de Young complexe de la couche sensible.

On peut ainsi remarquer que, la sorption de toluène augmentant la masse de la couche ($\Delta\mu_{12} > 0$) et diminuant l'élasticité de la couche sensible ($\Delta E'_2 < 0$), les deux effets sont cumulatifs en terme de décalage de fréquence.

À partir des données du tableau 3.1 et en prenant l'exemple d'une poutre de 100 μm de long, 30 μm de large, 5 μm d'épais et totalement recouverte avec du PIB en tant que couche sensible et telle que décrite précédemment, on obtient le tableau 3.2.

TAB. 3.2: Comparaison du décalage de fréquence dû à la sorption selon l'épaisseur de couche sensible pour une poutre de 100 μm de long, 30 μm de large, 5 μm d'épais

Épaisseur de couche	Sans modification de E'_2	Avec modification de E'_2	Écart relatif
$h_2 = 1 \mu\text{m}$	13,6 mHz	14,3 mHz	4,6%
$h_2 = 1,3 \mu\text{m}$	17,1 mHz	18,1 mHz	5,2%
$h_2 = 5 \mu\text{m}$	47,1 mHz	56,4 mHz	16,5%

On peut ainsi observer que la modification de l'élasticité de la couche peut modifier sensiblement le décalage en fréquence au cours d'une sorption. De plus, ce décalage de fréquence est d'autant plus important que l'épaisseur de la couche augmente.

Cet écart se justifie par la présence de la couche sensible à l'encastrement de la poutre. Ainsi, une diminution de la rigidité de la couche se traduit par une diminution de la fréquence de résonance.

De plus, lorsque la couche sensible ne recouvre pas totalement la poutre (notamment près de l'encastrement), l'influence de la modification de l'élasticité de la couche peut être beaucoup plus réduite. Par exemple, la modification de l'élasticité de la couche, pour une poutre recouverte avec un taux de couverture d'environ 31% et avec une épaisseur de couche sensible de 5 μm , n'augmente que de 0,05% le décalage en fréquence.

Enfin, la variation de E'_2 étant, dans le cas considéré (détection de toluène avec du PIB), proportionnelle à la concentration, l'augmentation de sensibilité est indépendante de la concentration à détecter et ne dépend donc que de l'épaisseur de la couche sensible et du taux de couverture.

3.4.3 Modification du facteur de qualité

À partir de l'équation (3.14), on peut déterminer l'influence de la modification de E'_2 et E''_2 sur le facteur de qualité associé aux pertes dans la couche sensible. Pour de faibles variations, on peut exprimer la variation relative de ce facteur de qualité par l'expression :

$$\frac{\Delta Q_{couche}}{Q_{couche}} = \frac{\Delta E'_2}{E'_2} \frac{E'_2}{E''_2} \frac{(Q_{couche} - \frac{1}{2})^3}{Q_{couche}^2} + \frac{\Delta E''_2}{E''_2} \left(Q_{couche} - \frac{1}{2} \right) \quad (3.20)$$

Ce qui, dans le cas de faibles pertes, peut s'approximer par :

$$\frac{\Delta Q_{couche}}{Q_{couche}} = \frac{\Delta E'_2}{E'_2} \frac{E'_2}{E''_2} Q_{couche} + \frac{\Delta E''_2}{E''_2} Q_{couche} \quad (3.21)$$

Cette expression permet de montrer que, en général, les variations de l'élasticité et des pertes dans la couche sensible peuvent toutes les deux modifier le facteur de qualité.

En revanche, dans le cas du PIB détectant du toluène et pour les fréquences de résonance habituelles des micropoutres ($1 \text{ kHz} < f_0 < 1 \text{ MHz}$), la partie imaginaire du module de Young complexe est légèrement plus importante que sa partie réelle ($E''_2 > E'_2$). De plus, la modification de E''_2 est aussi plus importante que celle de E'_2 ($\Delta E''_2 > \Delta E'_2$). Ainsi, la variation du facteur de qualité associé aux pertes viscoélastiques est principalement lié à la modification de la partie imaginaire du module de Young complexe.

À partir du tableau 3.1, et en extrapolant de façon linéaire pour des plus faibles concentrations, on peut remarquer que les variations de E''_2 ne sont significatives que pour des concentrations dans la couche sensible au delà de 1 kg/m^3 soit $1,7 \text{ g/m}^3$ (457 ppm) dans l'air. De plus, la modification du facteur de qualité lié aux pertes viscoélastiques n'influe sur le facteur de

qualité total que si les pertes viscoélastiques ne sont pas négligeables devant les autres pertes.

La figure 3.13 illustre la modification du facteur de qualité total pour une poutre de $100\ \mu\text{m}$ de long, $30\ \mu\text{m}$ de large, $5\ \mu\text{m}$ d'épais et totalement recouverte de $1,3\ \mu\text{m}$ de PIB.

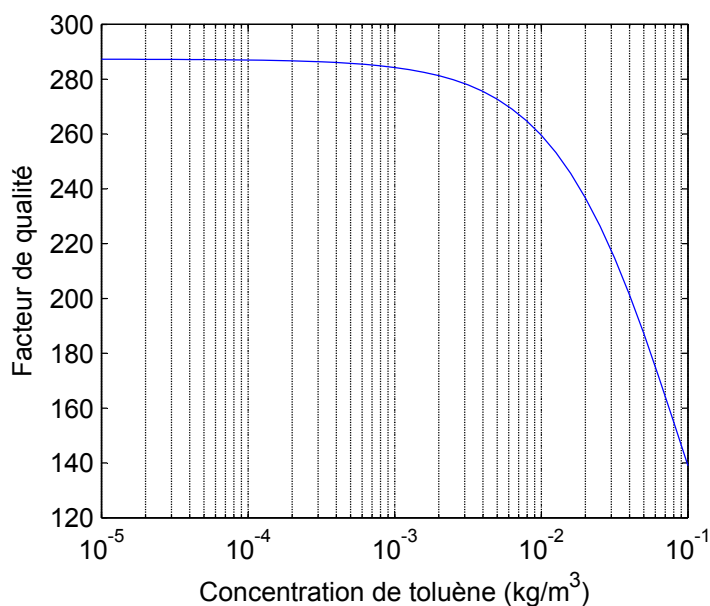


FIG. 3.13: Facteur de qualité total en fonction de la concentration de toluène dans l'air pour une poutre de $100\ \mu\text{m}$ de long, $30\ \mu\text{m}$ de large, $5\ \mu\text{m}$ d'épais et totalement recouverte de $1,3\ \mu\text{m}$ de PIB

3.4.4 Conclusion sur l'influence des variations de visco-élasticité

Les variations des propriétés viscoélastiques peuvent avoir un effet important sur le décalage en fréquence au cours de la sorption d'un gaz dans la couche sensible. Ainsi, lorsque les propriétés viscoélastiques de la couche sensible sont modifiées, ne prendre en compte que l'effet de masse pour la détermination de la sensibilité théorique peut entraîner des erreurs importantes par rapport aux mesures lorsque l'épaisseur de couche sensible est importante. Réciproquement, si un modèle théorique ne prend en compte que l'effet de masse, la détermination du coefficient de partage pour un couple couche sensible — gaz polluant à partir de la sensibilité mesurée peut entraîner une erreur importante.

Enfin, il est intéressant de remarquer que négliger l'influence des propriétés viscoélastiques pour le calcul de la fréquence de résonance génère une erreur bien moins importante que négliger l'influence des *variations* des propriétés viscoélastiques pour le calcul du décalage de fréquence lors de la sorption d'un gaz. Par exemple, pour une poutre de 100 μm de long, 30 μm de large, 5 μm d'épais et totalement recouverte de 1,3 μm de PIB, négliger les propriétés viscoélastiques (élasticité et pertes) n'entraîne que 0,1% d'erreur sur le calcul de la fréquence de résonance, alors que négliger les variations des propriétés viscoélastiques entraîne 5,2% d'erreur sur le calcul du décalage de fréquence lors de la sorption de toluène.

3.5 Conclusion

Ce chapitre a, principalement, présenté l'influence de la couche sensible sur la sensibilité et sur les pertes dans la couche sensible. Le modèle proposé pour analyser l'influence de la viscoélasticité de la couche sensible sur le facteur de qualité a ainsi permis de montrer l'existence d'une épaisseur optimale de couche sensible en terme de limite de détection. En fait, ce modèle n'a pas seulement permis de montrer l'existence d'une épaisseur optimale de couche, mais permet surtout de prédire, pour une géométrie de poutre donnée et à matériaux donnés, à quelle épaisseur de couche sensible le capteur aura la meilleure limite de détection.

De plus, une rapide extension de la modélisation au cas où la poutre n'est que partiellement recouverte a permis d'illustrer l'intérêt de ne placer la couche sensible que vers l'extrémité libre de la poutre. Ainsi, la sensibilité étant peu diminuée et le facteur de qualité significativement augmenté, la limite de détection s'en trouve améliorée.

Enfin, la modélisation a permis de mettre en évidence l'influence des variations de propriétés viscoélastiques sur la sensibilité lorsque la poutre est totalement recouverte. En effet, même si, en général, la fréquence de résonance est peu modifiée par la rigidité du matériau de la couche sensible, les variations de cette rigidité au cours de la sorption peuvent avoir un effet sur la sensibilité du capteur qui entraîneraient une sous-estimation de la sensibilité si ces variations étaient négligées.

Chapitre 4

Réalisation, caractérisation

Afin de vérifier la modélisation proposée dans le chapitre 2, des poutres ont été conçues dans le but de vérifier la dépendance du facteur de qualité vis-à-vis des dimensions des poutres et plus particulièrement l'existence d'un optimum de facteur de qualité pour une poutre sans couche sensible.

L'influence de la couche sensible est aussi étudiée afin de vérifier le modèle prenant en compte les pertes viscoélastiques présenté dans le chapitre 3 qui détaille la dépendance du facteur de qualité vis-à-vis de l'épaisseur de couche sensible.

Compte tenu de l'orientation cristallographique des plaquettes de silicium choisies, les calculs théoriques devront utiliser les valeurs correspondantes pour le module de Young et le coefficient de Poisson. Les poutres étant orientées selon l'axe cristallographique $\langle 110 \rangle$, on considérera par la suite que le module de Young est de 168,9 GPa et le coefficient de Poisson de 0,063.

4.1 Conception, réalisation

Pour vérifier l'existence de rapports de forme optimaux en terme de facteur de qualité, différentes géométries ont été réalisées de façon à mettre en évidence que l'augmentation ou la diminution des dimensions entraîne une réduction du facteur de qualité.

À partir de l'allure des figures 2.9 et 2.8, on peut remarquer que s'éloigner de la valeur optimale d'un rapport 2 sur l'épaisseur suffit à observer une chute significative du facteur de qualité, en revanche il faudrait s'éloigner de plus d'une décade par rapport à la largeur optimale pour observer une chute du facteur de qualité. Ainsi, pour balayer diverses géométries autour d'une poutre optimisée en terme de facteur de qualité, il est possible d'observer l'influence de la modification du rapport L_1/h_1 de façon plus prononcée que celle de la modification du rapport L_1/b_1 .

Le choix des différentes géométries se fait en tenant compte des contrain-

tes de tailles minimales liées au procédé de fabrication et des contraintes de tailles maximales liées notamment à l'épaisseur des plaquettes de silicium.

Le procédé de fabrication [Fad04], mis au point et mis en œuvre à l'ESIEE¹, ayant une précision de 25 μm , la plus petite longueur ou largeur réalisable pour les poutres est de 160 μm (déduit du dessin des piézorésistances). Les plaquettes de silicium faisant généralement 500 μm d'épaisseur, aucune poutre ne pourra faire plus de 500 μm d'épaisseur. Toutefois, une poutre aussi épaisse que la plaquette de silicium serait mal maintenue à son encastrement et des pertes supplémentaires seraient à prendre en compte. On se limitera donc à des épaisseurs de poutre inférieures à la moitié de l'épaisseur des plaquettes.

À partir de ces contraintes, une épaisseur de poutre a été choisie ($h_1 = 110 \mu\text{m}$). Ensuite, la longueur et la largeur optimales ont été calculées de façon à disposer d'une poutre servant de base pour le choix des différentes géométries. On obtient ainsi :

- $h_1 = 110 \mu\text{m}$
- $b_1 \approx 290 \mu\text{m}$
- $L_1 \approx 1,95 \text{ mm}$

4.1.1 Jeu de micropoutres

4.1.1.1 Largeurs et longueurs

À partir de cette géométrie de base, un ensemble de poutres a été dessiné de façon à pouvoir observer la chute du facteur de qualité pour des largeurs plus grandes ou plus petites, pour des longueurs plus grandes ou plus petites, et pour des épaisseurs plus grandes ou plus petites.

Ainsi, les différentes largeurs choisies sont :

- $b_1 = 160 \mu\text{m}$
- $b_1 = 200 \mu\text{m}$
- $b_1 = 400 \mu\text{m}$
- $b_1 = 600 \mu\text{m}$
- $b_1 = 1\ 000 \mu\text{m}$

et les différentes longueurs sont :

- $L_1 = 0,5 \text{ mm}$
- $L_1 = 1 \text{ mm}$
- $L_1 = 2 \text{ mm}$
- $L_1 = 3 \text{ mm}$
- $L_1 = 4 \text{ mm}$

¹École nationale supérieure d'ingénieurs en électronique et électrotechnique, Marne-la-Vallée

- $L_1 = 5 \text{ mm}$
- $L_1 = 6 \text{ mm}$

Du fait de la grande variété de longueurs et dans un soucis de disposer de paires identiques de poutres au sein d'une même puce, les puces ont été constituées à partir de deux paires de poutres et disposées comme indiqué sur la figure 4.1.

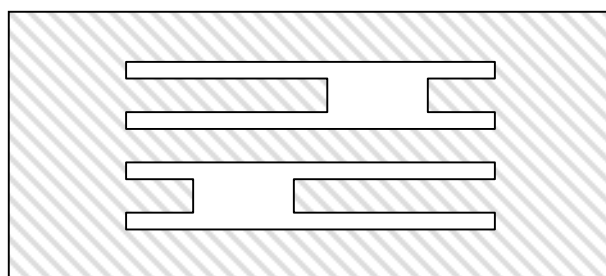


FIG. 4.1: Composition type d'une puce avec ses deux paires de poutres

Les poutres ainsi disposées autorisent la mesure sur deux poutres de même géométrie de façon à faire des mesures différentielles, et sont relativement éloignées afin de limiter le plus possible les couplages mécaniques.

Au final, sur une puce d'environ $1,7 \text{ cm}^2$ on place donc deux géométries différentes. Sachant que le procédé de fabrication implique l'utilisation de masques de 10 cm de diamètre, on ne peut donc placer que 46 puces par plaquettes ce qui, vu les 35 géométries différentes, ne permet pas une grande redondance en terme de géométries.

Toutes les géométries n'ont donc pas été choisies et l'accent a été mis sur les géométries à grandes dimensions ou à petites dimensions. On obtient ainsi le panel de géométries présenté dans le tableau 4.1 et les codes associés permettant de reconnaître simplement les dimensions.

TAB. 4.1: Codes associés aux géométries sélectionnées

		Largeur (μm)				
		160 [A]	200 [B]	400 [C]	600 [D]	1 000 [E]
Longueur	0,5 mm [0]	A0	B0	C0	D0	E0
	1 mm [1]	A1			D1	E1
	2 mm [2]	A2	B2	C2		E2
	3 mm [3]	A3	B3			
	4 mm [4]	A4	B4		D4	E4
	5 mm [5]	A5	B5	C5		E5
	6 mm [6]	A6	B6		D6	E6

Les géométries sélectionnées ont ensuite été appairées pour constituer des puces à largeur identique. Puis, on obtient le dessin complet des masques après avoir doublé certaines puces (voir figure 4.2).

4.1.1.2 Épaisseurs

Après un panel définissant les différentes largeurs et longueurs, un panel d'épaisseurs a été obtenu par l'intermédiaire de la fabrication de plusieurs plaquettes définissant chacune une épaisseur pour toutes les poutres de la plaquette.

Afin d'obtenir les épaisseurs souhaitées, deux types de plaquettes de silicium ont été utilisés : de simples plaquettes de silicium et des plaquettes de type *SOI* (*Silicon On Insulator*).

Dans le cas des simples plaquettes de silicium, l'épaisseur est déterminée par la durée de l'étape de gravure en face arrière, où le silicium est gravé par *DRIE* (*Deep-Reactive Ion Etching*). Ainsi, à partir de la vitesse de gravure, il est possible de connaître approximativement l'épaisseur gravée et donc l'épaisseur des poutres. Toutefois, cette méthode a l'inconvénient de ne pas réaliser des poutres strictement de la même épaisseur et il est ainsi possible d'observer des écarts de l'ordre de quelques pour cents sur l'ensemble de la plaquette.

Dans le cas des plaquettes *SOI*, les plaquettes forment un sandwich composé principalement de trois couches : le substrat en silicium qui sert de support, une couche d'oxyde de silicium et, par dessus, une couche de silicium d'épaisseur donnée. Ainsi, dans ce cas, l'étape de gravure en face arrière consiste à graver le substrat de silicium pour s'arrêter au niveau de l'oxyde de silicium. Les poutres ainsi réalisées sont donc d'une épaisseur connue, constante sur l'ensemble de la plaquette.

En pratique, quatre plaquettes ont ainsi été fabriquées dont les épaisseurs sont :

- 5 μm en *SOI*
- 60 μm en *SOI*
- 23 μm épaisseur estimée (non *SOI*)
- 120 μm épaisseur estimée (non *SOI*)

4.1.2 Mise en œuvre

Les puces ainsi réalisées ont été câblées de façon à pouvoir les exciter et en mesurer le mouvement.

Étant données les dimensions importantes des puces (14 mm par 8 mm), ce câblage n'a pas pu s'effectuer à l'aide de boîtiers classiques, par exemple

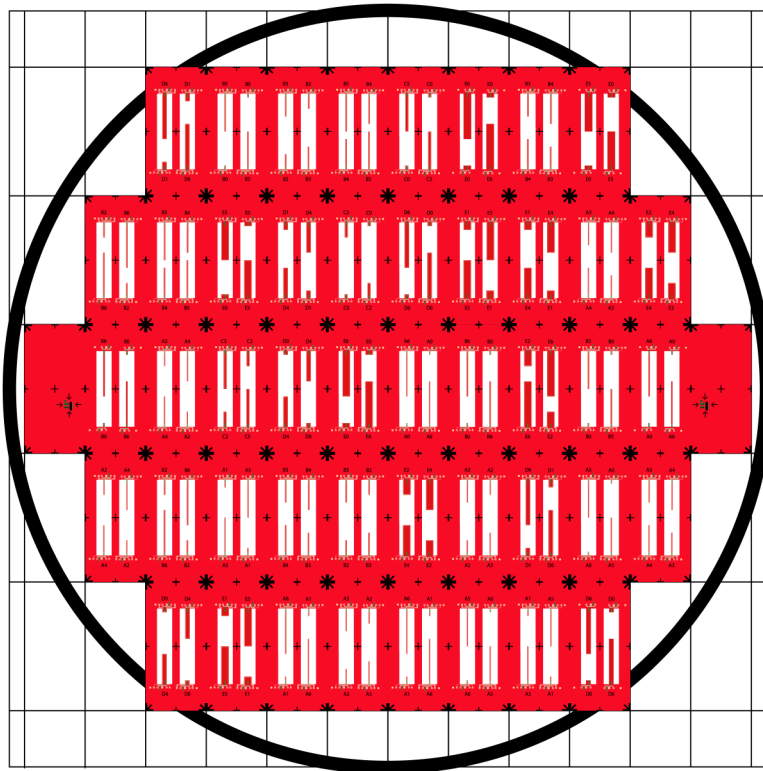


FIG. 4.2: Vue d'ensemble des masques de réalisation des différentes géométries

du type DIL ou PLCC. La solution retenue a donc consisté à utiliser des plaquettes de circuit imprimé en résine époxyde (FR4) avec une finition en or pour permettre un câblage de type *ball bonding*.

Le circuit imprimé a ainsi été conçu à la fois pour faciliter les connexions électriques vers le système de mesure et pour réaliser la chambre de mesure pour les détections sous gaz (voir figures 4.3).

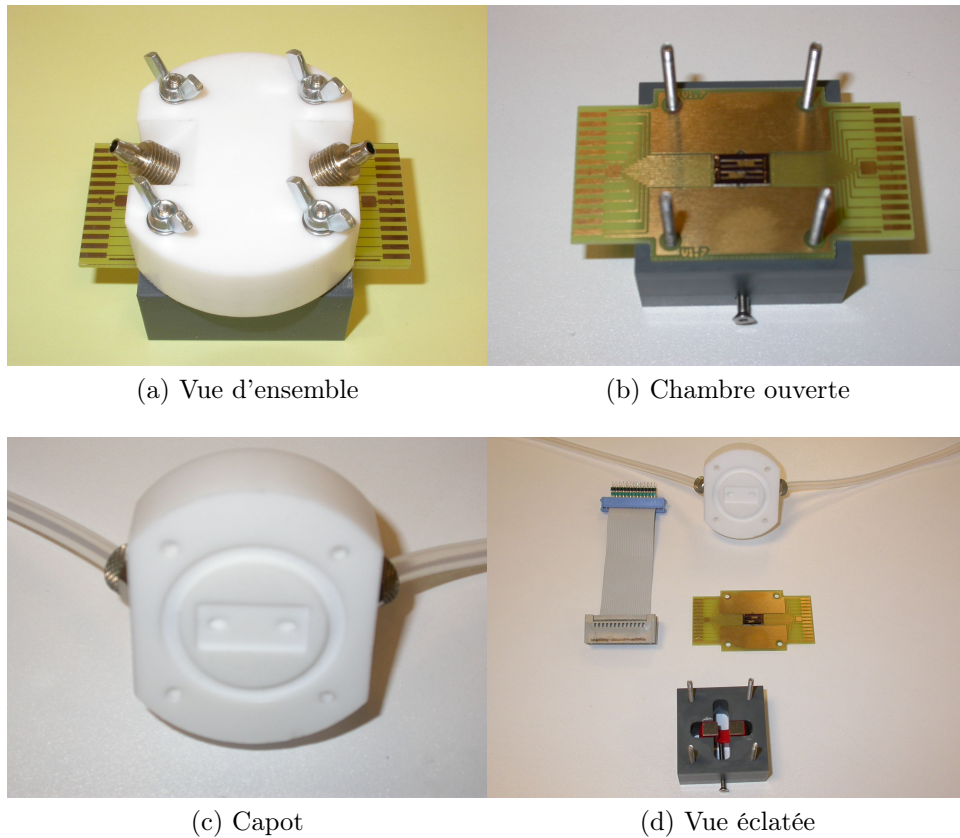


FIG. 4.3: Photos du dispositif de mesure. (a) Vue d'ensemble, (b) vue sans capot, (c) détail sur l'intérieur de la chambre et (d) vue éclatée.

Un aimant (en rouge sur la figure 4.3d) a été placé dans le support en PVC de façon à générer le champ magnétique nécessaire à l'excitation électromagnétique des poutres par l'intermédiaire de la force de Laplace.

Une cavité a été créée dans le capot de façon à former autour de la puce la zone effective de la chambre de mesure (voir figure 4.3c). Le volume ainsi créé (hors tuyaux d'accès) représente un volume de gaz de moins de $490 \mu\text{l}$.

4.1.3 Classification

Afin de répertorier l'ensemble des plaquettes, une classification adaptée à la diversité et la multiplicité des puces a été choisie. Ainsi, chaque plaquette a été associée à un nom de Pokémon[®] (voir liste en annexe B) et chaque poutre possède un attribut supplémentaire (NO, NE, SO ou SE en référence aux points cardinaux) afin de l'identifier et de la localiser sur la plaquette de câblage.

4.2 Caractérisation sans couche

4.2.1 Allure générale des réponses fréquentielles observées

Afin de caractériser les poutres réalisées, un analyseur gain-phase (modèle HP 4194A) est utilisé afin d'observer les réponses fréquentielles des différentes poutres.

Les poutres, pour lesquelles une vue schématique est donnée sur la figure 4.4, sont câblées comme présenté par la figure 4.5.

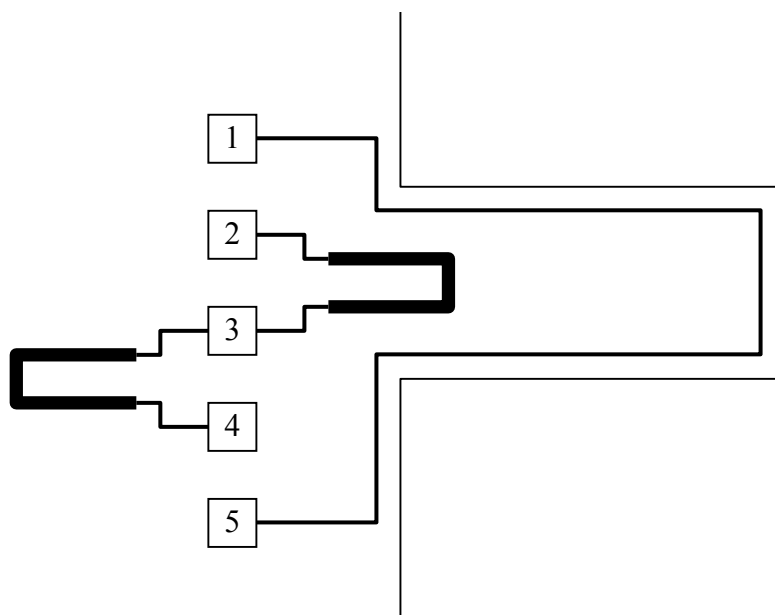


FIG. 4.4: Schéma d'une poutre illustrant les plots de câblage, les piézorésistances et la piste conductrice pour l'excitation électromagnétique

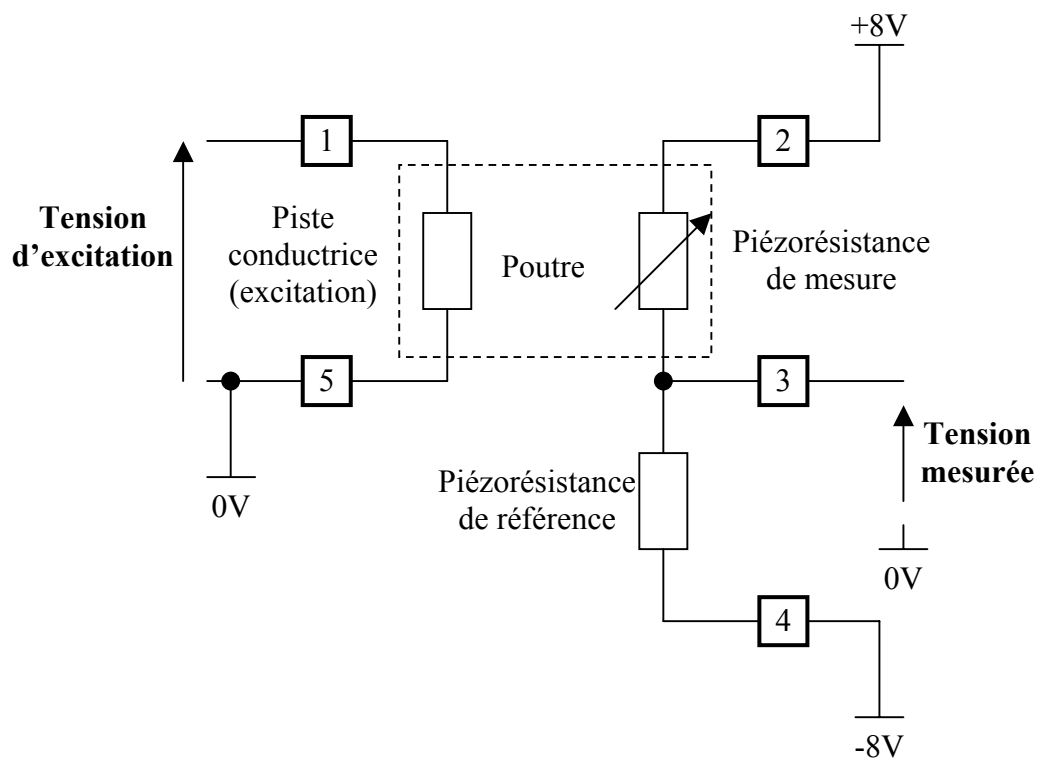


FIG. 4.5: Schéma de câblage d'une poutre pour une utilisation avec l'analyseur gain-phase

La sortie de l'analyseur gain-phase est envoyée vers la piste conductrice de la poutre, et le point milieu du demi-pont de Wheatstone formé par les piézorésistances est envoyé en entrée de l'analyseur. Afin de former la réponse fréquentielle, l'analyseur balaye en fréquence à vitesse donnée une plage de fréquence choisie et relève le gain et le déphasage entre le signal envoyé et le signal reçu.

On obtient ainsi des courbes telles que celle présentée² en figure 4.6.

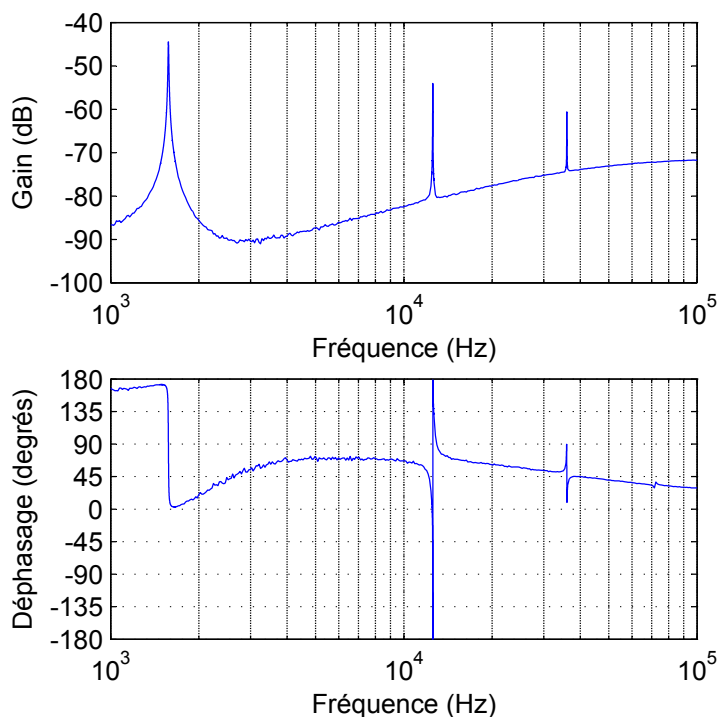


FIG. 4.6: Exemple de diagramme de Bode observé dans le cas de la poutre Gravalanch-NO : 4 mm de longueur, 1 mm de largeur et 23 μm d'épaisseur

À partir de cette courbe, on peut remarquer que les premiers modes de résonances sont bien visibles, tant sur le diagramme du gain que sur celui de la phase, et que leur amplitude est décroissante selon leur ordre.

On remarque aussi que la variation de phase autour du mode 2 est de 360° contrairement à ce qui est prévu théoriquement 180° , et que la variation de phase autour du mode 3 est de moins de 90° . De plus, en dehors des fréquences de résonance, le gain a tendance à augmenter avec la fréquence, et la phase a tendance à tendre vers 0° .

²Pour des raisons de commodité, la courbe présentée est la combinaison de 6 relevés afin de palier le manque de résolution lors d'une mesure sur une grande plage de fréquence.

Ces comportements non prévus sont en fait liés à un signal parasite qui vient se superposer au signal utile. En effet, selon le degré de raffinement du blindage des câbles transportant les signaux d'excitation et de mesure, ce signal parasite a une influence différente. Ce signal parasite semble donc être lié à un couplage électromagnétique entre les fils d'excitation et de mesure, et est donc perturbant du fait des faibles amplitudes mesurées au niveau des piézorésistances.

Toutefois, des mesures par une méthode optique (au lieu des piézorésistances) ont permis de vérifier que, si on ne s'intéresse qu'aux modes de résonance dont le pic de résonance est suffisamment prononcé, alors la fréquence de résonance et le facteur de qualité associé mesurés par les deux méthodes sont les mêmes.

Ainsi, il est possible de se contenter de la méthode par piézorésistances, moins contraignante d'un point de vue pratique qu'une méthode optique (du fait des nombreux réglages liés au guidage du faisceau laser), pour caractériser les poutres aux multiples géométries.

4.2.2 Cas d'une plaquette *SOI*

L'observation des réponses fréquentielles sur les poutres provenant de 6 puces d'une plaquette de type *SOI* d'épaisseur 60 μm a permis de relever les fréquences de résonances du premier mode pour 22 poutres et les fréquences de résonance du deuxième mode pour seulement 6 poutres du fait du signal parasite.

4.2.2.1 Fréquence de résonance

À partir de ces relevés, aucun écart significatif n'a été relevé sur le rapport entre les fréquences de résonance des deux premiers modes. La théorie prévoit un rapport d'environ 6,267, quelles que soient les dimensions dans le cas de faibles pertes, et les mesures donnent un rapport, dans le pire cas, de 6,189 soit un écart de l'ordre de 1%.

Si on regarde plus en détail la corrélation entre les mesures et la théorie sur les fréquences de résonance du premier mode, on constate que, plus les poutres sont courtes, plus la théorie surestime la fréquence de résonance (voir figure 4.7). Pour des poutres de 5 mm de long on a environ 1,1% d'écart, alors que pour des poutres de 0,5 mm de long on a environ 31% d'écart.

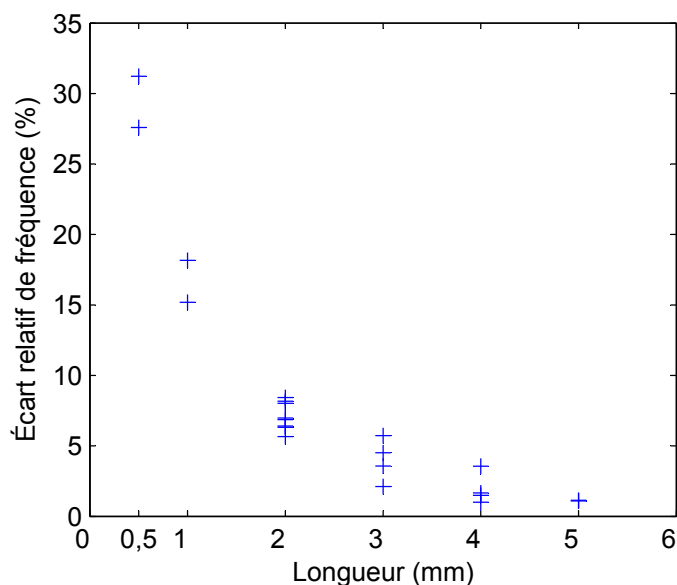


FIG. 4.7: Écart relatif (en valeur absolue) de fréquence de résonance par rapport à la théorie pour 22 poutres de la plaquette de $60\ \mu\text{m}$ d'épaisseur

Cet écart, du fait de sa forte dépendance avec la longueur, ne peut se justifier ni à cause d'une méconnaissance des propriétés mécaniques (module de Young, masse volumique) du silicium, ni à cause d'un décalage systématique en terme de longueur de poutre, ni à cause de la présence d'une fine couche d'oxyde de silicium en surface.

Il semblerait donc que le modèle utilisé devient imprécis lorsque le rapport entre la longueur et l'épaisseur devient trop proche de l'unité (ce qui était une des hypothèses de validité de la modélisation choisie). Ceci pourrait s'expliquer par la modification d'une condition aux limites utilisée lors de la résolution de l'équation différentielle, comme, par exemple, un manque de rigidité de l'encastrement (ce qui reste cohérent avec des fréquences de résonance plus faibles que prévues) et donc un mouvement non considéré.

4.2.2.2 Facteur de qualité

Le facteur de qualité théorique pour le premier mode de résonance met en évidence pour les géométries considérées et pour une épaisseur de $60\ \mu\text{m}$ une valeur maximale de l'ordre de 2 726 pour une géométrie A1 (voir tableau 4.2).

TAB. 4.2: Facteur de qualité *théorique* pour les poutres fabriquées

		Largeur				
		160 μm [A]	200 μm [B]	400 μm [C]	600 μm [D]	1000 μm [E]
Longueur	0,5 mm [0]	1 497	1 490	1 449	1 377	1 118
	1 mm [1]	2 726			2 548	2 442
	2 mm [2]	1 912	1 911	1 866		1 755
	3 mm [3]	1 426	1 439			
	4 mm [4]	1 089	1 109		1 113	1 081
	5 mm [5]	861	884	916		891
	6 mm [6]	702	726		768	756

Les relevés sur 17 géométries font apparaître une valeur maximale de 1 687 (voir tableau 4.3) pour une poutre de géométrie A1.

Toutefois, du fait des dispersions observées, par exemple la géométrie C2 pour laquelle on mesure des facteurs de qualité allant de 790 à 1 648, il est possible que la géométrie A1 ne localise pas parfaitement l'optimum de facteur de qualité. Malgré tout, lorsqu'on prend en compte toutes les mesures, on observe une certaine cohérence. On remarque, en effet, qu'à longueur donnée on peut trouver une largeur qui maximise le facteur de qualité, et à largeur donnée on peut trouver une longueur qui maximise le facteur de qualité. La géométrie A1 semble donc être proche de la géométrie optimale en terme de facteur de qualité pour une épaisseur de $60\ \mu\text{m}$.

L'idée proposée dans la section 2.4 d'une géométrie optimale en terme de facteur de qualité semble justifiée, même si le facteur de qualité mesuré est nettement inférieur à celui prévu par la théorie pour des poutres très courtes et épaisses. Ceci vient confirmer une apparente limitation du modèle pour des poutres très courtes et pourrait s'expliquer par l'apparition de pertes supplémentaires à l'encastrement lorsque le rapport entre la longueur et l'épaisseur devient trop faible.

TAB. 4.3: Facteur de qualité mesuré moyen (nombre d'échantillons utilisés pour le calcul de la moyenne) et [géométrie]

		Largeur				
		160 μm [A]	200 μm [B]	400 μm [C]	600 μm [D]	1000 μm [E]
Longueur	0,5 mm [0]	528 (2)	530 (2)	C0 (0)	D0 (0)	E0 (0)
	1 mm [1]	1 687 (1)			332 (2)	E1 (0)
	2 mm [2]	1 214 (1)	1 424 (3)	1 266 (4)		880 (2)
	3 mm [3]	1 100 (4)	1 149 (4)			
	4 mm [4]	739 (2)	B4 (0)		1 049 (2)	959 (2)
	5 mm [5]	658 (1)	769 (2)	814 (2)		754 (1)
	6 mm [6]	A6 (0)	B6 (0)		D6 (0)	E6 (0)

4.2.3 Cas des plaquettes non *SOI*

Dans le cas des plaquettes non *SOI*, l'épaisseur des poutres fabriquées est mal prévue au niveau de la fabrication du fait de l'absence de l'oxyde servant de couche d'arrêt dans le cas des *SOI*. De plus, la méthode de gravure pour définir l'épaisseur utilisant une attaque par *DRIE*, les épaisseurs au sein d'une même plaquette peuvent être différentes selon, principalement, la distance au centre de la plaquette.

Il faut donc une méthode permettant de déduire l'épaisseur de chaque poutre. La méthode choisie consiste donc à se servir du modèle et de la mesure de la fréquence de résonance pour déterminer l'épaisseur théorique qui donnerait la bonne fréquence de résonance.

Il devient ainsi possible de prévoir le facteur de qualité théorique pour le comparer aux valeurs mesurées.

Ce travail est fait sur les deux plaquettes disponibles, d'épaisseurs indicatives (valeur estimée au moment de la fabrication) de 23 μm et 120 μm .

De la plaquette de 23 μm , 19 poutres ont été mesurées pour en extraire leur fréquence de résonance du premier mode et leur fréquence de résonance du deuxième mode a été mesurée pour 10 d'entre elles.

De la plaquette de 120 μm , 20 poutres ont été mesurées pour en extraire

leur fréquence de résonance du premier mode et leur fréquence de résonance du deuxième mode a été mesurée pour 5 d'entre elles.

4.2.3.1 Fréquence de résonance

À partir des mesures, le calcul du rapport des fréquences des deux premiers modes met en évidence (voir tableau 4.4) un écart significatif par rapport à la théorie (6,267).

TAB. 4.4: Fréquences mesurées des deux premiers modes et rapport de fréquence pour les poutres d'une plaquette non *SOI*

Plaquette (μm)	Poutre	Code	Fréquence du mode 1 (Hz)	Fréquence du mode 2 (Hz)	Rapport
23	Abra-NE	A2	4 401,6	31 588	7,176
23	Abra-SO	A2	4 311,7	30 548	7,085
23	Gravalanch-NE	E2	7 455,4	49 300	6,613
23	Gravalanch-NO	E4	1 574,6	12 552	7,972
23	Gravalanch-SE	E4	1 700,4	12 929	7,604
23	Gravalanch-SO	E2	6 408,6	45 700	7,131
23	Persian-NE	C2	7 401,7	50 083	6,766
23	Tentacrue1-NE	A3	2 721,0	21 576	7,929
23	Tentacrue1-NO	A2	6 074,8	42 516	6,999
23	Tentacrue1-SO	A3	2 650,0	21 115	7,968
120	Machopeur-NO	B6	4 164,0	26 800	6,436
120	Mackogneur-NO	E6	4 347,1	28 000	6,441
120	Mackogneur-SE	E6	4 388,9	28 200	6,425
120	Ptitard-NE	C5	6 256,6	40 233	6,430
120	Ptitard-SO	C5	6 293,7	40 444	6,426

Ce rapport de fréquence n'est pas du tout prévu par la théorie exposée jusqu'ici et ne peut venir que d'une dépendance d'un paramètre vis-à-vis de sa position le long de la poutre. On peut, par exemple, imaginer une dépendance de la masse volumique par unité de longueur du fait d'un gradient d'épaisseur le long de la poutre.

D'un point de vue mise en équation, cela se traduit par une équation différentielle non linéaire délicate à résoudre, même en l'absence de pertes et d'excitation. Malgré tout, si on suppose une dépendance linéaire de l'épaisseur dans le sens de la longueur, la résolution (qui fait intervenir des fonctions de Bessel) permet d'obtenir numériquement [Mab72] la dépendance des fré-

quences des deux premiers modes en fonction du rapport entre l'épaisseur de la poutre à l'encastrement et l'épaisseur à l'extrémité libre.

De ces valeurs numériques, il est possible de remarquer que si l'épaisseur à l'encastrement n'est pas beaucoup plus importante que l'épaisseur moyenne (un gradient d'épaisseur de moins 10% sur l'ensemble de la poutre par rapport à l'épaisseur moyenne), alors l'utilisation du modèle décrivant une poutre d'épaisseur constante égale à l'épaisseur moyenne donne une bonne approximation (meilleure que 1%) de la fréquence de résonance au premier mode.

On peut ainsi se contenter des modèles utilisés dans les chapitres précédents pour avoir une bonne estimation de l'épaisseur *moyenne* de la poutre.

Ainsi, à partir des fréquences de résonance, l'épaisseur moyenne a été déduite pour les poutres des plaquettes 23 μm et 120 μm . On obtient des épaisseurs comprises entre 10,6 μm et 29 μm pour la plaquette 23 μm (voir tableau 4.5) et des épaisseurs comprises entre 101 μm et 115 μm pour la plaquette 120 μm (voir tableau 4.6).

TAB. 4.5: Épaisseurs déduites à partir de la fréquence de résonance du premier mode pour chaque poutre mesurée de la plaquette 23 μm

Poutre	Fréquence du mode 1 (Hz)	Épaisseur déduite (μm)	Code
Abra-NE	4 402	12,93	A2
Abra-SE	900	10,63	A4
Abra-SO	4 312	12,67	A2
Gravalanch-NE	7 455	21,96	E2
Gravalanch-NO	1 575	18,63	E4
Gravalanch-SE	1 700	20,09	E4
Gravalanch-SO	6 409	18,92	E2
Persian-NE	7 402	21,69	C2
Persian-NO	158 948	29,02	C0
Persian-SO	6 654	19,52	C2
Tartard-NE	528	14,00	A6
Tartard-NO	24 451	17,89	A1
Tartard-SE	22 310	16,34	A1
Tartard-SO	453	12,04	A6
Tentacool-NO	26 435	19,41	D1
Tentacool-SE	26 321	19,32	D1
Tentacrueel-NE	2 721	17,94	A3
Tentacrueel-NO	6 075	17,80	A2
Tentacrueel-SO	2 650	17,48	A3

TAB. 4.6: Épaisseurs déduites à partir de la fréquence de résonance du premier mode pour chaque poutre mesurée de la plaquette 120 μm

Poutre	Fréquence du mode 1 (Hz)	Épaisseur déduite (μm)	Code
Caninos-NE	144 600	105,22	D1
Caninos-NO	9 823	114,44	D4
Caninos-SE	9 746	113,54	D4
Caninos-SO	149 300	108,63	D1
Ferossinge-NO	39 500	114,97	A2
Ferossinge-SO	17 500	114,62	A3
Machopeur-NE	37 300	108,57	B2
Machopeur-NO	4 164	109,12	B6
Machopeur-SO	34 679	100,95	B2
Mackogneur-NE	37 380	108,89	E2
Mackogneur-NO	4 347	114,04	E6
Mackogneur-SE	4 389	115,13	E6
Mackogneur-SO	38 550	112,29	E2
Ptitard-NE	6 257	113,88	C5
Ptitard-SE	38 782	112,90	C2
Ptitard-SO	6 294	114,55	C5
Racaillou-NE	17 500	114,62	B3
Racaillou-NO	9 550	111,21	B4
Racaillou-SE	9 878	115,03	B4
Racaillou-SO	17 056	111,72	B3

Si on ne s'intéresse qu'aux poutres pour lesquelles le modèle est suffisamment précis, donc les poutres d'au moins 2 mm de long, et si on combine l'épaisseur déduite de chaque poutre avec sa position géographique au sein de la plaquette, alors on peut reconstruire la plaquette de façon à vérifier si les épaisseurs déduites forment un jeu de données cohérent avec un éventuel gradient d'épaisseur lié à la méthode de gravure du silicium.

Pour la plaquette 23 μm on obtient la figure 4.8 sur laquelle ont été reportées les isovaleurs d'une courbe quadratique ajustée pour coller aux mesures.

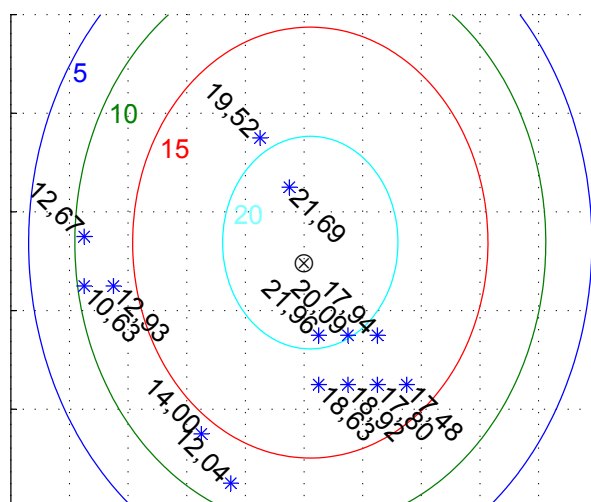


FIG. 4.8: Illustration de l'épaisseur moyenne en μm déduite à partir de la fréquence de résonance du premier mode pour 14 poutres de la plaquette de 23 μm , et isovaleurs en μm d'une courbe quadratique ajustée tracées pour 5 μm , 10 μm , 15 μm et 20 μm

On observe ainsi une bonne distribution des épaisseurs et un gradient d'épaisseur au sein de la plaquette réaliste, avec une épaisseur maximale à proximité du centre de la plaquette (noté \otimes sur la figure). Le gradient ainsi observé est donc compatible avec d'éventuels effets de bords liés aux procédés de gravure par la face avant et la face arrière de la plaquette.

En faisant le même travail pour la plaquette 120 μm , mais en se limitant à des poutres d'au moins 3 mm de long, on obtient la figure 4.9.

On observe à nouveau une répartition reflétant un éventuel gradient de gravure lors des attaques du silicium. Néanmoins, le gradient semble moins prononcé que sur la plaquette 23 μm . En effet, sur des distances au centre de la plaquette comparables, là où on observait un gradient d'épaisseur allant de 12 μm à 19 μm , on a un gradient de 109 μm à 114 μm .

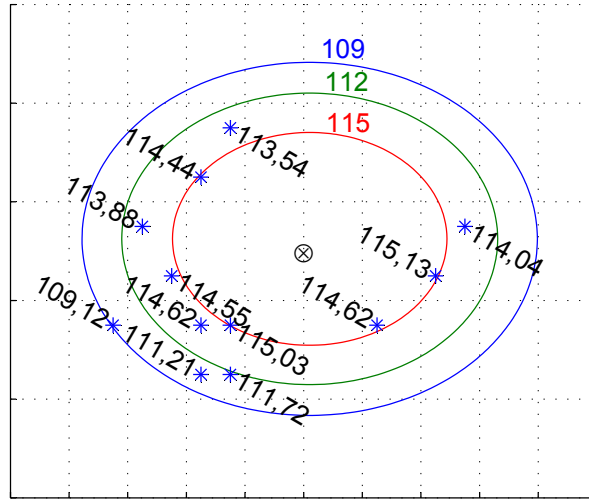


FIG. 4.9: Illustration de l'épaisseur moyenne en μm déduite à partir de la fréquence de résonance du premier mode pour 12 poutres de la plaquette de $120\ \mu\text{m}$, et isovaleurs en μm d'une courbe quadratique ajustée tracées pour $109\ \mu\text{m}$, $112\ \mu\text{m}$ et $115\ \mu\text{m}$

Globalement, l'ensemble des épaisseurs déduites formant un ensemble cohérent tant sur la plaquette $23\ \mu\text{m}$ que sur la plaquette $120\ \mu\text{m}$, il semble légitime de supposer que les épaisseurs moyennes sont correctement estimées. Grâce à ces estimations, il devient possible d'approfondir l'analyse des mesures, notamment du point de vue du facteur de qualité.

4.2.3.2 Facteur de qualité

À partir des épaisseurs déduites, on peut estimer théoriquement les facteurs de qualité prévus pour chaque poutre et les comparer aux mesures effectuées.

Ainsi, pour la plaquette $23\ \mu\text{m}$, on peut remarquer grâce au tableau 4.7 que pour des poutres courtes le facteur de qualité mesuré est plus faible que prévu. Cet écart peut être en partie justifié par le fait qu'on détermine très vraisemblablement moins bien l'épaisseur (du fait de la faible longueur, $1\ \text{mm}$) et donc que la théorie prévoit mal le facteur de qualité.

Néanmoins, la tendance sur les autres points semble confirmer que des pertes supplémentaires à celles déjà prévues apparaissent pour des poutres courtes.

La même analyse peut être faite sur les poutres provenant de la plaquette $120\ \mu\text{m}$ grâce au tableau 4.8.

TAB. 4.7: Facteur de qualité mesuré et facteur de qualité théorique pour les poutres de la plaquette 23 μm dont les épaisseurs ont été déterminées grâce aux fréquences du premier mode

			Largeur				
			160 μm	200 μm	400 μm	600 μm	1000 μm
Longueur	0,5 mm [0]	Théorie	A0	B0	C0	D0	E0
		Mesure	A0	B0	C0	D0	E0
	1 mm [1]	Théorie	701			784	E1
		Mesure	254			696	E1
	2 mm [2]	Théorie	270	B2	469		443
		Mesure	311	B2	549		466
	3 mm [3]	Théorie	232	B3			
		Mesure	314	B3			
	4 mm [4]	Théorie	73	B4		D4	215
		Mesure	128	B4		D4	233
	5 mm [5]	Théorie	A5	B5	C5		E5
		Mesure	A5	B5	C5		E5
	6 mm [6]	Théorie	60	B6		D6	E6
		Mesure	88	B6		D6	E6

TAB. 4.8: Facteur de qualité mesuré et facteur de qualité théorique pour les poutres de la plaquette 120 μm dont les épaisseurs ont été déterminées grâce aux fréquences du premier mode

			Largeur				
			160 μm	200 μm	400 μm	600 μm	1000 μm
Longueur	0,5 mm [0]	Théorie	A0	B0	C0	D0	E0
		Mesure	A0	B0	C0	D0	E0
	1 mm [1]	Théorie	A1			1 953	E1
		Mesure	A1			204	E1
	2 mm [2]	Théorie	A2	B2	3 435		E2
		Mesure	A2	B2	1 204		E2
	3 mm [3]	Théorie	A3	2 714			
		Mesure	A3	1 439			
	4 mm [4]	Théorie	A4	2 215		2 220	E4
		Mesure	A4	1 450		1 645	E4
	5 mm [5]	Théorie	A5	B5	1 984		E5
		Mesure	A5	B5	1 594		E5
	6 mm [6]	Théorie	A6	B6		D6	1 718
		Mesure	A6	B6		D6	1 113

On constate, cette fois-ci, qu'un écart plus systématique apparaît quelle que soit la longueur de la poutre avec, toujours, un écart plus prononcé pour les poutres courtes. Cet écart, général, peut s'expliquer par l'influence de l'épaisseur du substrat. En effet, l'épaisseur des poutres devient tout à fait comparable à l'épaisseur du substrat. Il est donc pertinent de penser que le substrat n'est plus forcément suffisamment rigide pour que le modèle utilisé soit applicable dans le cas de poutres à épaisseur comparable à celle du substrat.

De plus, cet écart serait encore plus important si on n'avait considéré que les pertes visqueuses via le modèle de Sader [Sad98] comme le montre le tableau 4.9. On voit ainsi l'intérêt de prendre en compte l'influence de plusieurs pertes notamment pour des poutres courtes.

TAB. 4.9: Facteur de qualité mesuré et facteur de qualité théorique prévu par le modèle de Sader pour les poutres de la plaquette 120 μm dont les épaisseurs ont été déterminées grâce aux fréquences du premier mode

			Largeur				
			160 μm	200 μm	400 μm	600 μm	1000 μm
Longueur	0,5 mm [0]	Sader	A0	B0	C0	D0	E0
		Mesure	A0	B0	C0	D0	E0
	1 mm [1]	Sader	A1			9 493	E1
		Mesure	A1			204	E1
	2 mm [2]	Sader	A2	B2	5 685		E2
		Mesure	A2	B2	1 204		E2
	3 mm [3]	Sader	A3	3 937			
		Mesure	A3	1 439			
	4 mm [4]	Sader	A4	2 926		2 948	E4
		Mesure	A4	1 450		1 645	E4
	5 mm [5]	Sader	A5	B5	2 436		E5
		Mesure	A5	B5	1 594		E5
	6 mm [6]	Sader	A6	B6		D6	1 968
		Mesure	A6	B6		D6	1 113

4.2.4 Facteur de qualité optimal

Les écarts observés sur les trois plaquettes étudiées confirment donc, notamment sur la plaquette de 60 μm , l'existence d'une géométrie optimale en terme de facteur de qualité, même si les modèles utilisés semblent incomplets pour les dimensions considérées et que donc la localisation de cette géométrie

optimale est imprécise.

Il serait donc utile d'étudier plus précisément l'influence des pertes à l'encastrement, notamment les pertes dues à la rotation de l'encastrement (la surface à la jonction du substrat et de la poutre), afin de localiser plus précisément et plus systématiquement la géométrie optimale. En effet, ces pertes sont généralement négligées au profit des pertes dues au seul mouvement rectiligne de l'encastrement, mais ne semblent, manifestement, pas toujours négligeables comme certaines approches théoriques semblent le confirmer [Pho04] [Su04].

4.3 Caractérisation avec couche

Afin de vérifier la modélisation présentée précédemment à propos de la dépendance du facteur de qualité en fonction de l'épaisseur de la couche viscoélastique déposée en surface d'une poutre, une étude spécifique a été réalisée.

Cette étude est basée sur l'observation de la réponse fréquentielle d'une poutre au fur et à mesure du dépôt d'une couche de polymère.

4.3.1 Banc de pulvérisation

La méthode de dépôt de polymère choisie est une méthode de dépôt par pulvérisation. Cette méthode a l'avantage de permettre de déposer progressivement une couche sensible.

Afin de réaliser le dépôt, le polymère choisi est initialement dissout dans un solvant adapté afin d'obtenir une solution très fluide avec une concentration de polymère de l'ordre de quelques pour-cents. Cette solution est donc facilement vaporisable.

La vaporisation de la solution permet donc de déposer en surface d'une poutre une fine pellicule d'un mélange de solvant et de polymère. Après évaporation complète du solvant, il ne reste plus que le polymère.

En répétant plusieurs fois ces vaporisations, on construit, au fur et à mesure, une couche de polymère d'épaisseur plus importante.

L'équipement utilisé est une valve de la série *780S* de chez EFD, pour laquelle plusieurs paramètres de débit et de pression sont réglables afin d'ajuster la quantité de solution vaporisée et d'adapter la taille des gouttelettes.

L'intérêt de déposer de fines pellicules du mélange de solvant et de polymère est de limiter l'impact du liquide sur les connexions électriques présentes en surface de la poutre. Il est ainsi possible de réaliser l'observation du pic

de résonance au cours du dépôt afin de voir l'influence sur la fréquence de résonance et sur le facteur de qualité de l'épaisseur de couche déposée.

Le dispositif complet, dans son enceinte de confinement, est illustré en figure 4.10 où on peut voir :

1. le réglage de la pression de poussée,
2. la seringue contenant le mélange polymère—solvant,
3. le contrôleur pour ajuster durée et pression de pulvérisation,
4. la valve,
5. et une micropoutre câblée sur sa plaquette dans son support.

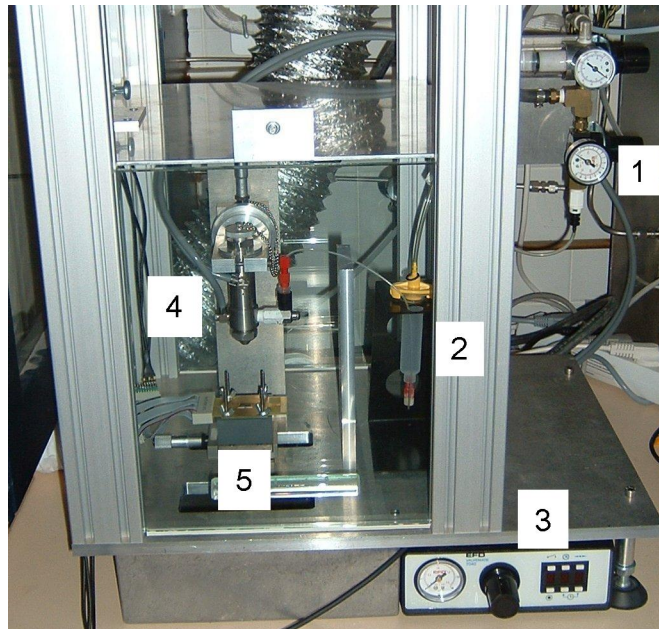


FIG. 4.10: Photographie du banc de pulvérisation

4.3.2 Protocole de dépôt

Afin de maîtriser la qualité du dépôt effectué, il est indispensable d'adapter les solutions de polymère et les réglages. Ainsi, pour obtenir les gouttelettes les plus petites possibles et de taille la plus régulière possible, la solution utilisée doit être très peu visqueuse et la pression de pulvérisation doit être élevée.

En pratique, ceci se traduit par des solutions composées principalement d'un solvant auquel du polymère est ajouté à hauteur de moins de 0,5% en

masse. Cette concentration indicative permet de déposer une faible quantité de polymère mais suffisante.

La pression de pulvérisation est réglée à 1,5 bar, proche du maximum paramétrable afin d'obtenir des gouttelettes petites et de taille régulière.

La pression de poussée est ajustée autour de 0,2 bar de façon à vaincre uniquement les frottements pour que le fluide contenu dans la seringue s'écoule correctement.

Enfin, l'ouverture de la valve, qui influe directement sur le débit de fluide pulvérisé, est ajustée pour laisser échapper très peu de fluide de façon à ne pas « inonder » la surface à recouvrir. En effet, si trop de liquide se déposait à la surface de la micropoutre, le solvant n'aurait pas le temps de s'évaporer, s'accumulerait à la surface et formerait une micro-flaque qui ferait couler le mélange hors de la poutre. C'est pourquoi le dépôt se fait en plusieurs temps, en limitant la pulvérisation à des durées de quelques secondes. Ainsi pour obtenir une couche d'épaisseur importante, on dépose successivement plusieurs couches en respectant un temps d'attente correspondant à l'évaporation du solvant.

Le tableau 4.10 récapitule les couches utilisées avec leur solvant et une estimation grossière du temps d'attente nécessaire pour l'évaporation totale du solvant.

TAB. 4.10: Polymères utilisés avec leur solvant et temps d'attente par rapport à l'épaisseur totale déposée pour l'évaporation du solvant après dépôt

Polymère (abréviation)	Solvant	Temps d'attente
Polyétheruréthane (PEUT)	Dichlorométhane	15 s/ μm
Polyépichlorohydrin (PECH)	Chloroforme	60 s/ μm
Polyisobutylène (PIB)	Chloroforme	90 s/ μm

4.3.3 Facteur de qualité en fonction du dépôt

Afin d'observer la dépendance du facteur de qualité vis-à-vis de l'épaisseur de couche sensible, la réponse fréquentielle d'une poutre (Colossinge-SE) est observée au cours d'une série de dépôts successifs de PIB. Ces dépôts sont effectués en respectant un temps d'attente entre chaque pulvérisation d'environ 90 s par micron d'épaisseur estimée de couche sensible. L'épaisseur est estimée en extrayant de la réponse fréquentielle, après évaporation du solvant, la fréquence de résonance et en supposant que seul l'effet de masse intervient, vu la faible rigidité du polymère.

On obtient ainsi la figure 4.11. La cassure observée autour du trente septième dépôt correspond à un changement volontaire de pression de poussée du fluide afin de déposer plus de polymère par pulvérisation.

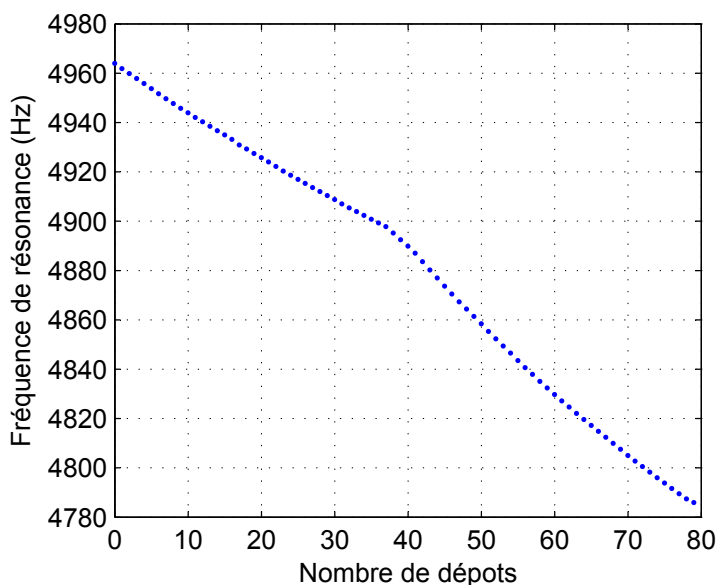


FIG. 4.11: Fréquence de résonance en fonction du nombre de dépôts

À partir de cette courbe, on peut déduire l'épaisseur déposée en fonction du nombre de dépôt (voir figure 4.12).

À partir des réponses fréquentielles relevées, il est possible d'en extraire le facteur de qualité en ajustant une courbe de réponse fréquentielle d'un résonateur sur chaque réponse observée. On peut ainsi tracer la dépendance du facteur de qualité mesuré vis-à-vis de l'épaisseur de polymère et la comparer aux prévisions théoriques (voir figure 4.13).

Alors que la courbe théorique est tracée à partir de données théoriques (voir figure 3.3 page 76) qui n'ont été établies que pour un polymère d'une masse moléculaire moyenne en poids de $1,56 \cdot 10^6$ alors que le polymère utilisé n'a une masse moléculaire moyenne en poids que d'environ $0,5 \cdot 10^6$, et même si l'épaisseur de polymère est peut être mal estimée, les prévisions théoriques prédisent correctement la dépendance du facteur de qualité vis-à-vis de l'épaisseur.

De plus, on peut remarquer, sur la figure 4.13), que si on ne prend pas en compte les pertes viscoélastiques le facteur de qualité augmenterait avec l'ajout de couche. On voit ainsi mieux l'importance de prendre en compte les pertes afin de prédire le facteur de qualité.

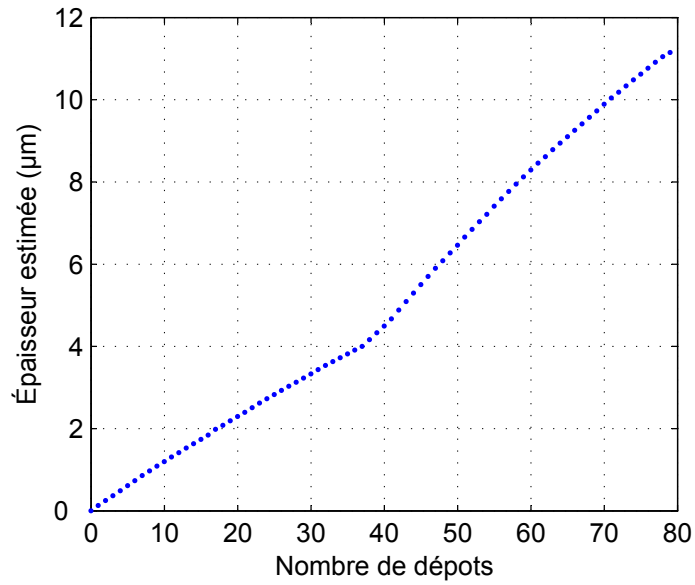


FIG. 4.12: Épaisseur de polymère estimée en fonction du nombre de dépôts

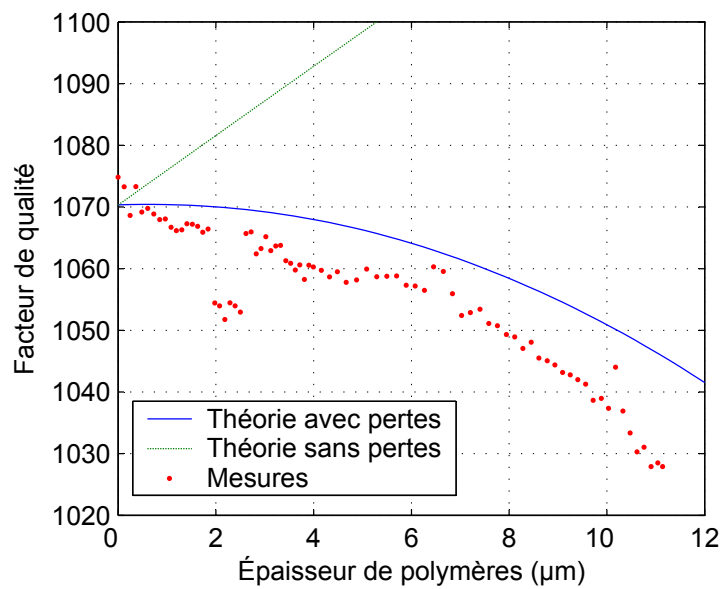


FIG. 4.13: Facteur de qualité mesuré et théorique en fonction de l'épaisseur estimée pour du PIB déposé sur une poutre de 4 mm de longueur, 600 μm de largeur et 57,9 μm d'épaisseur

4.3.4 Dédution des propriétés viscoélastiques du PEUT

En utilisant le modèle décrivant l'influence des propriétés viscoélastiques de la couche sensible sur le facteur de qualité d'une micropoutre il est théoriquement possible de déduire les propriétés viscoélastiques à partir de l'observation de la modification du facteur de qualité en fonction de l'épaisseur de couche sensible déposée.

Or, du fait de la très faible rigidité des polymères (E'_2), la fréquence de résonance ou le facteur de qualité ne sont pas suffisamment affectés par une modification de la raideur de la poutre. On peut donc supposer avec une très bonne approximation que $E'_2 I_2$ est négligeable devant $E_1 I_1$. Si, de plus, on suppose que E''_2 est très petit devant E_1 on peut simplifier l'expression du facteur de qualité associé aux pertes viscoélastiques pour obtenir :

$$Q_{couche} \approx \frac{E_1}{E''_2} \frac{h_1^3}{h_2 (h_2^2 + 3 (h_1 + h_2)^2)} \quad (4.1)$$

On peut ainsi obtenir une expression simplifiée donnant E''_2 en fonction du facteur de qualité associé aux pertes viscoélastiques :

$$E''_2 = \frac{E_1}{Q_{couche}} \frac{h_1^3}{h_2 (h_2^2 + 3 (h_1 + h_2)^2)} \quad (4.2)$$

En observant le facteur de qualité au cours du dépôt de PEUT sur une poutre (Mimitoss-SE) d'épaisseur 60 μm , de longueur 2 mm et de largeur 600 μm dont la fréquence de résonance est d'environ 19 kHz, on peut construire le tableau 4.11 dans lequel le facteur de qualité théorique en absence de pertes dans la couche apparaît. Le tableau comporte aussi le facteur de qualité corrigé qui est calculé en mettant en parallèle au facteur de qualité théorique un facteur de qualité constant image des pertes additionnelles (non prévues par la théorie) grâce à l'expression :

$$\frac{1}{Q_{corrigé}} = \frac{1}{Q_{théorique}} + \frac{1}{Q_{correction}} \quad (4.3)$$

À partir des facteurs de qualité corrigé (avec $Q_{correction} = 1\ 355$) et mesuré, on déduit le facteur de qualité associé aux pertes viscoélastiques puis une estimation de E''_2 pour chaque valeur (voir tableau 4.12).

On remarque ainsi que les différentes valeurs obtenues pour E''_2 font apparaître une valeur moyenne pour le PEUT de $E''_2 = 208$ MPa pour une fréquence d'environ 19 kHz.

La valeur moyenne ainsi obtenue est cohérente en terme de valeur à ce qui est classiquement rencontré dans le cas des polymères. À titre de com-

TAB. 4.11: Facteur de qualité mesuré et facteur de qualité théorique en absence de pertes viscoélastiques en fonction de l'épaisseur de PEUT déposée sur une poutre de 60 μm d'épaisseur, de 2 mm de longueur et de 600 μm de largeur

Épaisseur (μm)	Facteur de qualité mesuré	Facteur de qualité théorique (sans pertes viscoélastiques)	Facteur de qualité corrigé
0	774	1 805	774
0,9	749	1 813	775
8,7	494	1 879	787
11,9	430	1 905	792
14,4	380	1 925	795
20,3	250	1 969	803

TAB. 4.12: Facteur de qualité associé aux pertes viscoélastiques et E_2'' déduits des mesures pour différentes épaisseurs de couche

Épaisseur (μm)	Facteur de qualité associé aux pertes viscoélastiques	E_2'' déduit (MPa)
0,9	21 755	160
8,7	1 326	220
11,9	939	206
14,4	727	205
20,3	363	248

paraison, dans le cas du PIB on a théoriquement $E_2'' = 38$ MPa à la même fréquence.

Au cours de la même séquence de dépôt, le facteur de qualité a aussi été observé sur la poutre voisine (Mimitoss-NE) de même épaisseur, de même largeur et de longueur 5 mm dont la fréquence de résonance est d'environ 3,6 kHz. De la même façon que précédemment, on en déduit une estimation des propriétés viscoélastiques du même polymère à une fréquence plus faible (voir tableau 4.13).

TAB. 4.13: Facteur de qualité mesuré et E_2'' déduit en fonction de l'épaisseur de PEUT déposée sur une poutre de 60 μm d'épaisseur, de 5 mm de longueur et de 600 μm de largeur pour différentes épaisseurs de couche

Épais- seur (μm)	Facteur de qualité mesuré	Facteur de qualité associé aux pertes viscoélastiques	E_2'' déduit (MPa)
3,4	915,5	$114 \cdot 10^3$	7,7
5,1	917,4	$64,0 \cdot 10^3$	8,6
7,5	922,2	$44,9 \cdot 10^3$	7,8
10,4	926,7	$31,6 \cdot 10^3$	7,3
13,4	937,1	$29,0 \cdot 10^3$	5,7
17,9	938,2	$18,5 \cdot 10^3$	5,9

On obtient ainsi une valeur moyenne de $E_2'' = 7,2$ MPa pour le PEUT à une fréquence d'environ 3 kHz. À titre de comparaison, dans le cas du PIB on a théoriquement $E_2'' = 11$ MPa à la même fréquence.

Cette valeur, relativement basse, permet, comme le montre le tableau 4.13, d'observer une augmentation du facteur de qualité avec l'épaisseur de polymère déposé, contrairement à ce qui a été observé dans le cas précédent. En effet, dans ce cas, les pertes dans le polymère sont suffisamment faibles pour que l'effet inertiel de la masse ajoutée soit dominant et vienne augmenter l'énergie de la poutre et donc son facteur de qualité.

4.4 Conclusion

Les différentes mesures réalisées en absence de couche sensible permettent de vérifier la validité du modèle présenté dans le chapitre 2. Ces mesures mettent ainsi en évidence une bonne prédiction de la fréquence de résonance dans le cas où le rapport longueur sur épaisseur est élevé, ainsi qu'une bonne prédiction du facteur de qualité.

La modélisation autorise ainsi la conception de micropoutres à fort facteur de qualité tout en obtenant des fréquences de résonance élevées. Une telle optimisation est d'autant plus intéressante que, dans le cas de capteurs chimiques, un facteur de qualité élevé est signe d'une meilleure précision dans la mesure de la fréquence de résonance, autorisant ainsi une meilleure limite de détection.

De plus, le modèle présenté dans le chapitre 3 a été en partie vérifié grâce à des mesures de facteur de qualité en fonction de l'épaisseur d'une couche viscoélastique déposée à la surface d'une micropoutre. Le modèle semble, en effet, permettre une bonne prédiction du comportement du facteur de qualité d'une micropoutre en fonction de l'épaisseur de couche déposée.

Ainsi, il devient possible, sous réserve de connaître la sensibilité d'un capteur en fonction de l'épaisseur de couche et l'évolution du bruit de mesure en fonction du facteur de qualité, de prévoir a priori l'épaisseur de couche sensible optimale en terme de limite de détection.

Enfin, il devient aussi possible d'observer la variation de facteur de qualité afin de déduire les propriétés viscoélastiques (principalement le terme E_2'') d'un matériau déposé sur une micropoutre.

Chapitre 5

Détections de vapeurs

Afin de suivre les variations de la fréquence de résonance lors de la sorption d'un gaz dans la couche sensible, la solution choisie est la réalisation d'un oscillateur architecturé autour d'une micropoutre. Ainsi, les variations de la fréquence de résonance de la poutre se traduisent par une variation de la fréquence d'oscillation du système.

Le système ainsi construit permet l'observation de la sorption du gaz au cours du temps et, ainsi, de mesurer le décalage de fréquence qui en résulte et le temps de réponse.

5.1 Oscillateur et bruit

L'électronique utilisée n'est pas aussi rudimentaire que celle décrite dans la section 1.4.2.2 qui détaille le principe d'un oscillateur bouclé. En effet, ce type d'électronique simple, tout à fait satisfaisant dans la plupart des cas, possède toutefois l'inconvénient de créer des harmoniques du fait des distorsions et des saturations. De plus, ces distorsions et saturations ont, de façon quasi-universelle, la tendance à dériver dans le temps et en fonction de l'environnement (la température notamment), rendant ainsi imprécise la mesure de la fréquence de résonance.

C'est pourquoi, il est parfois plus judicieux d'améliorer les performances de l'oscillateur en utilisant un amplificateur à contrôle automatique du gain.

En effet, l'utilisation d'un contrôle automatique du gain permet de répondre aux deux exigences principales :

- assurer le démarrage des oscillations
- limiter les perturbations entraînant des variations de la fréquence d'oscillation

Le principe est simple :

- si le gain de boucle est inférieur à 1 alors l'amplificateur augmente le gain
- et si le gain de boucle est supérieur à 1 alors l'amplificateur diminue le gain

On assure ainsi la naissance des oscillations en augmentant le gain progressivement et on limite l'effet des distortions et saturations car l'amplitude de sortie est maîtrisée.

5.1.1 Électronique utilisée

Le schéma bloc, donné en figure 5.1, détaille les différents éléments constituant le montage. On peut distinguer les éléments essentiels qui sont l'étage d'amplification à gain variable, asservi vis-à-vis de l'amplitude d'oscillation, et le déphaseur réglable pour sélectionner la fréquence d'oscillation.

L'ensemble a été conçu de façon à limiter les diverses perturbations, notamment liées au bruit, grâce à une étude du bruit dans les oscillateurs. Cette étude, proposée dans les sections suivantes, a permis d'édicter quelques règles simples concernant la conception de l'électronique.

5.1.2 Bruit dans les oscillateurs

Afin d'étudier les signaux bruités, qui ne sont pas, par définition, exprimables temporellement, il faut étudier leurs propriétés statistiques. La méthode la plus adaptée est d'exprimer leur densité spectrale de bruit, grandeur qui reflète la quantité de bruit du signal en fonction de la fréquence.

La densité spectrale de bruit du signal aléatoire $u(t)$, est notée $S_u(f)$ et se calcule grâce à :

$$S_u(f) = \mathcal{F}\{C_{uu}(\tau)\} \quad (5.1)$$

où \mathcal{F} est la transformée de Fourier et $C_{uu}(\tau)$ la fonction d'autocorrélation du signal $u(t)$.

Dans le cas des oscillateurs, le signal à étudier est la tension de sortie et peut s'exprimer par :

$$v(t) = V_0 \cos(2\pi\nu t + \phi(t)) \quad (5.2)$$

où $\phi(t)$ est le bruit de phase de l'oscillateur et ν est la fréquence « moyenne » des oscillations, autrement appelée porteuse.

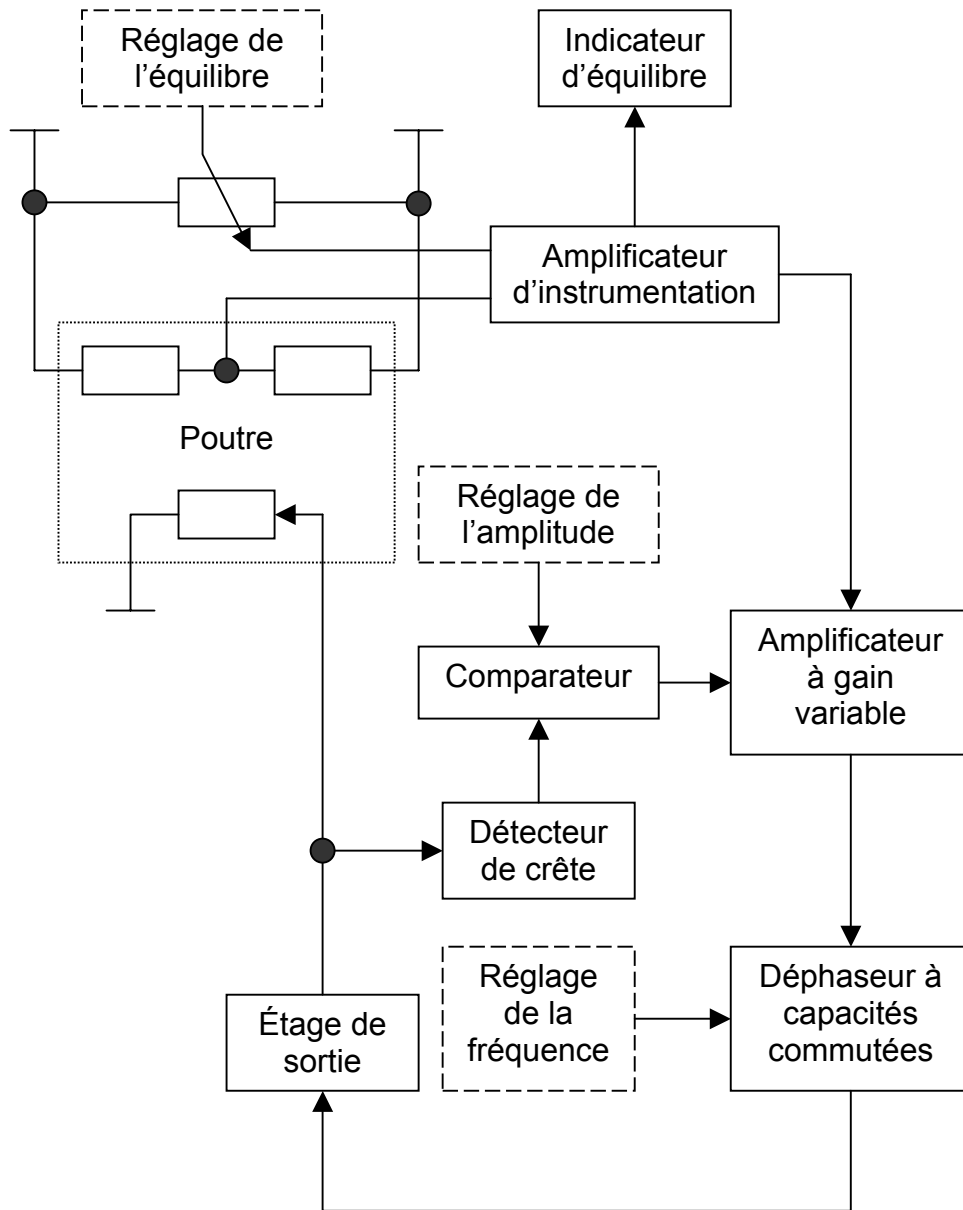


FIG. 5.1: Schéma bloc du montage électronique utilisé pour la mise en oscillateur

À partir de $\phi(t)$, il est plus commode, pour l'étude du bruit, de définir la fluctuation relative de fréquence $y(t)$:

$$y(t) = \frac{1}{2\pi\nu} \frac{d\phi(t)}{dt} \quad (5.3)$$

À partir de l'équation (5.3) on peut donc établir le lien entre la densité spectrale de bruit de phase $S_\phi(f)$ et la densité spectrale de bruit en fréquence $S_y(f)$:

$$S_y(f) = \frac{f^2}{\nu^2} S_\phi(f) \quad (5.4)$$

On notera cependant que, du fait de la définition même des grandeurs $y(t)$ et $\phi(t)$, la fréquence f qui apparaît comme paramètre dans les expressions de $S_y(f)$ et $S_\phi(f)$ a une signification particulière. En effet, $y(t)$ représentant l'écart par rapport au signal en absence de perturbation, $S_y(f)$ représente le bruit en fréquence en fonction de la fréquence du phénomène de perturbation et que donc cette fréquence est à interpréter comme un écart de fréquence par rapport au signal sans perturbation (ou « porteuse »), car des phénomènes de très faible fréquence sont des phénomènes se produisant à proximité de la porteuse.

5.1.3 Phénomènes de bruit

En électronique, du fait des différents phénomènes de bruit intervenant, le modèle le plus adapté du point de vue de sa simplicité et de sa représentativité est un modèle basé sur une décomposition en termes en puissance de la fréquence.

Ainsi, un bruit de phase peut s'exprimer par :

$$S_\phi(f) = \sum_{i=0}^{-4} b_i f^i \quad (5.5)$$

où les termes b_i sont des constantes.

L'avantage d'une telle représentation est qu'il est facile de représenter les densités spectrales de bruit en utilisant des diagrammes asymptotiques en échelles log-log en permettant ainsi de mettre en évidence les différents phénomènes de bruit. L'exemple d'un bruit de phase comportant un bruit blanc et un bruit dit en $1/f$ est représenté figure 5.2.

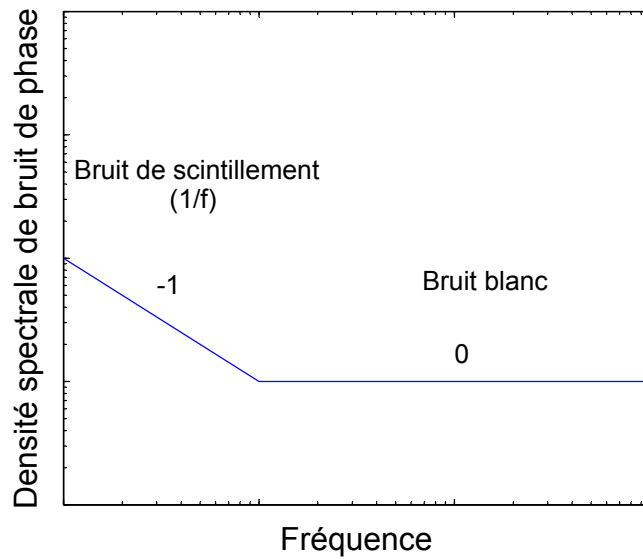


FIG. 5.2: Exemple de bruit de phase sur un diagramme log-log (bruit blanc et bruit de scintillement)

5.1.4 Oscillateurs bouclés

Du fait de la structure de l'oscillateur, l'amplificateur et la micropoutre forment une boucle dans laquelle les signaux circulent. De ce fait, une perturbation de phase dans la boucle va se traduire via la condition de Barkhausen (voir équation (1.27)) par une perturbation de la fréquence d'oscillation.

Ainsi, pour calculer $S_y(f)$ il faut analyser comment un bruit de phase $\psi(t)$ à l'intérieur de la boucle se répercute sur le signal de l'oscillateur (voir figure 5.3). Ce lien entre $S_\psi(f)$ et $S_y(f)$ a été étudié, mis en évidence et

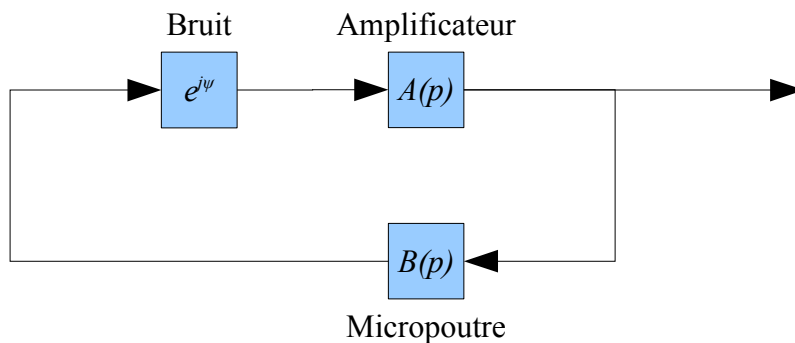


FIG. 5.3: Synoptique d'un oscillateur avec du bruit de phase à l'intérieur de la boucle

publié par David B. Leeson en 1966 et est couramment appelé *effet Leeson* ou *Leeson effect* [Lee66].

En utilisant quelques approximations, il est possible de retrouver le résultat proposé par D.B. Leeson.

En modélisant la micropoutre par un résonateur il est facile d'exprimer la dépendance de la variation de phase sur la réponse fréquentielle autour de la fréquence de résonance. Cette dépendance permet ainsi de quantifier comment une fluctuation de phase dans la boucle d'oscillation est traduite en fluctuation de fréquence.

On distingue ainsi deux cas en fonction de la vitesse des variations par rapport à l'inverse du temps de relaxation : soit les variations sont « lentes » et sont transmises par la micropoutre (modifiant ainsi la fréquence de résonance), soit les variations sont « rapides » et sont rejetées par la micropoutre mais quand même présentes sur le signal de sortie.

Ainsi, pour des variations « lentes » la variation de fréquence est liée à la variation de phase par la pente de la phase de la fonction de transfert autour de la fréquence de résonance. Dans le cas d'un résonateur, on trouve donc :

$$\Delta\nu = \frac{\nu}{2Q}\psi(t) \quad (5.6)$$

où Q est le facteur de qualité du résonateur.

La variation de phase instantanée $\phi(t)$ du signal de sortie due à une variation de fréquence est donc l'intégrale de celle-ci. On a ainsi :

$$\phi(t) = 2\pi \int \Delta\nu dt \quad (5.7)$$

On peut ainsi obtenir le lien entre $S_\phi(f)$ et $S_\psi(f)$ pour des variations lentes :

$$S_\phi(f) = \frac{1}{f^2} \left(\frac{\nu}{2Q} \right)^2 S_\psi(f) \quad (5.8)$$

Par contre, dans le cas des variations rapides, les variations ne traversent pas le résonateur et se retrouvent donc directement en sortie. On a donc :

$$S_\phi(f) = S_\psi(f) \quad (5.9)$$

Si on suppose que les variations rapides et lentes ne sont pas corrélées, on peut alors sommer les équations (5.8) et (5.9) pour obtenir l'expression qualifiant l'effet *Leeson* :

$$S_\phi(f) = \left[1 + \frac{1}{f^2} \left(\frac{\nu}{2Q} \right)^2 \right] S_\psi(f) \quad (5.10)$$

ou, autrement écrit :

$$S_\phi(f) = \left[1 + \left(\frac{f_L}{f} \right)^2 \right] S_\psi(f) \quad (5.11)$$

avec :

$$f_L = \frac{\nu}{2Q} \quad (5.12)$$

L'effet Leeson exprime donc la tendance des oscillateurs bouclés à convertir le bruit basse fréquence en un bruit autour de la porteuse et à l'amplifier. Si on prend l'exemple d'un bruit de phase $S_\psi(f)$ comportant un bruit blanc de phase (en f^0) et un bruit de scintillement de phase (en f^{-1}), le bruit de phase $S_\phi(f)$ sur le signal de sortie peut avoir 2 formes possibles selon si la fréquence f_L dite de *Leeson* est plus grande ou plus petite que la fréquence de coin f_c (fréquence où le bruit blanc devient dominant devant le bruit de scintillement). Les deux cas sont illustrés par les figures 5.4 et 5.5.

On peut remarquer, en particulier, que, dans le cas d'un oscillateur architecturé comme détaillé dans la figure 5.3, les composantes en f^{-1} et f^{-2} ne peuvent pas être présentes simultanément vu que les deux cas présentés sont exclusifs. En effet, soit la fréquence de Leeson est plus grande que la fréquence de coin et donc il n'y a pas de composante en f^{-1} , soit c'est le contraire et il n'y a pas de composante en f^{-2} .

En revanche, si la fréquence de *Leeson* est supérieure à la fréquence de coin (et donc en absence de composante en f^{-1}) l'ajout d'un étage d'amplification en sortie de l'oscillateur (hors de la boucle d'oscillation) peut faire apparaître une composante en f^{-1} . Ainsi, dans le cas le plus général, les bruits blancs et de scintillement de phase des composants se traduisent par des composantes en f^0 , f^{-1} , f^{-2} et f^{-3} sur le bruit de phase $S_\phi(f)$ du signal de sortie.

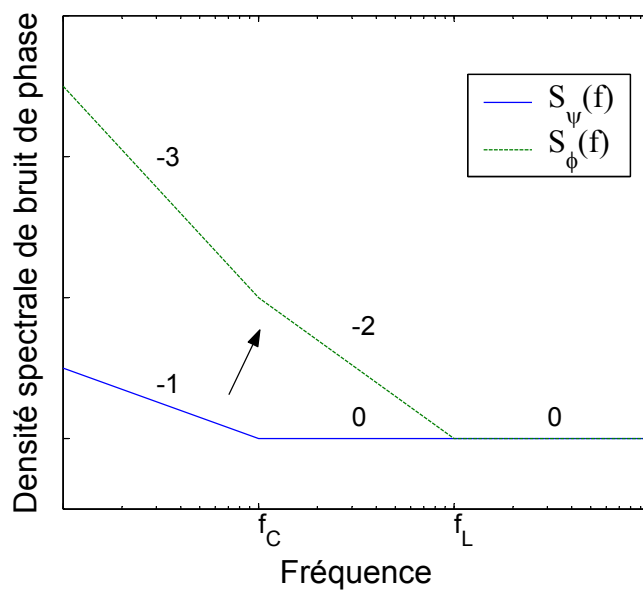


FIG. 5.4: Illustration de l'effet *Leeson* (cas où $f_c < f_L$) avec le détail des différentes pentes

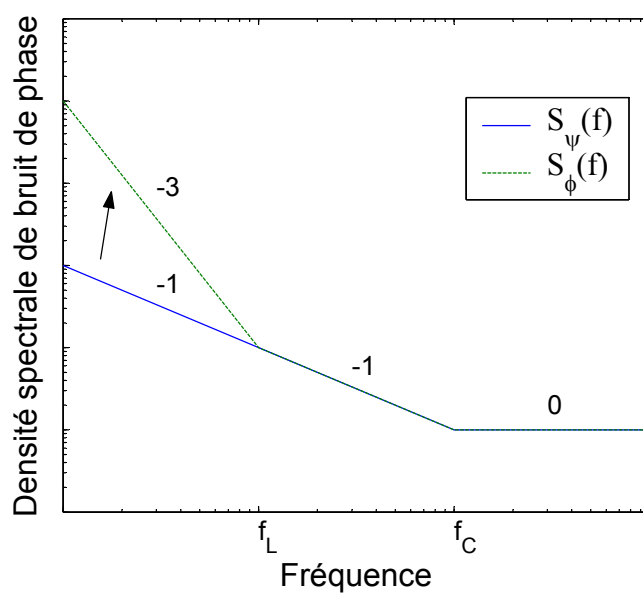


FIG. 5.5: Illustration de l'effet *Leeson* (cas où $f_L < f_c$) avec le détail des différentes pentes

5.1.5 Désaccord de Allan

Pour déterminer de façon plus précise la limite de détection d'un capteur résonant, il est nécessaire de prendre en compte la méthode de mesure et plus particulièrement le temps de mesure. En effet, il est possible qu'un temps de mesure important fasse en sorte que certains bruits se retrouvent « moyennés » tandis que d'autres se retrouvent « intégrés ».

Pour quantifier l'influence du temps de mesure, il est possible d'exprimer le désaccord de Allan, valeur reflétant la plus petite fluctuation de fréquence mesurable.

Le désaccord de Allan, σ_y , est calculé grâce à l'expression :

$$\sigma_y^2(\tau) = 2 \int_0^{f_h} S_y(f) \frac{\sin^4(\pi\tau f)}{(\pi\tau f)^2} df \quad (5.13)$$

où f_h est la fréquence de coupure haute du système et τ est le temps de mesure.

Grâce au modèle utilisé pour représenter les différents bruits en termes en puissance de la fréquence, il est possible de dresser un tableau (voir tableau 5.1) de correspondance entre les termes de $\sigma_y(\tau)$, les termes de $S_y(f)$ et les termes de $S_\phi(f)$ [All88].

TAB. 5.1: Tableau de conversion bruits de phase, bruits de fréquence, désaccord de Allan

Type de bruit	$S_y(f)$	$S_\phi(f)$	$\sigma_y^2(\tau)$
Bruit de marche aléatoire de fréquence	$j_{-2}f^{-2}$	$j_{-2}\nu^2 f^{-4}$	$j_{-2} \frac{4\pi^2}{6} \tau^1$
Bruit de scintillement de fréquence	$j_{-1}f^{-1}$	$j_{-1}\nu^2 f^{-3}$	$2j_{-1} \ln 2\tau^0$
Bruit blanc de fréquence	j_0f^0	$j_0\nu^2 f^{-2}$	$\frac{j_0}{2} \tau^{-1}$
Bruit de scintillement de phase	j_1f^1	$j_{-1}\nu^2 f^1$	$j_1 \frac{1,038 + 3 \ln 2\pi f_h \tau}{4\pi^2} \tau^{-2}$
Bruit blanc de phase	j_2f^2	$j_2\nu^2 f^0$	$j_2 \frac{3f_h}{4\pi^2} \tau^{-2}$

On peut aussi construire une figure représentant comment les phénomènes de bruits sur la densité spectrale de bruit en phase se traduisent sur celle en fréquence et sur le désaccord de Allan (voir figure 5.6).

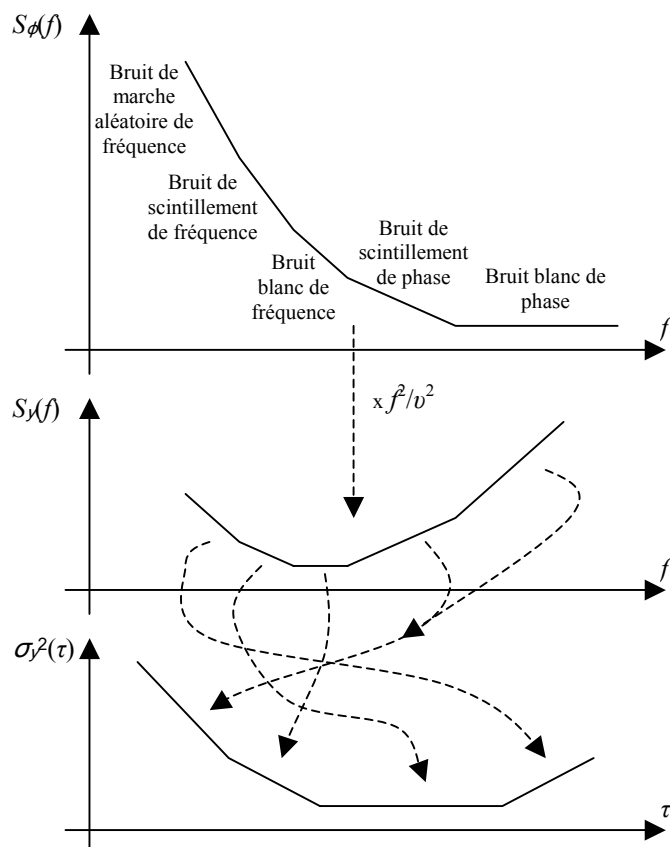


FIG. 5.6: Représentation graphique des liens entre les densités spectrales de bruit et le désaccord de Allan pour les différents types de bruit

On remarque ainsi que, pour des faibles temps de mesure, le désaccord de Allan décroît quand le temps de mesure augmente, puis quand on atteint la zone où le bruit de marche aléatoire de fréquence intervient, le désaccord de Allan augmente. Il existe ainsi une zone optimale pour laquelle le désaccord de Allan est minimal, c'est à dire une plage de temps de mesure pour laquelle on mesure la fréquence de résonance avec le plus de précision.

Le bruit de marche aléatoire de fréquence borne donc le temps de mesure maximum. Or ce bruit a pour origine principale des dérives dans le système telles des variations de températures. Ainsi, on peut estimer le temps de mesure maximum en tenant compte des vitesses de variation des diverses dérives.

5.1.6 Quelques règles simples sur le bruit

Grâce aux résultats présentés dans la section précédente, on peut ainsi déduire quelques règles simples afin de minimiser le désaccord de Allan et donc minimiser la limite de détection.

Afin de réduire le bruit, plusieurs approches sont possibles.

La plus évidente implique d'utiliser des composants peu bruyants, d'en limiter le nombre et de choisir des composants à fréquence de coin faible dont la phase de leur fonction de transfert fluctue le moins possible (en particulier pour les amplificateurs à gain commandé, utilisés pour le contrôle automatique du gain).

La deuxième approche est liée à l'*effet Leeson* et consiste à utiliser des micropoutres à fort facteur de qualité de manière à réduire les bruits court-terme et moyen-terme sur le signal de sortie.

Une troisième approche concerne le bruit de marche au hasard et implique donc de limiter du mieux possible l'impact des non-linéarités.

Ces quelques règles ont ainsi dicté le choix des composants constituant l'électronique utilisée pour réaliser la mise en vibration de la micropoutre.

5.2 Couches sensibles et vapeurs

Afin de vérifier les modèles présentés, notamment en terme de sensibilité, chaque couche sensible est exposée à différentes concentrations pour deux vapeurs : l'éthanol et le toluène. Compte tenu que trois couches sensibles ont été retenues, on obtient six combinaisons possibles.

5.2.1 Affinité des couches sensibles sélectionnées vis-à-vis des gaz à détecter

Du fait de l'utilisation de polymères génériques en tant que couches sensibles, chaque couche sensible utilisée sur une micropoutre ne détecte pas spécifiquement un gaz. En effet, à partir du tableau 5.2 on peut remarquer que les polymères choisis sont tous sensibles à l'éthanol et au toluène mais de façon très différente.

TAB. 5.2: Coefficients de partage pour les polymères considérés exposés à l'éthanol et au toluène [McG94] [Gra91] [Kur06] [Lan00]

Vapeur	PIB	PECH	PEUT
Éthanol	8,8	117	1 000
Toluène	570	1 370	1 610

Ainsi, en combinant les différentes réponses des polymères exposés à un mélange de ces vapeurs, il est possible de déterminer la concentration de chaque vapeur dans le mélange.

5.2.2 Génération des vapeurs

La génération des vapeurs est assurée par un équipement fabriqué par la société Calibrage (voir photographie en figure 5.7 et schéma de principe en figure 5.8). Cet équipement est composé d'une partie basée sur un four assurant la génération d'une vapeur à concentration donnée et à débit donné, d'un étage de dilution afin de pouvoir ajuster la concentration de la vapeur dans un gaz porteur (l'azote généralement) puis d'un étage de régulation de débit.

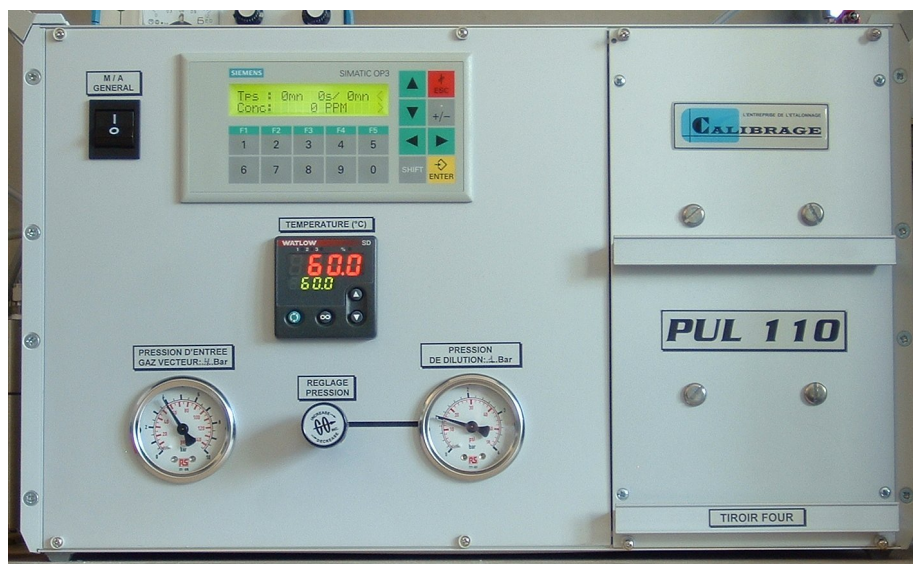


FIG. 5.7: Photographie du générateur de vapeurs

Le four assurant la génération de la vapeur chauffe un cylindre rempli par le polluant désiré (éthanol ou toluène) en phase liquide qui est balayé par un flux d'azote à débit fixe. On obtient ainsi un gaz à débit fixe dont la concentration en polluant est fixe et dépend de la température du four. La concentration ainsi générée est certifiée par le fabricant à une température donnée et correspond donc à la concentration maximale qu'il est possible de générer.

Afin de disposer d'une concentration variable, une partie du gaz en sortie du four est dilué avec de l'azote. Ainsi, en ajustant la quantité d'azote ajoutée la concentration résultante est maîtrisée.

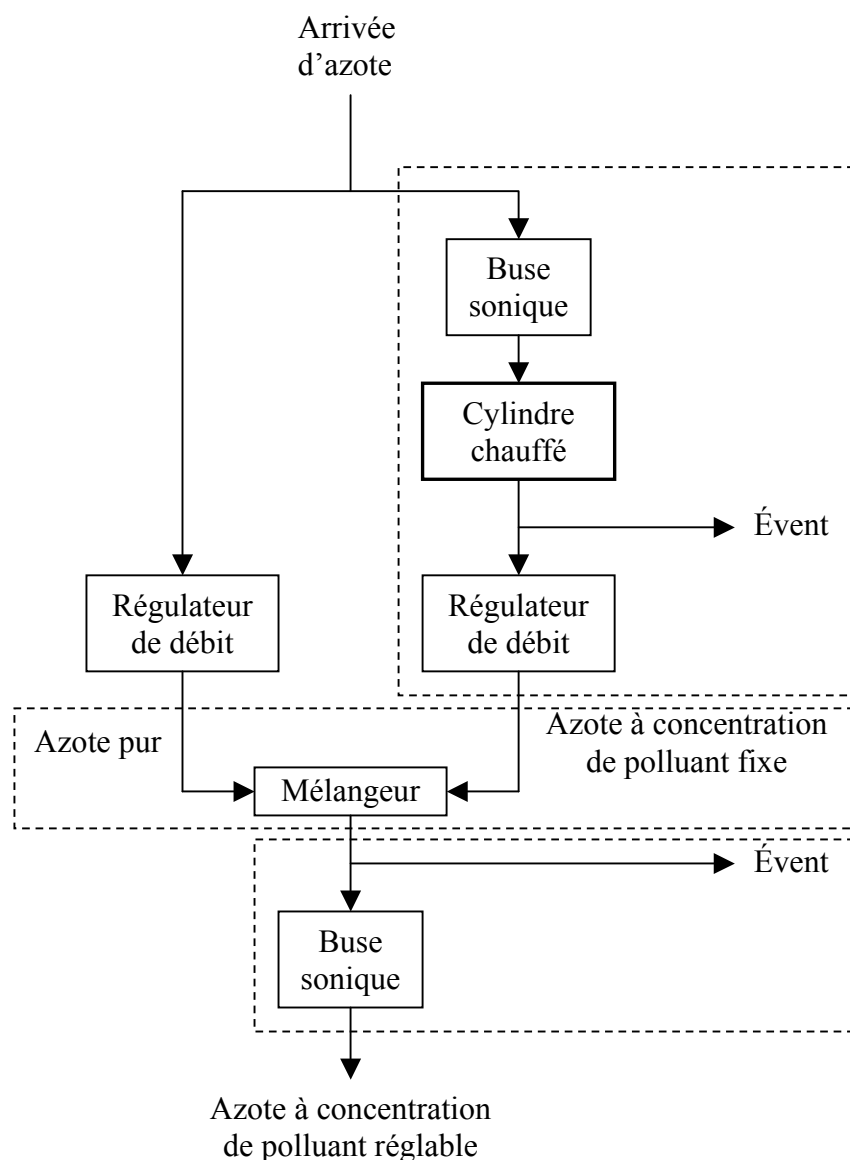


FIG. 5.8: Schéma de principe du générateur de vapeurs

Un dernier étage vient ensuite prélever un certain débit du gaz à concentration variable afin d'obtenir le gaz utile à débit fixe et dont la concentration en polluant est réglable.

L'ensemble est piloté par un automate programmable qui permet la génération de séquences d'échelons de concentrations, programmées grâce à un pupitre de commande.

5.3 Détections

La détection des vapeurs de toluène et d'éthanol est réalisée grâce à trois micropoutres sur chacune desquelles un polymère différent est déposé. Le tableau 5.3 recense les poutres utilisées, leurs principales caractéristiques ainsi que le polymère utilisé et son épaisseur estimée.

TAB. 5.3: Principales caractéristiques des poutres utilisées

Poutre	Mimitoss-NE	Machoc-SE	Colossinge-SE
Longueur	5 mm	5 mm	4 mm
Largeur	400 μm	1 000 μm	600 μm
Épaisseur	59,4 μm	58,3 μm	57,9 μm
Polymère	PEUT	PECH	PIB
Épaisseur	17,9 μm	6,4 μm	11,5 μm
Fréquence de résonance	3 061,7 Hz	3 099,5 Hz	4 786,2 Hz
Facteur de qualité	938	756	1 027

5.3.1 Présentation des détections

Selon les performances en terme de coefficient de partage trouvées dans la littérature (voir tableau 5.2), chaque couche sensible a été exposée à différentes concentrations de chaque vapeur afin de vérifier la sensibilité et d'observer la dynamique de réponse.

La figure 5.9 représente l'allure typique d'une détection brute (sans correction ou filtrage).

On peut ainsi remarquer qu'il y a une légère dérive sur l'ensemble de la réponse et qu'il y a un court régime transitoire en début de courbe correspondant à des effets thermiques lors de la mise en oscillation de la micropoutre.

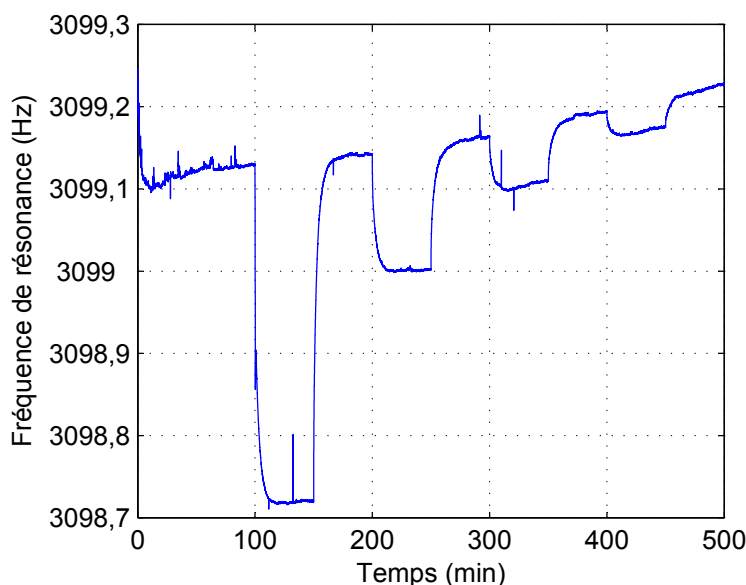


FIG. 5.9: Exemple de réponse pour la micropoutre Machoc-SE détectant du toluène à des concentrations de 4 740 mg/m³, 1 810 mg/m³, 870 mg/m³ et 400 mg/m³

On peut aussi remarquer quelques pics apparaissant de façon imprévisible qui sont considérées comme étant causés par des perturbations sur le réseau électrique dans la mesure où leur fréquence et leur niveau sont significativement réduits quand l'activité humaine du laboratoire est quasi inexistante (la nuit par exemple).

Néanmoins on distingue très nettement les instants d'arrivée et de départ du polluant toutes les 50 minutes, pour l'exemple donné, et les variations de fréquence associées sont facilement mesurables.

Toutefois, du fait du fonctionnement même du générateur de vapeurs, la dynamique de sorption est perturbée par la régulation de la dilution. Ainsi, il n'est pas possible de connaître avec précision la dynamique de sorption du gaz dans la couche sensible. En revanche, la dynamique de désorption est beaucoup moins perturbée et autorise donc l'observation de la dynamique.

5.3.1.1 Cas du PIB

La poutre Colossinge-SE a été exposée à des vapeurs de toluène et d'éthanol (voir figures 5.10 et 5.11).

À partir de ces réponses, on peut extraire les décalages de fréquence liés aux sorptions des différentes vapeurs en fonction de la concentration et ainsi construire le tableau 5.4 qui détaille le cas du toluène.

TAB. 5.4: Décalages de fréquence observés pour la détection de toluène avec 11,5 μm de PIB

Concentration (mg/m^3)	4 740	1 810	870	400	160	40
Décalage de fréquence (mHz)	667	232	112	55	28	6

L'affinité du PIB vis-à-vis de l'éthanol étant faible, une seule concentration (3 730 mg/m^3) a été générée et a provoqué un décalage de fréquence d'environ 19 mHz.

La dynamique de désorption a été observée sur les deuxièmes créneaux générés, c'est-à-dire le créneau de 1 810 mg/m^3 dans le cas du toluène et le deuxième créneau (de 3 730 mg/m^3) dans le cas de l'éthanol.

En assimilant les désorptions à des exponentielles, on trouve des constantes de temps de 127 s dans le cas de l'éthanol et de 353 s dans le cas du toluène.

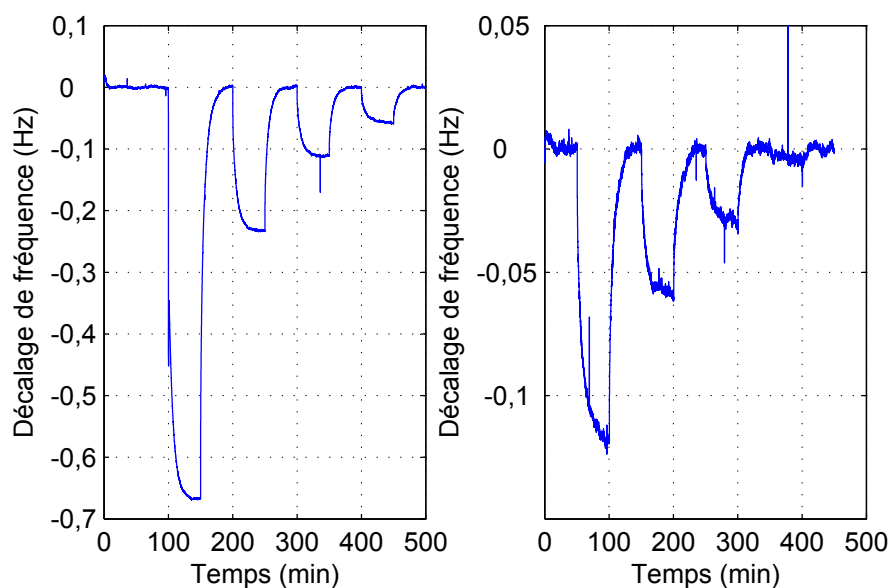


FIG. 5.10: Décalage de fréquence (dérive soustraite) pour la détection de toluène à des concentrations (courbe de gauche) de $4\,740\text{ mg/m}^3$, $1\,810\text{ mg/m}^3$, 870 mg/m^3 et 400 mg/m^3 puis pour des concentrations (courbe de droite) de 870 mg/m^3 , 400 mg/m^3 , 160 mg/m^3 et 40 mg/m^3 avec la poutre Colossinge-SE

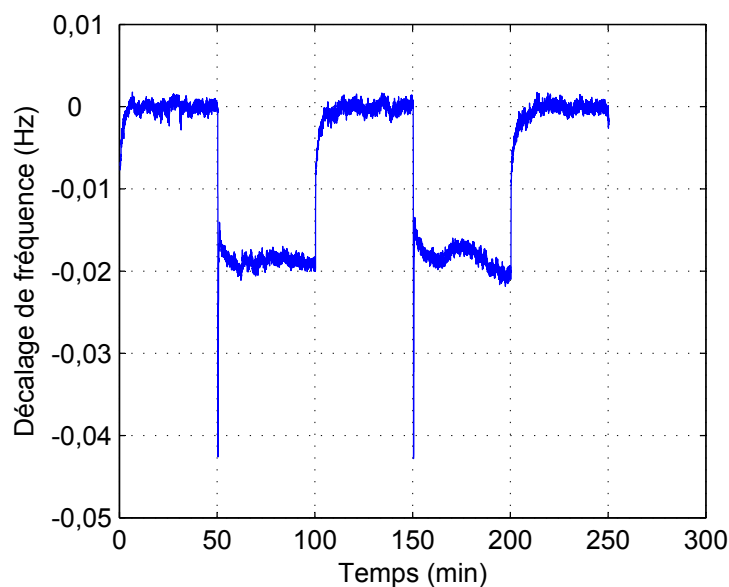


FIG. 5.11: Décalage de fréquence (dérive soustraite) pour la détection d'éthanol à deux concentrations de $3\,730\text{ mg/m}^3$ avec la poutre Colossinge-SE

5.3.1.2 Cas du PECH

De la même façon, la poutre **Machoc-SE**, couverte de PECH, a été exposée à différentes concentrations de toluène et d'éthanol (voir figures 5.12).

À partir de ces détections, on peut extraire les décalages de fréquences et ainsi construire le tableau 5.5 pour la détection de toluène et le tableau 5.6 pour la détection d'éthanol.

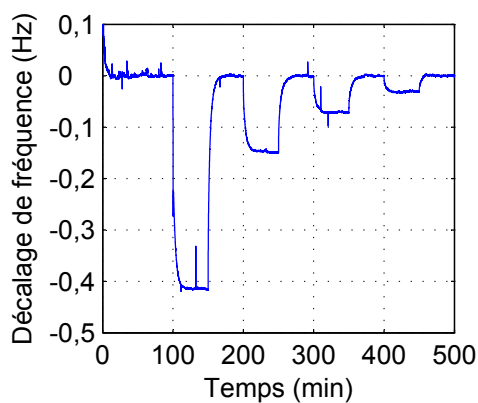
TAB. 5.5: Décalages de fréquence observés pour la détection de toluène avec $6,4 \mu\text{m}$ de PECH

Concentration (mg/m^3)	Décalage de fréquence (mHz)
4 740	414
1 810	147
870	71
400	32,4
160	12,5
120	7,5
80	6,0
40	Non discernable

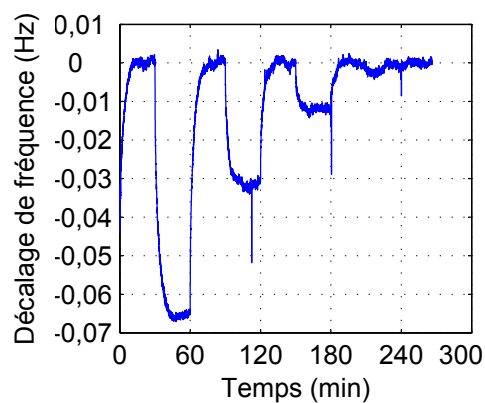
TAB. 5.6: Décalages de fréquence observés pour la détection d'éthanol avec $6,4 \mu\text{m}$ de PECH

Concentration (mg/m^3)	Décalage de fréquence (mHz)
3 730	53,5
1 790	23
830	11
370	5,6

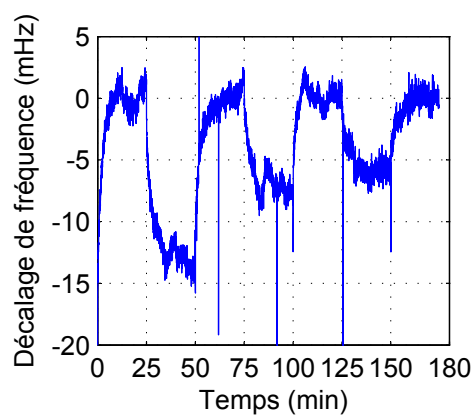
De la même façon que précédemment, on peut observer la dynamique de désorption en s'intéressant aux désorptions du créneau de $1\,810 \text{ mg}/\text{m}^3$ de toluène et du créneau de $1\,790 \text{ mg}/\text{m}^3$ d'éthanol. En assimilant les courbes à des exponentielles, on obtient des constantes de temps de 60 s dans le cas de l'éthanol et de 232 s dans le cas du toluène.



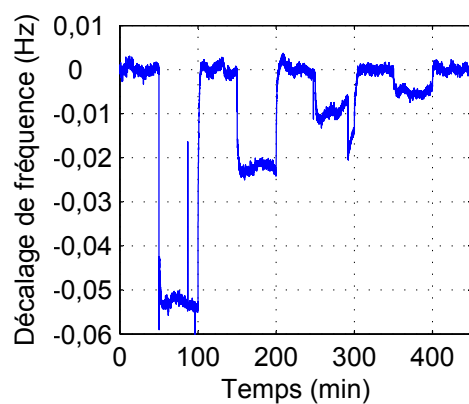
(a) Détection de toluène à des échelons de concentrations de $4\,740\text{ mg/m}^3$, $1\,810\text{ mg/m}^3$, 870 mg/m^3 et 400 mg/m^3



(b) Détection de toluène à des échelons de concentrations de 870 mg/m^3 , 400 mg/m^3 , 160 mg/m^3 et 40 mg/m^3



(c) Détection de toluène à des échelons de concentrations de 160 mg/m^3 , 120 mg/m^3 et 80 mg/m^3



(d) Détection d'éthanol à des échelons de concentrations de $3\,730\text{ mg/m}^3$, $1\,790\text{ mg/m}^3$, 830 mg/m^3 et 370 mg/m^3

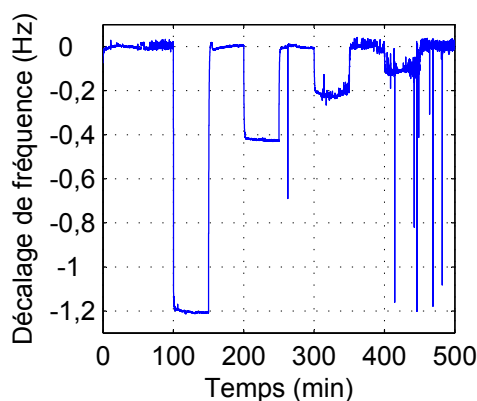
FIG. 5.12: Détections (dérives soustraites) de différents échelons de concentration de toluène et d'éthanol avec du PECH

5.3.1.3 Cas du PEUT

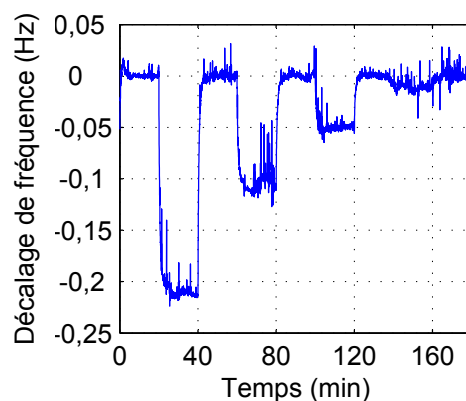
Enfin, la poutre Mimitoss-NE a aussi été exposée à différentes concentrations de toluène et d'éthanol (voir figures 5.13).

On extrait ainsi les décalages de fréquence observés en fonction de la concentration de toluène (voir tableau 5.7) et d'éthanol (voir tableau 5.8).

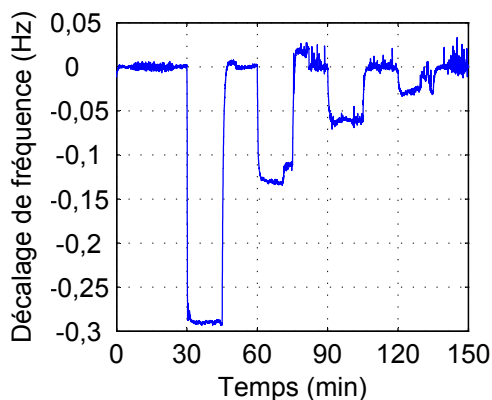
La dynamique de désorption, observée sur les créneaux de $1\,810\text{ mg/m}^3$ de toluène et de $1\,790\text{ mg/m}^3$ d'éthanol, correspond à des constantes de temps de, respectivement, 28 s et 27 s.



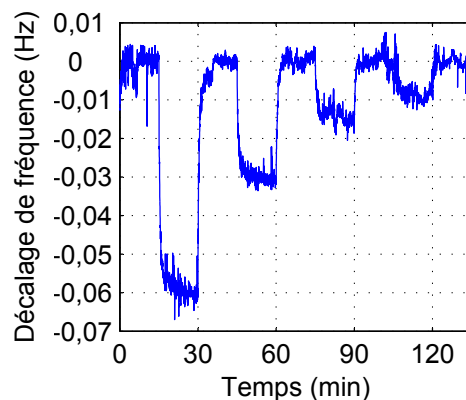
(a) Détection de toluène à des échelons de concentrations de $4\,740\text{ mg/m}^3$, $1\,810\text{ mg/m}^3$, 870 mg/m^3 et 400 mg/m^3



(b) Détection de toluène à des échelons de concentrations de 870 mg/m^3 , 400 mg/m^3 , 160 mg/m^3 et 40 mg/m^3



(c) Détection d'éthanol à des échelons de concentrations de $3\,730\text{ mg/m}^3$, $1\,790\text{ mg/m}^3$, 830 mg/m^3 et 370 mg/m^3



(d) Détection d'éthanol à des échelons de concentrations de 830 mg/m^3 , 370 mg/m^3 , 130 mg/m^3 et 10 mg/m^3

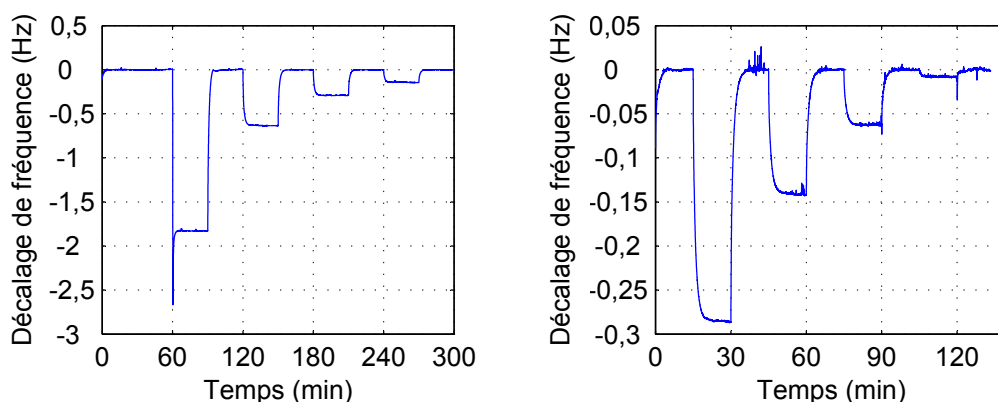
FIG. 5.13: Détections (dérives soustraites) de différents échelons de concentration de toluène et d'éthanol avec du PEUT

TAB. 5.7: Décalages de fréquence observés pour la détection de toluène avec 17,9 μm de PEUT

Concentration (mg/m^3)	Décalage de fréquence (mHz)
4 740	1 210
1 810	429
870	215
400	109
160	48
40	9

TAB. 5.8: Décalages de fréquence observés pour la détection d'éthanol avec 17,9 μm de PEUT

Concentration (mg/m^3)	Décalage de fréquence (mHz)
3 730	290
1 790	133
830	62
370	30
130	14
10	8



(a) Détection de toluène à des échelons de concentrations de 4 740 mg/m³, 1 810 mg/m³, 870 mg/m³ et 400 mg/m³

(b) Détection de toluène à des échelons de concentrations de 870 mg/m³, 400 mg/m³, 160 mg/m³ et 40 mg/m³

FIG. 5.14: Détections (dérives soustraites) de différents échelons de concentration de toluène avec 32,9 μm de PEUT

Afin de vérifier l'influence de l'épaisseur, du PEUT a été déposé par dessus le dépôt déjà présent jusqu'à atteindre une épaisseur totale de 32,9 μm . La nouvelle fréquence de résonance est d'environ 2 922 Hz et le facteur de qualité est presque inchangé à 945.

Dans ces conditions, la poutre a été exposée à plusieurs créneaux de concentrations de toluène (voir figures 5.14).

On extrait ainsi les décalages de fréquence observés pour chaque concentration de toluène (voir tableau 5.9).

TAB. 5.9: Décalages de fréquence observés pour la détection de toluène avec 32,9 μm de PEUT

Concentration (mg/m ³)	Décalage de fréquence (Hz)
4 740	1 830
1 810	633
870	292
400	141
160	63
40	9

La dynamique de désorption, observée sur le créneau de 1 810 mg/m³, correspond à une constante de temps de 62 s.

5.3.2 Exploitation des détections

En comparant les différentes détections pour un même gaz détecté, il est possible de retrouver les affinités de chaque polymère testé.

À partir des décalages observés, on peut faire une régression linéaire avec une équation du type $\Delta f = S_m(C_g - C_{g_0})$ (où S_m et C_{g_0} sont les paramètres) afin d'extraire la sensibilité mesurée de chaque couche vis-à-vis des deux vapeurs testées.

L'équation choisie fait ainsi intervenir la sensibilité (S_m) et une concentration (C_{g_0}) dite résiduelle qui correspond pour partie à la concentration moyenne que le générateur de vapeurs génère lors des retours sous azote du fait d'une imperfection et pour partie à une concentration équivalente causée par les incertitudes de mesure des décalages de fréquence.

5.3.2.1 Cas de la détection d'éthanol

La figure 5.15 représente les différents points de mesure avec les régressions linéaires associées, pour chacune desquelles les coefficients S_m et C_{g_0} sont donnés dans le tableau 5.10).

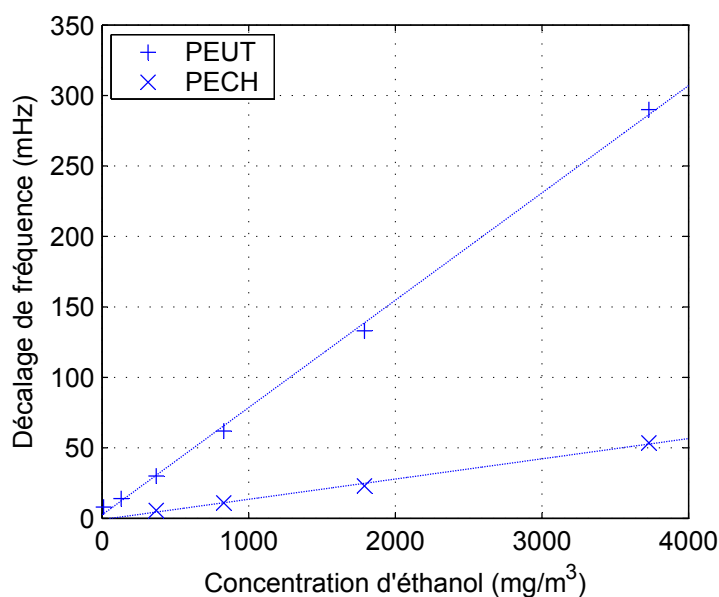


FIG. 5.15: Décalages de fréquence en fonction de la concentration d'éthanol dans le cas de poutres couvertes avec 17,9 μm de PEUT et 6,4 μm de PECH

À partir des coefficients S_m obtenus, on peut utiliser le modèle théorique afin de déduire le coefficient de partage pour chaque polymère vis-à-vis de

l'éthanol. Dans le cas du PIB, où un seul point de mesure existe, le coefficient de partage est déduit directement à partir du décalage de fréquence. On obtient ainsi le tableau 5.11.

TAB. 5.10: Paramètres S_m et C_{g_0} décrivant la régression linéaire dans le cas de la détection d'éthanol avec du PEUT et du PECH

Polymère	Sensibilité S_m	Concentration résiduelle C_{g_0}
PEUT 17,9 μm	76,1 Hz/kgm ⁻³	-32,2 mg/m ³
PECH 6,4 μm	14,4 Hz/kgm ⁻³	58,8 mg/m ³

TAB. 5.11: Coefficients de partage des couches sensibles vis-à-vis de l'éthanol

Polymère	Coefficient de partage
PEUT 17,9 μm	436
PECH 6,4 μm	210
PIB 11,5 μm	26,9

On remarque ainsi que l'ordre d'affinité des couches vis-à-vis de l'éthanol est similaire à celui observé dans la littérature.

5.3.2.2 Cas de la détection de toluène

La figure 5.16 représente les différents points de mesure, en excluant la concentration de 4 740 mg/m³, avec les régressions linéaires associées, pour chacune desquelles les coefficients S_m et C_{g_0} sont donnés dans le tableau 5.12.

TAB. 5.12: Paramètres S_m et C_{g_0} décrivant la régression linéaire dans le cas de la détection de toluène avec du PEUT et du PECH

Polymère	Sensibilité S_m	Concentration résiduelle C_{g_0}
PEUT 17,9 μm	234 Hz/kgm ⁻³	-37 mg/m ³
PEUT 32,9 μm	348 Hz/kgm ⁻³	2,2 mg/m ³
PECH 6,4 μm	81,9 Hz/kgm ⁻³	11 mg/m ³
PIB 11,5 μm	126 Hz/kgm ⁻³	-33 mg/m ³

De ces régressions, on peut déduire les coefficients de partage pour la détection de toluène et ainsi construire le tableau 5.13.

On remarque ainsi que l'ordre d'affinité des couches vis-à-vis du toluène est similaire à celui observé dans la littérature.

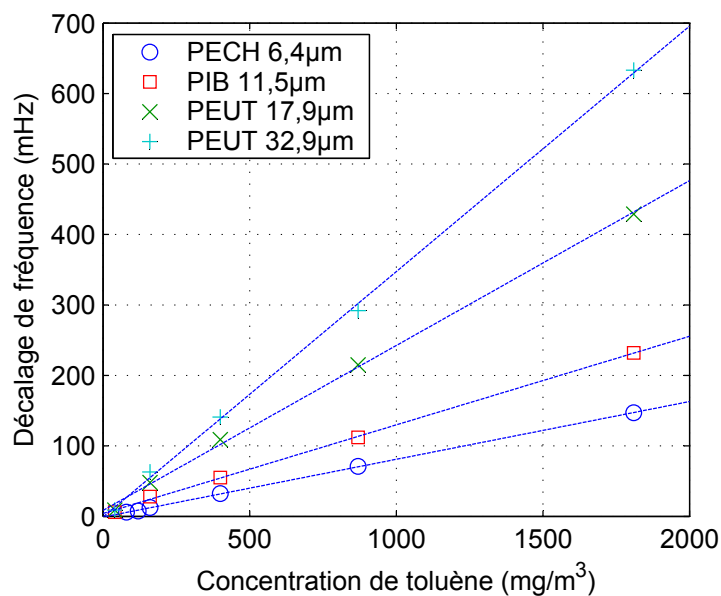


FIG. 5.16: Décalages de fréquence en fonction de la concentration de toluène pour chaque couche utilisée

TAB. 5.13: Coefficients de partage des couches sensibles vis-à-vis du toluène

Polymère	Coefficient de partage
PEUT 17,9 μm	1 341
PEUT 32,9 μm	1 250
PECH 6,4 μm	1 193
PIB 11,5 μm	665

5.3.3 Comparaison des détections

En regroupant les mesures provenant de la détection des différentes vapeurs à l'aide des différentes couches (voir tableaux 5.14 et 5.15), il est possible de comparer les différentes couches en terme de coefficient de partage et de temps de réponse.

TAB. 5.14: Coefficients de partage des couches sensibles vis-à-vis de l'éthanol et du toluène

Polymère	Coefficient de partage vis-à-vis du toluène		Coefficient de partage vis-à-vis de l'éthanol	
	Littérature	Mesuré	Littérature	Mesuré
PEUT 17,9 μm	1 610	1 341	1 000	436
PEUT 32,9 μm		1 250		Non mesuré
PECH 6,4 μm	1 370	1 193	117	210
PIB 11,5 μm	570	665	8,8	26,9

TAB. 5.15: Constantes de temps de désorption de l'éthanol et du toluène pour chaque couche sensible

Polymère	Constante de temps vis-à-vis du toluène	Constante de temps vis-à-vis de l'éthanol
PEUT 17,9 μm	28	27
PEUT 32,9 μm	62	Non mesurée
PECH 6,4 μm	232	60
PIB 11,5 μm	353	127

On remarque ainsi qu'en terme de coefficient de partage, les valeurs déduites des mesures ne mettent pas en évidence d'écart systématique mais les valeurs obtenues sont parfois assez éloignées, jusqu'à un rapport d'environ 2. Les écarts observés peuvent s'expliquer en bonne partie par le fait que l'essentiel des données trouvées dans la littérature proviennent de publications qui mettent en œuvre les polymères dans des conditions souvent très différentes en terme d'épaisseur, de méthode de dépôt, de fréquence de sollicitation ou même de masse moléculaire moyenne.

En terme de coefficient de partage, le PEUT s'avère globalement moins sensible à l'éthanol et au toluène que prévu. Même si les épaisseurs mises en jeu sont relativement importantes par rapport à ce qui est classiquement rencontré dans la littérature, elles peuvent difficilement justifier cette moindre sensibilité du fait, par exemple, d'effets de saturation dans la couche. En

effet, le comportement du PEUT a été observé comme linéaire sur la plage de concentration testée. De plus, le faible écart de coefficient de partage entre les deux épaisseurs testées de PEUT n'est pas suffisamment significatif pour conclure sur une éventuelle épaisseur limite de couche sensible en terme d'efficacité de détection.

Parallèlement, le PECH et le PIB ont des affinités relativement comparables à celles observées dans la littérature.

Enfin, en terme de dynamique de réponse, on peut remarquer des différences très importantes entre chaque couche sensible. En effet, la détection de toluène avec 17,9 μm PEUT est *plus de douze fois plus rapide* qu'avec 11,5 μm de PIB alors que l'épaisseur est environ 35 % moindre. On constate ainsi que l'épaisseur de couche sensible n'est pas forcément le paramètre le plus représentatif de la dynamique de détection, et qu'il faut aussi s'intéresser aux réactions physico-chimiques entre la couche sensible et le gaz.

En revanche, comme observé dans le cas du PEUT, l'augmentation de l'épaisseur de couche sensible entraîne une augmentation plus rapide de la constante de temps : pour une augmentation dans un rapport 1,83 de l'épaisseur de PEUT, la constante de temps augmente dans un rapport 2,21.

5.3.4 Limites de détection

À partir des créneaux de concentrations générés, il est possible d'estimer la limite de détection de chaque couche testée pour l'éthanol et le toluène en comparant les décalages de fréquence observés avec le bruit d'oscillation.

Pour estimer le bruit d'oscillation, une règle empirique a été choisie et consiste à calculer, à partir d'une courbe de détection sans dérive, la valeur médiane de l'écart-type calculé sur une fenêtre glissante de soixante secondes de durée. En moyennant la valeur obtenue sur les différentes détections, on obtient ainsi une estimation du « bruit » pour la poutre considérée avec le polymère associé. Cette moyenne permet ainsi de prédire le plus petit décalage de fréquence discernable et, en la combinant à la sensibilité, de déterminer la plus petite concentration détectable.

On construit ainsi les tableaux 5.16 et 5.17.

TAB. 5.16: Plus petite fluctuation de fréquence discernable

Polymère	Δf_{bruit}
PEUT 17,9 μm	14 mHz
PEUT 32,9 μm	5,2 mHz
PECH 6,4 μm	4,1 mHz
PIB 11,5 μm	5,1 mHz

TAB. 5.17: Limite de détection estimée pour la détection d'éthanol et de toluène avec les couches sensibles testées

Couche	Limite de détection vis-à-vis du toluène	Limite de détection vis-à-vis de l'éthanol
PEUT 17,9 μm	60 mg/m^3 (16 ppm)	180 mg/m^3 (95 ppm)
PEUT 32,9 μm	15 mg/m^3 (4 ppm)	Non mesuré
PECH 6,4 μm	50 mg/m^3 (13 ppm)	280 mg/m^3 (147 ppm)
PIB 11,5 μm	41 mg/m^3 (11 ppm)	1 000 mg/m^3 (526 ppm)

On remarque ainsi que la meilleure limite de détection pour le toluène est obtenue avec 32,9 μm de PEUT. En effet, le PEUT est le polymère le plus sensible au toluène et l'épaisseur utilisée est importante. Le décalage de fréquence est donc important et le faible bruit observé permet une détection de faibles concentrations.

Si on regarde plus attentivement le bruit observé sur chaque détection réalisée, on peut remarquer qu'il ne semble pas y avoir de corrélation possible avec les facteurs de qualité mis en jeu ou les fréquences de fonctionnement (voir tableau 5.18). En fait, la volonté d'utiliser la même électronique pour réaliser la mise en oscillateur des différentes poutres a conduit à la réalisation d'une électronique très générique. Ainsi, les performances n'ont pas pu être garanties de façon à être comparables quelles que soient les caractéristiques des poutres utilisées, notamment en terme de gain à la fréquence de résonance, de facteur de qualité et de fréquence de résonance. La trop grande dynamique de réglage qui en a découlé est donc la cause de cette non-corrélation.

TAB. 5.18: Plus petite fluctuation de fréquence discernable et rapport entre fréquence de résonance et facteur de qualité

Polymère	Δf_{bruit}	$\frac{f}{Q}$
PEUT 17,9 μm	14 mHz	3,3 mHz
PEUT 32,9 μm	5,2 mHz	3,1 mHz
PECH 6,4 μm	4,1 mHz	4,1 mHz
PIB 11,5 μm	5,1 mHz	4,7 mHz

L'exemple le plus probant est observable en comparant le bruit d'oscillation de la poutre Mimitoss-NE (couverte de PEUT). Alors que les facteurs de qualité sont presque inchangés pour les deux épaisseurs testées, on peut observer un écart manifeste en terme de bruit d'oscillation qui ne peut pas s'expliquer directement par la faible variation de la fréquence de résonance.

En revanche, le faible changement de fréquence de fonctionnement fait travailler l'électronique dans des conditions entraînant un impact significatif sur le bruit d'oscillation.

Il est donc impossible de vérifier l'évolution du bruit en fonction du facteur de qualité de la micropoutre avec l'électronique utilisée. En conséquence, il n'est pas possible de vérifier la prévision de l'épaisseur de couche sensible optimale en terme de limite de détection.

5.4 Conclusion

En n'utilisant que des polymères non-spécifiques, les micropoutres testées ont permis la détection d'éthanol à des concentrations jusqu'à 130 mg/m^3 et du toluène à des concentrations jusqu'à 40 mg/m^3 avec des constantes de temps en désorption inférieures ou de l'ordre de la minute malgré des épaisseurs de quelques dizaines de micromètres.

Les détections effectuées mettent donc en évidence la possibilité d'utiliser des épaisseurs importantes par rapport à ce qui est classiquement utilisé afin de détecter des vapeurs tout en maintenant des dynamiques de réponse raisonnables.

L'utilisation de polymères dédiés, développés de façon à améliorer la détection d'une vapeur particulière, devient ainsi une alternative crédible pour obtenir de meilleurs seuils de détection.

Conclusion générale

Cette étude, qui s'inscrit dans la thématique de recherche du groupe Capteurs-Microsystèmes du laboratoire IMS-Bordeaux, a été orientée vers la recherche de moyens d'optimisation des capteurs à base de micropoutres.

Après une présentation rapide du principe de fonctionnement des capteurs à base de micropoutres et de leur mise en œuvre, des modèles simples ont été présentés afin d'illustrer les diverses problématiques liées à l'optimisation des capteurs en terme de limite de détection. Ces modèles ont mis en évidence la dépendance des performances de ces capteurs vis-à-vis, notamment, du facteur de qualité et de l'épaisseur de la couche sensible.

Les modèles présentés ont ensuite été complétés par plusieurs études concernant les pertes et dictant la dépendance du facteur de qualité d'une micropoutre vis-à-vis de ses dimensions, de ses caractéristiques physiques et mécaniques, et de l'environnement. Il a ainsi été mis en évidence qu'il est possible, pour un environnement donné, de choisir les dimensions d'une micropoutre de façon à maximiser le facteur de qualité. Ce travail, dont les implications ne se limitent absolument pas au monde des capteurs chimiques, autorise ainsi la conception de micropoutres résonantes à fort facteur de qualité tout en maîtrisant les fréquences de fonctionnement. Une règle simple d'optimisation a été donnée dans le cas de poutres en silicium résonant dans l'air à pression et température ambiante et consiste à fixer les rapports de forme en utilisant les équations : $L_1/h_1 = 10$ et $L_1/b_1 = 3$.

En complétant ce travail par un modèle décrivant l'influence du dépôt d'une couche d'un matériau viscoélastique à la surface d'une micropoutre, la dépendance du facteur de qualité vis-à-vis de l'épaisseur de cette couche a été quantifiée. Par conséquent, en combinant ce résultat à la dépendance de la sensibilité vis-à-vis de l'épaisseur de couche sensible et à la dépendance du bruit de mesure vis-à-vis du facteur de qualité, il a été permis de déterminer la dépendance de la limite de détection d'un capteur à base de micropoutres en fonction de l'épaisseur de couche sensible déposée. Il devient ainsi possible de prédire théoriquement l'épaisseur de couche idéale pour s'éviter une estimation de la limite de détection en déposant différentes épaisseurs de couche

sensible pour en mesurer son impact en terme de bruit de mesure.

Afin de vérifier ces études théoriques d'optimisation, diverses expériences ont été menées.

Même si de légers écarts ont été observés, ces expériences ont confirmé la possibilité d'optimiser le facteur de qualité en adaptant les rapports de forme, autorisant ainsi la conception de micropoutres à fort facteur de qualité, pour des applications diverses allant d'un simple résonateur à un capteur chimique ou physique.

De plus, la dépendance du facteur de qualité vis-à-vis de l'épaisseur d'une couche viscoélastique a été confirmée et vérifiée et devrait donc permettre de mieux prévoir le comportement d'une micropoutre associée à une couche viscoélastiques ou de mieux choisir la couche sensible en fonction de ses propriétés viscoélastiques de façon à améliorer la limite de détection dans les capteurs chimiques.

Enfin, des détections de vapeurs de toluène et d'éthanol ont été réalisées avec différentes poutres, différentes couches et différentes épaisseurs de couches. Il a ainsi été possible de vérifier qu'il est toujours possible de détecter les différentes vapeurs malgré les fortes épaisseurs utilisées (jusqu'à 32,9 μm) et que la sorption se fait manifestement correctement dans tout le volume de la couche. De plus, il a été observé que l'utilisation de telles épaisseurs ne nuit pas systématiquement à la dynamique de réponse et que donc le choix de la couche sensible peut être guidé par des considérations de dynamique de réponse.

Globalement, ces travaux ont ainsi permis d'améliorer la prévision du comportement des micropoutres autorisant une vision plus éclairée des problématiques d'optimisation, tels le choix de dimensions, de rapports de formes et de couches sensibles, dans le cas des capteurs chimiques. De plus, cette étude peut très bien s'appliquer à des domaines autres que la détection de gaz tels la détection chimique ou biologique en milieu liquide.

Perspectives

Les modèles présentés dans le chapitre 2 se basent sur des modèles dont la validité est mise en doute par les mesures présentées dans le chapitre 4. Ces modèles, qui concernent les pertes à l'encastrement et les pertes par rayonnement acoustique, mériteraient une étude particulière afin d'en étendre leur précision. Il deviendrait ainsi possible de prévoir avec plus de précision les rapports de formes optimaux en terme de facteur de qualité. De plus, la fabrication et la caractérisation de poutres de plus petites dimensions permettraient de vérifier l'existence et la localisation de l'optimum de facteur de qualité afin de valider les modèles pour des dimensions plus habituelles pour des micropoutres.

Grâce aux modèles présentés dans le chapitre 3, qui concernent la dépendance du facteur de qualité vis-à-vis des propriétés viscoélastiques d'une couche déposée en surface, il est possible de caractériser des matériaux en couche mince. Une étude à plus grande échelle devrait permettre de répondre à un besoin permanent lié au domaine des microsystèmes.

Concernant les performances des capteurs présentés, notamment en terme de limite de détection, il pourrait être très intéressant de chercher comment atteindre les seuils de détections habituellement demandés dans le cas de la détection de composés organiques volatils. Plusieurs approches sont possibles, parmi lesquelles l'utilisation de couche dédiées, par exemple de type mésoporeux ou à empreinte moléculaire, semble la voie la plus immédiatement atteignable. Toutefois, l'utilisation de ce type de couches est conditionnée à la connaissance de leur influence sur les caractéristiques des micropoutres, principalement en terme de facteur de qualité. Ainsi, si les modèles utilisés pour les couches viscoélastiques sont applicables à ce type de couche, il devrait être possible d'étudier leurs propriétés viscoélastiques et donc d'en déduire les dimensions idéales de la micropoutre la mieux adaptée afin d'obtenir la meilleure limite de détection possible.

Enfin, la conception d'une électronique dédiée à chaque micropoutre utilisée permettrait d'améliorer les performances en terme de bruit d'oscillation et donc en terme de limite de détection. De plus, afin de pallier un manque

éventuel de sélectivité des couches sensibles utilisées, une alternative serait d'utiliser plusieurs capteurs afin de combiner leurs différentes réponses aux vapeurs à détecter et d'y associer un traitement du signal, tels des réseaux de neurones ou des analyses par composantes principales, pour déterminer la concentration de chaque vapeur dans un mélange.

Annexe A

Injection des pertes

Afin de pouvoir exprimer le terme de perte $\xi(\omega)$, il faut pouvoir exprimer les expressions des facteurs de qualité en fonction de la fréquence en dehors de la résonance. Il faut donc entrer dans le détail du calcul des pertes pour vérifier sa non-spécificité aux résonances.

A.1 Pertes thermoélastiques

La méthode de résolution de Lifshitz et Roukes se basant sur la résolution d'une équation différentielle, le résultat n'est en aucune façon spécifique à un mode de résonance.

L'expression (2.19) page 43 est donc directement utilisable en fonction de la fréquence.

A.2 Pertes à l'encastrement

La méthode de résolution de Hao, Erbil et Ayazi se basant sur le calcul du mouvement généré par la présence d'une contrainte de cisaillement, l'expression de l'efficacité de transmission d'énergie au support (le rapport entre énergie transmise et contraintes de cisaillement) est valable quelle que soit la fréquence d'excitation.

En revanche, les contraintes de cisaillement sont déduites de la déformée dans le vide sans pertes (voir chapitre 1). Il y a donc dépendance vis-à-vis du mode d'excitation en dehors d'un mode de résonance.

Or, si on se limite à la déformée dans le vide, l'expression des contraintes de cisaillement est, globalement, moyennée.

On peut donc généraliser l'expression (2.18) en remplaçant λ_n par $|\lambda|$. En effet, comme détaillé en 2.2.4, le module de λ , qui tend vers λ_n aux

fréquences de résonance en présence de faibles pertes, permet de faire le lien avec la fréquence de vibration.

A.3 Pertes acoustiques

Le calcul des pertes par rayonnement acoustique se basant sur la résolution de l'équation différentielle du mouvement dans le fluide, le résultat n'est pas spécifique à un mode de résonance.

En revanche, la résolution fait apparaître une dépendance à la déformée de la poutre du fait des conditions aux limites.

Ainsi, du fait des approximations faites lors du calcul par Blake et de cette dépendance à la déformée, le résultat ne doit être considéré qu'étant seulement indicatif et ne doit servir qu'à prédire si les pertes acoustiques interviennent.

Annexe B

Liste des poutres

TAB. B.1: Détail de l'ensemble des poutres utilisables

Épaisseur	SOI	Poutre	Code	Longueur (mm)	Largeur (mm)
5	Oui	Arcanin-SE	D1	1	0,60
5	Oui	Psykokwak-NE	C2	2	0,40
5	Oui	Psykokwak-NO	C0	1	0,40
5	Oui	Psykokwak-SE	C0	1	0,40
5	Oui	Tetarde-NE	E1	1	1,00
5	Oui	Tetarde-SO	E1	1	1,00
23	Non	Abra-NE	A2	2	0,16
23	Non	Abra-SE	A4	4	0,16
23	Non	Abra-SO	A2	2	0,16
23	Non	Gravalanch-NE	E2	2	1,00
23	Non	Gravalanch-NO	E4	4	1,00
23	Non	Gravalanch-SE	E4	4	1,00
23	Non	Gravalanch-SO	E2	2	1,00
23	Non	Miaouss-NE	D1	1	0,60
23	Non	Miaouss-NO	D4	4	0,60
23	Non	Miaouss-SO	D1	1	0,60
23	Non	Persian-NE	C2	2	0,40
23	Non	Persian-NO	C0	1	0,40
23	Non	Persian-SE	C0	1	0,40
23	Non	Persian-SO	C2	2	0,40
23	Non	Tartard-NE	A6	6	0,16
23	Non	Tartard-NO	A1	1	0,16
23	Non	Tartard-SE	A1	1	0,16

suite sur la prochaine page

Épaisseur	SOI	Poutre	Code	Longueur (mm)	Largeur (mm)
23	Non	Tartard-SO	A6	6	0,16
23	Non	Tentacool-NE	D6	6	0,60
23	Non	Tentacool-NO	D1	1	0,60
23	Non	Tentacool-SE	D1	1	0,60
23	Non	TentacrueI-NE	A3	3	0,16
23	Non	TentacrueI-NO	A2	2	0,16
23	Non	TentacrueI-SE	A2	2	0,16
23	Non	TentacrueI-SO	A3	3	0,16
60	Oui	Aeromite-NE	A3	3	0,16
60	Oui	Aeromite-SE	A2	2	0,16
60	Oui	Aeromite-SO	A3	3	0,16
60	Oui	Akwakwak-NE	C2	2	0,40
60	Oui	Akwakwak-NO	C0	1	0,40
60	Oui	Akwakwak-SE	C0	1	0,40
60	Oui	Akwakwak-SO	C2	2	0,40
60	Oui	Alakazam-NE	A1	1	0,16
60	Oui	Boustiflor-NE	B5	5	0,20
60	Oui	Boustiflor-NO	B0	1	0,20
60	Oui	Boustiflor-SE	B0	1	0,20
60	Oui	Boustiflor-SO	B5	5	0,20
60	Oui	Chetiflor-NE	B3	3	0,20
60	Oui	Chetiflor-NO	B2	2	0,20
60	Oui	Chetiflor-SE	B2	2	0,20
60	Oui	Chetiflor-SO	B3	3	0,20
60	Oui	Colossinge-NE	D1	1	0,60
60	Oui	Colossinge-NO	D4	4	0,60
60	Oui	Colossinge-SE	D4	4	0,60
60	Oui	Colossinge-SO	D1	1	0,60
60	Oui	Empiflor-NE	A3	3	0,16
60	Oui	Empiflor-NO	A4	4	0,16
60	Oui	Empiflor-SE	A4	4	0,16
60	Oui	Empiflor-SO	A3	3	0,16
60	Oui	Evoli-NO	A0	1	0,16
60	Oui	Evoli-SE	A0	1	0,16
60	Oui	Excelangue-NO	A3	3	0,16
60	Oui	Excelangue-SO	A1	1	0,16
60	Oui	Kadabra-NE	B3	3	0,20
60	Oui	Kadabra-NO	B4	4	0,20

suite sur la prochaine page

Épaisseur	SOI	Poutre	Code	Longueur (mm)	Largeur (mm)
60	Oui	Kadabra-SO	B3	3	0,20
60	Oui	Machoc-NE	E1	1	1,00
60	Oui	Machoc-SE	E5	5	1,00
60	Oui	Mimitoss-NE	C5	5	0,40
60	Oui	Mimitoss-NO	C2	2	0,40
60	Oui	Mimitoss-SE	C2	2	0,40
60	Oui	Mimitoss-SO	C5	5	0,40
60	Oui	Taupiqueur-NE	E2	2	1,00
60	Oui	Taupiqueur-NO	E4	4	1,00
60	Oui	Taupiqueur-SE	E4	4	1,00
60	Oui	Taupiqueur-SO	E2	2	1,00
60	Oui	Triopiqueur-NE	B3	3	0,20
60	Oui	Triopiqueur-SE	B2	2	0,20
60	Oui	Triopiqueur-SO	B3	3	0,20
120	Non	Caninos-NE	D1	1	0,60
120	Non	Caninos-NO	D4	4	0,60
120	Non	Caninos-SE	D4	4	0,60
120	Non	Caninos-SO	D1	1	0,60
120	Non	Ferossinge-NE	A3	3	0,16
120	Non	Ferossinge-NO	A2	2	0,16
120	Non	Ferossinge-SE	A2	2	0,16
120	Non	Ferossinge-SO	A3	3	0,16
120	Non	Machopeur-NE	B2	2	0,20
120	Non	Machopeur-NO	B6	6	0,20
120	Non	Machopeur-SE	B6	6	0,20
120	Non	Machopeur-SO	B2	2	0,20
120	Non	Mackogneur-NE	E2	2	1,00
120	Non	Mackogneur-NO	E6	6	1,00
120	Non	Mackogneur-SE	E6	6	1,00
120	Non	Mackogneur-SO	E2	2	1,00
120	Non	Ptitard-NE	C5	5	0,40
120	Non	Ptitard-NO	C2	2	0,40
120	Non	Ptitard-SE	C2	2	0,40
120	Non	Ptitard-SO	C5	5	0,40
120	Non	Racaillou-NE	B3	3	0,20
120	Non	Racaillou-NO	B4	4	0,20
120	Non	Racaillou-SE	B4	4	0,20
120	Non	Racaillou-SO	B3	3	0,20

Bibliographie

- [Aba01] G. ABADAL, Z. DAVIS, B. HELBO, X. BORRISÉ, R. RUIZ, A. BOISEN, F. CAMPABADAL, J. ESTEVE, E. FIGUERAS, F. PEREZ-MURANO, et N. BARNIOL. *Electromechanical model of a resonating nano-cantilever-based sensor for high-resolution and high-sensitivity mass detection*. Nanotechnology, tome 12, (2001) 100–104.
- [Ada03] J. ADAMS, G. PARROTT, C. BAUER, T. SANT, L. MANNING, M. JONES, B. ROGERS, D. MCCORKLE, et T. FERRELL. *Nanowatt chemical vapor detection with a self-sensing piezoelectric microcantilever array*. Applied Physics Letters, tome 83(16), (2003) 3428–3430.
- [All88] D. ALLAN, H. HELLWIG, P. KARTASCHOFF, J. VANIER, J. VIG, G. WINKLER, et N. YANNONI. *Standard terminology for fundamental frequency and time metrology*. Dans *Proceedings of the 42nd Annual Frequency Control Symposium*. 1988, 419–425.
- [Bar94] J. BARNES, R. STEPHENSON, M. WELLAND, C. GERBER, et J. GIMZEWSKI. *Photothermal spectroscopy with femtojoule sensitivity using a micromechanical device*. Nature, tome 372(6501), (1994) 79–81.
- [Ber99] C. BERGAUD, L. NICU, et A. MARTINEZ. *Multi-mode air damping analysis of composite cantilever beams*. Japanese Journal of Applied Physics, tome 38(11), (1999) 6521–6525.
- [Ber00] C. BERGAUD et L. NICU. *Viscosity measurements based on experimental investigations of composite cantilever beam eigenfrequencies in viscous media*. Review of scientific instruments, tome 71, (2000) 2487–2491.
- [Bla74] W. BLAKE. *The radiation from free-free beams in air and in water*. Journal of Sound and Vibration, tome 33(4), (1974) 427–450.
- [Blo92] F. BLOM, S. BOUWSTRA, M. ELWENSPOEK, et J. FLUITMAN. *Dependance of the quality factor of micromachined silicon beam*

- resonators on pressure and geometry.* Journal of Vacuum Science and Technology B, tome 10(1), (1992) 19–26.
- [Boi00] A. BOISEN, J. THAYSEN, H. JENSENIUS, et O. HANSEN. *Environmental sensors based on micromachined cantilevers with integrated read-out.* Ultramicroscopy, tome 82, (2000) 11–16.
- [Dat99] P. DATSKOS et I. SAUERS. *Detection of 2-mercaptoethanol using gold-coated micromachined cantilevers.* Sensors and Actuators B, tome 61, (1999) 75–82.
- [Dav00] Z. DAVIS, G. ABADAL, O. KUHN, O. HANSEN, F. GREY, et A. BOISEN. *Fabrication and characterization of nanoresonating devices for mass detection.* Journal of Vacuum Science and Technology B, tome 18(2), (2000) 612–616.
- [Duf07] I. DUFOUR, F. LOCHON, S. HEINRICH, F. JOSSE, et R. D. *Effect of coating viscoelasticity on quality factor and limit of detection of microcantilever chemical sensors.* IEEE Sensors Journal, tome 7, (2007) 230–236.
- [Fad04] L. FADEL. *Contribution à l'utilisation de microcapteurs chimiques à base de micropoutres résonantes pour la détection d'espèces chimiques en milieu gazeux.* Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, 2004.
- [Fer04] J. FERRY. *Viscoelastic Properties of Polymers*, annexe D. Wiley, 3^e édition, 2004, 606.
- [Gra91] J. GRATE et M. ABRAHAM. *Solubility interactions and the design of chemically selective sorbent coatings for chemical sensors and arrays.* Sensors and Actuators B, tome 3(2), (1991) 85–111.
- [Hag01] C. HAGLEITNER, A. HIERLEMANN, D. LANGE, A. KUMMER, N. KERNESS, O. BRAND, et H. BALTES. *Smart single-chip gas sensor microsystem.* Nature, tome 414, (2001) 293–296.
- [Hao03] Z. HAO, A. ERBIL, et F. AYAZI. *An analytical model for support loss in micromachined beam resonators with in-plane flexural vibrations.* Sensors and Actuators A, tome 109, (2003) 156–164.
- [Jim68] Y. JIMBO et K. ITAO. *Energy loss of a cantilever vibrator.* Journal of the Horological Institute of Japan, tome 47, (1968) 1–15.
- [Jon05] Y. JONES. *Spectroscopic and computational investigation of polymer coatings and analyte systems for use with guided shear horizontal surface acoustic wave (SH-SAW) sensors for liquid phase detection.* Thèse de doctorat, Marquette University, 2005.

- [Kur06] P. KURZAWSKI, H. C., et H. A. *Detection and discrimination capabilities of a multitransducer single-chip gas sensor system*. Analytical Chemistry, tome 78, (2006) 6910–6920.
- [Lan00] D. LANGE. *Cantilever-based Microsystems for Gas Sensing and Atomic Force Microscopy*. Thèse de doctorat, Swiss federal institute of technology Zurich, 2000.
- [Lan02] D. LANGE, C. HAGLEITNER, A. HIERLEMANN, O. BRAND, et H. BALTES. *Complementary metal oxide semiconductor cantilever arrays on a single chip : mass-sensitive detection of volatile organic compounds*. Analytical Chemistry, tome 74, (2002) 3084–3095.
- [Lee66] D. LEESON. *A simple model of feed back oscillator noise spectrum*. Dans *Proceeding of the IEEE*, 2, tome 54. 1966, 329–330.
- [Li03] Y. LI, C. VANCURA, C. HAGLEITNER, J. LICHTENBERG, O. BRAND, et H. BALTES. *Very high q-factor in water achieved by monolithic*. Dans *Proceedings of IEEE Sensors*, 2, tome 2. 2003, 809–813.
- [Li05] Z. LI. *Guided shear-horizontal surface acoustic wave (SH-SAW) chemical sensors for detection of organic contaminants in aqueous environments*. Thèse de doctorat, Marquette University, 2005.
- [Lif00] R. LIFSHITZ et M. ROUKES. *Thermoelastic damping in micro- and nanomechanical systems*. Physical Review B, tome 61(8), (2000) 5600–5609.
- [Mab72] H. MABIE et C. ROGERS. *Transverse vibrations of double-tapered cantilever beams*. The Journal of the Acoustical Society of America, tome 51(5), (1972) 1771–1774.
- [Mau99] M. MAUTE, S. RAIBE, F. PRINS, D. KERN, H. ULMER, U. WEIMAR, et W. GÖPEL. *Detection of volatile organic compounds (voc) with polymer-coated cantilevers*. Sensors and Actuators B, tome 58, (1999) 505–511.
- [McG94] R. MCGILL, M. ABRAHAM, et J. GRATE. *Choosing polymer coatings for chemical sensors*. Chemtech, tome 24(9), (1994) 27–37.
- [Pho04] D. PHOTIADIS et J. JUDGE. *Attachment losses of high q oscillators*. Applied Physics Letters, tome 85(3), (2004) 482–484.
- [Sad98] J. SADER. *Frequency response of cantilever beams immersed in viscous fluids with applications to the atomic force microscope*. Journal of Applied Physics, tome 84, (1998) 64–76.
- [Sam05] U. SAMPATH. *Analytical Modeling of Microcantilever-Based Dynamic Microsensors*. Thèse de maître, Marquette University, 2005.

- [Sam06] U. SAMPATH, S. HEINRICH, F. JOSSE, F. LOCHON, I. DUFOUR, et D. REBIERE. *Study of viscoelastic effect on the frequency shift of microcantilever chemical sensors*. IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, tome 53(11), (2006) 2166–2173.
- [Shi01] W. SHIH, X. LI, H. GU, W. SHIH, et I. AKSAY. *Simultaneous liquid viscosity and density determination with piezoelectric unimorph cantilevers*. Journal of Applied Physics, tome 89, (2001) 1497–1505.
- [Su04] J. SU et A. MOORHOUSE. *A closed form solution for the mobility of an edge-excited, semi-infinite plate*. Journal of Acoustical Society of America, tome 115(5), (2004) 2075–2082.
- [Thu94] T. THUNDAT, R. WARMACK, G. CHEN, et D. ALLISON. *Thermal and ambient-induced deflections of scanning force microscope cantilevers*. Applied Physics Letters, tome 64(21), (1994) 2894–2896.
- [Van03] C. VANCURA, M. RÜEGG, Y. LI, D. LANGE, C. HAGLEITNER, O. BRAND, A. HIERLEMANN, et H. BALTES. *Magnetically actuated cmos resonant cantilever gas sensor for volatile organic compounds. Dans The 12th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems*. 2003, 1355–1358.
- [Yi02] J. YI, W. SHIH, et W. SHIH. *Effect of length width and mode on the mass detection sensitivity of piezoelectric unimorph cantilevers*. Journal of Applied Physics, tome 91, (2002) 1680–1686.

Liste des publications relatives à ces travaux

Articles de revues avec comité de lecture

- [Duf04] I. DUFOUR, F. LOCHON, et L. FADEL. *High order modes to improve sensitivity of resonant microcantilever chemical microsensors*. Chemical Sensors, tome 20, (2004) 430–431.
- [Duf06] I. DUFOUR, D. REBIÈRE, et F. LOCHON. *Détection de COV : des microcapteurs à base de micropoutres*. Info Chimie Magazine, tome 468, (2006) 66–69.
- [Duf07] I. DUFOUR, F. LOCHON, S. HEINRICH, F. JOSSE, et D. REBIÈRE. *Effect of coating viscoelasticity on quality factor and limit of detection of microcantilever chemical sensors*. IEEE Sensors Journal, tome 7, (2007) 230–236.
- [Fad04a] L. FADEL, I. DUFOUR, F. LOCHON, et O. FRANÇAIS. *Signal-to-noise ratio of resonant microcantilever type chemical sensors as a function of resonant frequency and quality factor*. Sensors and Actuators B, tome 102, (2004) 73–77.
- [Fad04b] L. FADEL, F. LOCHON, I. DUFOUR, et O. FRANÇAIS. *Chemical sensing : millimeter size resonant microcantilever performance*. Journal of micromechanics and microengineering, tome 14, (2004) S23–S30.
- [Fad05] L. FADEL, F. LOCHON, I. DUFOUR, et O. FRANÇAIS. *Microcapteurs chimiques à structures mobiles pour la détection d'espèces gazeuses*. Instrumentation, Mesure, Métrologie, tome 5/1-2, (2005) 107–129.
- [Loc05] F. LOCHON, I. DUFOUR, et D. REBIÈRE. *An alternative solution to improve sensitivity of resonant microcantilever chemical sensors : comparison between using high-order modes and reducing dimensions*. Sensors and Actuators B, tome 108, (2005) 979–985.

- [Loc06a] F. LOCHON, I. DUFOUR, et D. REBIÈRE. *A microcantilever chemical sensors optimization by taking into account losses*. Sensors and Actuators B, tome Vol 118, (2006) 292–296.
- [Loc06b] F. LOCHON, L. FADEL, I. DUFOUR, D. REBIÈRE, et J. PISTRÉ. *Silicon made resonant microcantilever : dependence of the chemical sensing performances on the sensitive coating thickness*. Materials Science and Engineering C, tome 26/2-3, (2006) 348–353.
- [Sam06] U. SAMPATH, S. HEINRICH, F. JOSSE, F. LOCHON, I. DUFOUR, et D. REBIÈRE. *Study of viscoelastic effect on the frequency shift of microcantilever chemical sensors*. IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control, tome 53, (2006) 2166–2173.

Communication dans des congrès avec actes publiés

- [Bel06] N. BELMILOUD, F. LOCHON, I. DUFOUR, P. GUILLOT, M. GUILLARDEL, A. COLIN, et L. NICU. *Determination of fluid viscoelastic properties using resonant microcantilever*. International Workshop on Nanomechanical Sensors, Copenhagen, Denmark.
- [Duf04] I. DUFOUR, F. LOCHON, et L. FADEL. *High order modes to improve sensitivity of resonant microcantilever chemical microsensors*. 10th International Meeting on Chemical Sensors, Tsukuba, Japon.
- [Fad03a] L. FADEL, I. DUFOUR, F. LOCHON, et O. FRANCAIS. *Mass sensitivity measurement of chemical resonant microcantilever sensors*. 203rd Meeting of the Electrochemical Society, Paris, France.
- [Fad03b] L. FADEL, I. DUFOUR, F. LOCHON, et O. FRANCAIS. *Microcantilever : a chemical resonant sensor*. MME'03, 14th Micromechanics Europe Workshop, Delft, Netherland.
- [Fad03c] L. FADEL, I. DUFOUR, F. LOCHON, et O. FRANCAIS. *Optimization of the signal to noise ratio of resonant microcantilever type chemical sensors*. Transducers'03, the 12th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, Boston, USA.
- [Fra04] O. FRANCAIS, L. FADEL, I. DUFOUR, et F. LOCHON. *Microbalances résonantes en silicium pour mesures (bio)chimiques*. C2I

2004, 3ème Colloque Interdisciplinaire en Instrumentation, Cachan, France.

- [Loc05a] F. LOCHON, I. DUFOUR, et D. REBIERE. *Influence of losses on microcantilever-based chemical sensors design*. Eurosensors XIX, Barcelone, Espagne, 11-14 septembre 2005.
- [Loc05b] F. LOCHON, I. DUFOUR, D. REBIERE, U. SAMPATH, S. HEINRICH, et F. JOSSE. *Effect of viscoelasticity on quality factor of microcantilever chemical sensors : optimal coating thickness for minimum limit of detection*. IEEE Sensors 2005, Irvine, USA.
- [Loc06] F. LOCHON, I. DUFOUR, S. HEINRICH, F. JOSSE, et D. REBIERE. *Effect of partial sensitive coating coverage on the limit of detection of microcantilever chemical gas sensors*. 11th International Meeting on Chemical Sensors, Brescia, Italy.
- [Sam05] U. SAMPATH, S. HEINRICH, F. JOSSE, F. LOCHON, I. DUFOUR, et D. REBIERE. *Study of the viscoelastic effect on the frequency shift of microcantilever chemical sensors*. Joint IEEE International Frequency Control Symposium and Precise Time and Time Interval Systems and applications Meeting, Vancouver, Canada.

Communication dans des congrès sans actes

- [Duf04] I. DUFOUR, F. LOCHON, et D. REBIERE. *Gas detection using silicon microcantilever based sensors*. 2èmes Journées Franco-Espagnoles CMC2-IBERNAM, Microsystèmes de détection chimique, ESTIA, Bidart, France.
- [Duf05] I. DUFOUR, D. REBIERE, et F. LOCHON. *Développement de microcapteurs chimiques à base de micropoutres dédiés au contrôle de la qualité de l'air : détection temps réel de composés organiques volatils (cov)*. Salon Pollutec / ADEME Energies, Parc des Expositions de Paris Nord, Villepinte, France.
- [Loc04] F. LOCHON, L. FADEL, I. DUFOUR, D. REBIERE, et J. PISTRE. *Poutres résonantes en silicium pour détection chimique*. MADICA 2004, Matériaux Appliqués aux DIpositifs CApteurs, Tunis, Tunisie.
- [Loc05] F. LOCHON, I. DUFOUR, D. REBIERE, S. HEINRICH, et F. JOSSE. *Microcapteurs chimiques à base de micropoutres : étude de la viscoélasticité de la couche sensible*. XXXIV journées du CMC2 (Club MicroCapteurs Chimiques), Villeurbanne, France.

Développement de microcapteurs chimiques à base de micropoutres dédiés au contrôle de la qualité de l'air : détection temps réel de Composés Organiques Volatils (COV)

Dans le but d'améliorer la limite de détection des capteurs chimiques à base de micropoutres, ces travaux ont permis de mettre en évidence différents moyens d'optimisation de ces capteurs. En ne se limitant pas à l'étude de la sensibilité et en incluant les notions de bruit de mesure, des règles de conception ont été établies. Ainsi, l'étude des pertes dans les micropoutres et l'étude de l'influence des propriétés viscoélastiques de la couche sensible sur ces micropoutres ont permis d'avoir une meilleure connaissance du bruit de mesure. Les modèles développés ont été confrontés à des essais de caractérisation et à des détections d'éthanol et de toluène. Les résultats obtenus ont permis de valider ces modèles et ouvrent donc la voie à une conception plus éclairée de ces capteurs chimiques.

Mots clefs Capteurs chimiques Micropoutres Optimisation
Facteur de qualité Bruit de mesure Viscoélasticité

Microcantilever based chemical sensor development dedicated to air quality control: Volatile Organic Compounds (VOCs) real-time detection

For the purpose of enhancing the limit of detection of microcantilever-based chemical sensors, this work explores different approaches to optimizing these sensors. By considering both the measurement noise and the sensitivity, design rules are proposed. As a result, a better understanding of measurement noise is obtained by quantifying how the viscoelastic properties of the sensitive coating influence the losses in the system. The results of the developed models have been compared to those from characterization tests and to detection measurements of toluene and ethanol vapors. These comparisons show good agreement, thereby validating the theoretical models. The models may therefore serve as useful tools for designing microcantilever-based sensors in a more intelligent, performance-based manner.

Keywords Chemical sensors Microcantilevers Optimization
Quality factor Measurement noise Viscoelasticity

Discipline : électronique

Université Bordeaux 1, CNRS UMR 5218, Laboratoire IMS — Bâtiment A31
351 cours de la libération — 33405 TALENCE