



**HAL**  
open science

## Microcapteurs chimiques à base de micropoutres en silicium utilisées en régime dynamique

Isabelle Dufour, Frédéric Lochon

► **To cite this version:**

Isabelle Dufour, Frédéric Lochon. Microcapteurs chimiques à base de micropoutres en silicium utilisées en régime dynamique. Techniques de l'Ingénieur, 2008, IN, pp.84-1 84-12. hal-00203432

**HAL Id: hal-00203432**

**<https://hal.science/hal-00203432>**

Submitted on 13 Nov 2014

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

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

# Microcapteurs chimiques à base de micropoutres en silicium utilisées en régime dynamique

***Par Isabelle Dufour et Frédéric Lochon***

Fonction : *Chargée de Recherche au CNRS et Ingénieur*

*La qualité de l'air est devenue une préoccupation importante de la société car la présence de certaines substances, notamment de composés organiques volatils, dans l'air ambiant est à l'origine de nombreux problèmes de santé. Pour répondre à la nécessité de quantifier la présence de ces composés, différents capteurs chimiques sont depuis quelques années étudiés et mis au point. Les microcapteurs chimiques à base de micropoutres en silicium, de la famille des microsystèmes électromécaniques (MEMS), en font partie et présentent l'avantage de pouvoir être intégrés dans un système autonome portable et de pouvoir être utilisés pour la détection d'une grande variété d'analytes. Dans cet article, le principe de fonctionnement et la mise en œuvre de ce type capteur sont expliqués. Les exemples de mesures présentés permettent de mettre en évidence les notions de réversibilité, sensibilité, sélectivité et limite de détection qui sont des critères importants dans le choix de capteurs chimiques pour des applications spécifiques.*

## 1 Domaines d'applications potentiels des capteurs chimiques en milieu gazeux

Les domaines d'application des capteurs chimiques en milieu gazeux 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 types de capteurs de gaz existent, allant du capteur unique et dédié aux réseaux multi-capteurs de type nez-électronique. Parmi les différents types 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, les capteurs à ondes acoustiques ou bien les capteurs de la famille des microsystèmes électromécaniques (MEMS) tels que ceux présentés dans cet article.

Dans le cas des microcapteurs résonants à base de micropoutre en silicium, en fonction des applications visées et donc du cahier des charges associés, les géométries des micropoutres, le matériau des couches sensibles ainsi que leur épaisseur doivent être choisis. Les équations de bases (paragraphe 1), les méthodes de mesure (paragraphe 2) et les exemples de réalisations et de détections (paragraphe 3) ont pour but de montrer les potentialités de ce type de capteur ainsi que les compromis mis en jeu dans les choix des matériaux et dimensions.

## 2 Fonctionnement du capteur

### 2.1 Principe général de fonctionnement

Des micropoutres en silicium fabriquées par des techniques de fabrication dérivées de celle de la microélectronique peuvent servir de microcapteurs chimiques. Pour cela, une couche sensible dont le rôle est de capter de façon sélective l'espèce chimique que l'on souhaite détecter est déposée sur la micropoutre. La sorption de composés par cette couche modifie ses caractéristiques physico-chimiques et par conséquent les propriétés mécaniques de la microstructure. Deux modes de fonctionnement peuvent être utilisés :

- soit la variation de la fréquence de résonance, due essentiellement à la modification de la masse du système (régime dynamique),
- soit la variation de la courbure, due à la modification des contraintes surfaciques à l'interface micropoutre / couche sensible (régime statique).

Dans cet article, seul le régime dynamique est présenté.

### 2.2 Mise en équation de base

#### 2.2.1 Géométrie du microcapteur

La structure de base du microcapteur est constituée (figure 1) :

- d'un parallélépipède en silicium (module d'Young  $E_1$  et masse volumique  $\rho_1$ ) de longueur  $L_1$ , de largeur  $b_1$  et d'épaisseur  $h_1$  encastré à une extrémité et libre à l'autre extrémité (micropoutre),
- et d'une couche de polymère (module d'Young  $E_2$  et masse volumique  $\rho_2$ ) d'épaisseur  $h_2$  recouvrant la surface supérieure de la micropoutre (couche sensible).

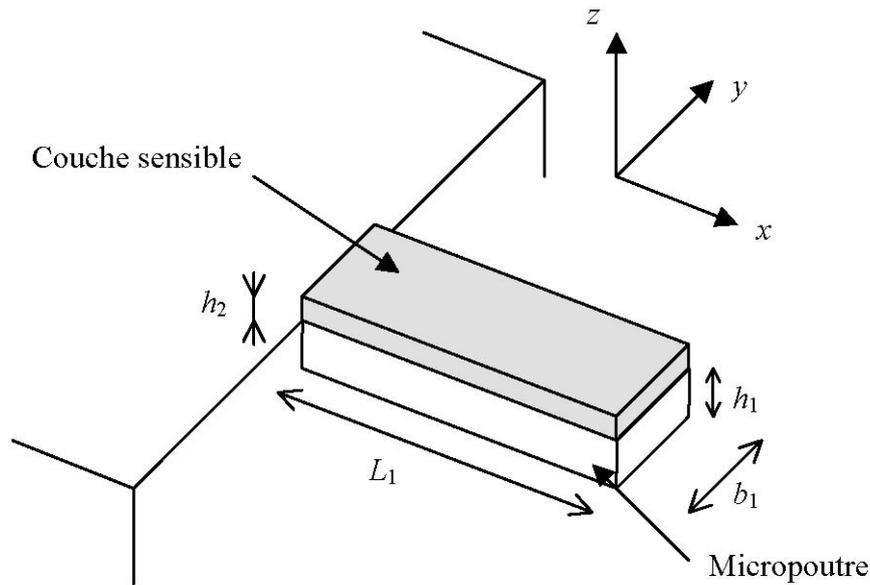


Figure 1 - Géométrie du capteur : micropoutre et couche sensible

### 2.2.2 Fréquence de résonance

La fréquence de résonance d'une telle structure peut s'écrire :

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m_{eq}}}$$

Avec :

- $k$  la raideur de la microstructure, calculée en exprimant la déflexion en bout de structure lorsque l'on applique une force ponctuelle en bout de structure. Comme tenu du fait que les couches sensibles utilisées sont généralement en polymère alors que les micropoutres sont en silicium ( $E_1 \gg E_2$ ), on peut considérer que la raideur de la micropoutre est très peu modifiée par la présence de la couche sensible et la raideur de la microstructure peut alors s'exprimer par :

$$k = \frac{E_1 b_1 h_1^3}{4L_1^3}$$

- $m_{eq}$  la masse équivalente dépendant du mode de résonance considéré (mode 1 :  $\lambda_n = 1,875$  ; mode 2 :  $\lambda_n = 4,694$  ; mode 3 :  $\lambda_n = 7,855$ , etc.) et de la masse totale  $m$  de la microstructure :

$$m_{eq} = \frac{3m}{\lambda_n^4}$$

### 2.2.3 Sensibilité du microcapteur chimique

La sensibilité d'un capteur est définie comme le rapport entre la variation de la grandeur de sortie pour une variation de la grandeur d'entrée. Dans le cas des capteurs considérés, on définit donc la sensibilité à une concentration de gaz  $C_g$  par :

$$S_{C_g} = \left| \frac{df_0}{dC_g} \right|$$

Compte tenu de l'expression de la fréquence de résonance de la microstructure, la variation de la fréquence de résonance en présence de gaz peut être due à la

modification de la raideur et de la masse de la structure. Généralement, la modification du module d'Young de la couche sensible et donc de la raideur de la microstructure est négligeable en comparaison de la variation de masse induite par la sorption de l'espèce gazeuse par la couche sensible. La variation de la fréquence de résonance est donc essentiellement due à une modification de la masse de la structure :

$$\frac{\Delta f_0}{f_0} = \frac{\Delta k}{2k} - \frac{\Delta m_{eq}}{2m_{eq}} \approx -\frac{\Delta m_{eq}}{2m_{eq}} = -\frac{\Delta m}{2m}$$

En présence de l'espèce cible, la masse de la structure augmente et a donc pour conséquence la diminution de la fréquence de résonance.

Ainsi, pour exprimer la sensibilité du capteur, il faut exprimer la variation de masse  $\Delta m$  de la structure en fonction de la concentration  $C_g$  du gaz. Ceci se fait classiquement à l'aide du coefficient de partage  $K$  du couple (couche sensible, gaz à détecter) défini comme étant le rapport entre la concentration du gaz dans la couche sensible et la concentration du gaz dans le fluide environnant :

$$K = \frac{\Delta m / b_1 L_1 h_2}{C_g}$$

En combinant ces équations, l'expression de la sensibilité du microcapteur chimique peut s'écrire :

$$S_{C_g} = \frac{f_0}{2} \frac{K h_2}{\rho_1 h_1 + \rho_2 h_2}$$

On voit à l'aide de cette expression que la sensibilité est proportionnelle à la fréquence de résonance  $f_0$ , au coefficient de partage  $K$  et également à l'épaisseur de couche sensible  $h_2$  (tant que la masse de la couche sensible est négligeable devant la masse de la micropoutre).

#### 2.2.4 Limite de détection du microcapteur chimique

Une caractéristique importante pour les capteurs chimiques est la limite de détection (LOD) qui est la plus petite concentration de gaz détectable. Cette caractéristique dépend de la sensibilité du capteur mais également du bruit de mesure  $\Delta f_{bruit}$ . Généralement on suppose être capable de faire une mesure si elle est supérieure à trois fois le bruit de mesure. Ainsi, la limite de détection peut s'exprimer :

$$LOD = \frac{3\Delta f_{bruit}}{S_{C_g}}$$

Cette expression permet de montrer que la mesure de très faible concentration de gaz est possible en combinant une bonne sensibilité  $S_{C_g}$  et un faible bruit de mesure  $\Delta f_{bruit}$ . Nous verrons par la suite que le bruit de mesure de fréquence de résonance est d'autant plus faible que le facteur de qualité associé au phénomène de résonance est élevé.

### 3 Mesure de la fréquence de résonance

Nous avons vu que la fréquence de résonance d'une micropoutre recouverte d'une couche sensible variait en fonction de la concentration en espèces cibles présentes dans l'environnement de la microstructure. Nous allons voir dans ce paragraphe comment il est possible de mesurer cette fréquence de résonance et d'en suivre en temps réel son évolution (3.3). Pour cela il faut être capable de mettre en vibration la structure (3.1) et d'en mesurer le mouvement (3.2). Dans le cas de la mesure de la

fréquence de résonance par utilisation d'un oscillateur, méthode la plus appropriée pour faire de la détection chimique en temps réel, l'estimation du bruit de mesure  $\Delta f_{\text{bruit}}$  est présentée (3.4).

### 3.1 Mise en vibration

De nombreuses méthodes existent pour mettre en vibration une micropoutre. Pour ne parler que des plus courantes, on peut citer :

- l'excitation électromagnétique, 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, 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, où un effet bilame est généré via une couche piézoélectrique déposée en surface de la micropoutre,
- l'excitation par céramique piézoélectrique, 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, 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.

### 3.2 Détection des vibrations

Parmi les méthodes de détection des vibrations les plus utilisées, on peut citer :

- la mesure optique externe, où un faisceau est réfléchi à la surface de la micropoutre pour être détecté par des photodiodes,
- la mesure capacitive, où l'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, où l'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, où les contraintes générées par le mouvement sont traduites en une tension électrique par l'effet piézoélectrique direct.

### 3.3 Mesure en temps réel de la fréquence de résonance

Il existe deux grands principes de mesure de la fréquence de résonance : le balayage en fréquence et la réalisation d'un oscillateur ayant pour base la micropoutre.

Le principe du balayage en fréquence consiste à parcourir un domaine de fréquence sur lequel on excite la micropoutre et de mesurer une grandeur représentative du mouvement. L'étude du rapport entre le signal image du mouvement et le signal d'excitation ainsi que du déphasage entre ces 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

perles et impactant sur la précision de la mesure et la limite de détection. L'inconvénient principal de cette méthode est la lenteur de la mesure car il faut faire des mesures à un grand nombre de fréquences 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 simultanément à toutes les fréquences. 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 devient la seule approche réaliste, rendant ainsi la miniaturisation délicate.

Le principe de la mesure via un oscillateur à micropoutre 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 (figure 2) dans laquelle sont placés un amplificateur et une micropoutre, utilisée comme un résonateur. Le signal électrique ainsi obtenu en sortie de l'amplificateur a pour fréquence la fréquence de résonance mécanique de la micropoutre.

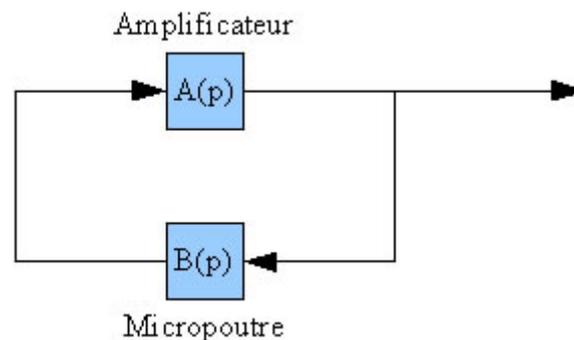


Figure 2 - Synoptique d'un oscillateur à base de micropoutre

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 :

$$G(p) = A(p)B(p) = 1$$

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. Ceci n'est possible que si l'amplificateur a un gain  $A_L(p)$  dans sa zone linéaire tel que :

$$A_L(p)B(p) > 1$$

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'utilisation d'un oscillateur présente l'avantage de pouvoir suivre de façon instantanée (temps réel) l'évolution de la fréquence de résonance de la microstructure.

### 3.4 Bruit de mesure dans les oscillateurs

Dans le cas d'une mesure faite à l'aide d'un oscillateur, nous allons exprimer les fluctuations de fréquence afin de connaître les paramètres permettant de diminuer au maximum ce bruit, déterminant pour les performances des capteurs.

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 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 (figure 3).

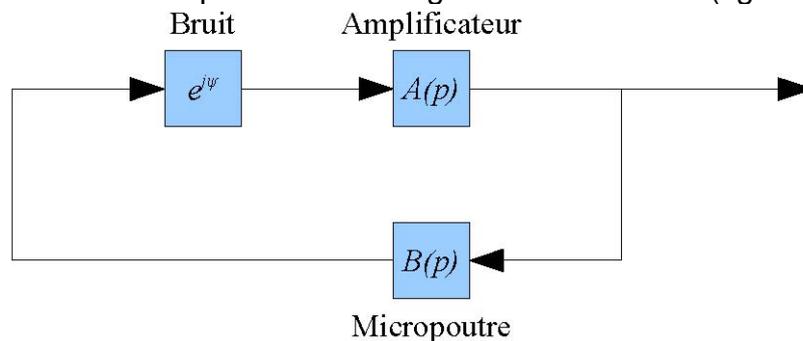


Figure 3 - Synoptique d'un oscillateur avec du bruit de phase à l'intérieur de la boucle

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 :

$$H = \frac{H_0}{1 + jQ \left( \frac{f}{f_0} - \frac{f_0}{f} \right)}$$

où  $H_0$  est le gain à la résonance,  $f_0$  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 :

$$H \approx \frac{H_0}{1 + j2Q \frac{\delta f}{f_0}}$$

où  $\delta f$  est l'écart de fréquence par rapport à la fréquence de résonance.

La pente de la phase  $\Phi_H$  de la micropoutre autour de la fréquence de résonance  $f_0$  s'exprime donc :

$$\frac{\partial \Phi_H}{\partial f} = -2 \frac{Q}{f_0}$$

En utilisant la condition de Barkhausen, on peut exprimer la fluctuation de fréquence de résonance  $\Delta f_{\text{bruit}}(t)$  en fonction d'une fluctuation de phase  $\psi(t)$  dans la boucle

d'oscillation :

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

où  $f_0$  est la fréquence de résonance sans perturbation de phase.

Cette approche simple permet de montrer qu'il n'est pas forcément judicieux d'utiliser des micropoutres de fréquence de résonance élevée, car augmenter la fréquence de résonance augmente la sensibilité (aspect positif) mais également le bruit de mesure (aspect négatif). Par contre, grâce à cette expression, nous voyons qu'il est important d'utiliser des micropoutres à facteur de qualité élevé et de minimiser au maximum les fluctuations de phase dans la boucle de l'oscillateur.

## 4 Exemples de réalisations et de détections

Nous présentons dans ce paragraphe des exemples de microcapteurs chimiques à base de micropoutre en silicium conçus et testés au Laboratoire IMS de Bordeaux ([www.ims-bordeaux.fr](http://www.ims-bordeaux.fr)).

### 4.1 Conception et fabrication des micropoutres

Les micropoutres ont été conçues au laboratoire IMS puis fabriquées à l'ESIEE (Ecole Supérieure d'Ingénieurs en Electronique et Electrotechnique, Marne la vallée, [www.esiee.fr](http://www.esiee.fr)).

Parmi les systèmes possibles d'excitation (paragraphe 3.1) et de détection des vibrations (paragraphe 3.2), l'excitation électromagnétique et la mesure par piézorésistance ont été retenues pour leur relative facilité d'utilisation et de fabrication (piste conductrice pour l'excitation et dopage d'une zone pour la mesure).

Le procédé de fabrication a été mis au point et mis en œuvre à l'ESIEE [1]. Il fait appel à cinq niveaux de masques. Les deux premiers assurent l'élaboration des piézorésistances, le troisième niveau est dédié à la réalisation des contacts électriques et de la piste conductrice nécessaire pour l'excitation électromagnétique. Enfin, les deux dernières étapes définissent la géométrie des micropoutres par gravure face avant et face arrière du silicium par DRIE (Deep Reactive Ion Etching).

Différentes géométries ont été fabriquées : longueur de 500 $\mu$ m à 6mm, largeur de 160 $\mu$ m à 1mm, épaisseur de 5 $\mu$ m à 120 $\mu$ m. Chaque puce de silicium réalisée contient deux paires de micropoutres comme présentée figure 4.

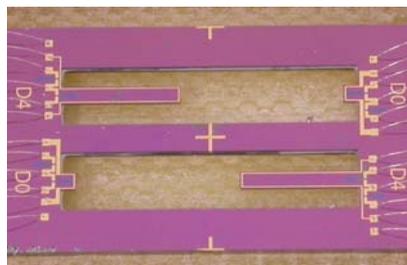


Figure 4 - Exemple de puce réalisée comportant 4 micropoutres identiques 2 à 2

### 4.2 Caractérisation des micropoutres

Afin de caractériser les micropoutres réalisées, un analyseur gain-phase (modèle HP



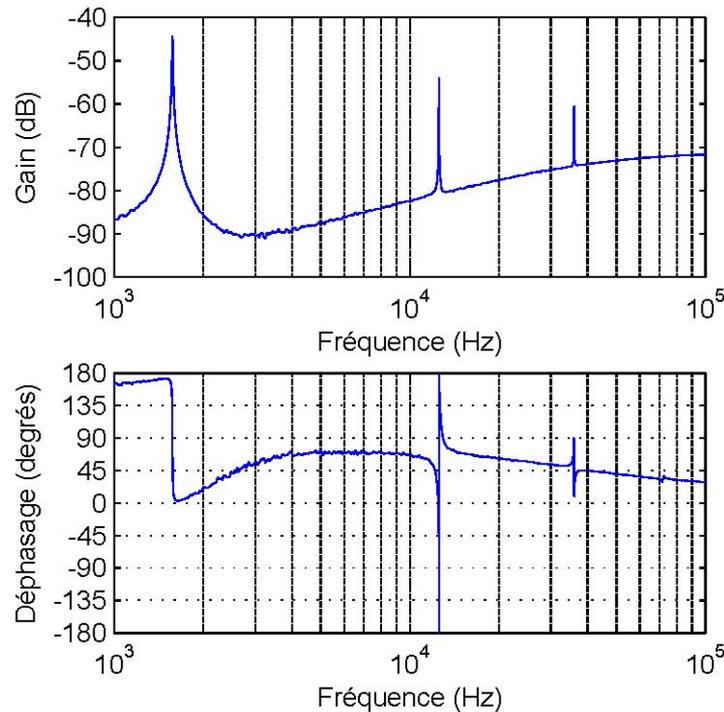


Figure 7 - Exemple de diagramme de Bode observé dans le cas d'une micropoutre de 4mm de long, 1mm de large et 23 $\mu$ m d'épaisseur

À partir de ce type de 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. L'observation de ce type de réponse fréquentielle permet pour chaque micropoutre de relever les fréquences de résonance ainsi que les facteurs de qualité associés. En fonction des géométries réalisées, les facteurs de qualité mesurés (associés au premier mode de résonance) varient entre 100 et 1700. L'étude théorique des pertes (visqueuses, à l'encastrement, acoustiques, thermoélastiques) permet de montrer qu'à épaisseur donnée il existe une géométrie (longueur, largeur) pour laquelle le facteur de qualité est maximum [2].

### 4.3 Choix et dépôt des couches sensibles

Le choix de la couche sensible est important car il s'agit d'un maillon essentiel du capteur : la couche sensible intervient à la fois dans la sensibilité, dans la sélectivité et dans la réversibilité du capteur.

La réversibilité est liée au type d'interactions entre la couche sensible et l'espèce à détecter. Le choix de la couche sensible résulte d'un compromis entre sélectivité et réversibilité. En effet, les interactions non spécifiques (ou forces de Van der Waals) sont réversibles mais ne sont pas suffisamment sélectives alors que les interactions covalentes, d'énergie trop élevée, rendent la réponse du capteur non réversible. Ces deux types d'interactions sont donc à éviter. Il devient alors important de favoriser des interactions non covalentes ainsi que des interactions spécifiques de type liaison hydrogène reposant sur la capacité des molécules à accepter ou à donner des liaisons hydrogène. D'autre part, la sélectivité recherchée vis-à-vis d'interférents éventuels est directement liée aux propriétés de la couche sensible et peut généralement être améliorée par l'introduction de fonctions spécifiques privilégiant ainsi certains types d'interactions. Les couches sensibles utilisées pour la réalisation

des capteurs chimiques à base de micropoutres sont presque exclusivement de type polymère. Cette nouvelle tendance est due à la grande variété des matériaux disponibles, à leur stabilité dans le temps mais surtout aux possibilités de fonctionnalisation permettant de les adapter en fonction de l'application.

Au laboratoire IMS, nous avons opté pour des polymères génériques et le choix des polymères que nous utilisons est guidé par leur affinité vis-à-vis de l'espèce gazeuse à détecter. Pour les essais de détection d'éthanol et de toluène, nous avons utilisé du Polyétheruréthane (PEUT), du Polyépichlorohydrin (PECH) et du Polyisobutylène (PIB). A partir du tableau 1, on peut remarquer que les polymères choisis sont tous sensibles à l'éthanol et au toluène mais de façon très différentes. Chaque couche sensible ne détecte donc pas spécifiquement un gaz. En présence de mélange de vapeurs, c'est en combinant les différentes réponses des polymères qu'il devient possible de déterminer la concentration des vapeurs présentes dans le mélange.

Vapeur \ Polymère	PIB	PECH	PEUT
Ethanol	8,8	117	1000
Toluène	570	1370	1610

**Tableau 1 - Coefficients de partage pour les polymères choisis exposés à l'éthanol et au toluène [3-6]**

Nous avons choisi de déposer les polymères par pulvérisation. Afin de réaliser le dépôt, le polymère choisi est initialement dissout dans un solvant adapté (Dichlorométhane pour le PEUT et Chloroforme pour le PECH et le PIB) afin d'obtenir une solution très fluide avec une concentration de polymère de l'ordre de quelques pourcents. La vaporisation de la solution permet 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 voulue.

Afin d'augmenter la sensibilité des capteurs, une possibilité est d'augmenter l'épaisseur de couche sensible déposée (paragraphe 1.2.3). La mesure du facteur de qualité en fonction de l'épaisseur de couche sensible montre que le facteur de qualité diminue lorsque l'épaisseur de polymère augmente. Ce phénomène s'explique par la présence de pertes viscoélastiques dans la couche sensible. On peut remarquer, figure 8, que si on ne prend pas en compte les pertes viscoélastiques le facteur de qualité augmenterait avec l'ajout de la couche. La présence de ces pertes viscoélastiques a une conséquence directe sur le choix de l'épaisseur de la couche sensible. Comme présenté au paragraphe 1.2.4, la limite de détection fait intervenir à la fois la sensibilité et le bruit de mesure (lié au facteur de qualité). Un compromis concernant l'épaisseur de la couche sensible doit donc être trouvé car augmenter l'épaisseur augmente la sensibilité mais également le bruit de mesure [7].

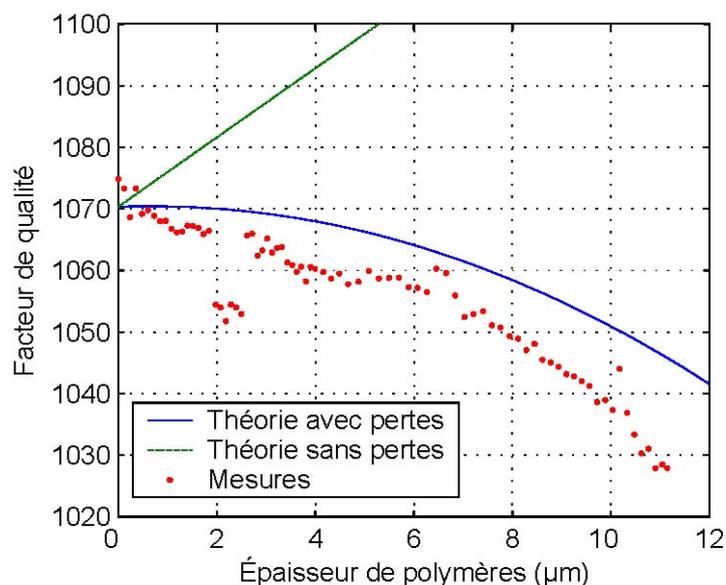


Figure 8 - Facteur de qualité mesuré et théorique en fonction de l'épaisseur de PIB déposé sur une micropoutre de 4 mm de longueur, 600 µm de largeur et 57,9 µm d'épaisseur

#### 4.4 Exemple de détections

La détection de vapeurs de toluène et d'éthanol a été réalisée à l'aide de trois micropoutres sur chacune desquelles un polymère différent a été déposé. Le tableau 2 recense les caractéristiques des micropoutres ainsi que le polymère utilisé et son épaisseur.

	Capteur A	Capteur B	Capteur C
Longueur	5mm	5mm	4mm
Largeur	400µm	1000µm	600µm
Épaisseur	59,4µm	58,3µm	57,9µm
Polymère	PEUT	PECH	PIB
Épaisseur	17,9µm	6,4µm	11,5µm
Fréquence de résonance	3061,7Hz	3099,5Hz	4786,2Hz
Facteur de qualité	938	756	1027

Tableau 2 - Principales caractéristiques des capteurs utilisés

Chaque capteur ainsi constitué a été exposé à différentes concentrations de chaque vapeur afin d'estimer la sensibilité, la limite de détection et d'observer la dynamique de la réponse.

La figure 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. 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. Ces mesures montrent la bonne réversibilité de ces capteurs.

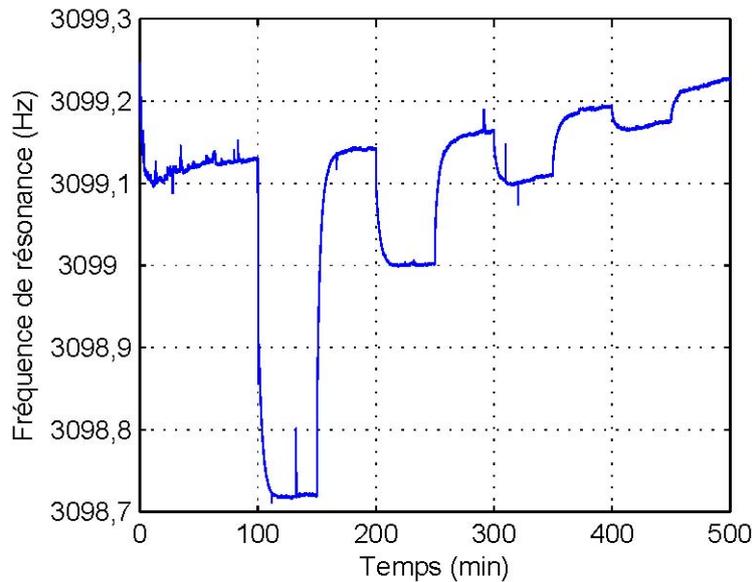
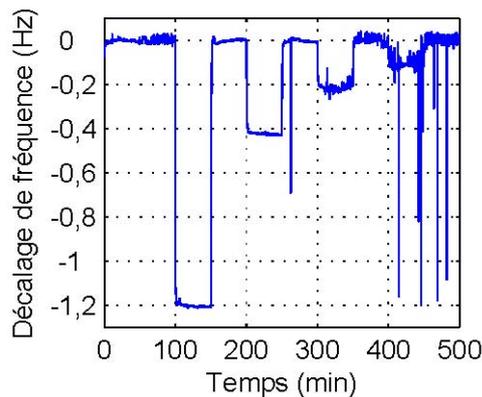
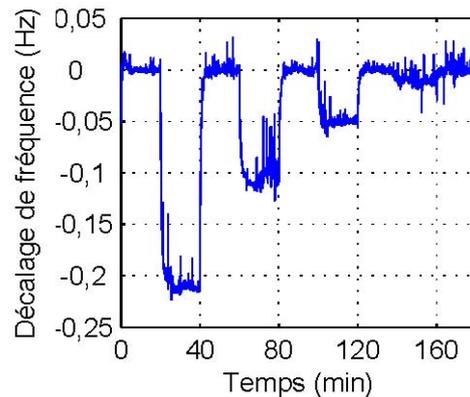


Figure 9 - Exemple de réponse pour le capteur B détectant du toluène à des concentrations de 4 740 mg/m<sup>3</sup>, 1 810 mg/m<sup>3</sup>, 870 mg/m<sup>3</sup> et 400 mg/m<sup>3</sup>

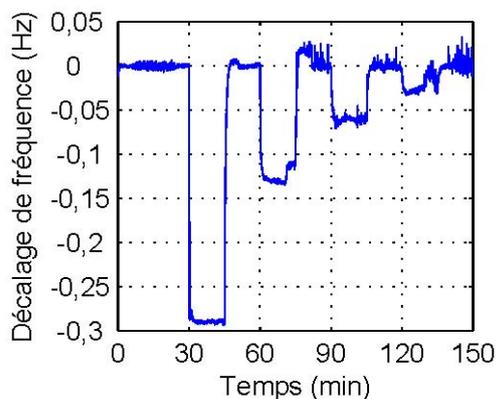
Les figures 10, 11 et 12 présentent les détections d'éthanol et de toluène effectuées avec les trois capteurs pour lesquelles la dérive a été soustraite.



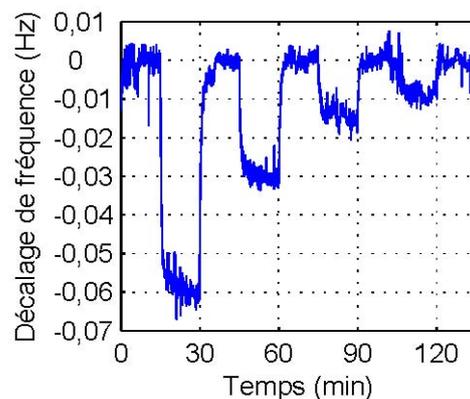
Détection de toluène à des échelons de concentrations de 4 740 mg/m<sup>3</sup>, 1 810 mg/m<sup>3</sup>, 870 mg/m<sup>3</sup> et 400 mg/m<sup>3</sup>



Détection de toluène à des échelons de concentrations de 870 mg/m<sup>3</sup>, 400 mg/m<sup>3</sup>, 160 mg/m<sup>3</sup> et 40 mg/m<sup>3</sup>



Détection d'éthanol à des échelons de

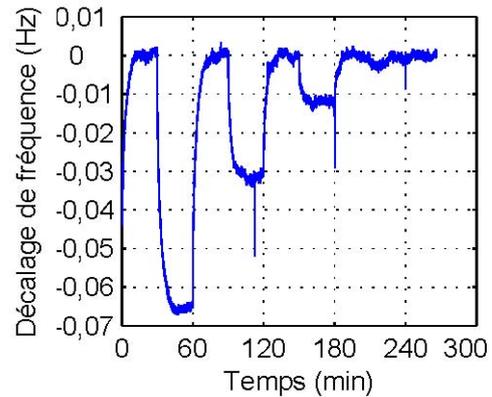
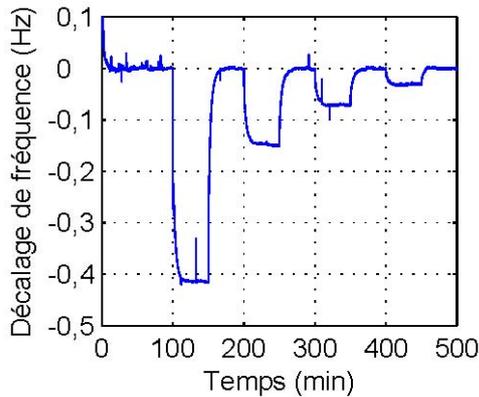


Détection d'éthanol à des échelons de

concentrations de 3 730 mg/m<sup>3</sup>, 1 790 mg/m<sup>3</sup>, 830 mg/m<sup>3</sup> et 370 mg/m<sup>3</sup>

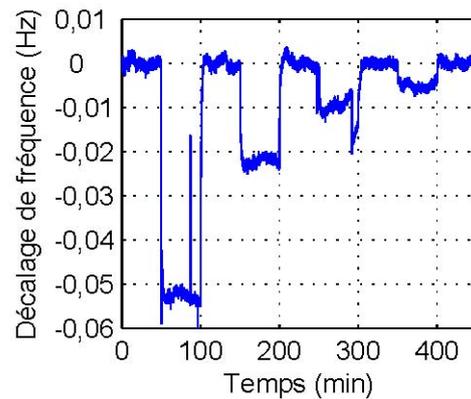
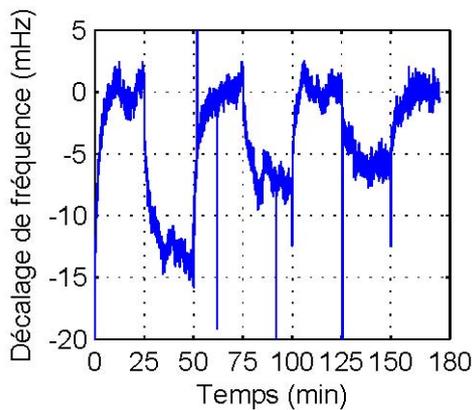
concentrations de 830 mg/m<sup>3</sup>, 370 mg/m<sup>3</sup>, 130 mg/m<sup>3</sup> et 10 mg/m<sup>3</sup>

Figure 10 - Décalage de fréquence (dérive soustraite) de différents échelons de concentration de toluène et d'éthanol avec le capteur A (PEUT)



Détection de toluène à des échelons de concentrations de 4 740 mg/m<sup>3</sup>, 1 810 mg/m<sup>3</sup>, 870 mg/m<sup>3</sup> et 400 mg/m<sup>3</sup>

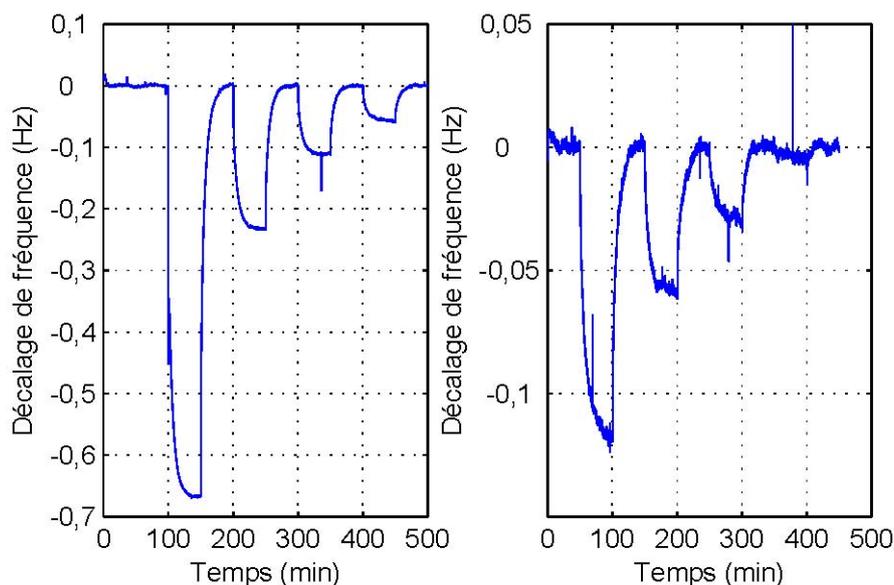
Détection de toluène à des échelons de concentrations de 870 mg/m<sup>3</sup>, 400 mg/m<sup>3</sup>, 160 mg/m<sup>3</sup> et 40 mg/m<sup>3</sup>



Détection de toluène à des échelons de concentrations de 160 mg/m<sup>3</sup>, 120 mg/m<sup>3</sup> et 80 mg/m<sup>3</sup>

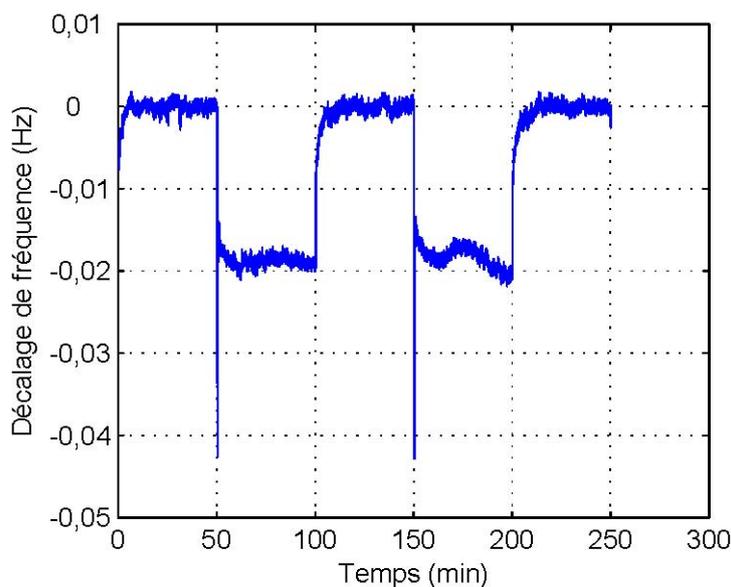
Détection d'éthanol à des échelons de concentrations de 3 730 mg/m<sup>3</sup>, 1 790 mg/m<sup>3</sup>, 830 mg/m<sup>3</sup> et 370 mg/m<sup>3</sup>

Figure 11 - Décalage de fréquence (dérive soustraite) de différents échelons de concentration de toluène et d'éthanol avec le capteur B (PECH)



*Détection de toluène à des échelons de concentrations de 4 740 mg/m<sup>3</sup>, 1 810 mg/m<sup>3</sup>, 870 mg/m<sup>3</sup> et 400 mg/m<sup>3</sup>*

*Détection de toluène à des échelons de concentrations de 870 mg/m<sup>3</sup>, 400 mg/m<sup>3</sup>, 160 mg/m<sup>3</sup> et 40 mg/m<sup>3</sup>*



*Détection d'éthanol à deux échelons de concentrations de 3 730 mg/m<sup>3</sup>*

*Figure 12 - Décalage de fréquence (dérive soustraite) de différents échelons de concentration de toluène et d'éthanol avec le capteur C (PIB)*

A l'aide de ces mesures, la comparaison des performances en terme de coefficient de partage, sensibilité, temps de réponse, bruit de mesure et limite de détection peut être faite. Les résultats sont regroupés dans les tableaux 3 et 4.

	Coefficient de partage	Sensibilité	Constante de temps	Bruit de mesure	Limite de détection estimée
Capteur A	436	76 Hz/kgm <sup>-3</sup>	27 s	14 mHz	180 mg/m <sup>3</sup>

PEUT 17,9 $\mu$ m					(95 ppm)
Capteur B PECH 6,4 $\mu$ m	210	14 Hz/kgm <sup>-3</sup>	60 s	4 mHz	280 mg/m <sup>3</sup> (147 ppm)
Capteur C PIB 11,5 $\mu$ m	27	X	127 s	5 mHz	1000 mg/m <sup>3</sup> (526 ppm)

**Tableau 3 - Propriétés extraites des mesures vis-à-vis de l'éthanol**

	Coefficient de partage	Sensibilité	Constante de temps	Bruit de mesure	Limite de détection estimée
Capteur A PEUT 17,9 $\mu$ m	1341	234 Hz/kgm <sup>-3</sup>	28 s	14 mHz	60 mg/m <sup>3</sup> (16 ppm)
Capteur B PECH 6,4 $\mu$ m	1370	82 Hz/kgm <sup>-3</sup>	232 s	4 mHz	50 mg/m <sup>3</sup> (13 ppm)
Capteur C PIB 11,5 $\mu$ m	570	126 Hz/kgm <sup>-3</sup>	353 s	5 mHz	41 mg/m <sup>3</sup> (11 ppm)

**Tableau 4 - Propriétés extraites des mesures vis-à-vis du toluène**

Concernant les coefficients de partage, l'ordre d'affinité vis-à-vis du toluène et de l'éthanol est similaire à celui observé dans la littérature [3-6]. L'influence conjointe de l'épaisseur de la couche et du coefficient de partage apparait clairement sur la sensibilité des détections (ex : bien qu'ayant un moins bon coefficient de partage que le capteur B, le capteur C est plus sensible car la couche sensible est plus épaisse). En terme de temps de réponse, on peut remarquer des différences très importantes entre chaque couche sensible. En effet, la détection de toluène avec 17,9  $\mu$ m de PEUT est plus de douze fois plus rapide qu'avec 11,5  $\mu$ m de PIB alors que l'épaisseur est environ 35% moindre.

Bien qu'ayant utilisés des polymère non spécifiques, les microcapteurs testé ont permis la détection d'éthanol à des concentrations jusqu'à 130 mg/m<sup>3</sup> et du toluène à des concentrations jusqu'à 40 mg/m<sup>3</sup> avec des constantes de temps inférieures ou de l'ordre de la minute malgré des épaisseurs de couche sensible de quelques dizaine de micromètres.

## 5 Conclusion

Les premiers travaux de recherche sur l'utilisation de micropoutres en tant que capteurs chimiques sont très récents (1994) [8-9]. Depuis, au vu du nombre d'articles publiés sur le sujet, de nombreuses équipes s'intéressent à ce nouveau type de capteur chimique. De par leur fabrication et leur taille très réduite, ces nouveaux microcapteurs se prêtent bien à la fabrication de multicapteurs pour la détection simultanée de différentes espèces chimiques en combinant différentes couches sensibles.

Le laboratoire IMS s'attache plus particulièrement à étudier les phénomènes physiques mis en jeu (pertes, viscoélasticité, effets de la sorption) afin d'avoir une vision plus éclairée des problématiques d'optimisation, tels le choix des matériaux, des dimensions, des rapports de formes et du positionnement de la couche sensible sur la micropoutre.

## Pour en savoir plus

### Bibliographie

- (1) L. Fadel, F. Lochon, I. Dufour, O. Français, "Chemical sensing: millimeter size resonant microcantilever performance", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, Vol 14, 2004, pp. S23-S30. (doi:10.1088/0960-1317/14/9/004)
- (2) F. Lochon, I. Dufour, D. Rebière, "A microcantilever chemical sensors optimization by taking into account losses", *Sensors and Actuators B*, Vol 118, 2006, pp. 292-296. (doi: 10.1016/j.snb.2006.04.034).
- (3) R. McGill, M. Abraham, et J. Grate. Choosing polymer coatings for chemical sensors. *Chemtech*, tome 24(9), (1994) 27–37.
- (4) 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.
- (5) 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.
- (6) D. Lange. Cantilever-based Microsystems for Gas Sensing and Atomic Force Microscopy. Thèse de doctorat, Swiss federal institute of technology Zurich, 2000. Optimisation épaisseur couche
- (7) I. Dufour, F. Lochon, S. Heinrich, F. Josse, D. Rebière, "Effect of coating viscoelasticity on quality factor and limit of detection of microcantilever chemical sensors ", *IEEE Sensors Journal*, Vol 7, 2007, pp. 230-236 (doi: 10.1109/JSEN.2006.888600).
- (8) T. Thundat, R.J. Warmack, G.Y. Chen, D.P. Allison, "Thermal and ambient-induced deflections of scanning force microscope cantilevers", *Applied Physics Letters* 61, n°21, p. 2894-2896, 1994.
- (9) J.R. Barnes, R.J. Stephenson, M.E. Welland, CH. Gerber, J.K. Gimzewski, "Photothermal spectroscopy with femtojoule sensitivity using a micromechanical device", *Nature*, 372, p. 79-81, 1994.