

AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact bibliothèque : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr (Cette adresse ne permet pas de contacter les auteurs)

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4 Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10 <u>http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php</u> <u>http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm</u>







THÈSE

Présentée en vue d'obtenir le grade de

Docteur de l'Université de Lorraine

En Sciences des Matériaux

Par

Ulrich YOUBI

Capteurs à ondes élastiques de surface, sans fil en bande ISM 2,45 GHz sur AlN/Saphir pour des applications hautes températures

Thèse soutenue publiquement le 20 janvier 2025 devant le jury d'examen :

Rapporteurs	Mme Marta CLEMENT	Professeur, Universidad Politécnica de Madrid, Espagne			
	M. Eloi BLAMPAIN	Professeur, Université des Sciences et Techniques de Masuku, Gabon			
Président du jury	M. Thierry AUBERT	Professeur, Université de Lorraine			
Examinateurs	M. Kamal GHOUMID	Professeur, Université Mohammed Premier d'Oujda, Maroc			
	M. Maxime HUGUES	Chargé de recherche, CNRS, Université côte d'Azur			
Directeur de thèse	M. Omar ELMAZRIA	Professeur, Université de Lorraine			
Co-directeur de thèse	M. Sami HAGE-ALI	Maître de conférences (HDR), Université de Lorraine			

Institut Jean Lamour, UMR 7198, Département N2EV, équipe 405 Campus Artem – 2 allée André Guinier – 54000 Nancy Université de Lorraine, Pôle M4 (Matière, Matériaux, Métallurgie, Mécanique) Ecole Doctorale C2MP (Chimie, Mécanique, Matériaux, Physique

« Le succès n'est pas final. L'échec n'est pas fatal. C'est le courage de continuer qui compte. »

Winston Churchill

À ma famille, À Mes parents, Et à tous mes proches.

Table des matières

Remerciements	8
Liste des abréviations	11
Introduction générale	13
Chapitre 1. Synthèse bibliographique et contexte de l'étude	17
1.1. Contexte de l'étude	18
1.1.1. Les environnements sévères	18
1.1.2. Techniques conventionnelles pour les mesures hautes températures	19
1.1.3. Avantage de la technologie SAW	22
1.2. Généralités sur les dispositifs SAW	23
1.2.1. La piézoélectricité	24
1.2.2. Les principales ondes élastiques de surface (SAW)	25
1.2.3. Génération des ondes élastiques de surface : les transducteurs interdi	gités.
	28
1.2.4. Application des dispositifs SAW	30
1.3. Capteurs SAW hautes températures	31
1.3.1. Sensibilité en température	31
1.3.2. Les matériaux piézoélectriques	33
1.3.3. Les bandes ISM	37
1.3.4. Principe de fonctionnement sans fils des capteurs SAW	39
1.4. Etat de l'art des capteurs SAW haute température	42
1.4.1. Substrats haute température	42
1.4.2. Choix de la métallisation	46
1.4.3. Encapsulation pour la haute température	50
1.5. Conclusion et Objectifs de la thèse	52

Chapitre 2. Techniques de fabrication et de caractérisation des capteurs
SAW
2.1. Introduction
2.2. Dépôt des couches minces
2.2.1. Pulvérisation cathodique57
2.2.2. Evaporation par faisceau d'éléctron60
2.2.3. Croissance des couches minces d'AlN par MOCVD61
2.3. Techniques de caractérisation des matériaux63
2.3.1. La diffraction des rayons X (DRX)63
2.3.2. Microscopie à force atomique (AFM)67
2.3.3. La microscopie électronique68
2.4. Procédés de fabrications des IDTs69
2.4.1. La lithographie69
2.4.2. Etapes de fabrications des dispositifs SAW74
2.5. Caractérisations électriques des dispositif SAW
2.5.1. Mesures de la résistivité électrique
2.5.2. Bancs de mesures sous pointes80
2.6. Conclusion du chapitre86
Chapitre 3. Capteurs SAW hautes fréquences à base des structures
multicouches IDT/AlN/Saphir pour les mesures à hautes températures88
3.1. Introduction
3.2. Electrodes testés
3.2.1. Résistivité des Couches Minces de l'Al, Pt et NiAl pour les IDTs89
3.2.2. Oxydation long durée des IDTs93
3.3. Capteurs SAW de structure Al/AlN/Saphir
3.3.1. Le design du résonateur 103
3.3.2. Caractérisation de la structure Al(80nm)/AlN(1 μm)/Saphir 104
3.3.3. Les mesures à haute température 105
3.4. Etude des capteurs SAW sur des couches d'AlN optimisées 107
3.4.1. Optimisation de l'épaisseur 107
3.4.2. Caractérisation des couches d'AlN 109
3.4.3. Dispositifs SAW sur les couches d'AlN optimisées114
6

3.4.4. Etude de la structure NiAl (80nm)/AlN(600nm), CRHEA/Saphir	121
3.5. Optimisation du design	124
3.6. Conclusion du chapitre	128
Chanitre 4 Interrogation cans fils des canteurs SAW nour les	
applications hautes températures	131
4.1. Contexte	132
4.2. Les bases des antennes et télécommunications	133
4.2.1. Définitions et Paramètres caractéristiques des antennes	133
4.2.2. Bilan de liaison entre deux antennes	136
4.3. Interrogation sans fil des capteurs SAW	137
4.3.1. Structure Al/AlN/Saphir	138
4.3.2. Structure NiAl/AlN/Saphir	144
4.4. Système intégré SAW-antenne DRA	147
4.5. Quelques généralités sur les antennes DRA	147
4.6. Design et simulations numériques	149
4.6.1. Description du dispositif proposé	149
4.6.2. Les simulations numériques	151
4.7. Etude expérimentale de l'antenne	154
4.7.1. Réalisation du prototype	154
4.7.2. Résultats expérimentaux	155
4.8. Capteur SAW intégré à une DRA	158
4.8.1. Intégration du capteur	158
4.8.2. Les mesures sans fil	159
4.9. Conclusion du chapitre	162
Liste des figures	160
	109
Liste des tableaux	175
Références bibliographiques	177
Publications et communications	187

Au terme de ce travail de thèse, je tiens à exprimer ma profonde gratitude envers toutes les personnes et institutions qui ont contribué à son aboutissement. Ce parcours n'aurait pas été possible sans leur soutien, leurs conseils et leur disponibilité.

Je tiens tout d'abord à remercier le service de direction de l'Institut Jean Lamour (IJL), sous la direction de M. François Montaigne, pour le cadre de travail exceptionnel qu'il offre et pour l'accompagnement institutionnel pour mener à bien mes travaux.

Mes remerciements s'adressent également aux services de l'école doctorale C2MP, dirigée par M. Jean-Marc Raulot, avec une mention particulière à Mme Christine Sartori et Mme Estelle Barranco pour leur efficacité et leur disponibilité dans la gestion administrative et pédagogique.

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance aux membres du jury pour l'honneur qu'ils m'ont fait d'évaluer mon travail. Un immense merci à Mme Marta Clement et M. Eloi Blampain pour leurs précieux retours en tant que rapporteurs, ainsi qu'à M. Kamal Ghoumid, M. Thierry Aubert et M. Maxime Hugues pour leurs observations et leurs échanges enrichissants.

Je suis particulièrement reconnaissant envers mes directeurs de thèse, M. Omar Elmazria et M. Sami Hage-Ali, pour leur encadrement, leurs conseils avisés et leur inestimable soutien tout au long de cette aventure scientifique. Leur expertise et leur bienveillance ont été des atouts précieux pour mener ce projet à terme.

Mes remerciements s'adressent également aux équipes des centres de compétences (CC) de l'IJL, sans lesquels ce travail n'aurait pu être accompli :

• CC MINALOR : Laurent Badie, Demba Ba et Sophie Bravetti pour leurs formations en procédés de microfabrication en salle blanche.

- CC 3M : Sylvie Migot et Jaafar Ghanbaja pour leur assistance et disponibilité dans les préparations de lames FIB et les analyses en microscopie électronique à transmission (TEM).
- CC X-GAMMA pour les caractérisations de diffraction des rayons X.
- CC ERMIONE : Patricio Francisco, Olivier Franzin et Francis Kosior pour leur aide précieuse dans les dépannages informatiques.

Je n'oublie pas l'atelier de mécanique de l'IJL, qui a su apporter une aide technique indispensable au bon déroulement de mes travaux.

Je souhaite exprimer ma gratitude envers les nombreux collaborateurs qui ont enrichi cette thèse de leurs expertises :

- Maxime Hugues et Florian Bartoli du CRHEA, pour leur expertise sur la croissance des couches minces d'AlN.
- Tony Makdissy de SOITEC, pour son aide précieuse dans les modélisations numériques sur le logiciel HFSS.
- Qiaozhen Zhang et Yang Yang de Shanghai Normal University, pour leur soutien dans les simulations sous Comsol Multiphysics.
- Hamid M'jahed, pour ses conseils avisés et son aide lors des mesures à Polytech Nancy.

Je tiens à remercier chaleureusement tous mes collègues de l'équipe Micro et Nanosystèmes ainsi que tous les doctorants avec lesquels j'ai partagé ces années de travail. Leur bienveillance, leur soutien et les moments de convivialité resteront gravés dans ma mémoire.

Enfin, mes pensées vont à ma famille, et en particulier à ma maman, pour leur amour inconditionnel, leur soutien indéfectible et leur encouragement tout au long de ce parcours.

Liste des abréviations

AFM	Atomic Force Microscopy
CRHEA	Centre de Recherche sur l'Hétéro-Epitaxie et ses Applications
DRA	Dielectric Resonator Antenna
DRX	Diffraction des Rayons X
FEM	Finite Element Method
FIB	Focused Ion Beam
FMWH	Full Width at Half Maximum
FOM	Figure Of Merit
HAADF	High Angle Annular Dark Field
HFSS	High Frequency Simulation Software
HTCC	High Temperature Co-Fired Ceramic
IBE	Ion Beam Etching
IDT	InterDigital Transducer
IJL	Institut Jean Lamour
ISM	Industriel Scientifique et Médical
MEB	Microscopie Electronique à Balayage
MOCVD	Metal Organic Chemical Vapor Deposition
POI	Piezoelectric On Insulator
PVD	Physical Vapor Deposition
RFID	Radio Frequency Identification
RMS	Roughness Mean Square
rpm	rotation par minute
SAW	Surface Acoustic Wave
sccm	centimètre cube standard par minute
slm	litre standard par minute
STEM	Scanning Transmission Electron Microscopy
TCF	Temperature Coefficient of Frequency
TEM	Transmission Electron Microscopy
TRL	Technology Readiness Level

Introduction générale

Dans un monde où les systèmes de mesure et de contrôle de température doivent constamment s'adapter aux exigences de performances toujours plus élevées, la capacité à fonctionner dans des conditions extrêmes, telles que les environnements à haute température, devient un enjeu crucial pour de nombreux secteurs, notamment l'aérospatial, l'énergie et les procédés industriels. Dans ces conditions, la robustesse, la précision et la durabilité des capteurs deviennent des critères déterminants. Les méthodes de mesure conventionnelles, bien qu'efficaces dans de nombreux contextes, montrent souvent leurs limites dans des conditions extrêmes.

Les capteurs à ondes élastiques de surface (*SAW* : *Surface Acoustic Wave*), initialement déployés comme filtres et résonateurs dans les systèmes de communication, ont progressivement gagné en popularité dans le domaine des capteurs. Leurs sensibilités élevées aux variations de paramètres physiques, notamment la température, en font des candidats de choix pour les mesures *in-situ* dans des environnements à haute température. Contrairement aux capteurs traditionnels, les capteurs SAW offrent l'avantage d'être sans fil et de fonctionner de manière passive, c'est-à-dire sans nécessiter de batterie ou d'électronique embarquée pour la communication sans fil. Cette caractéristique leur permet de fonctionner dans des conditions de températures extrêmes jusqu'alors inaccessibles pour des capteurs filaires comprenant de l'électronique embarquée, limitée généralement à 250°C. Elle simplifie également leur déploiement dans des zones difficiles d'accès et réduit les coûts de maintenance liés au remplacement des batteries.

Cependant, le développement de capteurs SAW adaptés aux applications à haute température présente plusieurs défis techniques. La sélection des matériaux constitutifs du capteur, notamment le substrat piézoélectrique et le matériau des électrodes capables de résister aux conditions de haute température, représente un des défis majeurs. De plus, la conception de l'antenne et des interconnexions, ainsi que

l'optimisation de l'encapsulation pour protéger le capteur des pollutions extérieures, sont d'autres aspects essentiels pour garantir un fonctionnement stable et durable des capteurs SAW.

Cette thèse vise à développer des capteurs SAW sans fil opérant à 2,45 GHz, spécifiquement pour la mesure des hautes températures. Si la langasite (LGS) est actuellement considérée comme le substrat piézoélectrique de référence pour les applications SAW à haute température grâce à sa stabilité, elle présente toutefois des limitations liées à des pertes de propagation élastique très importantes à hautes fréquences, ce qui la limite en configuration sans fil, aux bandes ISM (Industrielles, Scientifiques et Médicales) à 433 MHz et interdit les bandes à plus hautes fréquences qui présentent des bandes passantes plus larges et favorables à l'utilisation de multicapteurs. Cette limitation en fréquence restreint également la miniaturisation des antennes et limite la sensibilité des capteurs. Dans ce contexte, la combinaison bicouche AlN/Saphir apparaît comme une alternative prometteuse, offrant des propriétés exceptionnelles à haute température tout en étant mieux adaptée aux bandes ISM au-delà de 2 GHz.

Ces travaux ont été réalisés au sein de l'équipe Micro et Nanosystèmes de l'Institut Jean Lamour (IJL) sous la direction du Pr. Omar Elmazria et du Dr. Sami Hage-Ali, avec le soutien financier du gouvernement gabonais et de l'Institut Jean Lamour. Ce travail de recherche s'inscrit dans le cadre plus large du développement d'une plateforme de capteurs SAW sans fil multifonctionnels menée depuis de nombreuses années par l'IJL.

Le présent manuscrit, intitulé *"Capteurs SAW sans fil en bande ISM 2,45 GHz sur AlN/Saphir pour des applications hautes températures"*, est structuré en quatre chapitres.

Le chapitre 1 introduit le contexte de l'étude en mettant en lumière les avantages des capteurs SAW par rapport aux solutions conventionnelles, ainsi que les principes fondamentaux des dispositifs SAW. Il se conclut par un état de l'art des matériaux utilisés pour la conception de capteurs SAW haute température. Le chapitre 2 est dédié à la description des procédés de fabrication et de caractérisation des capteurs SAW utilisés tout au long de cette thèse. Il aborde également les procédés de croissance et de caractérisation des couches minces d'AlN.

Le chapitre 3 est d'abord consacré à l'étude de l'oxydation des électrodes puis à la fabrication et à la caractérisation des capteurs SAW haute fréquence sur le substrat d'AlN/saphir, en présentant les résultats obtenus à différentes températures grâce à des mesures en configuration filaire.

Enfin, le chapitre 4 présente les résultats de l'interrogation sans fil des capteurs SAW à haute température. Une attention particulière est apportée à l'étude d'antennes diélectriques résonantes (DRA : *Dielectric Resonator Antenna*) et sur l'évaluation des performances du système SAW-DRA qui permet de s'affranchir des interconnexions capteur-encapsulation-antennes à haute température.

Chapitre 1. Synthèse bibliographique et contexte de l'étude

1.1. Contexte de l'étude1.1.1. Les environnements sévères

La température est un paramètre crucial dans de nombreux domaines, notamment en industrie (métallurgie, automobile, électronique, etc.). Elle permet, par exemple, de contrôler d'autres paramètres au cours d'un procédé ou d'évaluer la sécurité d'un système afin de prévenir d'éventuelles défaillances. Dans cette optique, il est essentiel de mettre en place des dispositifs de surveillance de la température. Toutefois, dans certaines situations, les conditions de mesure des températures peuvent s'avérer extrêmement difficiles et contraignantes en fonction du milieu dans lequel la mesure est réalisée : on parle alors d'environnements sévères.

Les environnements sévères se caractérisent par des conditions extrêmes qui posent des défis significatifs pour les dispositifs et systèmes utilisés dans divers secteurs industriels. Ces environnements peuvent être classés en deux grandes catégories : les milieux à fortes contraintes et les milieux difficiles d'accès.

Les milieux à fortes contraintes incluent des environnements où les températures dépassent les 400°C [1]. Par exemple, dans l'industrie aéronautique, les températures peuvent excéder les 1000°C au niveau des turbines d'avion. Dans ces conditions extrêmes, les dispositifs de mesure doivent être fabriqués à partir de matériaux capables de résister à des températures très élevées, sans compromettre leur précision ou leur durabilité [2]. De plus dans cette situation, l'utilisation de capteurs sans fil et passifs devient indispensable, car l'électronique actuelle ne peut fonctionner au-delà de 250°C, rendant l'emploi de capteurs conventionnels impossible.

Les environnements difficiles d'accès sont des zones où l'intervention humaine est limitée, voire impossible. Ces zones incluent notamment les enceintes fermées, les environnements en mouvement, ainsi que les zones exposées à des champs magnétiques intenses ou à des radiations. Dans ces milieux, les dispositifs de mesure doivent souvent être passifs, sans fils, et capables d'être interrogés à distance. L'absence de connectique et de sources d'énergie directes est cruciale pour minimiser les risques et faciliter le contrôle à distance.

Outre la température, ces environnements sévères peuvent également présenter d'autres défis techniques, tels que des pressions extrêmes, des vibrations intenses ou des conditions d'humidité spécifiques, nécessitant ainsi des dispositifs robustes et polyvalents.

Le principal défi dans ces environnements est de concevoir des dispositifs capables de résister à ces conditions tout en fournissant des mesures à distance précises et fiables. La capacité à mesurer et à contrôler efficacement les paramètres critiques dans ces conditions extrêmes est essentielle pour garantir la performance et la sécurité des systèmes industriels 4.0.

1.1.2. Techniques conventionnelles pour les mesures hautes températures

À l'heure actuelle, les dispositifs fréquemment utilisés pour la mesure des hautes températures sont les thermocouples, les thermomètres à résistances variables et les pyromètres. Afin de mieux appréhender pourquoi les dispositifs à ondes élastiques de surface, objets d'étude de cette thèse, sont pertinents pour les mesures à haute température, il nous paraît essentiel de donner un aperçu concis des principes, des avantages et des limites de ces techniques traditionnelles.

 Les thermocouples fonctionnent en exploitant l'effet Seebeck afin de produire une tension électrique proportionnelle à la température. Ils sont constitués de deux fils de métaux différents soudés à l'une des extrémités. Lorsque les deux extrémités sont soumises à des températures différentes, un phénomène thermoélectrique se produit en créant une différence de potentielle appelée tension de Seebeck dont la valeur dépend de la différence de température $(T_1 - T_2)$ (figure 1.1) [3].



Figure 1.1 - Schéma d'illustration d'un thermocouple

On dénombre plusieurs types de thermocouples, dont chacun est constitué d'une combinaison unique de métaux. Le choix d'un thermocouple dépend de la gamme de température à mesurer et de l'environnement de mesure [4].

Par exemple les thermocouples de type K composés du couple chromel (alliage nickel-chrome) et alumel (alliage nickel-aluminium) sont bon marché et permettent d'effectuer des mesures dans une gamme de température allant de - 200°C à environ 1200°C. En revanche ils sont très vulnérables à la corrosion en milieu oxydant.

Les thermocouples à métaux nobles (types G, C, D et B) constitués des alliages platine-rhodium et tungstène-rhénium sont capables de mesurer des températures allant jusqu'à 2320°C.

Globalement les thermocouples ont un temps de réponse très court comparé à l'inertie thermique du corps à mesurer (de l'ordre d'une seconde), ils sont faciles à utiliser et fonctionnent dans une large gamme de température. En revanche ils ont une précision relativement faible (au mieux à un degré près) et présentent des dérives en température après quelques heures de fonctionnement. De plus leur aspect filaire les rend inadaptés pour la mesure des températures dans des systèmes en mouvement. • Les thermomètres à résistance variable (ou RTD pour *Resistance Temperature Detectors*) exploitent l'augmentation de la résistivité électrique des métaux en fonction de la température. En général, ces dispositifs utilisent du platine et permettent de déduire la température en mesurant la résistivité électrique d'un matériau. Le modèle le plus célèbre est le Pt100, qui est constitué d'un fil en platine ayant une résistance de 100 Ω à 0°C et 138,5 Ω à 100°C. Les RTD présentent l'avantage d'être plus précis que les thermocouples et ils sont plus stables dans le temps [5]. Cependant, ils sont plus coûteux que les thermocouples, ont un temps de réponse plus long et présentent une limite d'utilisation à des températures ne dépassant pas 700°C (figure 1.2) [4].



Figure 1.2 - Thermomètre à résistance variable (RTD)

• Les pyromètres se distinguent des thermocouples et des RTD par leur caractère sans fil (ou sans contact) dans la mesure des températures. Ils utilisent la loi de Planck, qui décrit comment l'intensité du rayonnement émis par un corps varie en fonction de sa température. Cependant les pyromètres peuvent être aveuglés dans le cas d'un fonctionnement à haute température. En effet la mesure de température avec un pyromètre nécessite d'avoir un chemin optique direct mais également la connaissance de l'émissivité du corps à mesurer, c'est-à-dire sa capacité à émettre et absorber l'énergie radiative [6]. Cette émissivité n'est pas toujours connue et évolue avec la température (figure 1.3). De plus, les hautes températures peuvent entraîner des pollutions atmosphériques (fumées, poussières, vapeurs) qui

interfèrent avec le rayonnement infrarouge détecté par le pyromètre, réduisant ainsi la précision de l'instrument.



Figure 1.3 - Pyromètre

1.1.3. Avantage de la technologie SAW

Les capteurs décrits dans le paragraphe 1.1.2 peuvent être regroupés en deux grandes catégories. La première catégorie qui comprend les thermocouples et les sondes résistives sont appelés capteurs filaires. La mesure de température avec ce type de capteurs se fait par contact direct avec le corps dont on veut mesurer la température. Dans le cas des mesures de température dans des environnements à fortes contraintes où l'utilisation des fils est problématique, les capteurs filaires deviennent incompatibles. Il est donc nécessaire d'opter pour la seconde catégorie de capteurs permettant une mesure à distance. Cependant les capteurs sans contact décrits dans le paragraphe 1.1.2 fonctionnent par la détection du rayonnement infrarouge de l'objet à mesurer. La mesure à distance avec ces capteurs nécessite donc d'avoir un chemin optique direct entre le capteur et le corps, ce qui n'est pas toujours le cas dans certaines applications par exemple la mesure des températures dans des enceintes fermées.

Les environnements à haute température sont donc parfois caractérisés par des conditions extrêmes et à fortes contraintes, où le fonctionnement des capteurs traditionnels peut être rapidement limité, soulignant ainsi la nécessité de développer des technologies adaptées à de telles conditions. La technologie SAW (Surface acoustic waves) intervient dans des contextes où l'utilisation de câbles électriques est interdite, et où les pyromètres ne répondent pas aux exigences spécifiques. Les capteurs SAW ont l'avantage d'être entièrement passifs, ne nécessitant aucune source d'alimentation ou électronique embarquée pour leur fonctionnement, et peuvent être interrogés à distance. Cela les rend particulièrement adaptés aux mesures sans fil dans des milieux sévères notamment des environnements à haute température, où les techniques traditionnelles sont limitées. Un exemple concret serait la mesure en continu de la température d'une pièce située sur une chaîne de production en mouvement et effectuant des passages dans un four. Les capteurs traditionnels décrits précédemment ne peuvent pas être utilisés pour de telles situations, qui se produisent fréquemment dans divers secteurs industriels tels que la métallurgie, l'industrie automobile, le verre, le nucléaire, le pétrole. Un choix minutieux des matériaux constitutifs permettrait aux capteurs SAW de fonctionner jusqu'à plusieurs centaines de degrés Celsius et donc de répondre à cette demande industrielle [7].

1.2. Généralités sur les dispositifs SAW

Les dispositifs SAW sont des composants qui utilisent des ondes élastiques de surface pour effectuer diverses fonctions, telles que le filtrage, la modulation, la détection et la génération de signaux. Ces dispositifs sont régis par les propriétés des ondes élastiques de surface générées et guidées à la surface d'un matériau piézoélectrique.

1.2.1. La piézoélectricité

L'effet piézoélectrique est un phénomène physique dans lequel certains matériaux, appelés matériaux piézoélectriques, génèrent une charge électrique lorsqu'ils sont soumis à une contrainte mécanique ou à une pression appliquée, c'est l'effet piézoélectrique direct. De plus, ces matériaux peuvent également subir une déformation mécanique en réponse à une tension électrique appliquée, on parle alors de l'effet piézoélectrique inverse. La découverte de ce phénomène est attribuée aux frères Pierre et Jacques Curie. En 1880, ils ont observé que certains cristaux, notamment le quartz et la tourmaline, produisaient une charge électrique lorsque des contraintes mécaniques leur étaient appliquées [8,9]. C'est en 1881 que le physicien français Gabriel Lippmann prédit l'effet inverse, qui est ensuite vérifié par les Curie [10]. Le mot "piézoélectricité" introduit par ce dernier provient des mots grecs "piezo" (pression) et "électricité", ce qui signifie littéralement "électricité due à la pression". Ce phénomène physique est lié à l'échelle microscopique à une distribution non uniforme des charges dans un matériau non centrosymétrique, lorsque celui-ci est soumis à une contrainte mécanique comme décrit sur la figure 1.4.



Figure 1.4 - Principe de l'effet de l'effet piézoélectrique dans une maille non centrosymétrique : apparition d'un moment dipolaire sous l'effet d'une force

Les applications de la piézoélectricité sont diverses et variées. Par exemple, l'une des premières applications fut l'invention par P. Langevin du SONAR (*Sound Navigation And Ranging*) pour la détection sous-marine lors de la première guerre mondiale [11]. L'échographie est également une des grandes techniques qui s'est développée sur cette base. En outre la piézoélectricité est largement utilisée dans les capteurs de pression pour l'industrie automobile et aéronautique, les transducteurs à ultrasons, les dispositifs d'allumage à piézoélectricité pour les briquets, ainsi que dans l'industrie de la microélectronique pour générer des signaux de fréquence précise, comme dans les montres à quartz.

1.2.2. Les principales ondes élastiques de surface (SAW)

Une onde élastique se caractérise par la propagation d'une déformation, à travers un milieu élastique. Cette perturbation provoque une modification temporaire de la structure du milieu, qui revient à son état initial une fois que la contrainte qui l'a déformée cesse d'agir. On parle d'onde élastique de surface lorsque les déformations sont uniquement induites à la surface du matériau dans une épaisseur de quelques longueurs d'ondes. Les ondes sismiques et les vagues sont des exemples les plus fréquents d'ondes élastiques de surface. Il existe une multitude d'ondes élastiques de surface. La propagation de ces ondes dans les matériaux piézoélectriques est régie par le couplage des équations du mouvement et celles du champ électrique. La première équation relie le tenseur des contraintes (T_{ij}) au tenseur d'élasticité (C_{ijkl}), à celui des déformations (S_{kl}), au tenseur piézoélectrique (e_{ikl})et au champ électrique (E_k). La seconde relie le déplacement électrique (D_i) aux déformations (S_{kl}) et à la permittivité électrique (\in_{ij}) [12,13].

$$\begin{cases} T_{ij} = C_{ijkl}S_{kl} - e_{ijk}E_k \\ D_i = e_{ikl}S_{kl} - \epsilon_{ij}E_j \end{cases}$$

Parmi les ondes les plus connues, on retrouve les ondes de **Rayleigh**, les ondes de **Lamb**, les ondes de **Love**, et les ondes de **Bluestein-Gulyaev**. Chacune de ces ondes présente des propriétés distinctes, influençant la manière dont les ondes se propagent et interagissent avec les éléments à la surface.

L'onde de Rayleigh, découverte en 1885 par Lord Rayleigh [14], est la résultante d'une onde longitudinale et transverse verticale de même vitesse mais déphasées de $\frac{\pi}{2}$. La polarisation de l'onde de Rayleigh est donc elliptique. Cette onde peut se propager dans un matériau isotrope ou anisotrope et la déformation du matériau se produit dans le plan défini par la direction de propagation et la normale à la surface du milieu (figure 1.5) [15].



Figure 1.5 - propagation d'une onde de Rayleigh

L'onde de Lamb (ou onde de plaque) est une onde à polarisation quasielliptique. Elle traduit la déformation d'un milieu fini assimilé à une plaque qui se propage le long de celle-ci. Selon le type de déplacement, elle peut être symétrique ou asymétrique (figure 1.6) [15].



Figure 1.6 - Propagation 2D des ondes de Lamb

L'onde de Love découverte en 1911 est caractérisée par une polarisation transversale et se propage à travers une couche déposée sur un substrat. La propagation de cette onde est conditionnée par le fait que la vitesse de l'onde transversale dans la couche doit être inférieure à la vitesse de la même onde dans le substrat (figure 1.7) [13,15].



Figure 1.7 - Propagation des ondes de Love

L'onde de Bluestein-Gulyaev est un cas particulier des ondes transverse horizontal. Elle se propage à la surface d'un matériau piézoélectrique avec une polarisation parallèle à la surface de propagation. Sa profondeur de pénétration est supérieure à celle de l'onde Rayleigh (figure 1.8) [16,17].



Figure 1.8 - Propagation des ondes de Bluestein-Gulyaev

La sélection du mode de propagation approprié dépend des exigences spécifiques de détection de chaque application. Par exemple, dans la détection de gaz, les ondes de Rayleigh peuvent être privilégiées en raison de leur sensibilité aux changements à la surface [18,19]. Pour des applications nécessitant une sélectivité chimique particulière, les ondes de Love pourraient être plus adaptées [20,21]. Les ondes de Love seront également privilégiées pour les capteurs biologiques ou plus généralement dès qu'il s'agit d'une utilisation en milieu liquide. En effet, contrairement aux ondes Rayleigh, les ondes de Love s'atténuent peu en contact d'un liquide. Dans le cadre de nos travaux nous nous intéresserons uniquement aux ondes de Rayleigh qui offrent une grande sensibilité aux perturbations à la surface, les rendant particulièrement adaptées à la détection de changements infimes.

1.2.3. Génération des ondes élastiques de surface : les transducteurs interdigités.

La génération des ondes élastiques de surface se fait à l'aide des transducteurs à peignes interdigités (IDT) (figure 1.9). Ce sont des éléments clés dans un dispositif SAW. Ils permettent d'appliquer un signal électrique qui sera converti en onde élastique de surface par le matériau piézoélectrique et vice versa. Sa structure est composée d'une série d'électrodes métalliques interdigités portées alternativement à des potentiels positifs et négatifs et imprimées sur un substrat piézoélectrique. La longueur d'onde élastique (λ) d'un dispositif SAW est également liée à l'espacement spatial entre deux paires consécutives d'électrodes. Les premiers transducteurs interdigités ont vu le jour en 1965 grâce à White et Voltmer [22].



Figure 1.9 - Illustration 2D d'un IDT

Les transducteurs à peignes interdigités (IDTs) peuvent être utilisés sous deux principales configurations en fonction de l'application visée : les résonateur et les lignes à retard. **Les résonateurs :** initialement développés pour la réalisation des oscillateurs SAW, ils sont principalement utilisés pour la réalisation de filtres pour les systèmes de communication en configuration *ladder*. Les résonateurs se composent d'un IDT central situé entre deux ensembles de réflecteurs constituant un miroir de Bragg (figure 1.10). L'IDT permet de générer les ondes élastiques de surface mais également de convertir les multiples réflexions de ces ondes issues des miroirs.



Figure 1.10 - IDT en configuration résonateur

Les lignes à retard : dans cette structure, un IDT émetteur et l'autre récepteur sont déposés sur un substrat piézoélectrique de manière à créer un retard dans les parcours des ondes élastiques de surface (figure 1.11). L'IDT émetteur reçoit un champ électrique et le transforme en onde élastique de surface par effet piézoélectrique inverse. Cette onde va ensuite se propager et atteindre l'IDT récepteur qui la convertit ensuite en un signal électrique par effet piézoélectrique direct. Le temps écoulé entre l'émission et la réception de l'onde est le retard. Ce retard est dépendant de la distance entre les deux IDTs et des propriétés du substrats piézoélectrique qui définissent la vitesse de propagation de l'onde élastique. Il est possible d'appliquer des absorbeurs aux extrémités du substrat pour prévenir les multiples réflexions des ondes élastiques de surface entre les IDTs d'entrée et de sortie.



Figure 1.11 - IDT en configuration ligne à retard

1.2.4. Application des dispositifs SAW

Dans les années 1980, l'essor de la téléphonie mobile et des technologies de communication sans fil a stimulé le développement des **filtres SAW**, en raison de leurs capacités à miniaturiser et améliorer les performances des équipements de télécommunications. Leur petite taille, leur haute performance et leur coût relativement bas en ont fait des composants incontournables, notamment dans les smartphones et autres dispositifs mobiles [23]. Outre leur utilisation comme filtres, les dispositifs SAW sont également utilisés pour la réalisation des **capteurs**. Contrairement aux applications de filtrage qui nécessitent une grande stabilité en fréquence, les capteurs SAW exploitent la sensibilité des ondes de surface aux perturbations environnementales pour détecter des variations de température, de pression, de champ magnétique, de composition chimique, et d'autres paramètres physiques. Cette capacité à réagir à des modifications géométriques ou à des variations des propriétés élastiques du matériau fait des dispositifs SAW des outils précieux pour la mesure dans des conditions extrêmes, où les techniques traditionnelles ne sont pas viables.

En plus de ces applications principales, les dispositifs SAW trouvent des utilisations dans des domaines variés tels que l'**identification radiofréquence (RFID)**, où ils servent à identifier des objets ou individus grâce à des signaux radio [24]. Enfin, dans le domaine émergent de la **microfluidique**, les dispositifs SAW offrent des solutions innovantes pour manipuler et analyser de petites quantités de liquide, ouvrant la voie à des applications dans les laboratoires sur puce (Lab-on-Chip) [25–27].

Ainsi, les dispositifs SAW se positionnent comme des éléments clés dans diverses industries, bénéficiant d'une combinaison unique de performances, de flexibilité d'application, et de capacité d'adaptation aux nouvelles technologies et besoins du marché. Dans ce manuscrit, nous nous concentrerons particulièrement sur les applications des dispositifs SAW en tant que capteurs pour la mesure des hautes températures.

1.3. Capteurs SAW hautes températures

1.3.1. Sensibilité en température

Les capteurs SAW fonctionnent en exploitant les ondes élastiques de surface qui se propagent le long d'un substrat. Ces ondes sont sensibles à divers paramètres physiques de l'environnement, notamment la température. Lorsque la température change dans un milieu, le matériau se dilate ou se contracte entraînant une modification de la longueur d'onde qui va influer sur la fréquence de fonctionnement du dispositif. Cette dilatation thermique induit également une modification des constantes physiques et notamment élastiques du matériau changeant ainsi la vitesse de propagation des ondes élastiques. La variation de la fréquence par rapport à la température est obtenue en appliquant la différentielle dT à l'expression $f = \frac{v}{\lambda}$ on obtient donc la relation :

$$\frac{1}{f}\frac{df}{dT} = \frac{1}{v}\frac{dv}{dT} - \frac{1}{\lambda}\frac{d\lambda}{dT}$$

L'expression $\frac{1}{f} \frac{df}{dT}$ correspond à la sensibilité en température du dispositif appelée TCF. Le terme $\frac{1}{v} \frac{dv}{dT}$ est appelé TCV (*Temperature Coefficient of Velocity*) et représente la sensibilité en température de la vitesse des ondes élastiques de surface. Enfin le terme $\frac{1}{\lambda} \frac{d\lambda}{dT}$ définit la dilatation thermique du substrat α suivant la direction de propagation des SAW. La relation précédente peut encore se réécrire :

$TCF = TCV - \alpha$

On peut remarquer à partir de cette formule qu'étant donné que les deux grandeurs *TCV* et α sont indépendantes de la fréquence, le TCF l'est également, donc ce paramètre est inhérent au substrat.

En outre, la sensibilité d'un dispositif SAW à la température est lui-même dépendant de la température. Par conséquent, un dispositif stable à 25°C peut tout à fait être utilisé comme capteur de température à des températures plus élevées. Cette situation s'illustre bien avec le quartz ST-X qui possède un coefficient de température (TCF) autour de 0 à 25°C et une valeur de -175 ppm/°C à 100 °C.

La variation de température affecte également les propriétés physiques du matériau notamment les constantes élastiques et la densité des matériaux, qui à son tour modifie la vitesse de propagation des ondes acoustiques de surface. La variation des propriétés physiques est donnée mathématiquement sous la forme d'un développement en série de Taylor. En considérant le cas des constantes élastiques $C_{ij\kappa l}$ en fonction de la température on a :

$$\forall (i,j,k,l), \quad C_{ijkl}(T) = C_{ijkl}(T_0) + \frac{dC_{ijkl}}{dT}(T - T_0) + \frac{1}{2}\frac{d^2C_{ijkl}}{dT^2}(T - T_0)^2 + \dots$$

$$\Leftrightarrow \quad C_{ijkl}(T) = C_{ijkl}(T_0)[1 + \theta_1^c(T - T_0) + \theta_2^c(T - T_0)^2 + \dots]$$

Avec : $\theta_1^c = \frac{1}{C_{ijkl}}\frac{dC_{ijkl}}{dT}, \quad \text{et} \quad \theta_2^c = \frac{1}{2}\frac{1}{C_{ijkl}}\frac{d^2C_{ijkl}}{dT^2}$

 T_0 est la température de référence, généralement définie à 20°C ou 25°C. θ_1^c et θ_2^c sont respectivement les coefficients de température du premier et second ordre des constante élastiques. Le même raisonnement est également utilisé pour les coefficients piézoélectriques et la permittivité diélectrique $e_{ij\kappa}$ et ϵ_{ij} .

La connaissance des coefficients de premier et de second ordre des différents constantes physiques est donc nécessaire pour calculer ou déterminer par simulation la variation de la fréquence en fonction de la température d'un dispositif SAW.

1.3.2. Les matériaux piézoélectriques

Les matériaux piézoélectriques utilisés comme substrat dans les dispositifs SAW doivent posséder des caractéristiques spécifiques pour optimiser les performances de ces dispositifs. Les substrats les plus fréquents peuvent être répartis en deux catégories dont la plus importante est celle des monocristaux. Ces derniers sont obtenus à partir de la découpe d'un cristal piézoélectrique (figure 1.12). Le cristal étant anisotrope en raison de l'absence de centre de symétrie, les propriétés du milieu notamment les propriétés élastiques vont dépendre du plan de coupe et de la direction de propagation des ondes [28].



Figure 1.12 - Illustration des coupes cristallines dans un cristal

La direction de propagation et la coupe sont en général précisées à partir des angles d'Euler (Ψ , θ , ϕ) qui permettent de décrire l'orientation tridimensionnelle d'un objet par rapport à un référentiel fixe noté (XYZ) (figure 1.13). Le principe est le suivant :

- L'angle Ψ décrit une première rotation autour de l'axe Z afin d'obtenir un nouveau repère (X'Y'Z)
- Ensuite à partir du nouveau repère une seconde rotation d'angle θ autour de l'axe X' est effectuée en donnant le repère (X'Y"Z')
- Enfin on effectue une dernière rotation φ par rapport à l'axe Z' du repère précédent pour générer le repère (X"Y""Z'). Ce dernier repère est obtenu de tel sorte que le plan (OX"Y") correspond à la surface du substrat.



Figure 1.13 - Les Angles d'Euler définissant l'orientation de la surface d'un substrat piézoélectrique

Par ailleurs mis à part les cristaux, les films minces piézoélectriques tels que l'AlN et le ZnO déposés sur des matériaux non piézoélectrique (saphir, diamant...) sont également utilisés comme substrat [29–33]. Contrairement aux cristaux, les propriétés des films minces piézoélectriques sont définies par l'orientation des grains par rapport à la surface du substrat. Par exemple, un film mince d'AlN dont les grains présentent leurs axes c perpendiculaires à la surface du substrat, sera noté AlN (001), puisque les plans cristallins (001) sont parallèles à cette même surface.

On peut également citer d'autres catégories de substrats piézoélectriques tels que les céramiques avec le PZT et les polymères piézoélectriques notamment le PVDF qui sont des poudres de matériaux piézoélectriques dispersés dans un polymère [34]. Depuis peu une catégorie de substrats innovant communément appelé POI (*Piezoelectric On Insulator*) a été proposé pour la fabrication de la dernière génération de filtres SAW 4G/5G [35,36]. Il est composé d'un empilement de trois couches dont une couche de matériau piézoélectrique monocristallin de plusieurs centaines de nanomètres intégrée sur une couche d'oxyde et le tout sur un substrat de silicium. La couche d'oxyde permet de sélectionner et de guider uniquement les ondes à forte vélocité, limitant les pertes et assurant une très haute sélectivité du signal [36].

Le tableau 1.1 présente les caractéristiques des principaux matériaux piézoélectriques

Familles	Matériaux	Angles d'Euler	Vitesse (m/s)	K² (%)	TCF (ppm/°C)	Ref.
	Quartz	(0°;160°;80°)	3677	0,03	-56	[37]
Monocristaux		(90° ; 104° ; - 168°)	3185	0,22	33	
	LiNbO ₃	(0°;90°;90°)	3488	4,817	-93,4	[38,39]
		$(0^{\circ}; 218^{\circ}; 0^{\circ})$	3995	5,34	-72,02	
	LGS	$(0^{\circ}; 90^{\circ}; 0^{\circ})$	2340	0,4	40	[12,40]
		(0°;139°;24°)	2729	0,39	-32,2	
		$(0^{\circ}; 142^{\circ}; 21^{\circ})$	2729	0,5	-29.36	
	AlN/Saphir	(001)	5600	0,3	-23	[41,42]
Films minces	ZnO/Saphir	(001)	2700	1,8	-40	[31,43]
	GaN/Saphir	(001)	3700	0,3	-30	[44]

Tableau 1.1 - Paramètres des principaux matériaux piézoélectriques

Tous ces matériaux utilisés comme substrat pour des dispositifs SAW sont caractérisés par trois principales propriétés à savoir la vitesse de propagation des ondes élastiques (ν), le coefficient de couplage électromécanique (K^2) et le coefficient de température/fréquence (TCF : *Temperature coefficient of frequency*).

• La vitesse des ondes élastiques de surface définit la fréquence f₀ de résonance des dispositifs SAW. Elle est donnée par la relation :

$$f_0 = \frac{v}{\lambda}$$

où λ définie la longueur d'onde élastique.
Le coefficient de couplage électromécanique est un paramètre qui mesure la capacité d'un matériau piézoélectrique à convertir l'énergie électrique en énergie mécanique et vice versa. Elle s'exprime généralement en pourcentage (%) à partir de l'expression suivante [12]:

$$\mathrm{K}^2 = 2 \frac{\mathrm{v}_0 - \mathrm{v}_\mathrm{m}}{\mathrm{v}_0}$$

Avec respectivement v_0 et v_m la vitesse des ondes élastique de surface pour une surface libre et pour une surface métallisée. De façon expérimentale ce coefficient est souvent déterminé par une approximation faisant intervenir les fréquences de résonance f_r et d'antirésonance f_a des résonateurs obtenues en mesurant l'admittance du dispositif SAW [29].

$$K^2 = 2 \frac{f_r - f_a}{f_r}$$

Un fort couplage électromécanique traduit une grande efficacité de conversion du dispositif SAW de l'énergie électrique en énergie mécanique et vice versa. Dans le domaine des filtres cela se traduit également par de faibles pertes d'insertion et de larges bandes passantes.

 Le coefficient de température/fréquence (TCF) traduit la variation de fréquence sous l'effet d'un changement de température. Dans le cas des capteurs SAW de température, le TCF doit en général être le plus élevé possible pour augmenter la sensibilité du capteur, en considérant néanmoins la bande passante autorisée et l'excursion en fréquence totale selon la plage de température définie. On considère également que le TCF peut être modulé par les électrodes des IDTs, en particulier en configuration résonateur.

1.3.3. Les bandes ISM

Les bandes ISM (Industrielles, Scientifiques et Médicales) sont des portions du spectre radioélectrique librement accessibles, allouées par les régulateurs des télécommunications pour des usages spécifiques dans les domaines industriels, scientifique et médical. Elles sont également largement utilisées pour des communications sans fil dans des applications grand public et industrielles. Toutefois, ces bandes sont soumises à des régulations strictes concernant la puissance d'émission et la durée d'utilisation, qui varient selon la bande pour éviter les interférences avec d'autres équipements [45,46]. Il existe plusieurs bandes de fréquences ISM réparties sur le spectre radioélectrique. Certaines sont globales (433 MHz, 2,45GHz, ...) et d'autre régionales (868MHz, 915 MHz, ...) avec des spécifications propres à chaque pays. La figure 1.14 précise les bandes ISM pour la France/Europe. Les bandes à 433 MHz et 2,45 GHz sont les plus exploitées pour les capteurs SAW.



Figure 1.14 - Répartition des bandes de fréquences ISM disponibles en Europe et leurs caractéristiques

La bande à 433 MHz, la plus ancienne pour les capteurs SAW, présente cependant plusieurs limitations qui impactent leurs performances. Premièrement, cette bande réduit la sensibilité des capteurs, directement liée à la fréquence de fonctionnement : par exemple, un capteur opérant à 2,45 GHz offre une sensibilité absolue six fois supérieure pour une même variation de température. De plus, la bande passante à 433 MHz, limitée à 1,74 MHz, restreint la plage de mesure de température. Par exemple, pour un capteur avec une sensibilité de 40 ppm/°C, la plage de mesure se limite à un Δ T de 43°C. Enfin, à 433 MHz, la taille des antennes inversement proportionnelle à la longueur d'onde est relativement grande, dépassant souvent dix centimètres, ce qui est difficilement compatible avec les dimensions réduites des capteurs SAW, dont la surface est d'environ 10 mm².

La bande de 868 MHz, quant à elle, présente l'inconvénient d'être fragmentée en plusieurs sous-bandes avec des puissances maximales variables, et son utilisation est restreinte à l'Europe (tableau 1.2). Aux États-Unis, une bande équivalente plus large autour de 915 MHz est autorisée et elle est plus facilement exploitables pour des capteurs type SAW. La bande de 2,45 GHz s'avère mieux adaptée aux capteurs SAW à haute température grâce à sa large bande passante de 83,5 MHz, permettant des mesures sur une plage de plusieurs centaines de degrés Celsius.

Bandes ISM	Fréquences	Bande passante
A 433 MHz	433,05 – 434,79 MHz	1,74 MHz
	863 – 868,6 MHz	5,6 MHz
A 869 MHz	868,7 – 869,2 MHz	0,5 MHz
	869,3 – 869,65 MHz	0,35 MHz
	869,7 – 870 MHz	0,3 MHz
A 2,45 GHz	2400 – 2483,5 MHz	83,5 MHz

Tableau 1.2 - Bandes passante des bandes ISM le	es plus utilisées	en Europe [45]
---	-------------------	----------------

1.3.4. Principe de fonctionnement sans fils des capteurs SAW

Cas des résonateurs

Dans le cas des capteurs SAW en configuration résonateur, on tire parti de la variation de fréquence causée par la grandeur mesurée notamment la température. L'interrogation d'un résonateur SAW va consister à déterminer sa fréquence propre. En émettant des impulsions à différentes fréquences, le résonateur s'excite lorsqu'il y a une émission proche de sa fréquence de résonance [47]. C'est-à-dire que le résonateur absorbe l'énergie électromagnétique sous forme d'ondes élastiques de surface dans sa cavité résonante. Après l'interruption de l'émission RF par l'interrogateur, le résonateur renvoie à sa fréquence propre l'énergie emmagasinée sous forme d'onde électromagnétique par l'intermédiaire des IDTs connectés à l'antenne du capteur (figure 1.15). Le facteur de qualité Q est un paramètre crucial pour développer des résonateurs SAW performants. Il est défini par le nombre d'oscillations dans la cavité. La détection des oscillations libres du résonateur est plus facile lorsque le facteur de qualité Q du résonateur est élevé, ce qui se traduit par des pertes en énergie plus faibles. Par conséquent, il détermine la précision de la mesure et la distance d'interrogation du capteur. En pratique Q est calculé à partir de la conductance (partie réelle de l'admittance du résonateur Y₁₁) et exprimé par la formule

$$Q = \frac{f_0}{\Delta f_{FWHM}}$$

Avec Δf_{FWHM} la largeur à mi-hauteur et f_0 fréquence maximale de la conductance.

Le coefficient de couplage électromécanique K² du substrat est moins important en configuration résonateur, car l'énergie élastique générée est stockée dans la cavité résonante. En revanche la figure de mérite (FOM) défini comme le produit du facteur de qualité et du coefficient de couplage électromécanique (Q*K²), est également importante pour l'efficacité de ré-émission de la puissance du résonateur. Cependant, Q et K² sont antagonistes, il est donc nécessaire de trouver un compromis en fonction des matériaux, des conceptions, et des contraintes environnementales et légales pour maximiser le FOM [48].



Figure 1.15 - Principe d'un capteur SAW sans fil de type résonateur

Cette configuration ne permet l'identification que de quelques capteurs par multiplexage fréquentiel en raison des faibles bandes de fréquence autorisées par les normes. Cependant le bon rendement de ces dispositifs permet d'envisager des distances d'interrogation importantes.

Cas des lignes à retard

La configuration de type « ligne à retard réflective » est composée d'un IDT connecté à une antenne, ainsi que de réflecteurs placés le long du parcours de l'onde élastique de surface. Ces réflecteurs, généralement constitués de doigts métalliques similaires à ceux de l'IDT, provoquent la réflexion partielle de l'onde de surface en raison des différences d'impédance acoustique entre le substrat et les réflecteurs mais également des conversions mécanoélectriques et électromécaniques. Le principe de fonctionnement d'un capteur SAW sans fil dans cette configuration est relativement simple : un système d'interrogation situé en dehors de l'environnement de mesure envoie régulièrement des signaux radiofréquences vers le capteur. L'IDT convertit ces signaux en ondes élastiques de surface (SAW) via l'antenne, et une partie de ces impulsions se réfléchit sur les divers réflecteurs avant de retourner vers l'IDT. En fin de compte, l'IDT renvoie une série d'impulsions radiofréquences à travers l'antenne vers le système de traitement externe [49]. Toute modification des

conditions environnementales provoque des variations dans le délai entre la réception de chaque écho (figure 1.16).



Figure 1.16 - Principe d'un capteur SAW sans fil de type ligne à retard réflective

Le principal avantage de cette technologie, contrairement au résonateur, réside dans la possibilité d'intégrer et d'interroger simultanément un grand nombre de capteurs dans le même environnement. En effet il est possible d'ajuster le nombre de réflecteurs et la distance les séparant pour créer un code d'identification RF (RFID) propre à chaque capteur facilitant ainsi leur identification au sein du réseau de capteurs. Néanmoins pour éviter les chevauchements entre les signaux réfléchis dans le domaine temporel, les impulsions émises doivent être de courte durée, ce qui implique d'avoir une grande largeur de bande passante (de plusieurs dizaines de mégahertz). La largeur spectrale étant en grande partie dépendante de l'importance du couplage électromécanique K² du substrat utilisé, cette configuration n'est utilisable que si ce paramètre est au moins supérieur à 2%. De même ces dispositifs présentent des pertes d'insertion élevées, entraînant ainsi une ré-émission du signal avec une faible amplitude. Cette baisse du signal restreint considérablement la distance d'interrogation [50].

Compte tenu du substrat utilisé dans nos travaux pour la fabrication des capteurs de température sans fil, à savoir l'AlN/Saphir qui possède un faible couplage électromécanique (0,3%), la configuration de type résonateur sera privilégiée.

1.4. Etat de l'art des capteurs SAW haute température 1.4.1. Substrats haute température

Le quartz est largement utilisé dans l'industrie SAW, notamment pour fabriquer des résonateurs (compte tenu de son faible couplage : 0,03% pour la coupe ST-X) à haut facteur de qualité qui sont essentiels dans les télécommunications [51]. Toutefois, le quartz présente une contrainte majeure pour une utilisation comme substrat haute température: il subit une transition de phase réversible à 573°C, ce qui entraîne une perte significative de ses propriétés piézoélectriques [52,53]. En conséquence, au-delà de 500°C, la performance des dispositifs SAW à base de quartz diminue fortement en raison d'un désordre structural à l'approche de la transition de phase [54], limitant son utilisation à des températures inférieures à cette limite.

L'autre substrat de premier plan dans l'industrie SAW est le niobate de lithium (LN). Ce matériau ferroélectrique est réputé pour ses excellents coefficients de couplage électromécanique, atteignant les 5%, ce qui les rend particulièrement adapté aux dispositifs SAW en configuration ligne à retard. Le LN possède une température de Curie 1200°C. Cependant, d'après Turner *et al.*, la température limite d'utilisation de ce matériau doit être inférieur à la moitié de sa température de curie, au-delà de cette température il subit une dégradation due à la perte des atomes d'oxygène. Aussi, la résistivité électrique du LN baisse lorsque la température augmente atteignant 10⁵ Ω .cm à 600°C [39]. Cette baisse de la résistivité entraîne d'importants courants de fuite qui pourrait détériorer la qualité des signaux SAW.

L'étude des cristaux de niobate de lithium (LN) pour la réalisation des dispositifs SAW met en lumière les différences entre les cristaux de composition congruente (cLN) et stœchiométrique (sLN) en termes de performance à haute température.

En 1998, Hornsteiner *et al.* ont montré que les dispositifs SAW basés sur du cLN avec des IDTs en platine et opérant à 100 MHz maintiennent des pertes d'insertion stables jusqu'à une température de 500°C. Au-delà de cette limite, une augmentation rapide des pertes est observée, probablement due à une augmentation de la conductivité électrique du matériau [54]. Ensuite, en 2003, Hauser *et al.* établissent que les dispositifs SAW basés sur le cLN peuvent fonctionner jusqu'à 400°C avec une durée de vie d'au moins 10 jours. Cependant, cette durée de vie chute drastiquement à quelques heures lorsque la température augmente de 50°C [55]. Ce phénomène, selon les auteurs, n'est pas causé par une dégradation du cristal de cLN lui-même, mais plutôt par une dégradation des IDTs, sans que la nature exacte de ces derniers ne soit spécifiée. Enfin, en 2006, Fachberger *et al.* ont franchi une nouvelle étape en développant des lignes à retard SAW sur le cLN, interrogeables à distance et fonctionnant dans la bande ISM à 2,45 GHz. Ces dispositifs ont montré une durée de vie d'environ 10 jours à 350°C, mais se dégradent rapidement à 400°C, en raison cette fois de la détérioration des IDTs en aluminium [56]. Cette étude représente à ce jour l'état de l'art dans le domaine des capteurs SAW interrogeables à distance pour des applications à haute température.

Les cristaux de cLN, bien que performants jusqu'à environ 400°C, montrent une dégradation rapide à des températures plus élevées en raison d'une baisse de la résistivité électrique d'un ordre de grandeur tous les 100°C jusqu'à 10⁵ Ω.cm à 600°C et du phénomène de ségrégation qui entraîne le passage du matériau à une phase plus stable thermodynamiquement comprenant un mélange de LiNbO₃ et de LiNb₃O₈ [57,58]. En revanche, les cristaux de sLN possèdent une meilleure stabilité thermique. En effet, contrairement aux cristaux de cLN qui présente des lacunes en lithium au sein du cristal entraînant des migrations ioniques à l'origine de son instabilité, les cristaux de sLN ne présentent aucune lacune [59]. De plus, pour les mêmes raisons, le sLN possède une résistivité électrique beaucoup plus élevée que celle du cLN (supérieur à $10^6 \Omega$.cm à 600° C), offrant une solution plus adaptée pour les applications SAW à haute température, malgré les défis liés à leur production [39,60,61]. Les premiers essais ont montré que les capteurs SAW basés sur sLN peuvent fonctionner jusqu'à 600°C [59,62].

La langasite (LGS), un matériau de structure trigonale, se distingue par sa capacité à maintenir ses propriétés à des températures très élevées, jusqu'à 1140°C [63]. Des études ont montré qu'elle peut supporter des températures SAW allant jusqu'à 1140°C lorsqu'elle est associée à des électrodes en iridium. Cependant, la langasite souffre de limitations telles que la baisse de la résistivité électrique avec la température, atteignant 10⁶ Ω .cm à 600°C, ce qui augmente les courants de fuite et dégrade le facteur de qualité des résonateurs SAW [64]. De plus, les pertes en propagation augmentent avec la température à haute fréquence, ce qui limite son utilisation à des fréquences inférieures à 1 GHz [65]. Malgré ces défis, la langasite reste une option viable pour des applications spécifiques nécessitant des températures très élevées. Les températures les plus élevées atteintes pour des mesures SAW sans fil à base de LGS, ont été rapportées par François *et al.*, qui ont fait fonctionner des dispositifs à 434 MHz jusqu'à 700°C [66], et par Pereira da Cunha *et al.*, qui ont utilisé un dispositif SAW fonctionnant à 330 MHz, avec un signal mesuré jusqu'à 760°C [67].

En fin de compte, malgré le potentiel des cristaux de LGS pour les mesures SAW à haute température, ils ne sont pourtant pas adaptés au développement des capteurs SAW de température sans fil et opérant dans la bande ISM à 2,45 GHz, plus avantageuse que la bande à 433 MHz en raison des pertes électroacoustiques qui augmentent avec la température. De plus la LGS est un cristal possédant une faible vitesse des ondes SAW (2700 m.s⁻¹) pour les coupes et directions usuelles. Avec cette vitesse la longueur d'onde des dispositifs SAW à 2,45 GHz est de 1,1 μ m. L'une des alternatives consiste donc à utiliser des substrats hybrides composés des films minces piézoélectriques déposés sur un matériau piézoélectrique ou non. La structure la plus connue est l'AlN/Saphir.

Les couches minces d'AlN (nitrure d'aluminium) ont émergé comme un matériau de choix pour les capteurs SAW à haute température, notamment en raison de leurs propriétés piézoélectriques exceptionnelles [68]. Ce semiconducteur utilisé comme couche buffer pour la croissance des nitrures sur silicium mais aussi comme barrières dans les structures LED pour l'UV et pour les HEMTs [69], possède une température de fusion très élevée, avoisinant 3200°C, et conserve ses propriétés piézoélectriques jusqu'à environ 1150°C [70]. En fonction de l'environnement, la stabilité de l'AlN varie : il commence à se décomposer sous vide à partir de 1040°C,

mais reste stable jusqu'à 1200°C dans une atmosphère N2/H2. En présence d'air, l'AlN subit une légère oxydation dès 700°C [71,72].

L'une des caractéristiques les plus remarquables de l'AlN pour les applications SAW haute température est sa résistivité électrique, qui dépasse $10^{11} \Omega$.cm à 600°C, et reste supérieure à 10¹⁰ Ω .cm même à 1000°C [73]. Cette résistivité est largement supérieure à celle d'autres matériaux piézoélectriques comme la LGS ou le LN, ce qui rend l'AlN particulièrement adapté pour des capteurs SAW. En plus de ces propriétés électriques, l'AlN se distingue par une vitesse de propagation acoustique élevée (environ 5700 m/s), ce qui, associé à de faibles pertes de propagation à haute fréquence, en fait un excellent candidat pour des dispositifs opérant dans la bande de fréquence à 2,45 GHz, souvent utilisée pour les communications sans fil [74]. Pour obtenir toutes ces qualités de l'AlN, il est important d'obtenir des couches minces d'AlN de haute qualité cristalline. Pour cela la croissance de l'AlN doit être faite sur des substrats ayant des paramètres de mailles compatibles, comme le saphir. Ce dernier est particulièrement intéressant pour sa stabilité thermique et ses propriétés électroacoustiques proche de l'AlN [75,76].

Cependant, compte tenu du facteur de couplage électromécanique (K²) relativement faible de l'AlN, autour de 0,3%, son utilisation reste limitée aux résonateurs plutôt qu'à des dispositifs de type ligne à retard.

Des études antérieures sur l'AlN/Saphir ont mis en évidence le fort potentiel de cette structure pour les applications SAW à haute température. En effet, des dispositifs SAW de type résonateur sur AlN/Saphir ont démontré une stabilité remarquable jusqu'à 1050°C sur une durée de plus de 40 heures, tout en conservant de faibles pertes d'insertion malgré l'augmentation de la température [77,78]. De plus, des résonateurs SAW avec des facteurs de qualité dépassant 8000 à 433 MHz et stable jusqu'à 400°C ont confirmé le potentiel de cette structure pour la réalisation des capteurs SAW haute température [79]. **Ces résultats prometteurs ouvrent la voie à des recherches visant à évaluer les performances d'interrogation sans fil des résonateurs SAW sur AlN/Saphir à haute température. C'est dans ce cadre que s'inscrivent les travaux de cette thèse dont l'objectif principale consiste à** 45 développer des capteurs SAW sur AlN/Saphir, capables de fonctionner à haute température dans la bande de fréquence à 2,45 GHz.

1.4.2. Choix de la métallisation

Tout comme les matériaux piézoélectriques, le choix des matériaux pour la réalisation des IDTs opérant à hautes températures est tout aussi primordiale pour la fonctionnalité des dispositifs SAW. Ces matériaux doivent satisfaire à des critères bien spécifiques à savoir :

- Une bonne conductivité électrique pour limiter les pertes par effet Joule,
- Une bonne tenue en température, pour cela la température de fusion doit être supérieure à la température maximale visée,
- Une faible densité (<7 g/cm³) pour limiter l'atténuation des ondes lors de la propagation à travers les IDTs et ainsi envisager un fonctionnement des dispositifs SAW à haute fréquence, domaine où le phénomène prend de l'ampleur,
- Une rigidité élevée pour favoriser des vélocités rapides,
- Enfin, une inertie chimique à haute température.

Les IDTs sont déposés en couches minces dont l'épaisseur varie de quelques dizaines de nanomètre à quelques centaines de nanomètres. Le choix précis de l'épaisseur va dépendre des propriétés du matériau et de l'application visée. Cette épaisseur est liée à la section des IDTs qui intervient dans la formule classique de calcul de la résistance DC d'un conducteur ohmique :

$$R = \rho \frac{L}{s}$$

À partir de cette formule, on peut remarquer que pour une épaisseur trop faible, on aura une résistance électrique élevée au niveau des électrodes, ce qui a pour 46 conséquence une mauvaise qualité de conversion de l'énergie. En revanche une épaisseur trop grande entrainera un amortissement important de l'onde. L'onde reste emprisonnée dans le métal.

L'aluminium est le matériau de référence utilisé pour la réalisation des IDTs en raison de sa faible densité (2,7 g/cm³) et sa faible résistivité électrique (2,8 μ Ω.cm). C'est également un matériau peu couteux du fait de son abondance. Malheureusement sa faible température de fusion de 660°C limite son utilisation à une température maximale de 400°C à cause de l'oxydation. Il se caractérise en plus par des phénomènes d'électromigration, c'est-à-dire le déplacement des atomes d'aluminium causé par un flux d'électrons, qui apparaissent à partir de 300°C et entraînant ainsi une dégradation rapide des IDTs [68,80].

Pour aller au-delà de 400°C, le platine a été massivement utilisé comme alternative à l'aluminium puisqu'il présente une température de fusion autour de 1770°C, une inertie chimique au-dessus de 1000°C, ainsi qu'une résistivité électrique de 10,6 $\mu\Omega$.cm [81,82]. Cependant la limite de fonctionnement des IDTs en platine s'établit autour de 700°C. À partir de cette température les couches minces de platine ont tendance à s'agglomérer c'est à dire à former des îlots séparés les uns des autres qui entraînent la dégradation des IDTs (figure 1.17). Ce phénomène est lié à l'instabilité thermodynamique des couches minces, du fait de la forte tension de surface existant entre le film et le substrat. De plus la densité élevée du platine (21 g/cm³) est un inconvénient majeur pour un usage à haute fréquence notamment à 2,45GHz. En effet à cette fréquence la densité du platine entraîne l'augmentation des pertes viscoélastiques dues aux réflexions au niveau des IDTs. Pour un usage à haute fréquence, il faudra donc que les IDTs en platine aient une épaisseur de quelques dizaines de nanomètre, ce qui augmenterait la résistivité électrique des couches et accélèrerait le phénomène d'agglomération et une augmentation de la résistivité avec la température rédhibitoire aux dispositifs SAW.



Figure 1.17 - Phénomène d'agglomération observé sur un IDT en platine

Les phénomènes d'agglomération peuvent être ralentis en recouvrant les IDTs en platine d'une couche superficielle comme l'alumine (Al₂O₃) ou en utilisant les alliages à base de platine tels que le Pt-10Rh. En effet, Pereira da Cunha *et al.* ont mesuré avec succès un signal SAW basé sur la LGS avec des électrodes en Pt-10%Rh/ZrO2 pendant 5¹/₂ mois à 800°C sous atmosphère d'air [83]. Cependant, le principal inconvénient de ces films est lié à leur résistivité électrique relativement élevée, estimée autour de 150 μ Ω.cm [84].

Finalement, il n'existe aucun matériau capable de satisfaire à tous les critères énumérés plus haut pour la réalisation des IDTs, puisque l'aluminium n'est pas adapté pour les hautes températures et le platine limité à basse fréquence(433MHz). Le défi actuel consiste donc à développer des électrodes de faible densité et capables de résister aux températures élevées tout en gardant une résistivité électrique raisonnable.

Les solutions développées récemment consistent à réaliser des IDTs à partir d'alliages intermétalliques à base d'aluminium car certains de ces matériaux possèdent des températures de fusion nettement plus élevées que l'aluminium et une résistance à l'oxydation suffisante. De plus, contrairement au platine, ces alliages présentent une densité limitée, et un coût nettement inférieur, ce qui est un facteur important pour leur utilisation dans un contexte industriel.

Une première expérimentation a été entreprise en utilisant des électrodes à base de couches minces de RuAl. Cet alliage possède une température de fusion élevée de 2050 °C et une forte résistance à l'oxydation et à la corrosion. Les IDTs à base de RuAl ont démontré des performances remarquables jusqu'à 800°C dans l'air [85]. Cependant, tout comme le platine, sa densité de 8 g/cm³ est une limite pour des applications à haute fréquence [86].

L'alliage de TiAl a été également étudié comme alternative pour un usage SAW hautes températures. En effet une étude longue durée a été réalisé sur des électrodes de TiAl déposées sur des substrats de $Ca_3TaGa_3Si_2O_{14}$ (CTGS). Cette étude révèle que les IDTs en TiAl peuvent être utilisés jusqu'à 500°C pendant au moins 192h et à 600°C pendant 24h. Il convient toutefois de noter que ces résultats intéressants ont été obtenus en déposant une couche protectrice d'AlNO de 20nm d'épaisseur au-dessus des IDTs afin de les protéger de l'oxydation [85,87].

Enfin, des études récentes ont été effectuées dans notre équipe de recherche sur un autre alliage à base d'aluminium, le nickel-aluminium (NiAl). Ce matériau présente une grande résistance à l'oxydation grâce à sa température de fusion de 1640°C, et l'aluminium de cet alliage s'oxyde de façon sélective avec une vitesse de croissance parabolique très faible, kp = 10^{-15} g².cm⁻². s⁻², et en plus la phase NiAl n'est pas déstabilisée dans la mesure où elle admet des écarts à la stœchiométrie relativement importants (environ 10 at%). Sa température TAMMANN (la température pour laquelle les atomes d'un matériau deviennent suffisamment mobiles pour diffuser, elle est définie comme la moitié de la température de fusion en (kelvin) du matériau) de l'ordre de 682°C devrait assurer la stabilité dimensionnelle des IDTs en évitant le phénomène d'agglomération jusqu'à 600°C. Les premiers résultats obtenus sur ce matériau sont très prometteurs et permettent d'envisager des capteurs stables et fonctionnels pendant de longues durées jusqu'à 500°C au moins. En effet Maufay et al. ont montré que des capteurs SAW en configuration R-DL interconnectés restent fonctionnel pendant au moins 10 jours à 500°C et durant 2 jours à 600°C avec des électrodes à base de NiAl [88]. Par ailleurs, sa densité inférieure à 7 g/cm³ permettrait d'envisager la réalisation des dispositifs à hautes fréquences (2,45 GHz).

Le tableau 1.3 résume les principales caractéristiques de quelques matériaux utilisés pour les IDTs hautes températures.

Matériaux	Température de fusion (°C)	Résistivité (μΩ.cm)	Densité (g/cm³)	Oxydation
Al	660	2,8	2.7	Forte
Pt	1170	11,1	21	Aucune aux températures considérées dans l'air
RuAl	2050	16	8	Faible
TiAl	1440	13	4	Moyen
NiAl	1640	9	5,9	Faible

Tableau 1.3 - Caractéristiques des matériaux utilisées pour les IDTs

1.4.3. Encapsulation pour la haute température

L'encapsulation (*Packaging*) des capteurs SAW pour des environnements hautes températures constitue un des défis technologiques majeurs, nécessitant des solutions qui allient robustesse mécanique, résistance à la corrosion et capacité à maintenir des performances optimales sous de telles conditions de température. Le boîtier d'encapsulation joue un rôle clé dans la protection des capteurs SAW en empêchant les polluant extérieures telles que la poussière, l'humidité ou l'oxydation qui peuvent altérer la propagation des ondes élastiques de surfaces et ainsi dégrader la précision des mesures du capteur.

Les techniques d'encapsulation des filtres SAW développés pour l'industrie de la communication ne conviennent pas aux environnements haute température. Pour tenter de répondre à ces exigences, plusieurs approches de conception et de matériaux ont été développées. Dans la plupart des cas, les capteurs SAW haute température sont encapsulés dans un boîtier métallique ou en céramique. Dans le cas des boîtiers métalliques, Klein *et al.* ont proposé un boîtier à base de Kovar (alliage Fe-Ni-Co) [89]. Un second boitier à base d'alliage Inconel avec des techniques d'isolation spécifiques était développé par Da Cunha [90]. Ces boîtiers assurent une bonne protection mécanique et une isolation efficace. Cependant, à haute température, l'oxydation de la surface des matériaux peut rendre difficile l'interconnexion fiable des différents composants du capteur.

En réponse à ces limitations, le packaging en céramique HTCC (High Temperature Co-Fired Ceramic) propose une alternative plus robuste et résistante à l'oxydation. Ce boîtier utilise des matériaux céramiques recuits à haute température, offrant une meilleure performance dans des environnements à haute température. Le packaging HTCC peut être hermétiquement fermé, avec une cavité interne sous vide, ou remplie de gaz inerte, ce qui est important pour le fonctionnement optimal des dispositifs SAW [91,92]. Cependant, ces boîtiers sont moins courants que les boîtiers métalliques en raison du coût et de la complexité du procédé de fabrication [93]. Toutes ces techniques d'encapsulation ne résolvent pas toutes les difficultés rencontrées à haute température. En effet les interconnexions, généralement des soudures classiques entre le capteur encapsulé et son antenne ne supportent pas des températures au-delà de 300°C, ce qui limite les performances et la durée de vie des dispositifs à haute température. Les soudures laser ont été explorées comme une solution potentielle, car elles permettent de créer des connexions robustes et localisées. Toutefois, leur mise en œuvre reste techniquement complexe. Le développement de nouvelles approches sur la protection des capteurs SAW devient nécessaire.

Pour surmonter ces limitations, un axe essentiel de notre étude sera de nous affranchir des interconnexions physiques en explorant des solutions de couplage électromagnétique de proximité. Ces technologies, qui ne nécessitent pas de contact direct entre le capteur et son antenne, pourraient non seulement améliorer la résistance aux températures élevées, mais aussi augmenter la durée de vie des dispositifs à haute température.

1.5. Conclusion et Objectifs de la thèse

Initialement utilisés comme filtres dans l'industrie des télécommunications, les dispositifs à ondes élastiques de surface (SAW) ont connu depuis deux décennies un essor considérable dans le domaine des capteurs, puisqu'ils sont très sensibles aux variations des paramètres physiques de l'environnement : température, gaz, pression, force, déformation, rayonnement, etc. Leur principal atout réside dans leur caractère passif, c'est-à-dire qu'ils ne nécessitent aucune source d'énergie interne, ce qui les rend particulièrement adaptés pour les mesures sans fils notamment dans des environnements hautes températures. La réalisation des capteurs SAW pour les applications haute température nécessite de choisir minutieusement les matériaux constitutifs du capteur.

Ce chapitre a été dans un premier temps consacré aux généralités qui régissent les dispositifs SAW, notamment la piézoélectricité et le principe de génération des ondes élastiques de surface. Nous avons par la suite passé en revue les potentiels matériaux constitutifs des capteurs SAW haute température, notamment les substrats piézoélectriques et les matériaux pour les électrodes. Concernant les substrats piézoélectriques, il en ressort deux substrats capables d'opérer à haute température audelà de 500°C : la langasite et la structure bicouche AlN/Saphir. Bien que la langasite réponde aux défis de la haute température, ses pertes acoustiques qui augmentent avec la température à haute fréquence limitent son utilisation en sans-fil à la bande ISM à 433 MHz, moins avantageuse que celle de 2,45 GHz. Il ne reste plus que l'AlN/Saphir, qui offre des propriétés de résistance en température remarquables, pouvant aller jusqu'à 700°C dans l'air, et des faibles pertes à haute fréquence. Cependant, son potentiel en mode sans fil à haute fréquence reste encore à démontrer.

L'objectif principal de ce projet de thèse consistera donc à développer des capteurs SAW de température, basés sur la structure AlN/Saphir, fonctionnant dans la bande ISM à 2,45 GHz, interrogeables à distance et capables de résister aux contraintes des hautes températures jusqu'à 600°C. Des IDTs seront premièrement développés en aluminium du fait de ses excellentes propriétés à haute fréquence, puis en NiAl pour atteindre la température de fonctionnement visée (600°C).

Un autre défi majeur des capteurs SAW sans fil à haute température concerne les interconnexions capteur-antenne-package. Le développement de solutions sans fil compatibles reste complexe. En effet, les soudures classiques fondent au-delà de 300°C, et les soudures laser, bien qu'envisageables, sont délicates à mettre en œuvre. Le second objectif de cette étude sera donc de proposer un système permettant de s'affranchir des interconnexions.

Chapitre 1.

Chapitre 2. Techniques de fabrication et de caractérisation des capteurs SAW

2.1. Introduction

La fabrication de dispositifs à ondes élastiques de surface (SAW) requiert une maîtrise de compétences multidisciplinaires, combinant la microfabrication en salle blanche, la caractérisation électrique (en courant continu et en radiofréquences), ainsi que l'analyse physico-chimique des matériaux. La propagation des ondes élastiques de surface, qui constitue le cœur du fonctionnement des dispositifs SAW, est étroitement liée aux propriétés physiques des matériaux utilisés, telles que leur structure cristalline, leurs propriétés élastiques et leur nature piézoélectrique. Une connaissance approfondie de ces matériaux et des techniques de fabrication est donc essentielle pour optimiser les performances des dispositifs. La qualité des couches minces d'AlN et la maîtrise des procédés de fabrication des électrodes interdigitées (IDTs) influencent directement les caractéristiques fonctionnelles des dispositifs SAW.

Ce chapitre vise à fournir une compréhension détaillée de chaque étape du processus de fabrication et de caractérisation, en montrant comment chacune des techniques contribue à l'obtention de dispositifs SAW performants. Nous présenterons d'abord les techniques de dépôt de couches minces utilisées. Ensuite, les méthodes de caractérisation des matériaux seront détaillées, permettant d'analyser la qualité des films déposés. Enfin, nous décrirons les techniques de fabrication des dispositifs SAW et les protocoles de caractérisation électrique utilisés pour évaluer leurs performances.

2.2. Dépôt des couches minces

Il existe plusieurs techniques de dépôt de couches minces, et les propriétés des couches dépendent de la méthode utilisée. Le choix de la technique se fait donc en fonction des caractéristiques recherchées. Pour notre étude, nous avons opté pour la pulvérisation cathodique et l'évaporation par faisceau d'électrons. Ces méthodes sont largement utilisées dans la recherche et l'industrie en raison de leur simplicité de mise en œuvre et de leur capacité à produire des couches homogènes, denses et de haute qualité.

2.2.1. Pulvérisation cathodique

Également appelée *sputtering*, cette technique de dépôt physique en phase vapeur (PVD) repose sur le bombardement d'une cible solide (le matériau à déposer) par des ions énergétiques issus d'un plasma. Le processus se déroule généralement dans une chambre sous vide afin de minimiser la contamination et de contrôler précisément l'environnement de dépôt. La première étape consiste à créer un plasma en ionisant un gaz inerte, généralement de l'argon, à l'intérieur de la chambre sous l'effet d'une tension élevée entre une anode et une cathode (la cible). Les électrons libres sont accélérés par le champ électrique et entrent en collision avec les atomes du gaz, les ionisant pour former un plasma. Les ions Ar+ générés sont attirés vers la cathode en raison de la différence de potentiel électrique. Lorsqu'ils frappent la surface de la cible, ils transfèrent leur énergie cinétique aux atomes de la cible, qui sont alors éjectés. Ces atomes ou molécules se déplacent dans l'enceinte et se déposent sur le substrat, formant ainsi une couche mince par condensation (figure 2.1).



Figure 2.1 – (a) Schéma de principe de la pulvérisation cathodique, (b) photographie d'un plasma dans l'enceinte de pulvérisation

La pulvérisation cathodique présente plusieurs avantages qui en font une technique de choix pour le dépôt des couches minces. Elle offre une grande flexibilité dans le choix des matériaux à déposer, qu'il s'agisse de métaux, d'alliages, d'oxydes, de nitrures ou de polymères. Elle permet également un contrôle précis des paramètres de dépôt tels que la pression du gaz, la puissance du plasma et la température de dépôt. Par exemple, une pression de gaz plus faible améliore la cristallisation du film en réduisant les collisions entre les atomes éjectés et les molécules de gaz, tandis qu'une puissance de plasma élevée accélère le dépôt, mais peut introduire des défauts structurels. Il est donc essentiel de trouver un compromis optimal entre ces paramètres pour obtenir des couches de haute qualité.

En plus de ces avantages, plusieurs variantes de la pulvérisation cathodique existent pour répondre à des applications spécifiques. La pulvérisation cathodique DC, qui utilise un courant continu, est adaptée aux matériaux conducteurs mais inadaptée aux isolants en raison de l'accumulation de charges à la surface. La pulvérisation RF surmonte cet obstacle en utilisant un champ électrique alternatif, ce qui permet le dépôt de matériaux diélectriques. La pulvérisation réactive, quant à elle, introduit un gaz réactif comme l'oxygène ou l'azote pour former des composés tels que des oxydes ou des nitrures. Enfin, la pulvérisation magnétron utilise des champs magnétiques pour augmenter la densité du plasma et accélérer le dépôt (figure 2.2). Ce procédé peut être utilisé en mode DC ou RF [94]. Dans ces travaux, la pulvérisation magnétron est privilégiée pour son efficacité et pour la qualité des couches obtenues.



Figure 2.2 – (a) Schéma d'une cathode magnétron, (b) lignes de champs magnétiques associées

Un système de pulvérisation cathodique d'Alliance Concept DP650 est utilisé pour le dépôt de couches minces d'alliage nickel-aluminium (figure 2.3). Il est équipé d'un sas manuel facilitant le chargement et le déchargement des échantillons sous vide primaire (5×10^{-2} mbar). Les échantillons sont ensuite transférés dans une chambre sous vide secondaire (10^{-7} mbar) dotée de six cathodes avec des cibles de 4 pouces. Trois lignes de gaz permettent l'introduction d'argon (Ar), de diazote (N₂) et de dioxygène (O₂), offrant ainsi la possibilité de contrôler les conditions de dépôt ou de réaliser des dépôts réactifs. Le porte-substrat, positionné à 10 cm des cibles, peut être chauffé jusqu'à 650°C pour améliorer la qualité des couches déposées. Le système utilise des générateurs DC ou RF, en fonction des matériaux à déposer, et est entièrement contrôlé via une interface utilisateur intuitive.



Figure 2.3 - Photographie du bâti de pulvérisation utilisé

Les paramètres de dépôts à chaud des couches minces de NiAl sont donnés dans le tableau 2.1.

Cible	Alliage NiAl(50/50)
Gaz	16 sccm Ar
Pression du gaz	3.10 ⁻³ mbar
Température de l'élément chauffant (consigne)	500°C
Température du porte échantillon	307°C
Puissance	150 W RF
Durée de dépôt	0,213 nm/s

Tableau 2.1 - Paramètres de dépôt par pulvérisation cathodique des couches minces de NiAl

2.2.2. Evaporation par faisceau d'éléctron

L'évaporation est également un procédé PVD consistant à chauffer un matériau source jusqu'à son point de fusion, en utilisant un creuset chauffé par effet joule ou en utilisant un canon à électrons dans les bâtis modernes. Les atomes évaporés se déposent ensuite par condensation sur un substrat pour former un film mince (figure 2.4). Ce processus se déroule généralement dans une chambre à vide poussé (10⁻⁷ mbar) afin de minimiser les collisions entre les particules vaporisées et les molécules de gaz, garantissant ainsi une trajectoire libre pour les atomes jusqu'au substrat (figure 2.5). Le vide permet également d'assurer une haute pureté du film déposé et un contrôle précis de son épaisseur. De plus, une balance à quartz est utilisée pour mesurer cette épaisseur en fonction de la variation de la fréquence d'oscillation due au dépôt. Cette technique a été utilisée pour les dépôts des couches d'aluminium.



Figure 2.4 - Schéma de principe de l'évaporation par faisceau d'électron [95]



Figure 2.5 - Photographie du bâti d'évaporation utilisé

2.2.3. Croissance des couches minces d'AlN par MOCVD

La MOCVD (*Metal Organic Chemical Vapor Deposition*) repose sur la décomposition de précurseurs chimiques organométalliques en phase vapeur pour la croissance d'une couche mince de matériaux sur un substrat. Dans ce procédé, un substrat, chauffé généralement entre 500°C et 1400°C, est exposé à un flux de gaz contenant des précurseurs tels que le Triméthylaluminium (TMA, Al(CH₃)₃) et l'ammoniac (NH₃) pour la croissance de couches de nitrure d'aluminium (AlN). Lorsqu'ils atteignent le substrat chauffé, les précurseurs se décomposent thermiquement pour libérer respectivement des atomes d'aluminium et des atomes d'azote. Ces atomes réagissent alors directement sur la surface du substrat pour former une couche mince d'AlN selon la réaction :

$$Al(CH_3)_3 + NH_3 \rightarrow AlN + 3CH_4$$

Les sous-produits gazeux générés au cours de cette réaction, notamment le méthane (CH4), sont ensuite évacués de la chambre par un système de pompage pour éviter toute contamination de la couche.

Toutes les couches d'AlN (002) utilisées dans nos travaux ont été élaborées par cette technique sur des wafers de saphir (0001) de 2 pouces. Ces wafers ont ensuite été découpés en plusieurs bouts de 12 mm x 10 mm. Une première série d'échantillons d'AlN/Saphir, avec des couches d'AlN de 1 µm d'épaisseur, a été achetée auprès de la société MTI Corporation (Richmond, CA). Dans le but de contrôler la qualité cristalline et l'épaisseur de nos couches, qui influent sur la réponse des dispositifs SAW, une collaboration a été mise en place avec des collègues du CRHEA (Maxime Hugues, Florian Bartoli, Eric Frayssinet et Benjamin Damilano) pour la croissance de couches d'AlN supplémentaires. Ils nous ont fourni une deuxième série d'échantillons d'AlN/Saphir, dont l'épaisseur était de 600 nm. Le tableau 2.2 donne les paramètres de croissance de l'AlN du CRHEA.

Précurseur pour Al	TMA (Al(CH3)3), 78 sccm
Précurseur pour N	$ m NH_3$, 50 sccm
Température de consigne	1350 °C
Température mesurée à la surface de l'échantillon	1125 °C
Vitesse de croissance	0,792 μm/h

Tableau 2.2 Paramètres de croissance des couches minces d'AlN, CRHEA

2.3. Techniques de caractérisation des matériaux

Les couches déposées par les différentes techniques décrites dans la section 2.2 ont été caractérisées à l'aide de plusieurs méthodes. Cette analyse vise à évaluer la morphologie et la qualité cristalline des films minces obtenus

2.3.1. La diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X (DRX) est une technique de caractérisation non destructive qui permet de déterminer les orientations cristallines ainsi que la taille des grains. Cette méthode repose sur l'interaction entre un faisceau de rayons X et le matériau. Lorsqu'un matériau est irradié par des rayons X, ces derniers sont réfléchis dans toutes les directions. La diffraction se produit sous certaines conditions, notamment lorsque les rayons réfléchis par des plans cristallins parallèles interfèrent constructivement (figure 2.6). Cette condition, connue sous le nom de loi de Bragg, est exprimée par l'équation :

2.
$$d. \sin\theta = n. \lambda$$

Avec d étant la distance inter-réticulaire, θ l'angle d'incidence du faisceau, n l'ordre de diffraction et λ la longueur d'onde du faisceau des rayons X.



Figure 2.6 - Schéma illustrant la loi de diffraction de Bragg

L'un des principaux atouts de la technique de DRX réside dans sa grande polyvalence. En effet, elle peut être adaptée à différentes configurations expérimentales en fonction des informations que l'on souhaite obtenir.

La configuration θ -2 θ

La configuration θ -2 θ est une des configurations les plus couramment utilisées. Dans cette configuration, la source de rayons X et le détecteur se déplacent de manière synchronisée de telle sorte que l'angle θ corresponde à l'angle entre le faisceau incident et la surface de l'échantillon et 2 θ représente l'angle entre le faisceau diffracté et le faisceau incident. Comme la source de rayons X est généralement plus lourde, il est fréquent de garder la source fixe, tout en faisant bouger l'échantillon et le détecteur (figure 2.7). En faisant varier ces angles, on détecte ainsi les rayons diffractés par les plans cristallins parallèles à la surface de l'échantillon, ce qui permet de déterminer l'orientation des cristallites de films.



Figure 2.7 – Configuration θ -2 θ

Si l'échantillon est polycristallin, les grains sont orientés de manière aléatoire, ce qui se traduit sur le diagramme θ -2 θ par la présence de nombreux pics correspondant aux différentes orientations des plans comme illustré dans la figure 2.8(a). À l'inverse, un seul pic indique une orientation privilégiée, caractéristique d'un film monocristallin avec une seule orientation (figure 2.8(b)). L'absence de pics suggère une structure amorphe, sans plans cristallins alignés parallèlement à la surface (figure 2.8(c)). Dans le cas des couches minces d'AlN, la texturation est indispensable. Elle permet à toutes les cristallites d'être alignées de manière à présenter des propriétés piézoélectriques homogènes, essentielles au bon fonctionnement des dispositifs SAW. Cette configuration permet également de déterminer la présence de contraintes dans le film. En effet ces contraintes ont pour effet de modifier la distance interatomique dhkl, ce qui se traduit par un décalage du pic de diffraction par rapport à sa position théorique.



Figure 2.8 - diagramme θ -2 θ : (a) film d'AlN (002) polycristallin déposé sur saphir, (b) film mince d'AlN (002) texturé déposé sur saphir, (c) film de NiAl amorphe déposé sur du verre qui est également amorphe

Dans le cadre de nos travaux, un diffractomètre de marque D8 Advance-Burker configuré en mode θ -2 θ Bragg-Brentano a été utilisé. Il est équipé d'un monochromateur permettant de discriminer la longueur d'onde K α_1 du cuivre ($\lambda =$ 1,54056 Å).

Même si le film est hautement texturé, l'orientation des grains n'est jamais parfaite. Une seconde configuration appelée rocking curve donnera une indication de la qualité cristalline et notamment du degré de désorientation des différents grains [96].

Configuration « rocking-curve »

Le principe de cette méthode consiste à fixer la source de rayons X et le détecteur de manière que seuls les plans atomiques spécifiques, dans notre cas les plans (002) de l'AlN, soient capables de diffracter. L'échantillon est ensuite pivoté autour d'un axe perpendiculaire au plan incident, en faisant varier l'angle ω entre le faisceau incident et les plans (002). Cette rotation permet aux plans légèrement désorientés de diffracter à leur tour, tandis que l'angle 2 θ reste constant (figure 2.9).



Figure 2.9 - Schéma d'obtention d'un rocking-curve

La courbe obtenue mesure la dispersion angulaire des cristallites et permet d'évaluer leur désorientation (figure 2.10). L'interprétation repose sur la largeur à mihauteur du pic (FWHM : *Full Width at Half Maximum*) : un pic étroit indique un bon alignement des cristallites et donc une haute qualité cristalline, tandis qu'un pic large traduit une désorientation plus marquée, souvent liée à des défauts ou des distorsions dans le réseau cristallin.



Figure 2.10 – Rocking-curve obtenu sur des couches minces d'AlN d'orientation (002) [97]

2.3.2. Microscopie à force atomique (AFM)

L'AFM (Microscopie à Force Atomique) est une technique de microscopie qui permet de cartographier la topographie d'une surface avec une résolution nanométrique, en sondant les reliefs de l'échantillon. Il est constitué d'une pointe extrêmement fine, de l'ordre du nanomètre, placée au bout d'un levier (cantilever), et d'un système optique utilisant un laser pour détecter les déviations de la pointe. Lorsque la pointe est déplacée le long de la surface d'un échantillon, elle interagit avec cette dernière via des forces de type Van der Waals. Le faisceau laser, réfléchi sur le cantilever, détecte les déviations de la pointe lorsqu'elle interagit avec la surface, permettant ainsi de mesurer la hauteur de la pointe et de cartographier le profil de la surface (figure 2.11). Le mode tapping, fréquemment utilisé, consiste à faire osciller la pointe à sa fréquence de résonance lors de son déplacement. Cette technique permet de mesurer la topographie de manière plus précise, tout en limitant l'usure de la pointe, puisqu'elle touche moins souvent la surface [98]. Nous avons utilisé cette technique pour mesurer la rugosité de surface des films d'AlN.



Figure 2.11- Schéma du prince de l'AFM

2.3.3. La microscopie électronique

Microscopie électronique à balayage

La Microscopie Électronique à Balayage (MEB) est une technique d'imagerie qui repose sur les interactions entre électrons et matière. Dans un MEB, un faisceau d'électrons émis par un canon est focalisé sur la surface de l'échantillon grâce à un système de lentille. Lors de cette interaction, plusieurs types de signaux sont générés. Les électrons de faible énergie, appelés électrons secondaires, fournissent des informations sur la topographie de la surface de l'échantillon, tandis que les électrons de forte énergie, ou électrons rétrodiffusés, permettent de distinguer les différentes phases d'un matériau en fonction de leur composition chimique (imagerie de contraste chimique). En outre, lorsque le faisceau d'électrons interagit avec l'échantillon, il peut exciter les atomes, provoquant l'émission de rayons X caractéristiques. La collection de ces rayons X permet une analyse qualitative et quantitative des éléments chimiques présents dans l'échantillon analysé (spectroscopie). Cette méthode est appelée *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (EDXS).

La caractérisation de nos échantillons par cette technique permet d'analyser les irrégularités éventuelles à la surface et de mesurer les dimensions de nos dispositifs SAW, telles que la longueur d'onde et la largeur des électrodes, après leur fabrication.

Microscopie électronique à transmission

La microscopie électronique à transmission (TEM : *Transmission Electron Microscopy*) est une technique de microscopie permettant d'observer des échantillons à l'échelle atomique en utilisant un faisceau d'électrons de haute énergie. La source produit des électrons accélérés sous une tension de plusieurs centaines de kV, générant un faisceau dont la longueur d'onde est de l'ordre de quelques picomètres ce qui permet d'atteindre une résolution de l'ordre de quelques angströms. Cette technique nécessite une préparation préalable des échantillons. En effet, pour que les électrons traversent efficacement l'échantillon, celui-ci doit être extrêmement mince, généralement inférieur à 200 nm d'épaisseur. Cette préparation est réalisée par faisceau d'ions focalisé (FIB pour *Focused Ion Beam*), une technique qui permet de découper avec précision des zones spécifiques de l'échantillon pour en extraire des lames fines. Le FIB est un appareil dual-beam combinant un microscope électronique à balayage (MEB) et une colonne ionique, qui émet un faisceau d'ions Gallium (Ga+) pour l'amincissement ciblé des échantillons (figure 2.12).

La microscopie électronique à transmission a été utilisée dans cette étude pour analyser l'état d'oxydation des électrodes des SAW après des recuits long durées. Toutes les préparations des lames et observations au TEM ont été réalisées par le Centre de Compétences Microscopies, Microsondes et Métallographie (CC 3M) de l'Institut Jean Lamour (IJL)



Figure 2.12 – Image d'une lame FIB des électrodes en NiAl déposées sur AlN/Saphir.

2.4. Procédés de fabrications des IDTs

2.4.1. La lithographie

La lithographie est un procédé de microfabrication qui permet de transférer des motifs dans une fine couche de résine sensible à un rayonnement spécifique. Il existe plusieurs techniques de lithographie selon la source de rayonnement utilisée. On peut par exemple citer la lithographie optique (ou photolithographie), qui utilise une source de photons UV, la lithographie électronique, qui utilise un faisceau d'électrons et la lithographie ionique qui utilise un faisceau d'ions.

Pour la fabrication de nos dispositifs, nous avons principalement utilisé la lithographie électronique, en raison de sa capacité à produire des motifs de très haute précision. La photolithographie a également été utilisée pour certaine fabrication.

La photolithographie

En lithographie optique, les motifs sont transférés à partir d'un masque contenant les motifs à exposer. Ce masque est composé d'une plaque de verre transparent aux UV, recouverte d'une couche de chrome dans laquelle les motifs sont gravés. La figure 2.13 présente le masque utilisé pour la réalisation des plans de masse des antennes à résonateur diélectrique (DRA) que nous étudierons dans la suite de ce manuscrit.



Figure 2.13 - Photographie d'un masque optique utilisé pour la fabrication des antennes DRA

Lors de la photolithographie, nos échantillons sont exposés aux rayons UV à l'aide d'un équipement de photolithographie MJB4 de SUSS MicroTec, sur lequel un masque contenant les motifs à reproduire a été placé (figure 2.14). L'équipement

accepte des masques de tailles allant de 4 à 5 pouces, ainsi que des échantillons de dimensions allant de 100 mm² à des wafers de 4 pouces. Avant l'exposition, il est important de positionner avec précision les motifs du masque par rapport au substrat. Pour cela, des motifs d'alignement sont souvent intégrées au masque afin de faciliter le processus. L'alignement obtenu permet une précision de $\pm 1 \mu m$. Une fois cet alignement effectué, le masque est placé en contact direct avec l'échantillon sous vide, afin de limiter les effets de diffraction et de garantir un transfert précis des motifs pendant l'insolation. La source lumineuse utilisée est une lampe au mercure, émettant un rayonnement à 365 nm, ce qui permet d'atteindre une résolution de 300 nm pour les motifs reproduits.



Figure 2.14 - Aligneur de masque MJB4 (SUSS MicroTec) pour les procédés de photolithographie

La Lithographie électronique

Cette technique permet de dépasser la limite de résolution de la photolithographie en utilisant un faisceau d'électrons pour exposer directement la résine, c'est-à-dire sans masque physique. Dans le cas idéal, elle peut atteindre une résolution de 10 nm sur le système : le RAITH 150 TWO. Le faisceau balaie la surface de l'échantillon pour réaliser les motifs préalablement définis dans un logiciel de commande (figure 2.15). Cette caractéristique offre une flexibilité pour la réalisation des dispositifs. On peut par exemple modifier les dimensions de nos dispositifs sans
avoir recours aux masques physiques qui peuvent être couteux mais aussi imposent des délais de fabrication.



Figure 2.15 – Dessin des motifs du résonateur SAW à réaliser

Cependant, cette technique d'écriture directe reste lente comparée à la photolithographie qui expose tout le masque en quelques secondes. En effet l'exposition de la résine par le faisceau d'électrons se fait pixel par pixel en couvrant l'ensemble des pixels qui forment le motif. Le faisceau reste un certain temps τ (dwell time) sur le même pixel, puis il se déplace d'un nombre entier p de pixels (le step size) pour insoler le pixel suivant du motif et ainsi de suite. La vitesse d'écriture dépend donc directement de la taille du motif : plus celui-ci est grand, plus l'exposition est longue. La lithographie électronique est donc plus adaptée pour la réalisation des prototypes ce qui est souvent le cas dans nos activités de recherche.

Le paramètre fondamental mesurant le degré d'exposition de la résine est appelé la dose. Elle définit la quantité de charges qui bombardent une unité de surface de résine et s'exprime généralement en μ C.m⁻². La dose nécessaire pour provoquer l'exposition de la résine est appelée sensibilité de la résine. Le dwell time τ , le step size p, et le courant I du faisceau, sont liés à la dose D reçue par la résine à travers la relation suivante :

$$D = \frac{I \times \tau}{p^2}$$

Dans le cadre de ces travaux de thèse, nous avons utilisé un équipement de lithographie à faisceau gaussien permettant d'atteindre une résolution de 50 nm : le RAITH 150 TWO (figure 2.16).

L'équipement est principalement composé d'une colonne électronique, d'une chambre d'exposition et d'un sas. La colonne électronique comprend un canon à électrons pour produire et accélérer les électrons. La source d'électrons utilisée est une pointe Schottky à effet de champ composée de tungstène (W) recouverte d'une couche d'oxyde de zirconium (ZrO). L'émission des électrons se fait en chauffant la pointe grâce à l'application d'une tension d'extraction qui peut aller de 100 V à 30 kV. Cette colonne comprend également des lentilles électromagnétiques dont le rôle est de focaliser le faisceau à la surface de l'échantillon, de corriger les différents effets d'aberration, et d'assurer le déplacement du faisceau sur la surface de l'échantillon. La chambre d'exposition est équipée d'un système de déplacement mécanique permettant de déplacer le porte-échantillon dans les deux directions orthogonales. Un système d'amortissement des vibrations mécaniques est présent pour minimiser les vibrations. Le sas permet le chargement et le déchargement des échantillons à l'aide d'un porteéchantillon.



Figure 2.16 - Appareil de lithographie électronique RAITH150 Two utilisé pour la fabrication des dispositifs SAW

2.4.2. Etapes de fabrications des dispositifs SAW

Deux procédés de fabrications ont été mis en œuvre pour la réalisation des dispositifs SAW présentés dans ce mémoire : un procédé de lift-off et un procédé de gravure. Le choix du procédé dépend de la technique de dépôt utilisée pour la fabrication des IDTs.

Avant tout procédé les échantillons sont préalablement nettoyés. Cette étape garantit la qualité de la surface du substrat, en éliminant les impuretés telles que les graisses et les poussières qui pourraient entraîner des défauts lors du processus de fabrication.

Le protocole de nettoyage se déroule en plusieurs étapes. Tout d'abord, l'échantillon est plongé dans un bain d'acétone aux ultrasons pendant 5 minutes, ce qui permet de retirer les graisses et les contaminants organiques. Ensuite, il est transféré dans un bain d'isopropanol (IPA) aux ultrasons pendant 5 minutes, afin de retirer les résidus organiques restants. Un bain de RBS à 2 % aux ultrasons pendant 5 minutes est ensuite utilisé pour un nettoyage en profondeur de la surface. Après cette étape, l'échantillon est rincé à l'eau déionisée puis séché à l'aide d'un flux d'azote pour éliminer les dernières traces de produits chimiques. Enfin, une déshydratation de l'échantillon est réalisée à 115°C pendant 2 minutes, afin d'éliminer toute humidité résiduelle.

Cas des électrodes en aluminium

Enrésinement : À cette étape une bicouche de résine positive en PMMA/MA 06 + PMMA 02 est appliquée sur le substrat par centrifugation à l'aide d'une tournette. Chaque couche de résine est étalée pendant 90 s à une vitesse de 5000 rpm et une accélération de 7000 rpm/s. L'échantillon est ensuite recuit après chaque enduction de résine à 180°C pendant 5 min. L'épaisseur totale de résine est de 330 nm.

Un des problèmes majeurs de la lithographie électronique est l'accumulation locale de charges sur des échantillons hautement résistifs. En raison de la faible conductivité du

matériau, ces charges ne peuvent pas être dissipées, ce qui entraîne des déviations du faisceau électronique. Ces déviations peuvent provoquer des expositions décalées ou déformées, rendant les structures réalisées inutilisables. Pour évacuer ces charges statiques, une couche supplémentaire de 50 nm de résine conductrice Electra 92 (AR-PC 5090.02) est appliquée au-dessus de la bicouche, puis recuite à 90°C pendant 2 minutes.

Exposition : La résine est ensuite exposée à un faisceau d'électrons avec une dose de 60 μ C/m². Les réglages utilisés pour l'exposition sont les suivants : une tension d'accélération des électrons de 20 kV, un diamètre du diaphragme structurant le faisceau de 10 μ m, une distance entre la pointe d'émission et l'échantillon de 7 mm, et un courant de faisceau de 50 pA. La durée d'exposition pour un dispo est de 2h30 min.

Développement : Cette étape consiste à révéler les motifs créés lors de l'exposition. Tout d'abord, l'échantillon est trempé dans de l'eau déionisée pendant 1 minute et séché pour retirer la résine conductrice. Ensuite, la résine exposée est dissoute pendant 1 minute dans un développeur composé d'un mélange de MIBK (Methyl Isobuthyl Ketone) et d'IPA en proportion 1:3. La réaction chimique est arrêtée en plongeant l'échantillon dans de l'isopropanol pendant 30 secondes.

Métallisation : Après la création des motifs, une couche mince d'aluminium de 80 nm d'épaisseur est déposée par évaporation par faisceau d'électrons.

Lift-off : La structuration de la couche d'Al se fait par un procédé de *lift-off*. L'échantillon est plongé dans le *remover*, une solution chimique spécialement formulée pour dissoudre la résine sans altérer les couches métalliques déposées. Pour accélérer le processus de dissolution le *remover* est chauffé à 80°C. L'échantillon reste dans cette solution pendant environ 1 heure, le temps nécessaire pour que toute la résine non protégée par le métal se dissolve. Pour assurer un retrait complet de la résine, une pipette est utilisée pour diriger doucement le flux du *remover* sur les zones critiques, aidant ainsi à détacher les résidus de résine récalcitrants. Une fois la résine dissoute, l'échantillon est soigneusement rincé à l'IPA pour éliminer toute trace de *remover* et de résine dissoute, puis séché à l'aide d'un flux d'azote.

 1. Echantillon
 2. Enrésinment

 AlN/Saphir
 AlN/Saphir

 3. Exposition
 4. Développement

 AlN/Saphir
 AlN/Saphir

 5. Métallisation
 6. Lift-off

 AlN/Saphir
 AlN/Saphir

La figure 2.17 présente les différentes étapes du procédé de fabrication par lithographie électronique des IDTs à base d'aluminium.

Figure 2.17 - Procédé de fabrication des résonateurs SAW Al/AlN/Saphir

Le résultat obtenu est illustré dans les figures 2.18.



Figure 2.18 - Vue de dessus des IDTs en Al : à gauche l'image de microscopie optique après développement et à droite l'image MEB après lift-off

Cas des électrodes à base de nickel aluminium

La fabrication des capteurs SAW avec des électrodes en alliage nickelaluminium a représenté un défi technique pour nous. Compte tenu des dimensions des dispositifs à 2,45 GHz, le procédé privilégié combine la lithographie électronique et le lift-off, comme décrit dans le cas de l'aluminium. Ce procédé nécessite le développement d'un processus de dépôt par évaporation pour le NiAl qui exige beaucoup de temps pour l'optimisation des paramètres garantissant une composition homogène de l'alliage. Pour surmonter ces contraintes, nous avons opté pour un procédé combinant lithographie électronique, pulvérisation cathodique avec une cible de pureté de 99,99 % et un ratio stœchiométrique de 50/50 %, ainsi que la gravure.

Dans un premier temps, la gravure sèche par faisceau ionique (IBE) a été utilisée. Cependant, ce procédé s'est révélé contraignant en raison des dimensions de nos structures et du redépôt des atomes pulvérisés, provoquant des courts-circuits. Par conséquent, nous avons décidé de nous tourner vers la gravure chimique.

Les différentes étapes de ce procédé sont illustrées dans la figure 2.19 et expliquées en détail ci-dessous.

- Dépôt de la couche métallique : Une couche mince métallique NiAl d'une épaisseur de 80 nm est déposée à chaud par pulvérisation cathodique magnétron sur le substrat piézoélectrique d'AlN/Saphir.
- 2. Enrésinement : Une résine électrosensible de polarité négative (MAN-405) est ensuite étalée sur l'échantillon par tournette (*spin coating*) pendant 90 s à une vitesse de 5000 rpm et une accélération de 7000 rpm/s. La résine est recuite à 85°C pendant 60 s. L'épaisseur totale de résine est de 300 nm.
- 3. Exposition : La résine est exposée à un faisceau d'électrons avec une dose de 60 μC/m². Les réglages utilisés pour l'exposition sont les mêmes que ceux utilisés dans le cas de l'aluminium.
- **4. Développement :** l'échantillon est trempé dans du MF 319 pendant 1 minute et rincée à l'eau déionisée puis séché.

- **5. Gravure :** La structuration de la couche de NiAl se fait par le procédé de gravure humide à l'aide d'une solution composé d'acide phosphorique (H3PO4), d'acide nitrique (HNO3) et d'eau (H2O). Le temps de gravure était de 3 minutes.
- **6. Retrait de la résine :** La dernière étape est le retrait de la résine. Elle se retire facilement en plongeant l'échantillon dans un bain d'acétone.



Figure 2.19 - Procédé de fabrication des résonateurs SAW NiAl/AlN/Saphir



Le résultat obtenu est illustré dans les figures 2.20.

Figure 2.20 - Vue de dessus des IDTs en NiAl : à gauche l'image de microscopie optique après développement et à droite image MEB après retrait de la résine

2.5. Caractérisations électriques des dispositif SAW

2.5.1. Mesures de la résistivité électrique

La méthode des quatre pointes alignées est une technique de caractérisation électrique couramment utilisée pour mesurer la résistivité des couches minces de matériaux conducteurs ou semi-conducteurs. Elle consiste à appliquer quatre pointes métalliques (souvent en tungstène, en raison de leur résistance à l'usure) alignées et équidistantes sur la surface d'un échantillon de matériau. Un courant constant I est ensuite injecté entre les deux pointes placées aux extrémités, tandis que la différence de potentiel V est mesurée entre les deux pointes internes (figure 2.21). Cette configuration permet de séparer l'injection de courant et la mesure de la tension afin de réduire l'influence des résistances de contact entre les pointes et le matériau qui peuvent fausser les mesures.

La résistivité électrique du matériau ρ , est ensuite déterminée à l'aide de la relation suivante :

$$\rho = 4,5e\frac{V}{I}$$

où :

 ρ est la résistivité du matériau (en Ω ·cm), e est l'épaisseur de la couche mince (en cm), V est la différence de potentiel mesurée entre les deux pointes internes (en volts) et I est le courant injecté entre les pointes externes (en ampères).

Le facteur de 4,5 dans cette relation est une approximation qui s'applique aux couches minces dont l'épaisseur est beaucoup plus petite que l'espacement entre les pointes (e << a). Ce facteur dépend de la géométrie de la mesure, de la nature du substrat et des caractéristiques de l'échantillon utilisée pour les films minces.

Cette technique a été utilisée pour déterminer la résistivité des matériaux étudiés pour la fabrication des IDTs.



Figure 2.21 - Schéma du principe de la méthode des quatre pointes

2.5.2. Bancs de mesures sous pointes

Pour décrire le comportement électrique des dispositifs SAW fabriqués, un banc de mesure sous pointes PM5 de SUSS MicroTec a été utilisé (figure 2.22). Ce banc est relié à un analyseur de réseau VNA Agilent-N5230A et une plaque chauffante qui permet d'effectuer les premières mesures entre 20°C et 100°C.



Figure 2.22 - Station sous pointes utilisés pour les mesures basses températures

Les mesures réalisées permettent de relever le coefficient de réflexion S_{11} , exprimé en dB. Cette grandeur permet de déterminer la fréquence de résonance du dispositif (cf. figure 2.23) et fournit des informations sur l'adaptation d'impédance entre le dispositif testé et l'impédance caractéristique Z_0 de l'analyseur de réseau, généralement fixée à 50 Ω .



Figure 2.23 - Réponse caractéristique d'un résonateur SAW mesurée avec un VNA

Une bonne adaptation d'impédance se traduit par une valeur de S₁₁, à la fréquence de résonance, la plus faible possible, indiquant des pertes par réflexion minimales.

À partir du paramètre S_{11} , il est possible d'extraire les caractéristiques de résonance notamment l'admittance Y_{11} (exprimée en Siemens), qui donne accès à toutes les informations essentielles sur le dispositif, notamment sa fréquence de résonance, le coefficient couplage électromécanique K² et le facteur de qualité Q.

Le coefficient de réflexion S₁₁ se défini comme suit :

$$S_{11} = \frac{Z_{11} - Z_0}{Z_{11} + Z_0}$$

 Z_{11} et Z_0 sont respectivement l'impédance du dispositif et l'impédance caractéristique à 50 $\Omega.$

On en déduit de cette formule :

$$Z_{11} = \frac{Z_0(S_{11}+1)}{1-S_{11}}$$

L'impédance et l'admittance étant lié par la relation $Z_{11} = \frac{1}{Y_{11}}$,

On obtient :

$$Y_{11} = \frac{1 - S_{11}}{Z_0(S_{11} + 1)}$$

 S_{11} étant un nombre complexe, on pose : $S_{11} = a + ib$.

En introduisant cette expression dans la formule de l'admittance, on trouve :

$$Y_{11} = \frac{1 - a^2 - b^2}{Z_0[(a+1)^2 + b^2]} + i \frac{-2b}{Z_0[(a+1)^2 + b^2]}$$

Soit :

$$Re(Y_{11}) = \frac{1-a^2-b^2}{Z_0[(a+1)^2+b^2]}$$
 et $Im(Y_{11}) = \frac{-2b}{Z_0[(a+1)^2+b^2]}$

On détermine ainsi le facteur de qualité à partir du tracé de la partie réelle $Re(Y_{11})$ comme illustré dans la figure 2.24 et de la formule de Q donné par :

$$Q = \frac{f_0}{\Delta f}$$

Où f_0 est le maximum de $Re(Y_{11})$ et Δf la largeur du pic à mi-hauteur de $Re(Y_{11})$



Figure 2.24 - Courbe caractéristique de la partie réelle de l'admittance permettant de calculer le facteur de qualité Q d'un résonateur SAW

K² est déterminé à partir des fréquences de résonance f_r et d'antirésonance f_a , obtenues à partir du tracé du module de l'admittance Y₁₁ (figure 2.25) [99]:

$$K^2 = 2\frac{f_{\rm a} - f_{\rm r}}{f_{\rm r}}$$



Figure 2.25 - Courbe caractéristique du module de l'admittance permettant de calculer le coefficient de couplage électromécanique K² d'un résonateur SAW

Les mesures fréquentielles à haute température ont été réalisées à l'aide d'un second banc d'essai composé d'un analyseur de réseau vectoriel (VNA Agilent E5061B) et d'une station sous pointes. La station est équipée d'un système de chauffage (Signatone série S-1060) permettant d'atteindre des températures jusqu'à 600°C et d'un circuit de refroidissement des pointes conçu en laboratoire (cf. figure 2.26). Ces mesures à haute température nous ont permis de déterminer le TCF (Coefficient de Température de la Fréquence), qui caractérise la variation de la fréquence de résonance en fonction de la température. En outre, ce banc de mesure nous permet également d'effectuer des mesures de résistivité électrique à haute température.



Figure 2.26 - Banc de mesure utilisé pour les caractérisations hautes températures

2.6. Conclusion du chapitre

Ce chapitre a présenté les différentes techniques expérimentales utilisées pour la réalisation et la caractérisation des dispositifs SAW basés sur la structure AlN/Saphir. Nous avons détaillé les méthodes de dépôt des couches minces, les techniques de caractérisation des matériaux, ainsi que les procédés de fabrication des électrodes interdigitées (IDTs) et les techniques de caractérisation électrique des dispositifs.

La pulvérisation cathodique et l'évaporation par faisceau d'électron ont été respectivement utilisées pour les dépôts des couches de NiAl et d'Al nécessaires à la fabrication des IDTs. La croissance par MOCVD a permis d'obtenir des films minces d'AlN, garantissant des propriétés adaptées à la propagation des ondes de surface. Après le dépôt des différentes couches, la caractérisation des films s'impose pour garantir la qualité et les propriétés recherchées. Les techniques de caractérisation des matériaux, incluant la diffraction des rayons X (DRX), la microscopie à force atomique (AFM) et la microscopie électronique, permettent de vérifier les propriétés structurales et morphologiques des couches d'AlN déposées. Elles fournissent des informations essentielles sur la qualité des films, telles que la rugosité de surface, la structure cristalline et l'épaisseur des couches.

Pour la fabrication des IDTs, deux procédés distincts ont été mis en œuvre en fonction du matériau utilisé : un procédé combinant lithographie électronique et liftoff pour la structure Al/AlN/Saphir, et un second, intégrant lithographie électronique et gravure chimique, pour la structure NiAl/AlN/Saphir. Enfin, les bancs de mesures sous pointes, permettant la caractérisation électrique, notamment à haute température, ont été utilisés pour évaluer les performances des dispositifs SAW à travers les mesures du paramètre S₁₁.

Chapitre 2.

Chapitre 3. Capteurs SAW hautes fréquences à base des structures multicouches IDT/AlN/Saphir pour les mesures à hautes températures

3.1. Introduction

Dans le chapitre précédent, nous avons exploré les techniques expérimentales nécessaires à la fabrication et à la caractérisation des capteurs à ondes élastiques de surface (SAW) opérant à haute température, en particulier à 2,45 GHz.

Ces techniques sont appliquées dans le présent chapitre à la fabrication de dispositifs SAW, avec pour objectif d'évaluer les performances des structures IDT/AlN/Saphir à haute température. Une attention particulière est portée aux différences de comportement entre les dispositifs intégrant des électrodes en aluminium et ceux utilisant un alliage nickel-aluminium. Les étapes de fabrication ainsi que les essais expérimentaux menés pour étudier les structures Al/AlN/Saphir et NiAl/AlN/Saphir à haute température seront détaillés.

3.2. Electrodes testés

3.2.1. Résistivité des Couches Minces de l'Al, Pt et NiAl pour les IDTs

Pour rappel, dans des conditions de hautes températures et de hautes fréquences, le matériau utilisé pour réaliser les IDTs doit présenter une conductivité électrique élevée, une densité faible (5,9 g/cm³), une température de fusion suffisante pour éviter toute dégradation à la température de fonctionnement, une bonne résistance à l'oxydation et une inertie chimique adaptée à l'environnement et à l'application visée. Dans le chapitre 1, nous avons examiné différents matériaux pour la fabrication des IDTs haute température, chacun avec ses spécificités. Sur la base de cette analyse, nous avons présélectionné trois matériaux potentiellement utilisables dans le cadre de notre projet de thèse : le platine, l'aluminium et l'alliage nickel-aluminium.

Le platine est le principal matériau utilisé pour les applications SAW à haute température en raison de son inertie chimique exceptionnelle jusqu'à 1000°C. Cependant, ce métal noble est particulièrement dense, ce qui entraîne des pertes élastiques qui augmentent avec la fréquence. Ainsi, les IDTs en platine sont généralement utilisés à basse fréquence, autour de 433 MHz. À 2,45 GHz, il faudrait utiliser une couche de très faible épaisseur, mais cela présente l'inconvénient majeur d'augmenter la résistance électrique. De plus, il est connu que le platine présente une forte augmentation de sa résistivité avec la température (qui constitue le principe de la Pt 100). En conséquence, le platine n'est pas adapté pour la réalisation de résonateurs SAW à 2,45 GHz sur des structures AlN/Saphir.

L'aluminium est choisi pour son excellente conductivité électrique, sa faible densité et sa capacité à s'auto passiver, qui permettent d'envisager des dispositifs SAW à haute fréquence. Cependant, sa faible température de fusion (660°C) limite son utilisation à haute température. L'alliage NiAl représente un bon compromis entre le platine et l'aluminium, combinant une faible densité (inférieure à 7 g/cm³), une température de fusion de 1650°C et une capacité à s'auto passiver avec une couche stable d'alumine [100].

La résistivité électrique en fonction de la température des couches minces de 150 nm de Al, Pt et NiAl, déposées par pulvérisation cathodique sur niobate de lithium (coupe Y-128°), est présentée dans la figure 3.1 pour comparaison. Les premières mesures à 50°C montrent que la résistivité initiale du NiAl ($1,27 \times 10^{-6} \ \Omega \cdot m$) est significativement plus élevée que celle du platine ($2 \times 10^{-7} \ \Omega \cdot m$) et de l'aluminium ($5 \times 10^{-8} \ \Omega \cdot m$), soit environ 6 fois celle du platine et 25 fois celle de l'aluminium.

Lors de la première montée en température d'environ 2h, la résistivité des films de NiAl diminue. Ce comportement peut être attribué à un début de recristallisation de la couche. Après la descente en température de 3h, la résistivité du NiAl se stabilise autour de $6.5 \times 10^{-7} \Omega \cdot m$, mais reste supérieure à celle du platine et de l'aluminium. Le second cycle de température (montée et descente) révèle un changement de comportement : la résistivité du NiAl augmente progressivement avec la température,

un comportement typique des métaux. Le recuit a donc permis une recristallisation de la couche de NiAl.



Figure 3.1 - Mesures de résistivité des films de NiAl comparées à celles des films d'Al et de Pt sur LiNbO₃ Y+128°

Malgré cette amélioration, la résistivité du NiAl reste plus élevée que celle du platine et de l'aluminium, même après recuit, ce qui pourrait limiter son utilisation pour des applications SAW nécessitant une très faible résistivité des IDTs. Face à ces résultats, une optimisation a été envisagée en réalisant les dépôts à chaud pour améliorer la conductivité du NiAl. Un stagiaire Master 2 (Esther Mbina) a été recruté pour cette étude, et des dépôts à différentes températures ont été effectués, suivis de mesures de résistivité pendant un cycle thermique (chauffage-refroidissement) de 3 heures. Les résultats obtenus avant et après le cycle de température sont consignés dans le tableau 3.1. Ils montrent que la résistivité après le cycle de température de température de dépôt. À partir de 307° C, la résistivité après le cycle de température de température de supérieure à celle du platine, un résultat encourageant mais des efforts d'amélioration reste encore à faire pour se rapprocher de celle du NiAl massif (9 μ Ω.cm). Les analyses de microstructure révèlent que les dépôts à 307° C

présentent une meilleure qualité cristalline même si la comparaison des intensités DRX n'est pas toujours évidente (figure 3.2). Malgré une conductivité encore inférieure à celle du platine, ces résultats ouvrent la possibilité de fabriquer des IDTs à base de NiAl. Pour plus de détails sur cette étude se référer à [100]. À la lumière de ces observations, tous les dépôts de NiAl seront désormais effectués à 307°C pour la suite de nos travaux, car le compromis performance/budget de dépôt est optimal.

Tableau 3.1 - résistivité des films de NiAl en fonction de la température de dépôt

Température de dépôt	Résistivité post dépôt (x 10 ⁻⁷ Ω.m)	Résistivité après un cycle de température (x 10 ⁻⁷ Ω.m)
Température		
ambiante	15,2	6,5
175°C	8,4	5,3
243°C	7	4,8
277°C	6,5	4,8
307°C	6	4,3
339°C	5,8	4,3
373°C	5,1	3,9



Figure 3.2 – Diagramme DRX des couches minces de Ni Al déposées à différentes températures sur LiNbO3 Y+128°

3.2.2. Oxydation long durée des IDTs

Dans cette section, nous évaluons l'oxydation des IDTs, qui impacte la durée de vie des capteurs SAW, en mesurant la résistance électrique après chaque cycle de recuit. Pour cela, des motifs de dimensions comparables à celles des IDTs de nos dispositifs SAW, comme illustré dans la figure 3.3, ont été réalisés. Ces dispositifs, composés de 10 doigts, ont été fabriqués en utilisant les procédés de microfabrication détaillés au chapitre 2. Ils ont ensuite subi des cycles de recuits à haute température pendant 16 h. L'objectif étant de suivre l'évolution de l'oxydation de la couche après chaque cycle en mesurant la résistance électrique. À partir de la relation entre la résistance et l'épaisseur, nous déduisons l'épaisseur de la couche d'oxyde.



Figure 3.3 – Schéma du dispositif pour les mesures de résistance électrique

Electrodes en aluminium

Il est à noter que cette étude est menée sur niobate de lithium Y+128°, substrat qui a été considéré en début de thèse et non de l'AlN. Etant un oxyde et contrairement aux nitrures, ce substrat a tendance à oxyder les couches minces par le dessous via la diffusion de l'oxygène. Après fabrication des dispositifs sur niobate de lithium, les échantillons ont été soumis à des cycles successifs de recuit thermique dans un four pendant 16 heures, précédés d'un recuit de stabilisation d'une heure à la température définie. Le premier échantillon a subi 8 cycles de recuit, soit un total de 112 heures à 400 °C. Un second échantillon a été exposé à 4 cycles de recuit à 500 °C durant également 16 heures. Après chaque cycle, des mesures de résistance électrique ont été effectuées à température ambiante à l'aide d'un multimètre afin de suivre l'évolution de la conductivité.

La figure 3.4 illustre l'évolution de la résistance électrique au fil du temps pour les températures de 400 °C et 500 °C. On observe une augmentation plus rapide de la résistance après 64 heures à 500 °C, passant de 8,2 Ω à 19 Ω , tandis qu'à 400 °C, après 112 heures, l'augmentation n'a été que d'environ 5 Ω . Cette augmentation rapide à 500 °C s'explique par une formation plus rapide de la couche d'oxydation dont l'épaisseur augmente avec la température, ce qui entraîne une augmentation de la résistance électrique.



Figure 3.4 - Evolution de la résistance électrique de l'aluminium en fonction du temps lors des recuit à 400°C et 500°C

La résistance mesurée correspond à la résistance équivalente de l'ensemble des doigts du dispositif. En fait l'objectif de ces caractérisations est d'évaluer l'épaisseur de la couche d'oxyde à partir des mesures de résistance après chaque recuit. Pour cela l'expérience idéale consisterait qu'après chaque mesure de résistance l'échantillon soit passé au TEM, or la caractérisation par TEM nécessite préalablement l'élaboration d'une lame par le FIB qui est une technique destructive qui enlève de la matière sur l'échantillon. La réalisation d'une telle expérience nécessiterait de fabriquer un échantillon pour chaque cycle de recuit ce qui nous est apparu très lourd compte tenu du temps de fabrication et de passage au TEM qui peut prendre plusieurs mois. Nous avons donc considéré un modèle simple qui consiste à considérer chaque doigt comme un fil de forme parallépipédique comme présenté sur les figures 3.5. On considère que la couche d'oxyde formée est homogène même à l'interface entre la couche métallique et le substrat étant donné que ce dernier contient de l'oxygène (LiNbO₃). Les dimensions des doigts sont données dans le tableau 3.2.



Figure 3.5 - Schématisation d'une électrode d'un dispositif SAW

Longueur des électrodes	96 ,7		
L (μm)			
Largeur des électrodes	0,385		
l (μm)			
Epaisseur de la couche	0,15		
e (µm)			
Epaisseur de la couche	A déterminer		
d'oxyde a (µm)			

	Tableau 3.2 -	Dim	ensions	de l	'élect	rode
--	---------------	-----	---------	------	--------	------

Pour estimer l'épaisseur de la couche d'oxyde formée lors du recuit, nous utilisons la relation classique de la résistance d'un fil conducteur :

$$R = \rho \frac{L}{S}$$

Où ρ est la résistivité électrique, L la longueur, et S la section du fil.

En supposant que la résistivité reste constante pendant le recuit, le rapport entre les sections avant (S_1) et après recuit (S_2) est donné par :

$$\frac{S_2}{S_1} = \frac{R_1}{R_2}$$

Cette relation peut être réécrite en fonction des dimensions géométriques comme suit :

$$\frac{(l-2a)(e-2a)}{le} = \frac{R_1}{R_2}$$

Les valeurs obtenues des épaisseurs de la couche d'oxyde sont présentées dans les tableaux 3.3 et 3.4 pour différentes températures de recuit.

Recuit à 400°C

Tableau 3.3 - Estimation des épaisseurs de la couche d'oxy
de après chaque recuit à 400°C

Temps (h)	Avant	16	32	48	64	80	128
	recuit						
Résistance (Ω)	7,37	7,48	8,25	8,65	9,09	9,44	12,53
Epaisseur de la	-	0,75	5,88	8,24	10,64	12,41	24,46
couche d'oxyde							
(nm)							

Recuit à 500°C

Temps (h)	Avant	16	32	48	64
	recuit				
Résistance (Ω)	8,57	10,95	11,2	14	18,34
Epaisseur de la	-	12,29	13,34	22,88	32,76
couche d'oxyde					
(nm)					

Tableau 3.4 - Estimation des épaisseurs de la couche d'oxyde après chaque recuit à 500°C

Il est clairement observé que l'épaisseur de la couche d'oxyde augmente avec le temps de recuit et que des températures plus élevées conduisent à une oxydation plus rapide. Cela s'explique par le fait que l'augmentation de la température accélère la diffusion de l'oxygène à travers la couche d'oxyde, facilitant ainsi la formation de l'oxyde. Par exemple, après 128 h de recuit à 400°C, il est estimé qu'environ 33 % de la section initiale d'aluminium a été oxydée (tableau 3.4), tandis qu'à 500°C, plus de 50 % d'oxydation est atteinte sur une durée réduite de moitié (tableau 3.5).

Pour vérifier ces résultats, des caractérisations par TEM ont été réalisées après les cycles de recuit. Ces mesures ont permis de comparer directement l'épaisseur de la couche d'oxyde avec celle estimée à partir de notre modèle.

Les figures 3.6 et 3.7 présentent les images TEM et les cartographies STEM-EDX des dispositifs après 128 h de recuit à 400°C et 64 h à 500°C. On observe dans les deux cas que, malgré la présence de défauts, l'oxydation n'est pas isotrope. Pour l'échantillon recuit à 400°C, la couche supérieure d'oxyde est plus fine (environ 9 nm) que celles formées sur les côtés et en dessous, dont les épaisseurs sont presque comparables (15 nm). De plus, les épaisseurs obtenues sont nettement inférieures à celles calculées par la méthode indirecte. Quant à l'échantillon recuit à 500°C, les couches supérieures et inférieures ont des épaisseurs comparables (21 nm), tout comme celles formées sur les côtés (31 nm). Ces analyses montrent que certains paramètres intrinsèques du film,

tels que sa texture, pourraient influencer l'oxydation, ce qui confirme la limite de notre modèle où nous considérons que l'oxydation se fait de façon isotrope. Il est aussi à considérer que l'hypothèse de résistivité constante de l'aluminium non oxydé n'est pas vérifiée. Par ailleurs, on observe une dégradation du niobate de lithium à 500°C, se traduisant par la formation de triniobate de lithium (LiNb₃O₈), comme expliqué au chapitre 1, qui conforte également notre choix d'utiliser l'AlN/Saphir pour des applications à haute température.



Figure 3.6 - Micrographe STEM HAADF (High Angle Annular Dark Field) avec cartographie X de la section d'une électrode en aluminium après 128h de recuit à 400°C



Figure 3.7 - Micrographe STEM HAADF (High Angle Annular Dark Field) avec cartographie X de la section d'une électrode en aluminium après 64h de recuit à 500°C

Electrodes à base de NiAl

L'expérience réalisée précédemment avec l'aluminium est reprise avec le nickel aluminium. Cette fois l'échantillon est composé du NiAl(150nm) déposée sur le substrat d'AlN/saphir. L'échantillon est d'abord stabilisé pendant 1 h à 500°C et recuit pendant 176 h à 500°C. La figure 3.8 donne l'évolution de la résistance en fonction du temps. On remarque que la résistance électrique baisse dans le temps passant de 164 Ω à 115 Ω , ce qui est contre-intuitif pour un alliage métallique. Ce phénomène de baisse de résistivité a déjà été observé dans la section 3.2.1 lors de l'étude de la résistivité des couches minces de NiAl déposées pleine plaque, sans toutefois la phase de montée observée ici dans la plage de o à 32h. Un élément d'interprétation peut être proposé : la résistivité du NiAl est extrêmement dépendante de la stœchiométrie [101]. L'oxydation de la surface en Al₂O₃ appauvrit l'alliage en Al, et fait augmenter la proportion relative du Ni. Un alliage légèrement sous stœchiométrique en Al devrait voir sa résistivité interne augmenter avec l'oxydation.



Figure 3.8 - Evolution de la résistance électrique de nickel aluminium en fonction du temps lors des recuit à 500°C

Au vu de l'évolution de la résistance électrique, il sera difficile d'appliquer le modèle théorique développé dans le cas de l'aluminium. Toutefois les mesures TEM ont tout de même été effectuées après les 176h de recuit à 500°C afin de déterminer 101 l'épaisseur de la couche d'oxyde avant et après recuit (figure 3.9). On observe une couche de NiAl stable qui subsiste en dessous d'une fine couche homogène d'alumine dont l'épaisseur est estimée à 22 nm, ce qui démontre la résistance à long terme des IDTs de NiAl à cette température.

Cette étude montre que les électrodes en alliage nickel-aluminium présentent une résistivité électrique plus élevée que celles en aluminium mais elles offrent une meilleure résistance en température et une oxydation plus modérée à haute température. Dans la suite de ce chapitre, l'étude des capteurs SAW de température utilisant ces deux matériaux comme électrodes est effectuée.



Figure 3.9 - Micrographe STEM HAADF (High Angle Annular Dark Field) avec cartographie X de la section d'une électrode en NiAl après 176h de recuit à 500°C

3.3. Capteurs SAW de structure Al/AlN/Saphir

3.3.1. Le design du résonateur

Le design utilisé tout au long de notre étude était initialement prévu pour des capteurs fonctionnant à 433 MHz [79]. Nous l'avons ensuite redimensionné à 2,45 GHz. Ce design repose sur la configuration résonateur, adapté pour le substrat d'AlN/Saphir. Ces résonateurs légèrement asynchrones sont constitués d'un transducteur interdigité (IDT) composé de 50 paires de doigts et de 300 réflecteurs de chaque côté de l'IDT, formant un miroir acoustique de Bragg. La période spatiale de l'IDT (λ) est de 2,3 µm, tandis que celle des réflecteurs est légèrement inférieure à 2,29 µm. Le taux de métallisation est de 70 % pour les réflecteurs et de 60 % pour l'IDT. L'ouverture du dispositif a été fixée à 41,5 λ , et l'espace entre l'IDT et le réflecteur est de 0,478 µm (figure 3.10).

L'utilisation d'une configuration résonateur légèrement asynchrone et de différents taux de métallisation entre l'IDT et les réflecteurs permet d'affiner l'admittance et d'obtenir des facteurs de qualité Q plus élevés, pour de meilleures capacités de détection et de résolution sans fil.



Figure 3.10 - Configuration du résonateur SAW utilisée

3.3.2. Caractérisation de la structure Al(80nm)/AlN(1 µm)/Saphir

Plusieurs résonateurs de structure Al(80nm)/AlN(1µm), MTI/Saphir ont été fabriqués par le procédé de lithographie électronique et lift-off décrit dans le chapitre 2. Les mesures fréquentielles ont ensuite été réalisées en utilisant la station sous pointe. Les réponses fréquentielles illustrées dans la figure 3.11(a) montre que la fréquence de résonance de la structure est établie autour de 2,463 GHz avec une adaptation d'impédance d'environ -5 dB. Selon la formule $f=v/\lambda$, cette fréquence correspond à une vitesse de phase de 5665 m/s. Des valeurs expérimentales de Q supérieures à 4500 calculées à partir de largeur à mi-hauteur de la conductance ont été obtenues (figure 3.11(b)), ce qui constitue un résultat notable pour des résonateurs opérant dans la bande ISM à 2,45 GHz à base d'AlN/Saphir. Ce résultat nous permet également de valider la configuration résonateur légèrement asynchrone de nos capteurs.



Figure 3.11 – Courbes des coefficients de réflexion S_{11} (a) et de conductance (b), du dispositif Al(80nm)/AlN(1µm), MTI/Saphir

3.3.3. Les mesures à haute température

Les mesures d'impédance à haute température ont été effectuées en utilisant le banc de mesure jusqu'à 600°C. Cependant, en raison de l'utilisation d'électrodes en aluminium, qui peuvent se dégrader à haute température, nous avons limité notre caractérisation à 500 °C. La réponse en fréquence du dispositif a été mesurée entre la température ambiante (RT) et 500 °C, tant pendant la phase de chauffage que de refroidissement.

L'amplitude de l'admittance Y_{11} en fonction de la température est illustrée à la figure 3.12(a). Nous observons principalement une baisse de la fréquence, qui passe de 2,463 GHz à 2,410 GHz avec l'augmentation de la température, ce qui indique une valeur négative du coefficient de température de la fréquence (TCF) [102]. Dans la figure 3.12(b), on observe une dégradation de l'adaptation d'impédance avec la température, lié l'oxydation de l'aluminium.



Figure 3.12 - Evolution de l'admittance Y_{11} (a), et du coefficient de réflexion S_{11} (b) du résonateur SAW Al/AlN/Saphir avec la température

Le coefficient de température de fréquence (TCF) des capteurs est défini par l'équation ci-dessous et a été évalué à -45 ppm/°C :

$$TCF = \frac{1}{f(T_0)} \cdot \frac{f(T) - f(T_0)}{T - T_0}$$

Où f(T) et $f(T_0)$ représentent les fréquences de résonance aux températures T et $T_0 = 23$ °C respectivement.

Le coefficient de couplage électromécanique (K²) et le facteur de qualité (Q) ont été extraits en fonction de la température à partir de mesures expérimentales de l'admittance Y₁₁ du résonateur SAW (figure 3.13). Le facteur de qualité présente des valeurs élevées sur toute la plage de température étudiée, avec une valeur de 3500 à température ambiante et restant au-dessus de 1500 jusqu'à 400 °C. En parallèle, le coefficient de couplage K² augmente avec la température, passant de 0,048 % à température ambiante à 0,103 % à 500 °C, comme indiqué dans la figure 3.12. La figure de mérite (FoM), définie comme le produit Q·K² [103], varie entre 0,8 et 2 sur la plage de température étudiée, ce qui démontre le potentiel du dispositif pour l'interrogation sans fil.



Figure 3.13 - Evolution du facteur de qualité (Q), du coefficient de couplage électromécanique (K2), du facteur de mérite (FoM) avec la température.

Pendant cette phase de caractérisation, l'échantillon a été soumis à un cycle de chauffage et de refroidissement, allant de 23°C à 500°C, sur une durée totale d'environ

2 heures. La figure 3.14 donne les réponses fréquentielles du capteur SAW de structure Al(80nm)/AlN (1 μ m), MTI/Saphir, mesurées à température ambiante avant le chauffage et après un cycle chauffage-refroidissement jusqu'à 500°C. On observe une perte d'environ 2 dB après le cycle de température. Cette dégradation irréversible est probablement due à l'oxydation des électrodes d'aluminium à 500°C.



Figure 3.14 - Paramètres S11 (dB) mesurés à température ambiante avant le chauffage et après un cycle chauffage-refroidissement jusqu'à 500°C

3.4. Etude des capteurs SAW sur des couches d'AlN optimisées 3.4.1. Optimisation de l'épaisseur

L'épaisseur de la couche de nitrure d'aluminium (AlN) joue un rôle important dans les performances des dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW). Elle influence directement les paramètres essentiels tels que le couplage électromécanique (K²) et le facteur de qualité (Q). À titre d'exemple, la figure 3.15 montre l'évolution de K² avec l'épaisseur relative h_{AlN}/λ dans une structure Pt(90nm)/AlN/Saphir avec $\lambda =$ 1,7 µm (simulation réalisée par Qiaozhen). On remarque en effet que K² augmente initialement jusqu'à un plateau maximal autour de 0,16% pour des h_{AlN}/λ compris
entre 0,4 et 0,5 et au-delà de 0,5, K² diminue. Ce comportement peut être attribué à deux effets physiques principaux : l'amélioration de la capacité de confinement de l'onde SAW et l'impact des pertes associées à une épaisseur trop importante. Dans un premier temps, l'augmentation de l'épaisseur améliore le couplage électromécanique en optimisant le confinement des ondes dans le matériau piézoélectrique (AlN). Cependant, au-delà du seuil, des pertes élastiques entraînent une diminution de K². Comme précisé dans la section 1.3.4, K² et Q sont des paramètres antagonistes : l'augmentation de l'un entraîne une diminution de l'autre. Ainsi, l'optimisation de l'épaisseur nécessite de maximiser la figure de mérite (FoM), définie comme le produit de K² et Q.



Figure 3.15 – Evolution de couplage K² en fonction de l'épaisseur h_{AIN}/λ

L'épaisseur d'AlN de 1 μ m utilisée précédemment n'a pas été judicieusement choisi pour les dispositifs opérant à 2,45 GHz, bien que des résultats satisfaisants (Q=4000 et FoM = 1,92) aient été obtenus. En effet, le design du résonateur initial avait été optimisé dans le cadre du projet ANR SALSA pour des fréquences autour de 433 MHz, ce qui correspond à une longueur d'onde de 13 μ m pour la structure AlN/Saphir et une épaisseur d'AlN de 3 μ m, soit une épaisseur relative h_{AlN}/ λ de 0,23. Cette épaisseur a permis d'atteindre des Q autour de 8000 et une FoM de 2,48 [79]. Le design a ensuite été redimensionné pour fonctionner à 2,45 GHz. À cette fréquence, la longueur d'onde est de 2,3 μ m, ce qui correspond à une épaisseur relative de 0,43 pour une épaisseur d'AlN de 1 μ m, soit presque le double de la valeur observée à 433 MHz. Le passage de 433 MHz à 2,45 GHz entraîne une réduction de la taille des éléments du dispositif par un facteur de 5. Par conséquent, l'épaisseur devrait également être réduite de 3 μ m à 0,6 μ m. Avec cette nouvelle épaisseur de 0,6 μ m, l'épaisseur relative est de 0,26, ce qui est beaucoup mieux que pour l'échantillon de 1 μ m et se rapproche des valeurs obtenues avec le design initial.

Deux séries d'échantillons d'AlN de 600 nm déposés sur saphir par MOCVD nous ont été fournies par nos partenaires du CRHEA. La première série comprend des échantillons d'AlN/saphir non traités thermiquement après le dépôt. Dans le but d'améliorer la structure cristalline, une deuxième série a été soumise à un traitement thermique à 1475°C après le dépôt.

Le recuit post dépôt s'est fait en 6 étapes :

- Une montée en température jusqu'à 1475°C pendant 4 min 30s sous azote (10 slm), puis recuit pendant 15 min à 1475°C.
- 2. Refroidissement pendant 15 min
- Une montée en température jusqu'à 1475°C pendant 4 min 30s sous azote (10 slm), puis recuit pendant 15 min à 1475°C.
- 4. Refroidissement pendant 15 min
- 5. Une montée en température jusqu'à 1475°C pendant 4 min 30s sous azote (5 slm) et hydrogène (5 slm), puis recuit pendant 15 min à 1475°C.
- 6. Arrêt complet du chauffage

3.4.2. Caractérisation des couches d'AlN

Les performances des capteurs SAW basés sur la bicouche AlN/Saphir dépendent fortement de la qualité cristalline de la couche d'AlN. Il est donc essentiel de connaître ses caractéristiques physico-chimiques. Pour cela, des analyses par diffraction des rayons X (DRX) et par microscopie à force atomique (AFM) ont été réalisées au CRHEA. Les mesures DRX effectuées sur les films d'AlN, aussi bien avant qu'après recuit, révèlent une orientation préférentielle suivant le plan (002). L'analyse du pic associé à ce plan atomique montre que le traitement thermique post-dépôt entraîne une augmentation de son intensité, suggérant une recristallisation de la couche (figure 3.16). En outre, on observe un décalage de la position du pic (002), qui se rapproche de la position théorique du pic d'AlN après recuit, ce qui indique une relaxation des contraintes dans la couche.

Avant le recuit, la couche d'AlN était probablement soumise à des contraintes résiduelles, qui sont partiellement relâchées par le traitement thermique, permettant ainsi une amélioration de la qualité cristalline et une réduction des défauts dans le matériau. La méthode de diffraction θ -2 θ , bien qu'efficace pour déterminer l'orientation préférentielle des cristallites, ne permet pas de quantifier les défauts dans la structure. Pour évaluer ces défauts, notamment les défauts d'orientation des cristallites, une technique plus adaptée est l'analyse rocking-curve, qui mesure la dispersion angulaire autour de la direction préférentielle des cristallites.



Figure 3.16 - Diagramme θ -2 θ des couches d'AlN(002) : courbe noir AlN(1 μ m) de MTI, courbe rouge AlN(0,6 μ m) non recuit, courbe bleue AlN(0,6 μ m) recuit après dépôt

Pour évaluer la qualité cristalline des couches, des mesures rocking-curve ont été réalisées sur les wafers 2 pouces à intervalles réguliers de 2 mm le long des axes X et Y. Les mesures ont débuté à 3 mm du bord ouest du wafer, puis se sont poursuivies à chaque intervalle jusqu'à couvrir la surface du wafer (figure 3.17). En plus de ces points réguliers, des rocking-curves supplémentaires ont été effectuées au centre du wafer, sur les raies symétriques et asymétriques, afin de mieux caractériser la cristallinité dans cette région spécifique. Les mesures ont été effectuées avant et après un recuit. La figure 3.18 présente l'évolution de la FWHM en fonction de la position suivant les axes X et Y, avant et après recuit. On observe globalement une désorientation des cristallites plus prononcées sur l'échantillon avant le recuit suivant les deux axes.



Figure 3.17 - Les axes des mesures rocking-curves



Figure 3.18 - Rocking curve : évolution de la FWHM en fonction de la position suivant les axes X et Y avant recuit et après recuit

L'étude des courbes rocking curve relatives au plan (002) au centre des différents échantillons révèle également une réduction de la désorientation des grains après le recuit, passant de 0,42° pour les couches non recuites à 0,24° pour les couches recuites, témoignant d'un meilleur alignement des grains (figure 3.19 (a) et (b)). Ces résultats confirment que le recuit a permis d'améliorer la qualité cristalline des films d'AlN en réduisant les défauts dans le matériau.



Figure 3.19 - Rocking-curve sur le plan (002) réalisées au centre des échantillons d'AlN : (a) non recuit, (b) recuit post dépôt

L'état de la surface jouant également un rôle très important dans la propagation des ondes élastiques de surface, les couches d'AlN ont ensuite été caractérisées par AFM au CRHEA pour évaluer la topagaphie de la surface des films avant et après recuit.

Comme dans le cas de la caractérisation DRX, les mesures AFM sont effectuées à différents endroits des échantillons avant et après recuit (figure 3.20). Une série de quatre mesures est réalisée dans les différentes régions du wafer comme illustré sur la figure 3.20. Une moyenne de ces mesures est ensuite calculée et présentée dans le tableau 3.5.



Figure 3.20 - Illustration des différentes régions de mesure de rugosité

Echantillon	Centre	Nord	Sud	Est	Ouest	Rugosité moyenne (RMS)
Rugosité Avant recuit (RMS)	2,12	0,35	1,27	0,26	0,59	0,92
Rugosité Après recuit (RMS)	0,83	0,23	0,39	0,31	0,4	0,43

Tableau 3.5 – Rugosité moyenne sur différentes régions des échantillons

D'après les données du tableau 3.5, on remarque de façon globale que la rugosité de surface est bien meilleure sur l'échantillon recuit. La rugosité moyenne de surface (RMS) des échantillons a été mesurée à 0,92 nm pour les couches non recuites et à 0,43 nm pour les couches recuites, ce qui démontre une amélioration de l'état de surface après traitement thermique.

En comparaison, les couches d'AlN de 1 μ m d'épaisseur obtenues auprès de MTI illustrées sur la figure 3.21, présentent une rugosité comparable, avec une RMS mesurée à 0,78 nm [104]. Ces résultats mettent en évidence la qualité des couches d'AlN déposées par le CRHEA.



Figure 3.21 - Topographie 2D des couches d'AlN : (a) Couche d'AlN non recuit, (b) Couche d'AlN recuit post-dépôt, (c) couche d'AlN acheté auprès de MTI (fiche technique MTI)

En resumé, l'étude réalisée sur les couches minces d'AlN a montrée que les couches d'AlN traitées thermiquement après le dépôt possèdent une meilleure microstructure cristalline que les couches non recuites. Le recuit a donc eu pour effet de reduire les défauts résiduels dans la couche. De plus les couches déposées au CRHEA sont de meilleures qualités que celle que nous avons acheté à MTI.

Après avoir démontré la qualité des couches d'AlN, les capteurs SAW sont ensuite fabriqués afin de comparer leur performance.

3.4.3. Dispositifs SAW sur les couches d'AlN optimisées

Afin d'évaluer les performances des dispositifs SAW sur les couches d'AlN déposées, une série de 5 capteurs SAW ont été fabriqués et caractérisés sur chaque échantillon d'AlN comme illustré dans la figure 3.22.



Figure 3.22 - Image microscopie optique d'un échantillon avec 5 dispositifs SAW

Les résultats présentés dans la figure 3.23 montrent que la fréquence de résonance varie en fonction de la nature de la couche d'AlN. Les dispositifs SAW fabriqués sur la couche d'AlN de 600 nm sans recuit (CRHEA, non recuit) présentent une fréquence de résonance autour de 2,48 GHz avec une adaptation d'impédance variant entre -5 dB et -7 dB. L'application du recuit entraîne un décalage de la fréquence autour de 2,453 GHz et une très légère diminution de l'adaptation d'impédance (échantillon AlN recuit CRHEA). Cette baisse de la fréquence laisse penser que le recuit augmente la densité de la couche d'AlN ou alors diminue les coefficients de la matrice de rigidité qui influent sur la propagation des ondes élastiques de surface. Une densité plus grande réduit la vitesse de propagation des ondes de surface. Les capteurs fabriqués sur la couche d'AlN de 1 μ m, déposée par MTI, ont une fréquence de résonance intermédiaire, à environ 2,463 GHz, soit une valeur plus faible que celle de la couche de 600 nm non recuite, mais plus élevée que celle de la couche de 600 nm recuite. Leur adaptation d'impédance est de l'ordre -5 dB.



Figure 3.23 – Comparaison des Coefficients de réflexion S₁₁ du dispositif SAW réalisés sur les différentes couches d'AlN : AlN(1 μ m), AlN(600nm) et AlN(600nm) avec traitement thermique post croissance

La figure 3.24 illustre les différents tracés de conductance, utilisés pour évaluer le facteur de qualité Q des dispositifs SAW. Les valeurs calculées de Q, obtenues pour les cinq dispositifs de chaque échantillon, sont récapitulées dans les tableaux 3.6. Ces résultats montrent que les dispositifs fabriqués sur des couches d'AlN(600nm) non recuites offrent des performances nettement supérieures, avec des facteurs de qualité atteignant 6200 et une FoM de 2,48, un résultat exceptionnel à 2,45 GHz. À l'inverse, les dispositifs SAW réalisés sur des échantillons d'AlN(600nm) recuits après dépôt présentent des facteurs de qualité compris entre 3000 et 5000, similaires à ceux des couches commerciales d'AlN (1 μ m) produites par la société MTI, qui avoisinent 4500.

Ces résultats semblent paradoxaux, car les caractérisations DRX et AFM montrent une amélioration de la qualité de la couche d'AlN après le recuit post-dépôt. Ce paradoxe met en lumière qu'à ces niveaux de pertes ultra faibles, les performances des dispositifs SAW ne sont donc pas uniquement déterminées par la qualité intrinsèque des couches d'AlN. En effet, un film d'AlN mieux cristallisé induit probablement des contraintes plus fortes à l'interface avec le substrat ce qui entraîne des pertes de propagation élastiques et donc une diminution du facteur de qualité. Il est aussi possible que les relaxations de contrainte dans la couche entraînent une amélioration du facteur de couplage K² et une baisse du facteur de qualité Q.



Figure 3.24 - Comparaison des facteurs de qualité Q obtenus sur les différents échantillons utilisés

Tableau 3.6 - Facteurs de qualité des dispositifs réalisés sur différents échantillons

	Dispo 1	Dispo 2	Dispo 3	Dispo 4	Dispo 5
AlN(600nm) non recuit, CRHEA	4133	4960	6202	4962	6204
AlN(600nm) recuit, CRHEA	3505	4906	3068	3506	3068
AlN(1µm), MTI	4260	4260	4566	4262	4565

Quoi qu'il en soit, les meilleures performances des dispositifs SAW ont été obtenues avec les échantillons d'AlN d'une épaisseur de 600 nm non recuits. Par conséquent, la suite de l'étude se concentrera sur ces échantillons pour optimiser encore davantage les performances des dispositifs SAW.

Les mesures effectuées à haute température montrent une baisse de l'adaptation d'impédance avec la température passant de 6,2 dB à 3,6 dB entre 23°C et 400°C (figure 3.25). Le facteur de qualité conserve des valeurs élevées sur toute la plage de 117 température étudiée, allant de la température ambiante à 400 °C. À température ambiante, le Q atteint une valeur de 5000, tandis qu'à 400 °C, il se maintient à un niveau significatif de 2000. Parallèlement, K² augmente avec la température, passant de 0,04 % à température ambiante à 0,09 % à 500 °C, comme illustré dans la figure 3.26. De plus, la figure de mérite, vaut 2 et reste constante sur toute la plage de température étudiée (figure 3.27). Ce résultat diffère fortement de celui obtenu sur AlN(1 μ m), MTI/Saphir à la figure 3.13. Cela met en évidence la stabilité des performances du dispositif et son potentiel pour des applications d'interrogation sans fil, même dans des environnements à haute température.



Figure 3.25 – Evolution du coefficient de réflexion S_{11} de la structure Al(80nm)/AlN(600nm), CRHEA/Saphir en fonction de la température



Figure 3.26 – Evolution avec la température du facteur de qualité Q et du couplage K2 de la structure Al(80nm)/AlN(600nm), CRHEA /Saphir



Figure 3.27 – Evolution avec la température de la figure de mérite de la structure Al(80nm)/AlN(600nm), CRHEA/Saphir

Un TCF stable de -58 ppm/°C a été relevé lors du chauffage et du refroidissement pour la structure Al (80 nm)/AlN (600 nm)/Saphir, ce qui est supérieur au TCF de -47ppm/°C obtenu pour la structure Al (80 nm)/AlN (1 µm)/Saphir (figure 3.28(a)). Des simulations COMSOL ont donc été réalisées par des collègues de la Shanghai Normal University (Qiaozhen ZHANG et Yang YANG) pour confirmer cette valeur, et la figure 3.28(b) montre l'accord entre l'expérience et la simulation.



Figure 3.28 – (a) Evolution de la fréquence en fonction de la température durant les phases de chauffage et refroidissement de la structure Al(80nm)/AlN(600nm), CRHEA /Saphir, (b) comparaison TCF expérimental vs simulation

Cette différence de TCF entre les deux structures peut être attribuée à l'influence de l'épaisseur relative de l'AlN (kh_{AlN} = 2π h_{AlN}/ λ) sur la sensibilité du capteur. En effet, la figure 3.29, tirée de la littérature, montre la dispersion expérimentale et théorique du TCF en fonction de l'épaisseur relative de la couche d'AlN. Il est clairement observé que le TCF négatif de l'AlN s'améliore (en valeur absolue) à mesure que l'épaisseur relative diminue. Ce phénomène est cohérent avec nos résultats : dans notre étude, kh_{AlN} passe de 2,73 pour la structure Al(80 nm)/AlN(1 µm)/Saphir à 1,64 pour Al(80 nm)/AlN(600 nm)/Saphir. Selon la figure, ces valeurs correspondent respectivement à des TCF estimés à environ -50 ppm/°C et -61 ppm/°C. Ces estimations sont en bon accord avec nos résultats expérimentaux, qui donnent des TCF mesurés de -47 ppm/°C pour la structure Al(80 nm)/AlN(1 µm)/Saphir et -58 ppm/°C pour la structure Al(80 nm)/AlN(600 nm)/Saphir.



Figure 3.29 – Courbes de dispersion du TCF de l'AlN [105]

3.4.4. Etude de la structure NiAl (80nm)/AlN(600nm), CRHEA/Saphir

À ce stade, nous avons développé des capteurs basés sur la structure Al/AlN/Saphir, présentant un facteur de qualité élevé. De plus, ce facteur de qualité a été amélioré grâce à un choix judicieux de l'épaisseur de l'AlN. Les résultats obtenus ont démontré une bonne stabilité de la structure jusqu'à 500°C pendant 2h. La dégradation du signal à cette température a été attribuée aux électrodes en aluminium. Comme évoqué dans la section 1.3.2, l'aluminium est largement utilisé pour la réalisation des IDTs en raison de sa bonne conductivité et de sa faible densité. Cependant, il n'est pas très adapté pour la fabrication de capteurs stables pendant plusieurs jours à au moins 500°C. Pour cela, des électrodes en alliage de nickel-aluminium (NiAl) ont été choisies, car c'est un matériau stable jusqu'à 600°C pendant plusieurs jours. Combiné au substrat AlN/Saphir, qui a démontré son potentiel à haute température, il nous est apparu opportun d'étudier la structure NiAl/AlN/Saphir.

En vue d'utiliser la structure NiAl/AlN(600 nm)/Saphir comme capteur SAW haute température, des tests ont été réalisés sous pointes à des températures allant de 25° C à 600°C. Les résultats montrent une diminution de la fréquence, passant de 2,47 GHz à 2,41 GHz, ce qui indique un coefficient de température de fréquence (TCF) négatif, comme illustré dans la figure 3.30(a). Parallèlement, une dégradation de la ligne de base du coefficient de réflexion S₁₁ a été observée, probablement due à la résistivité électrique du nickel-aluminium qui augmente avec la température.

Après la phase de montée en température, le capteur est refroidi, puis une nouvelle mesure du paramètre S_{11} à température ambiante a été réalisée. Les résultats comparatifs des coefficients de réflexion S_{11} , avant et après le cycle de température, sont présentés dans la figure 3.30(b). On constate que le coefficient de réflexion demeure presque constant, ce qui démontre la stabilité de la structure jusqu'à 600°C pour des durées courtes.



Figure 3.30 –(a) Coefficient de réflexion S_{11} de la structure NiAl(80nm)/AlN(600nm), CRHEA/Saphir à différentes températures, (b) comparaison S_{11} avant chauffage et après refroidissement

La variation de température influence à la fois le facteur de qualité Q et le couplage électromécanique K². Cependant, en raison de la qualité des signaux expérimentaux, il n'a pas été possible de déterminer les facteurs de qualité Q. Les pertes liées aux *bus-bars* ont induit un décalage de la ligne de base des courbes de conductance, rendant difficile l'extraction des largeurs à mi-hauteur (FWHM) (figure 3.31).



Figure 3.31 – Conductance du résonateur NiAl(80nm)/AlN(600nm), CRHEA /Saphir mesurée à différente température

Seul le couplage électromécanique K² a pu être extrait, révélant une augmentation de 0,04 % à 0,058 % entre 25 °C et 600 °C (figure 3.32).



Figure 3.32 – Evolution avec la température du couplage K² de la structure NiAl(80nm)/AlN(600nm)/Saphir

Un TCF de -43 ppm/°C a été mesuré pour la structure avec des électrodes en NiAl sur AlN(600 nm), CRHEA/saphir, une valeur comparable à celle obtenue sur du AlN(1 µm)/Saphir commercial avec des électrodes en aluminium (figure 3.33). L'absence de coefficient de température du NiAl ne nous a pas permis de valider cette valeur par simulation. Malgré cela, cette valeur de TCF reste favorable pour une utilisation comme capteur SAW de température. L'excursion de fréquence observée sur la bande ISM à 2,45 GHz large de 83,5 MHz atteint 61 MHz, soit environ 72 % de la largeur de bande. Cela indique qu'un seul capteur peut être utilisé jusqu'à 600°C, mais on voit bien qu'il reste encore une marge suffisante pour atteindre des températures au-delà de 600°C sans sortir de la bande de fréquence. Dans le cas où plusieurs capteurs doivent être utilisés simultanément, il faudrait ajuster le TCF pour limiter l'excursion de fréquence. Par exemple, en réduisant le TCF de moitié (autour de -20 ppm/°C), l'excursion serait réduite à 28,5 MHz, ce qui permettrait différencier jusqu'à trois capteurs sur la bande.



Figure 3.33 - Evolution de la fréquence en fonction de la température de la structure NiAl(80nm)/AlN(600nm), CRHEA/Saphir

Ces résultats démontrent que la structure NiAl/AlN/Saphir pourrait être un candidat prometteur pour les applications sans fil à haute température (au-delà de 500°C), malgré la légère dégradation observée, principalement attribuée à la conductivité électrique du NiAl qui reste à améliorer.

3.5. Optimisation du design

Comme évoqué dans la section 3.2, le design initial était spécifiquement conçu pour des capteurs SAW sur AlN/Saphir, fonctionnant à 433 MHz. Cependant, en procédant au redimensionnement de ce design pour une fréquence plus élevée de 2,45 GHz, nous avons obtenu des résultats remarquables. Bien que ces résultats soient déjà très satisfaisants, il nous a semblé pertinent d'optimiser davantage le design à 2,45 GHz. Cette optimisation vise à maximiser des paramètres clés tels que le facteur de qualité (Q), le couplage électromécanique (K²) et la figure de mérite (FoM), dans le but d'améliorer encore les capacités d'interrogation à distance des capteurs SAW.



Dans cette section, nous rapportons une étude de simulation menée par Qiaozhen Zhang et Yang Yang visant à atteindre cet objectif (figure 3.34).

3.34 - Schéma de configuration du résonateur SAW à un port à simuler

La méthode des éléments finis (FEM) et le modèle COM sont utilisés pour la simulation du résonateur SAW sur la structure Al/AlN/Saphir. Les fréquences des bords supérieur et inférieur de la bande interdite sont déterminées à partir de l'admittance calculée par le modèle FEM. Le facteur de qualité (Q), la capacité statique et le coefficient d'excitation sont calculés à partir des admittances mesurées lors des expériences. Ensuite, les fréquences des bords supérieur et inférieur de la bande interdite, le facteur Q, la capacité statique et le coefficient d'excitation sont importés dans le modèle COM. Les conductances calculées des IDT finis et des réflecteurs de la figure 8 sont simulées par le modèle COM. Nous calculons les conductances à l'aide du modèle COM en faisant varier les différentes paires d'IDT, de réflecteurs, la longueur d'ouverture et les rapports de métallisation afin d'optimiser la structure du dispositif. Des détails supplémentaires sur cette méthode peuvent être trouvés dans les travaux [106,107].

La simulation de la conductance a permis de calculer l'évolution de Q, K² et FoM en fonction du nombre de paires de doigts dans l'IDT, du nombre de réflecteurs, de l'ouverture, du rapport de métallisation de l'IDT, de l'épaisseur des électrodes, etc. Par ailleurs, les pertes mécaniques et diélectriques sont prises en compte dans le calcul. Ces paramètres de configuration sont optimisés en vue d'une conception réelle.

Dans la première étape, l'optimisation de l'ouverture (W) des électrodes a été étudiée. L'étude a été faite avec une longueur d'onde de 2.303 μ m tant pour les réflecteurs que pour les IDTs. Le nombre de réflecteurs (N_REF) et d'IDTs (N_IDT) ont été respectivement fixés à 150 et 100. L'épaisseur des électrodes en aluminium était de 80 nm comme défini expérimentalement. Nous observons d'après la figure 3.35 que l'ouverture W des électrodes n'influence ni le facteur de qualité Q, ni le la figure de mérite. Ces paramètres restent constants quelle que soit l'évolution de W. Par conséquent, l'ouverture du design initiale de 95,46 μ m a été maintenue pour la suite de l'étude.



Figure 3.35 - Paramètres Q, K² et FOM du résonateur obtenu par calcul pour différents nombres de réflecteurs (N_REF)

Ensuite pour une ouverture des électrodes fixé à 95,46 μ m, nous avons étudié l'influence du nombre de réflecteurs sur les paramètres K², Q et FoM (figure 3.36). Nous observons que le couplage K² diminue de façon monotone tandis que le facteur de qualité augmente linéairement avec le nombre de réflecteurs, passant d'environ 3000 avec 100 réflecteurs à 8500 avec 250 réflecteurs. En revanche, le FoM atteint son maximum d'environ 2,3 avec 150 réflecteurs. Ainsi, le nombre de réflecteurs retenu (150) est celui qui permet d'obtenir la meilleure figure de mérite.



Figure 3.36 - Paramètres Q, K² et FOM du résonateur obtenu par calcul pour différents nombres de réflecteurs (N_REF)

Pour la suite de l'étude, nous avons analysé l'influence du nombre de paires d'IDTs (N_IDT) en fixant l'ouverture des électrodes (W) à 95,46 μ m et le nombre de réflecteurs (N_REF) à 150. La figure 3.37 montre l'évolution des paramètres Q, K² et FoM avec un nombre de paires d'IDTs variant de 50 à 400. Nous avons observé que tous les paramètres augmentent de manière quasi-linéaire avec le nombre de paires d'IDTs. Le facteur de qualité Q passe de 4000 avec 50 paires d'IDTs à 9500 avec400 paires d'IDTs. Le FoM atteint une valeur record d'environ 8 avec 400 paires d'IDTs. Par conséquent, le nombre de paires d'IDTs retenu est de 400.



Figure 3.37 - Paramètres Q, K² et FOM du résonateur obtenu par calcul pour différents nombres de réflecteurs (N_IDT)

En analysant les résultats obtenus après avoir fait varier les différents paramètres de conception, une structure optimisée a été proposé avec 400 paires de doigts, 150 réflecteurs, une ouverture de 95,5 μ m et un taux de métallisation de 60 %. Sa mise en œuvre expérimentale est en cours pour valider ce design et surtout pour démontrer l'amélioration du signal collecté à distance et la distance d'interrogation des capteurs SAW à haute température.

3.6. Conclusion du chapitre

Ce chapitre était focalisé sur la fabrication et la caractérisation filaire à haute température des capteurs SAW en configuration résonateur, avec des facteurs de qualité élevés sur des substrats d'AlN/Saphir et fonctionnant dans la bande ISM à 2,45 GHz.

Dans un premier temps, une étude sur la résistance à long terme et à haute température des électrodes sélectionnées (Al et NiAl) a été réalisée. Il a été observé que les IDTs en alliage de NiAl présentent une meilleure résistance à haute température que les IDTs en aluminium, bien que des efforts restent nécessaires pour améliorer leur conductivité électrique.

Les premiers résonateurs ont été fabriqués sur des couches d'AlN de 1 μ m d'épaisseur déposées sur du saphir, avec un facteur de qualité Q de l'ordre de 3500 à température ambiante. Cependant, lors des tests à 400°C, le facteur de qualité a chuté à 1500, principalement en raison de la dégradation avec la température des électrodes en aluminium.

Dans le but d'améliorer ces performances en termes de Q, pour une meilleure détection sans fil, une collaboration a été menée avec le Centre de Recherche sur l'Hétéro-Epitaxie et ses Applications (CRHEA) afin d'optimiser les couches d'AlN utilisées. Grâce à cette optimisation, les dispositifs SAW réalisés ont atteint des valeurs de facteur de qualité allant jusqu'à 6500, ce qui constitue un résultat remarquable pour des capteurs à 2,45 GHz. De plus, ces dispositifs ont maintenu une figure de mérite (FoM) constant autour de 2 jusqu'à 400°C, toujours en utilisant des électrodes en aluminium.

Afin de développer des capteurs capables de supporter des températures encore plus élevées, au-delà de 400°C, des résonateurs basés sur une structure NiAl/AlN/Saphir ont été fabriqués et testés avec succès jusqu'à 600°C. Ces dispositifs ont démontré une bonne stabilité thermique ainsi qu'une bonne sensibilité.

Enfin, une phase d'optimisation supplémentaire de la structure des résonateurs a été initiée dans le but de maximiser encore davantage le facteur de qualité.

Dans l'ensemble, ce chapitre met en lumière la possibilité de développer des capteurs SAW sans fil basés sur AlN/Saphir et capables de fonctionner dans des environnements à haute température tout en conservant de bonnes performances. Le chapitre suivant se concentrera sur l'interrogation à distance de ces capteurs.

Chapitre 3.

Chapitre 4. Interrogation sans fils des capteurs SAW pour les applications hautes températures

4.1. Contexte

Dans le chapitre 3, nous avons exploré en détail la conception et les caractérisations à hautes températures des capteurs SAW haute fréquence (2,45GHz). Ces capteurs, basés sur des structures comme Al/AlN/Saphir et NiAl/AlN/Saphir, ont démontré leur capacité à fonctionner à haute température jusqu'à 600°C. Cependant, pour que ces capteurs puissent pleinement se déployer dans des applications industrielles, il est essentiel de développer des techniques d'interrogation sans fil efficaces. En effet, la capacité à interroger ces capteurs à distance, sans source d'énergie externe et sans connexions filaires, constitue un atout majeur, particulièrement dans les environnements où les capteurs sont exposés à des hautes températures ou intégrés dans des systèmes en mouvement.

De plus dans la majorité des cas, les capteurs SAW destinés aux environnements à haute température sont enfermés dans un boîtier en céramique, assurant ainsi leur protection thermique et leur intégrité structurelle. Ce boîtier, qui sert également de liaison entre les capteurs et l'antenne, est lui-même sujet aux contraintes thermiques élevées. Les matériaux constitutifs de l'ensemble du système, incluant les électrodes SAW, les substrats, les composants du boîtier et de l'antenne, ainsi que les interconnexions, présentent des caractéristiques hétérogènes qui les rendent particulièrement vulnérables aux températures élevées.

Ce chapitre se concentre donc sur l'interrogation sans fil des capteurs SAW étudiés, une composante essentielle pour leur intégration dans des applications réelles. Nous aborderons dans un premier temps les principes fondamentaux des télécommunications et des antennes. Ensuite l'interrogation à distance des capteurs est présentée. Enfin nous proposons un nouveau système de détection sans fil qui intègre un dispositif SAW associé à une antenne à résonateur diélectrique (DRA) pour des applications dans des environnements soumis aux hautes températures. L'architecture de ce dispositif vise à surmonter les défis inhérents aux interconnexions souvent à l'origine de défaillances dans les environnements à haute température.

4.2. Les bases des antennes et télécommunications

4.2.1. Définitions et Paramètres caractéristiques des antennes

Les antennes sont des dispositifs essentiels dans les systèmes de télécommunications, car elles assurent la transmission et la réception des ondes électromagnétiques, qui sont à la base des communications sans fil. Leurs performances dépendent de deux types de caractéristiques : les caractéristiques électriques (impédance et coefficient de réflexion) et celles liées au rayonnement (gain, diagramme de rayonnement...).

Caractéristiques électriques

Le principal paramètre électrique des antennes est l'impédance. L'adaptation de cette impédance est cruciale pour garantir un transfert efficace de la puissance entre l'antenne et le système auquel elle est connectée. Si l'impédance de référence est Zo, généralement définie à 50 Ω et que l'impédance d'entrée de l'antenne est Z_{ant} = R + jX (où R est la résistance et X la réactance), le coefficient de réflexion de l'antenne peut être calculé par rapport à l'impédance de référence par la relation suivante [108,109] :

$$S_{11} = \frac{Z_{ant} - Z_0}{Z_{ant} + Z_0}$$

Une adaptation optimale de l'impédance se produit lorsque le coefficient de réflexion S_{11} est proche de 0, c'est-à-dire qu'il n'y a pas de réflexion. En pratique, on

considère qu'une bonne adaptation est obtenue lorsque le coefficient de réflexion mesuré en dB est inférieur à -10 dB, ce qui minimise les pertes par réflexion.

Dans le cas des capteurs SAW, où l'impédance Z_{SAW} est en général différente de 50 Ω , la relation précédente devient :

$$S_{11} = \frac{Z_{ant} - Z_{SAW}^*}{Z_{ant} + Z_{SAW}}$$

 Z_{SAW}^* est le complexe conjugué de l'impédance du capteur SAW. Il convient alors, pour optimiser le transfert d'énergie entre le SAW et l'antenne, d'avoir une impédance de l'antenne qui est le complexe conjugué de celle du SAW ; soit à la résonance ou à l'antirésonance. L'adaptation des deux dispositifs à 50 Ω n'est pas forcément nécessaire.

Caractéristiques de rayonnement

Les antennes sont caractérisées par plusieurs paramètres clés liés au rayonnement, notamment le gain, le diagramme de rayonnement et la bande passante.

Le gain

Le gain d'une antenne mesure son efficacité à convertir la puissance électrique en ondes électromagnétiques dans une direction spécifique. Il dépend à la fois de la directivité D, qui quantifie la concentration de l'énergie dans une direction donnée, et du rendement η de l'antenne, qui reflète les pertes internes. La relation entre ces termes s'exprime par la formule suivante [110] :

$$G = \eta D$$

Un gain élevé signifie que l'antenne transmet ou reçoit efficacement dans une direction particulière, ce qui est essentiel pour focaliser l'énergie et maximiser la portée de la communication.

Diagramme de rayonnement

Le diagramme de rayonnement représente la distribution de l'énergie rayonnée par l'antenne dans l'espace. Il est généralement représenté en 2D ou en 3D et se compose de deux parties principales [110] :

- Le **lobe principal**, qui correspond à la direction dans laquelle l'antenne rayonne la majeure partie de son énergie.
- Les lobes secondaires, qui correspondent à des directions où l'antenne rayonne également, mais avec une intensité beaucoup plus faible que dans le lobe principal.

Le gain de l'antenne est principalement déterminé par le lobe principal, qui caractérise la directivité de l'antenne.

Bande passante

La bande passante, ou largeur de bande, fait référence à l'intervalle de fréquences sur lequel une antenne conserve des performances optimales, notamment en termes de puissance de rayonnement. Elle est souvent déterminée à partir du paramètre S_{11} de l'antenne en fonction de la fréquence. On considère généralement que si le coefficient de réflexion S_{11} est inférieur à -10 dB, la puissance de rayonnement est suffisante, et l'antenne fonctionne correctement dans cette plage de fréquences [110].

La largeur de bande B, exprimée en % par rapport à la fréquence de résonnance f_o de l'antenne est donnée par la formule :

$$B = \frac{f_2 - f_1}{f_0}$$

Avec f_1 et f_2 , les valeurs limites du domaine de fréquence à -10 dB

Pour l'interrogation sans fil des capteurs SAW dans bande ISM 2,4 GHz – 2,4835 GHz, il est souhaitable que les antennes utilisées aient une bande passante de 83 MHz ou 3,4% par rapport à 2,44 GHz pour couvrir toute la bande.

4.2.2. Bilan de liaison entre deux antennes

Le **bilan de liaison** est un concept fondamental en télécommunications puisqu'il permet de déterminer la performance d'une communication entre deux antennes. Il calcule les gains et les pertes dans un système de transmission radio entre un émetteur et un récepteur, permettant ainsi de vérifier si le signal reçu sera suffisamment puissant pour être exploité efficacement.

Dans le cadre d'une communication sans fil en espace libre, le bilan de liaison est donné par l'équation de Friis. Cette équation permet d'estimer les puissances transmises entre deux antennes séparées par une distance D (figure 4.1). Elle est exprimée de la manière suivante [111] :

$$\frac{P_R}{P_E} = G_R G_E (1 - |S_{11}|^2) (1 - |S_{22}|^2) \cdot |\vec{u} \cdot \vec{v}|^2 \left(\frac{4\pi D}{\lambda}\right)$$

Avec P_R et P_E la puissance d'émission et de réception, G_E et G_R le gain des antennes d'émission et de réception. λ est la longueur d'onde électromagnétique dans l'espace libre. Les termes $1 - |S_{11}|^2$ et $1 - |S_{22}|^2$ représentent les pertes par désadaptation des antennes. Ils traduisent la fraction de puissance qui est réfléchie et qui n'est donc pas acceptée par une antenne. L'expression $|\vec{u} \cdot \vec{v}|^2$ désigne les pertes de polarisation des antennes. Elle mesure l'alignement entre les vecteurs de polarisation des antennes émettrice et réceptrice.



Figure 4.1 - Schéma de principe d'une liaison entre deux antennes dans un espace libre

4.3. Interrogation sans fil des capteurs SAW

Le système d'interrogation d'un capteur SAW sans fil se compose d'une antenne d'interrogation (antenne 1), d'une antenne connectée au capteur (antenne 2), et du dispositif SAW lui-même comme illustré dans la figure 4.2.



Figure 4.2 – Schéma d'un système d'interrogation sans fil d'un résonateur SAW

Le bilan de liaison total inclut la transmission entre l'antenne 1 et l'antenne 2, le rendement du résonateur SAW et la transmission entre l'antenne 2 et l'antenne 1. Pour optimiser le système, plusieurs paramètres sont essentiels et pour la plupart liés à la formule de Friis :

- Le rendement (η) du capteur SAW : Il dépend principalement de la figure de mérite Q·K².
- 2. Les gains des antennes : Les deux antennes doivent être utilisées dans leurs directions de gain maximal.
- 3. L'alignement des polarisations : Assurer que les polarisations des antennes sont alignées pour maximiser la puissance de transmission.
- 4. **L'adaptation d'impédance** des antennes à leur charge : L'antenne d'interrogation (antenne 1) à l'interrogateur et l'antenne du capteur (antenne 2) avec le capteur.

- 5. **Les conditions de propagation** : Lorsque cela est possible, il est préférable d'utiliser les antennes en conditions d'espace libre, c'est-à-dire sans obstacles et éloignées de surfaces métalliques ou à fort diélectrique, afin d'assurer la validité de la formule de Friis. Si cela n'est pas possible, il faudrait redéfinir la conception de la liaison et d'ajuster les paramètres des antennes en fonction de l'environnement.
- Les pertes des câbles : Les pertes introduites par les câbles dépendent de leur qualité et de leur longueur. Minimiser ces pertes est essentiel pour maintenir un bon niveau de signal.

En supposant qu'on soit dans les conditions de l'équation de Friis, et que les pertes dans les câbles soient négligeables, le bilan de l'interrogation sans fil du capteur SAW aller-retour $\left(\frac{P_R}{P_R}\right)^2 * \eta$.

Dans le chapitre 3, nous avons traité du rendement des capteurs SAW à base d'AlN/Saphir en optimisant la figure de mérite. Afin d'évaluer le potentiel sans fil à haute température de ces structures, des antennes commerciales à fort gain ont été utilisées dans un premier temps.

4.3.1. Structure Al/AlN/Saphir

1. Première série de mesure avec AlN 1 µm de MTI

Les mesures sans fil ont été effectuées en mesurant la puissance rétrodiffusée en fonction des variations de température, grâce un interrogateur sans fil de la société allemande SAW Components. Cet interrogateur est couplé à un réseau d'antenne patch offrant un gain de 19 dB, ce qui assure une performance optimale en termes de réception et d'émission des signaux. Le capteur SAW est relié à une antenne unidirectionnelle Yagi-Uda, fabriqué en aluminium et composée de 14 éléments via deux câbles RF de mauvaise qualité (~ 3 dB de pertes à 2,4 GHz pour chaque câbles). 138 Cette antenne mesurant 60 cm de longueur dispose d'un gain de 14 dB (figure 4.3). Il ne s'agit donc pas à ce stade d'un capteur SAW sans fil avec une antenne intégrée. Les deux antennes fonctionnent dans la bande ISM à 2,45 GHz. Le dispositif expérimental est présenté dans la figure 4.3



Figure 4.3 - Dispositif expérimental des mesures sans fil des résonateur SAW Al(80nm)/AlN(1µm), MTI/Saphir à 1m de distance

La figure 4.4 (a) donne les premières mesures effectuées sur un résonateur fabriqué à base de la structure Al(80nm)/AlN(1µm), MTI/Saphir. Ce résonateur présente un facteur de qualité de 3500 et une figure de mérite de 1,68, comme détaillé dans la section 3.3.3. Les résultats expérimentaux obtenus confirment la possibilité de suivre avec précision la fréquence du signal rétrodiffusée à une distance de 1 m, sur une plage de température allant de 23°C à 500°C, tout en maintenant un rapport signal-bruit supérieur à 20 dB.

Les tests effectués dans cette gamme de température ont également révélé une réponse en fréquence linéaire en fonction de la température, ainsi qu'une excellente reproductibilité, à la fois dans les configurations avec et sans fil (Fig. 4.4(b)). Le TCF est mesuré à une valeur de -47 ppm/°C.



Figure 4.4 – (a) Puissance rétrodiffusée, (b) Evolution de la fréquence de résonance du résonateur SAW Al(80nm)/AlN(1µm), MTI/Saphir mesurée à 1 m entre RT et 500 °C.

Pour approfondir l'évaluation du potentiel d'interrogation du capteur à une distance plus importante, nous avons augmenté la distance d'interrogation à 3 mètres. Les résultats obtenus révèlent une atténuation de la réponse du capteur d'environ 19 dB par rapport à celle mesurée à une distance de 1 mètre. Malgré cette baisse significative du signal, la réponse demeure identifiable à température ambiante, comme l'illustrent la figure 4.5.

L'atténuation observée entre 1 m et 3 m de distance peut être estimée théoriquement en appliquant l'équation de Friis, qui décrit les pertes en espace libre pour la propagation des ondes électromagnétiques (voir section 4.2.2). A partir de cette équation on déduit aisément les pertes de propagation α (exprimées en dB) qui sont proportionnelle au carré de la distance.

$$\alpha = 20.\log\left(\frac{4\pi D}{\lambda}\right)$$

140

Si la distance est multipliée par 3, la différence en dB dans le bilan de liaison sera de 20*log(3) dB.

En considérant un schéma de rétrodiffusion bidirectionnelle (aller-retour), la différence théorique dans le bilan de liaison entre 1m et 3m est de $2*20*\log(3) = 19,08$ dB, ce qui est en parfait accord avec l'expérience.



Figure 4.5 - Puissance rétrodiffusée du résonateur SAW Al(80nm)/AlN(1µm), MTI/Saphir à 1 m et 3 m à température ambiante

Les mesures réalisées à 1m de distance montrent que l'amplitude du signal du résonateur SAW Al(80nm)/AlN(1µm), MTI/saphir baisse de 12 dB sous l'effet de la température (figure 4.4(a)). En extrapolant cette dégradation en fonction de la température à 3m sur la plage de température étudiée, on peut déduire que le signal se confondra avec le niveau du bruit à environ 400°C. Cette observation souligne la nécessité d'optimiser les performances des capteurs SAW notamment en ce qui concerne le facteur de qualité et la figure de mérite pour garantir leur fiabilité dans des conditions de haute température.

2. Deuxième série de mesure avec AlN 0,6 µm du CRHEA

Cette optimisation a été réalisé dans le chapitre 3 en ajustant l'épaisseur de la couche d'AlN à 0,6 µm au lieu de 1 µm, tout en améliorant également la qualité cristalline de cette couche avec les dépôts du CRHEA. Par conséquent, les résonateurs fabriqués à base de la structure Al(80nm)/Al(600nm)/Saphir présentaient un facteur de qualité de 5000 et une figure de mérite de 2. Ainsi des tests sans fil ont été réalisés sur cette structure à 3 m de distance. Afin d'exploiter au maximum l'énergie re-rayonnée par le capteur, l'antenne Yagi-Uda (de gain 14 dB) du capteur a été remplacé par une autre antenne patch offrant un gain de 20 dB comme présenté sur les figures 4.6. L'augmentation théorique du gain est donc de (20-14)*2 dB sur un bilan aller-retour soit 12 dB. En outre des câbles de meilleure qualité présentant des pertes de 1 dB pour 1,5 m pour le câble du SAW et 1,94 dB pour 1 m pour celui connecté à l'interrogateur ont été choisis (figure 4.6).



Figure 4.6 - Dispositif expérimental des mesures sans fil des résonateur SAW Al(80nm)/AlN(600nm), CRHEA/Saphir à 3m de distance

Trois cycles de chauffage-refroidissement ont préalablement été effectués à 400°C, d'une durée de 3 heures chacun. Ensuite, les mesures sans fil ont été réalisées à 500°C pendant un cycle de chauffage-refroidissement de 4 heures. La figure 4.7 montre que le capteur SAW de structure Al(80 nm)/AlN(600 nm)/Saphir peut être interrogé à distance jusqu'à 500°C à une distance de 3 m avec un SNR supérieur à 35 dB sur toute la bande. L'échantillon a passé environ 20 minutes à 500°C. Le TCF de 59 ppm/°C correspond bien à la valeur obtenue en configuration sans fil dans le chapitre 3.



Figure 4.7 – (a) Puissance rétrodiffusée d'un résonateur SAW Al(80nm)/AlN(600nm), CRHEA/Saphir interrogé sans fil à une distance de 3m en fonction de la température (b) Evolution de la fréquence en fonction de la température de la structure.

La très bonne amplitude du signal à 500°C laisse envisager la possibilité de mesures sans fil à une plus grande distance, notée d. En considérant à cette température une amplitude minimale du signal de 10 dB au-dessus du niveau de bruit, ce qui correspond à un niveau de signal d'environ -48 dB. La différence dans le bilan de liaison en fonction de la distance d, sur un schéma aller-retour, est donnée par la
formule : N = 2 * 20 $\log(d/3)$, où N représente la différence d'amplitude entre la distance de référence de 3 m (avec un niveau de -27 dB) et la distance d.

En résolvant cette équation, on obtient $2*20\log(d/3) = -27 \text{ dB} - (-48 \text{ dB}) = 21 \text{ dB}$. La distance maximale de mesure sans fil pourrait donc être d'environ 10 m.

Ce résultat, le meilleur de l'état de l'art à notre connaissance dans la bande à 2,45 GHz met en évidence le potentiel de la structure Al/AlN/Saphir pour des mesures sans fil jusqu'à 500 °C, sur des distances comprises entre 3 et 10 mètres. Des mesures de suivi long terme restent à effectuer pour évaluer la limite en opération longue.

4.3.2. Structure NiAl/AlN/Saphir

À ce stade de nos travaux, nous avons réussi à développer des capteurs SAW sans fil capables de fonctionner à des températures allant jusqu'à 500°C, grâce à l'utilisation d'électrodes en aluminium. Toutefois, au-delà de cette limite, l'aluminium montre ses limites en température. Pour étendre la plage de température d'utilisation de nos capteurs, nous avons opté pour le remplacement des électrodes en aluminium par l'alliage de nickel-aluminium (NiAl). Cet alliage offre un compromis intéressant entre l'aluminium et le platine en termes densité et de résistance en température.

La figure 4.8 présente les résultats de l'interrogation à distance des capteurs SAW équipés d'électrodes en NiAl et étudiés en détail dans la section 3.5. Ces résultats montrent que l'interrogation à distance de ces capteurs permet de mesurer des températures jusqu'à 600°C à une distance de 3 mètres, avec une stabilité remarquable, avec le même dispositif expérimental de la figure 4.6.



Figure 4.8 – (a) Puissance rétrodiffusée d'un résonateur SAW NiAl(80nm)/AlN(600nm), CRHEA/Saphir interrogé sans fil à une distance de 3 m en fonction de la température, (b) Evolution de la fréquence en fonction de la température de la structure

Ce résultat marque une avancée significative dans l'état de l'art des capteurs SAW sans fil opérant à 2,45 GHz dans des environnements à haute température. À notre connaissance, des mesures sans fil de capteurs SAW à 600°C et à 2,45 GHz à une distance de 3 m n'ont jamais été réalisées.

La figure 4.9 établit une comparaison détaillée de l'évolution des puissances rétrodiffusées des capteurs à base d'Al et de NiAl dans des conditions d'interrogation sans fil similaires. On observe que les capteurs à base de NiAl présentent une stabilité après deux cycles de température à 600°C d'une durée de 4h chacun, tandis que les capteurs à base d'aluminium montrent une dégradation prononcée, avec une atténuation du signal de 9 dB après le cycle à 580°C. Ces résultats mettent en évidence la supériorité à haute température des capteurs SAW de structure NiAl(80 nm)/AlN(600 nm)/Saphir. Cependant, malgré les pertes, l'amplitude des signaux des capteurs à base d'aluminium reste supérieure à celle des capteurs à base de NiAl entre la température ambiante et 400°C, même après trois cycles de température. Cette 145

différence en faveur de l'aluminium peut être attribuée à une meilleure conductivité électrique des couches minces d'aluminium, tandis que les films de NiAl souffrent encore d'une mauvaise conductivité. La conductivité des couches de NiAl représente donc un défi à surmonter pour optimiser les performances des capteurs à base de NiAl, afin de les rapprocher de celles de l'aluminium. Ainsi, les capteurs de structure Al(80 nm)/AlN(600 nm)/Saphir peuvent être privilégiés jusqu'à 400°C, tandis qu'au-delà de cette température, la structure NiAl(80 nm)/AlN(600 nm)/Saphir demeure la plus performante.



Figure 4.9 – Evolution des niveaux du signaux de résonateurs Al(80nm)/AlN(600nm)/Saphir et NiAl(80nm)/AlN(600nm), CRHEA/Saphir interrogés sans fil à 3m en fonction de la température

4.4. Système intégré SAW-antenne DRA

Jusqu'à présent, les mesures sans fil présentées dans ce manuscrit ont été effectuées de manière non intégrée via une station sous pointe et à l'aide d'antennes commerciales, dont la taille est relativement grande par rapport à celle du capteur. Cette disproportion peut engendrer des limitations en termes d'encombrement et d'intégration, en particulier dans des milieux contraints par l'espace. Le capteur est également exposé aux impuretés extérieures, rendant son utilisation encore plus complexe dans ces conditions. À l'heure actuelle, il n'existe pas de solution commerciale combinant capteur SAW, antenne et boitier haute température. Pour répondre à ces défis, nous proposons un nouveau système de capteurs sans fil, combinant un dispositif SAW intégré à une antenne à résonateur diélectrique (DRA). Cette approche de miniaturisation innovante vise non seulement à résoudre les problèmes d'interconnexion entre le capteur et son antenne, mais aussi à améliorer l'encapsulation du capteur, assurant ainsi une meilleure protection et robustesse dans des environnements difficiles. Nous introduisons donc ici le concept d'antenne-« packaging »

4.5. Quelques généralités sur les antennes DRA

Les résonateurs diélectriques sont souvent utilisés dans la conception de filtres, de guides d'ondes et d'oscillateurs hyperfréquences. Leur utilisation comme dispositifs rayonnants a été explorée dès les années 1980 par S.A. Long et M.W. McAllister [112]. Les antennes à résonateur diélectrique (DRA) ont rapidement suscité un grand intérêt dans le domaine des télécommunications pour surmonter les limitations des antennes patch à très hautes fréquences [110].

Une antenne à résonateur diélectrique est composée d'un bloc de matériau diélectrique, pouvant adopter diverses formes, cylindrique [113], rectangulaire [114] et hémisphérique [115] monté sur une surface métallique appelée plan de masse. Bien 147 que la forme cylindrique ait été initialement utilisée, la forme rectangulaire reste la plus courante en raison de sa facilité de fabrication et du nombre de degré de liberté qu'elle offre pour ajuster la fréquence de fonctionnement [116].

L'une des caractéristiques principales des antennes à résonateurs diélectriques (DRA) est que leurs dimensions physiques dépendent directement des propriétés électromagnétiques du matériau diélectrique utilisé, ainsi que de la fréquence de résonance choisie. Plus précisément, les dimensions physiques d'une antenne DRA sont étroitement liées à la longueur d'onde (λ_0) dans le vide, à la permittivité relative (ϵ_r) et à la perméabilité relative (μ_r) du matériau diélectrique, selon la relation suivante :

Dimension de la DRA
$$\propto \frac{\lambda_0}{\sqrt{\varepsilon_0 \mu_0}}$$

Cette expression montre que les dimensions de la DRA sont inversement proportionnelles à la racine carrée du produit de la permittivité et de la perméabilité relatives du matériau. Comme la perméabilité relative des matériaux diélectriques est généralement proche de 1, la taille de l'antenne DRA est principalement influencée par la valeur de la permittivité relative.

L'utilisation de matériaux avec une forte permittivité relative, généralement comprise entre 10 et 100, permet donc de concevoir des antennes plus compactes et d'ajuster précisément la bande passante des antennes pour répondre aux exigences spécifiques de chaque application. De plus, les faibles pertes tangentielles de ces matériaux permettent de maintenir une efficacité de rayonnement élevée, même à très hautes fréquences [116,117]. Contrairement aux antennes imprimées, les DRA ne présentent pas de pertes métalliques.

Les antennes DRA peuvent être excitées par diverses méthodes, telles que la sonde coaxiale, la ligne microruban, la ligne coplanaire, les guides d'ondes coplanaire (CPW) ou encore par une fente, ce qui les rend extrêmement adaptables à différents systèmes [118–121]. Chaque méthode d'excitation présente ses propres avantages et inconvénients, et des ajustements peuvent être effectués pour optimiser le couplage et l'excitation des modes de la DRA. Cette diversité de techniques d'excitation permet également d'étendre la plage de fréquences des antennes, les rendant ainsi adaptées à une large gamme d'applications de communications sans fil et de détection [122–127].

Dans notre cas, la DRA sera utilisée pour les communications sans fil de nos capteurs SAW. L'efficacité de rayonnement élevée et sa capacité à opérer à des fréquences élevées rendent ce type d'antenne particulièrement bien adapté pour assurer des transmissions avec ces capteurs.

4.6. Design et simulations numériques

4.6.1. Description du dispositif proposé

Le système étudié a été développé par Tony Makdissy au cours de son post doctorat au sein de notre équipe de recherche. Il est conçu pour fonctionner dans la bande ISM 2,45 GHz. Il se compose d'un résonateur diélectrique de forme rectangulaire mesurant $29 \times 22 \times 24$ mm³ en alumine, avec une constante diélectrique ε_r de 9,4 et de faible pertes tangentielles, tan = 0,006 (paramètres de simulation). Cette antenne est positionnée sur une plaque circulaire d'AlN/Saphir d'une épaisseur de 1 mm et d'un diamètre de 51,2 mm. Comme décrit dans le chapitre précédent, la structure AlN/Saphir est choisie pour ses propriétés de résistances aux hautes températures. Une encoche et une fente circulaire sont gravées sur la surface supérieure métallisée de cette plaque. Le capteur SAW peut être placé au niveau de l'encoche ou symétriquement à l'encoche par rapport au centre de l'anneau d'alimentation (figure 4.10).



Figure 4.10 - Système de détection SAW-DRA

Le principal avantage de ce système est qu'il n'existe aucune connexion directe entre le capteur SAW et la DRA puisque ce dernier est alimenté par couplage de proximité. Les ondes radio sont introduite à l'intérieur du matériau résonateur RF à partir de la fente circulaire. Ces ondes rebondissent par la suite sur les parois du résonateur RF, formant ainsi des ondes stationnaires. Les parois du résonateur RF étant partiellement transparentes aux ondes radio, la puissance rayonnée va se propager dans l'espace.

En outre, le capteur SAW est protégé des impuretés extérieures puisqu'il est placé sous la DRA : le DRA sert également de package pour le capteur. On noter que le SAW et les parties extérieures de la fente circulaire sur la plaque AlN/Saphir indiquées en orange dans la figure 3 peuvent être fabriqués à partir d'un même matériau en une ou deux étapes de fabrication, ce qui contribue à réduire les problèmes potentiels liés aux matériaux.

4.6.2. Les simulations numériques

Le système proposé, décrit dans la section précédente, est simulé à l'aide du logiciel de simulation électromagnétique HFSS (High Frequency Structure Simulator). Ce logiciel repose sur des solveurs avancés utilisant la méthode des éléments finis (FEM), permettant une analyse précise des structures à haute fréquence. Toutes les simulations ont été réalisée par Tony Makdissy. Les résultats ont pour but d'évaluer les performances et les caractéristiques du système, ainsi que de démontrer son potentiel pour les applications de détection sans fil. L'encoche réservée pour le capteur SAW sera modélisée dans les simulations par un composant d'impédance 50Ω .

Modélisation de l'impédance

La première observation porte sur l'impédance du système, qui garantit une transmission efficace ainsi qu'une meilleure réception de la puissance. La figure 4.11 montre que la fréquence de résonance du système est située autour de 2,43 GHz, et le coefficient de réflexion de -17,3 dB indique une bonne adaptation d'impédance sur 6 % de la bande passante à -10 dB. Cette bande passante couvre l'ensemble de la bande ISM à 2,45 GHz, qui s'étend de 2,4 GHz à 2,485 GHz. Les faibles pertes de puissance et la précision de la réponse en fréquence démontrent que le système SAW-DRA peut fonctionner efficacement dans la plage de fréquences ciblée.



Figure 4.11 – modélisation du coefficient de réflexion S11 de l'antenne DRA

Caractéristiques de rayonnement

Une analyse plus approfondie du champ électrique à la fréquence de résonance (2,43 GHz) révèle que le mode fondamental TE₁₁₁ est bien établi à l'intérieur de la DRA (figure 4.12), le diagramme de rayonnement 3D du mode fondamental est illustré dans la figure 4.13.



Figure 4.12 – Distribution du champ électrique dans la DRA



Figure 4.13 - Diagramme de rayonnement 3D à 2,45 GHz de la DRA

Les diagrammes de rayonnement d'une antenne sont généralement donnés dans deux plans orthogonaux : le plan E et le plan H, qui sont respectivement les plans colinéaire et perpendiculaire à la polarisation du champ électrique généré par l'antenne. Le plan E correspond au plan contenant le vecteur du champ électrique, tandis que le plan H est défini par le champ magnétique associé [110,128]. Ces deux plans permettent de caractériser de manière complète le comportement directionnel de l'antenne. La coupe du diagramme dans le plan E (courbe rouge de la figure 4.14) révèle un gain maximal de 5,26 dB dans la direction de l'angle $\theta = -32^{\circ}$. De plus, le plan E offre la possibilité d'une large gamme d'angles de balayage pour l'antenne puisque la largeur angulaire du rayonnement à mi-puissance s'étend de -60° à +63° soit 123°.

Dans le plan H (courbe verte de la figure 4.14), le gain maximal est légèrement plus faible, avec une valeur de 3,34 dB dans la direction $\theta = 0^{\circ}$, c'est-à-dire dans l'axe principal du rayonnement. Cependant, il reste supérieur à 2 dB sur une plage angulaire significative allant de -33° à +33°.



Figure 4.14 - Diagramme de rayonnement 2D à 2,45 GHz de la DRA dans les plan E et H

L'analyse de ces résultats montre que la DRA présente des caractéristiques de rayonnement satisfaisantes. Non seulement elle offre un gain suffisant pour assurer une transmission et une réception efficaces, mais elle bénéficie également d'une couverture angulaire étendue, aussi bien dans le plan E que dans le plan H. Ces performances sont particulièrement avantageuses pour les applications nécessitant une couverture angulaire large, mais aussi pour des communications dans des environnements mobiles.

4.7. Etude expérimentale de l'antenne

4.7.1. Réalisation du prototype

Un premier prototype d'antenne sans capteur SAW a été réalisé sur un wafer de saphir de 2 pouces par un procédé de photolithographie pour valider le design de l'antenne et son fonctionnement à haute température. Ce choix de substrat s'explique par le fait que l'antenne ne nécessite pas l'utilisation d'une couche piézoélectrique. De plus, comme mentionné au chapitre 1, le saphir et l'AlN présentent des propriétés similaires en termes de propagation et de résistance à la température.

Le wafer de saphir a d'abord été recouvert de résines. Un premier revêtement de primer a été appliqué afin de faciliter l'adhésion des couches suivantes. Ensuite, une couche de résine LOR 30B a été déposée, suivie d'une résine positive AZ4562, afin de créer un profil casquette. Les paramètres d'enrésinement sont détaillés dans le tableau 4.1. Le prototype obtenu est présenté dans la figure 4.15.

Résine	Vitesse (tr/min)	Accélération (tr/min/s)	Temps d'enrésinement (s)	Température (°C) et durée de recuit
Primer	3000	1500	60	115 (120s)
LOR 30B	3000	1500	60	140 (300s)
AZ 4562	10000	4000	40	115 (180s)

Tableau 4.1 - Paramètres d'enrésinement pour la fabrication des antennes DRA



Figure 4.15 – Antenne à résonateur diélectrique réalisé par photolithographie, alimentée par une ligne coplanaire

4.7.2. Résultats expérimentaux

Deux prototypes d'antennes ont été réalisés, chacun avec un plan de masse fabriqué à partir d'un matériau différent : l'un en aluminium, l'autre en platine. L'aluminium a été sélectionné pour sa bonne conductivité, tandis que le platine a été choisi pour sa meilleure résistance à l'oxydation à haute température. Ces prototypes ont ensuite été caractérisé sur une station RF à haute température (figure 4.16). L'évolution du coefficient de réflexion S11 a été mesurée jusqu'à 500°C pour l'aluminium et à 600°C pour le platine.



Figure 4.16 - Caractérisation haute température du prototype DRA

La figure 4.17(a) donne les mesures du paramètre S_{11} en fonction de la température de la DRA avec plan de masse en aluminium. La fréquence de résonance de l'antenne passe de 2,507 GHz à 2,396 GHz entre la température ambiante et 500°C. De plus on note une augmentation de l'adaptation d'impédance à 50 Ω de 15,7 dB à 20,96 dB sur toute la plage de température, ce qui est tout à fait satisfaisant. En parallèle, la bande passante relative à la fréquence de résonance de l'antenne est plutôt stable de 3% à 4% entre 23°C et 500°C, ce qui suggère une dégradation modérée du gain de l'antenne avec la température (figure 4.17(c))

En revanche, les performances de l'antenne avec un plan de masse en platine se dégrade à haute température. En effet l'adaptation d'impédance à 50 Ω se dégrade progressivement, devenant inférieure à -10 dB à 500°C (figure 4.17(b)). Cette mauvaise adaptation d'impédance se traduit par une réduction drastique de la bande passante relative à -10 dB, passant d'environ 3,5% à 0% entre 23°C et 500°C. De plus le profil du S_{11,dB} s'évase fortement, ce qui est synonyme des pertes accrues et certainement d'un gain diminué. Cela reste à confirmer par des mesures de gain en fonction de la température.

L'adaptation et la largeur de bande sont satisfaisantes sur toute la plage de température avec le plan de masse en aluminium et l'antenne a une dépendance à la température de -92ppm/°C contre -60 ppm/°C pour le capteur SAW, en raison de l'évolution de la constante diélectrique dans le bloc d'alumine (figure 4.17(d)).

La différence de comportement entre les deux antennes peut être attribuée principalement à la conductivité électrique des différents matériaux, qui joue un rôle clé dans les performances de l'antenne. Alors que l'aluminium maintient une faible résistivité, d'environ 10 $\mu\Omega$.cm à 600°C [129,130], le platine, en revanche, voit sa résistivité augmenter de manière significative, passant de 10,87 $\mu\Omega$.cm à 32,29 $\mu\Omega$.cm entre 27°C et 627°C [131]. Cette augmentation de la résistivité du platine pourrait expliquer la dégradation progressive de l'adaptation d'impédance et de la bande passante à haute température.



Figure 4.17 – Coefficient de réflexion S_{11} en fonction de la temperature des DRAs : (a) avec un plan de masse en aluminium, (b) avec un plan de masse en platine, (c) évolution des largeurs de bande relative avec la température, (d) Evolution de la fréquence avec la température

Bien que le platine présente une meilleure résistance à l'oxydation, cette propriété ne compense pas les pertes de performance liées à la baisse de conductivité à haute température. En revanche, l'antenne avec un plan de masse en aluminium offre des performances plus stables, voire améliorées, en termes d'adaptation d'impédance et de bande passante sur l'ensemble de la plage de température étudiée. Par conséquent, pour la suite de l'étude, la DRA avec un plan de masse en aluminium sera privilégiée avant d'envisager une structure stable et capable de résister aux températures jusqu'à 500°C.

4.8. Capteur SAW intégré à une DRA

4.8.1. Intégration du capteur

Après avoir démontré que les caractéristiques de rayonnement de la DRA sont satisfaisantes avec un plan de masse en aluminium, nous avons procédé à l'intégration du capteur SAW. La réalisation du système complet SAW-DRA s'effectue en trois étapes.

Dans un premier temps, un plan de masse en aluminium est fabriqué sur un wafer de 2 pouces d'AlN/Saphir, suivant le procédé de photolithographie comme décrit dans le cas de réalisation du prototype de la section 4.7.1. Ensuite, le capteur SAW est intégré par lithographie électronique selon le procédé de la section 3.2.2 (figure 4.18).



Figure 4.18 – Illustration du capteur SAW intégré à l'antenne DRA

Le bloc d'alumine est ensuite collé à l'aide d'une colle haute température (CERAMABOND), dont la viscosité a été ajustée avec le diluant 552-T. Cette colle résiste à des températures allant jusqu'à 1650°C. Pour garantir une bonne adhésion, la

colle est séchée à température ambiante pendant 4 heures. Deux étapes de recuit sont ensuite réalisées : la première à 95°C, et la seconde à 260°C, chacune durant 2 heures dans un four. Le profil de température de recuit ainsi que le système complet après collage sont illustrés dans les figures 4.19. Les températures de recuit indiquées sont des indications minimales recommandées par le fabricant [132].



Figure 4.19 – Profil de température de recuit pour le collage du bloc diélectrique

4.8.2. Les mesures sans fil

Le prototype a été caractérisé expérimentalement à haute température afin d'évaluer ses performances. Le processus de mesure consiste à chauffer le dispositif, placé sur une plaque chauffante, en augmentant la température de la plaque jusqu'à 400°C, par paliers de 100°C. L'interrogation à distance du capteur SAW est réalisée à l'aide d'une antenne patch, placée à une distance de 1 mètre au-dessus du système de détection. Le dispositif expérimental et le prototype sont illustrés dans la figure 4.20.

Le protocole de mesure détaillé est le suivant : la plaque chauffante est d'abord réglée à la température cible. Un délai de 5 minutes est respecté pour permettre au SAW d'atteindre la température stabilisée. Une fois cette température atteinte, la puissance rétrodiffusée par l'antenne de la DRA est mesurée. Le même processus est appliqué pendant la phase de refroidissement, mais avec un temps d'attente prolongé de 10 minutes afin de garantir une stabilisation thermique plus lente.



Figure 4.20 - Dispositif de mesures sans fil du système SAW-DRA

Les résultats, présentés dans la figure 4.21(a), montrent un décalage de la fréquence de résonance du SAW, qui passe de 2,478 GHz à température ambiante à 2,438 GHz à 400°C. Par ailleurs, le coefficient de température de fréquence (TCF), extrait des mesures, reste constant au cours des cycles de chauffage et de refroidissement, avec une valeur d'environ -43 ppm/°C, comme illustré dans la figure 4.21(b). Cette valeur soulève des questions, car elle diffère de celle obtenue précédemment en configuration filaire et sans fil avec des antennes commerciales, où le TCF était de -60 ppm/°C.

Deux hypothèses peuvent être avancées pour expliquer cet écart de TCF. La première concerne l'utilisation de plaques chauffantes différentes lors des mesures, ce qui pourrait entraîner des variations dans la manière dont la chaleur est appliquée au capteur. La seconde hypothèse porte sur la thermalisation du capteur, qui pourrait varier selon qu'il est utilisé avec ou sans le résonateur RF.

Malgré ces divergences, ces résultats mettent en évidence le potentiel du système de détection DRA-SAW sans interconnexion pour le suivi efficace les variations de température à haute température.



Figure 4.21 - Puissance rétrodiffusée d'un résonateur SAW Al(80nm)/AlN(600nm)/Saphir intégré à une antenne DRA et interrogé sans fil à 1 m en fonction de la température, TCF du système SAW-DRA mesurée entre 23°C et 400°C.

4.9. Conclusion du chapitre

Ce chapitre a traité de l'interrogation sans fil des capteurs SAW basés sur des AlN/Saphir pour des applications à haute température. Nous avons d'abord discuté des principes fondamentaux des télécommunications sans fil et des antennes, essentiels pour concevoir des systèmes de communication efficaces pour ces capteurs. L'analyse des paramètres caractéristiques des antennes et des équations de télécommunications a posé les bases nécessaires pour comprendre les mécanismes de transmission et de réception des signaux sans fil dans des conditions difficiles.

Ensuite, nous avons connecté les capteurs SAW aux antennes patch commerciales via des connexions filaires pour effectuer des mesures sans fil. Les capteurs ont été interrogés jusqu'à une distance de 3 mètres. Les premiers résultats des mesures sans fil à 1 mètre avec la structure Al(80 nm)/AlN(1 μ m)/Saphir ont déjà été valorisés dans [133]. Les mesures sans fil à 3 mètres, obtenues avec les structures Al(80 nm)/AlN(600nm)/Saphir et NiAl(80 nm)/AlN(600nm)/Saphir, marquent une avancée significative dans l'état de l'art des capteurs SAW sans fil opérant à 2,45 GHz dans des environnements à haute température.

Une conception d'antenne-packaging intégré avec capteur SAW est ensuite introduite, éliminant les sources de connectique grâce à un couplage de proximité. Les mesures sans fil du système SAW-DRA ont été obtenues à 1 mètre jusqu'à 400°C. Des essais de ce système dans des applications réelles peuvent donc être envisagés grâce à une vraie montée en Technological Readiness Level (TRL).

Chapitre 4.

Conclusion générale

Ce manuscrit a exploré le développement de capteurs de température sans fil basés sur des ondes élastiques, pour des applications en environnements à haute température. Ce sujet de thèse revêt un caractère hautement pluridisciplinaire, mobilisant des connaissances en science des matériaux, en microfabrication en salle blanche, en acoustique des ondes de surface et en électronique.

Dans un premier temps, le chapitre 1 a posé les bases théoriques en rappelant les principes fondamentaux des dispositifs SAW, ainsi que les critères de sélection des matériaux pour des applications à haute température. L'étude comparative des différents substrats piézoélectriques a mis en évidence deux substrats piézoélectriques capables de fonctionner de manière stable au-delà de 500°C : la langasite et la structure bicouche AlN/Saphir. Cependant, la langasite, malgré son potentiel à haute température, souffre de pertes élastiques qui augmentent significativement avec la température et la fréquence. Ces pertes limitent son utilisation dans les applications sans fil à des bandes de fréquence plus basses, telles que 433 MHz. À l'inverse, la structure AlN/Saphir offre de meilleures propriétés pour des applications à haute fréquence, avec une capacité de fonctionnement stable jusqu'à 700°C dans l'air et de faibles pertes à haute fréquence, ce qui en fait un candidat de choix pour les capteurs SAW à 2,45 GHz. Ce choix de matériau a donc guidé l'ensemble des travaux menés dans cette thèse, avec pour objectif de démontrer le potentiel en mode sans fil à haute température des capteurs SAW sur AlN/Saphir.

Le chapitre 2 a détaillé les différentes techniques expérimentales mises en œuvre pour la réalisation et la caractérisation des dispositifs SAW sur AlN/Saphir. La fabrication des capteurs SAW nécessite une grande précision, aussi bien dans le dépôt des couches minces que dans la réalisation des électrodes interdigitées (IDTs). La qualité des couches d'AlN et des électrodes en aluminium (Al) et en alliage de nickel-164 aluminium (NiAl) est primordiale pour garantir une propagation optimale des ondes de surface et des performances stables à haute température. Nous avons employé des méthodes de dépôt variées pour obtenir des couches de haute qualité. La pulvérisation cathodique a été utilisée pour le dépôt des couches de NiAl, tandis que l'évaporation par faisceau d'électrons a permis de déposer des couches d'Al. Par ailleurs, la croissance des couches minces d'AlN a été réalisée par MOCVD par nos partenaires du Centre de Recherche sur l'Hétéro-Épitaxie et ses Applications (CRHEA). Les techniques de caractérisation, telles que la diffraction des rayons X (DRX) et la microscopie à force atomique (AFM), ont été utilisées pour évaluer la qualité des couches déposées, en analysant leur structure cristalline et leur rugosité de surface. Deux procédés de fabrication des IDTs ont été développés pour s'adapter aux différents matériaux. Pour les structures utilisant des électrodes en aluminium, la technique de lithographie électronique suivie de la méthode de lift-off a été adoptée, garantissant une bonne définition des motifs à l'échelle de quelques centaines de nanomètres. Pour les électrodes en NiAl, une approche intégrant la lithographie électronique et la gravure chimique a été utilisée, permettant de réaliser des électrodes stables à haute température.

Le chapitre 3 a porté sur les tests à haute température en configuration filaire des capteurs SAW réalisés avec des électrodes d'aluminium et de NiAl. Les dispositifs développés dans ce cadre ont été évalués en termes de facteur de qualité (Q) et de figure de mérite (FoM), qui permet de meilleures capacités de détection et de résolution sans fil. Les capteurs basés sur la structure Al/AlN(1 μ m), MTI/Saphir ont initialement montré un facteur de qualité (Q) élevé de 3500 à température ambiante avec une FoM de 1,68, démontrant ainsi leur potentiel pour une détection précise. Cependant, au fur et à mesure que la température augmentait, les performances de ces capteurs se sont dégradées, notamment à 400°C, où le facteur de qualité est descendu en dessous de 2000 avec une FoM de 1,55, à 500°C ces derniers se sont dégradés encore plus passant à Q = 750 et FoM = 0,77. Cette baisse est principalement due à la dégradation avec la température des électrodes en aluminium. Dans le but d'améliorer ces paramètres, la collaboration avec le CRHEA a permis d'optimiser les couches d'AlN utilisées,

notamment en réduisant l'épaisseur de la couche à 0,6 μ m. Grâce à ces améliorations, les capteurs SAW de structure Al(80nm)/AlN(0,6 μ m), CRHEA/Saphir ont atteint un facteur de qualité de 5000 et une FoM de 2 à température ambiante, un résultat remarquable pour des dispositifs SAW opérant à une fréquence de 2,45 GHz. Ces dispositifs optimisés ont également maintenu un facteur de qualité de 2000 à 400°C et une FoM constante sur toute la plage de température. La sensibilité en température était autour de 68 ppm/°C, ce qui est significatif pour des capteurs fonctionnant dans des environnements à haute température. Pour développer des capteurs capables de fonctionner à des températures encore plus élevées, des capteurs basés sur la structure NiAl(80nm)/AlN(0,6 μ m), CRHEA/Saphir ont été fabriqués. Ces capteurs ont démontré non seulement une stabilité en température jusqu'à 600°C, mais aussi une bonne sensibilité de 43 ppm/°C.

Le chapitre 4 a abordé la question cruciale de l'interrogation sans fil des capteurs SAW à haute température. La conception d'un système de communication sans fil fiable est un défi majeur, car la qualité de la transmission et de la réception des signaux peut être grandement affectée par la mise en œuvre des antennes et leur connexion, les conditions environnementales et la distance. Dans un premier temps, des tests sans fil ont été effectués avec des capteurs connectés à des antennes commerciales. Les mesures réalisées à 1 mètre jusqu'à 500°C avec la structure Al(80nm)/AlN(1 μm), MTI/Saphir ont déjà pu être valorisées. Les capteurs SAW basés sur la structure Al(80nm)/AlN(0,6 µm), CRHEA/Saphir interrogés à 3 mètres de distance jusqu'à 500°C pendant 4h ont montré une bonne qualité de signal, laissant envisager des mesures jusqu'à 10 mètres. Ce résultat constitue l'un des résultats majeurs de cette thèse. Le second résultat majeur, qui constitue une avancée significative dans l'état de l'art des capteurs SAW sans fil à haute température, a été obtenu avec la structure NiAl(80nm)/AlN(0,6 µm), CRHEA/Saphir interrogée à 3 mètres jusqu'à 600°C pendant au moins 4h. Pour dépasser les limitations des connexions filaires, une approche innovante a été introduite en intégrant un couplage de proximité entre le capteur SAW et une antenne à résonateur diélectrique, éliminant ainsi la nécessité de soudures, souvent inadaptées pour des températures supérieures à 300°C. Ce système

d'antenne-« packaging » intégré au capteur SAW a été testé jusqu'à 400°C et à une distance de 1 mètre, avec des résultats encourageants pour une montée en Technological Readiness Level (TRL).

Les travaux de cette thèse contribuent au développement des capteurs SAW sans fil et sans batterie dans la bande ISM à 2,45 GHz pour la mesure des hautes températures dans des environnements sévères. De nombreuses perspectives restent envisageables pour poursuivre ces avancées :

• Améliorer la conductivité électrique de l'alliage NiAl.

• Étudier de nouveaux alliages à haute entropie pour la réalisation des électrodes plus stables à haute température.

• Développer des capteurs SAW sans fil et sans batterie sur niobate de lithium, opérant à 2,45 GHz, en configuration ligne à retard réflective (R-DL) pour des applications d'identification.

Ces trois axes sont actuellement explorés dans le cadre de la thèse de Léna Cassandra Abegue Mba.

• Concevoir de nouveaux concepts d'antennes intégrées (« package ») à couplage de proximité, au-delà de la DRA, avec de nouvelles électrodes haute température.

• Explorer d'autres matériaux piézoélectriques, tels que le POI (*Piezoelectric On Insulator*) et le ScAlN, comme alternatives à l'AlN.

Tables des figures

Figure 1.1 - Schéma d'illustration d'un thermocouple20
Figure 1.2 - Thermomètre à résistance variable (RTD)21
Figure 1.3 - Pyromètre22
Figure 1.4 - Principe de l'effet de l'effet piézoélectrique dans une maille non
centrosymétrique : apparition d'un moment dipolaire sous l'effet d'une force24
Figure 1.5 - propagation d'une onde de Rayleigh26
Figure 1.6 - Propagation 2D des ondes de Lamb26
Figure 1.7 - Propagation des ondes de Love 27
Figure 1.8 - Propagation des ondes de Bluestein-Gulyaev
Figure 1.9 - Illustration 2D d'un IDT
Figure 1.10 - IDT en configuration résonateur
Figure 1.11 - IDT en configuration ligne à retard29
Figure 1.12 - Illustration des coupes cristallines dans un cristal
Figure 1.13 - Les Angles d'Euler définissant l'orientation de la surface d'un substrat
piézoélectrique
Figure 1.14 - Répartition des bandes de fréquences ISM disponibles en Europe et leurs
caractéristiques
Figure 1.15 - Principe d'un capteur SAW sans fil de type résonateur40
Figure 1.16 - Principe d'un capteur SAW sans fil de type ligne à retard réflective41
Figure 1.17 - Phénomène d'agglomération observé sur un IDT en platine
Figure 1.18 - Phénomène d'agglomération observé sur un IDT en platine
Figure 2.1 – (a) Schéma de principe de la pulvérisation cathodique, (b) photographie d'un
plasma dans l'enceinte de pulvérisation57
Figure 2.2 – (a) Schéma d'une cathode magnétron, (b) lignes de champs magnétiques
associées
Figure 2.3 - Photographie du bâti de pulvérisation utilisé59
Figure 2.4 - Schéma de principe de l'évaporation par faisceau d'électron [95]60
Figure 2.5 - Photographie du bâti d'évaporation utilisé61
Figure 2.6 - Schéma illustrant la loi de diffraction de Bragg63
Figure 2.7 – Configuration θ -2 θ
169

Figure 2.8 - diagramme θ -2 θ : (a) film d'AlN (002) polycristallin déposé sur saphir, (b) film
mince d'AlN (002) texturé déposé sur saphir, (c) film de NiAl amorphe déposé sur du verre
qui est également amorphe
Figure 2.9 - Schéma d'obtention d'un rocking-curve
Figure 2.10 – Rocking-curve obtenu sur des couches minces d'AlN d'orientation (002) [97]
Figure 2.11- Schéma du prince de l'AFM 67
Figure 2.12 – Image d'une lame FIB des électrodes en NiAl déposées sur AlN/Saphir69
Figure 2.13 - Photographie d'un masque optique utilisé pour la fabrication des antennes
DRA
Figure 2.14 - Aligneur de masque MJB4 (SUSS MicroTec) pour les procédés de
photolithographie
Figure 2.15 – Dessin des motifs du résonateur SAW à réaliser
Figure 2.16 - Appareil de lithographie électronique RAITH150 Two utilisé pour la
fabrication des dispositifs SAW73
Figure 2.17 - Procédé de fabrication des résonateurs SAW Al/AlN/Saphir
Figure 2.18 - Vue de dessus des IDTs en Al : à gauche l'image de microscopie optique après
développement et à droite l'image MEB après lift-off76
Figure 2.19 - Procédé de fabrication des résonateurs SAW NiAl/AlN/Saphir
Figure 2.20 - Vue de dessus des IDTs en NiAl : à gauche l'image de microscopie optique
après développement et à droite image MEB après retrait de la résine
Figure 2.21 - Schéma du principe de la méthode des quatre pointes80
Figure 2.22 - Station sous pointes utilisés pour les mesures basses températures
Figure 2.23 - Réponse caractéristique d'un résonateur SAW mesurée avec un VNA
Figure 2.24 - Courbe caractéristique de la partie réelle de l'admittance permettant de
calculer le facteur de qualité Q d'un résonateur SAW83
Figure 2.25 - Courbe caractéristique du module de l'admittance permettant de calculer le
coefficient de couplage électromécanique K ² d'un résonateur SAW
Figure 2.26 - Banc de mesure utilisé pour les caractérisations hautes températures85
Figure 3.1 - Mesures de résistivité des films de NiAl comparées à celles des films d'Al et de Pt
<i>sur LiNbO</i> ₃ Y+128°91
Figure 3.2 – Diagramme DRX des couches minces de NiAl déposées à différentes
températures sur LiNbO ₃ Y +128°92

Figure 3.3 – Schéma du dispositif pour les mesures de résistance électrique
Figure 3.4 - Evolution de la résistance électrique de l'aluminium en fonction du temps lors
des recuit à 400°C et 500°C94
Figure 3.5 – Schématisation d'une électrode d'un dispositif SAW
Figure 3.6 - Micrographe STEM HAADF (High Angle Annular Dark Field) avec
cartographie X de la section d'une électrode en aluminium après 128h de recuit à 400°C99
Figure 3.7 - Micrographe STEM HAADF (High Angle Annular Dark Field) avec
cartographie X de la section d'une électrode en aluminium après 64h de recuit à 500°C100
Figure 3.8 - Evolution de la résistance électrique de nickel aluminium en fonction du temps
lors des recuit à 500°C101
Figure 3.9 - Micrographe STEM HAADF (High Angle Annular Dark Field) avec
cartographie X de la section d'une électrode en NiAl après 176h de recuit à 500°C 102
Figure 3.10 -Configuration du résonateur SAW utilisée 103
Figure 3.11 – Courbes des coefficient de réflexion S_{11} (a) et de conductance (b), du dispositif
Al(80nm)/AlN(1μm), MTI/Saphir104
Figure 3.12 - Evolution de l'admittance Y_{11} (a), et du coefficient de réflexion S_{11} (b) du
résonateur SAW Al/AlN/Saphir avec la température105
Figure 3.13 - Evolution du facteur de qualité (Q), du coefficient de couplage
électromécanique (K2), du facteur de mérite (FoM) avec la température 106
Figure 3.14 - Paramètres S11 (dB) mesurés à température ambiante avant le chauffage et
après un cycle chauffage-refroidissement jusqu'à 500°C107
Figure 3.15 – Evolution de couplage K^2 en fonction de l'épaisseur h_{AlN}/λ 108
Figure 3.16 - Diagramme $ heta$ -2 $ heta$ des couches d'AlN(002) : courbe noir AlN(1 μ m) de MTI,
courbe rouge AlN(0,6µm) non recuit, courbe bleue AlN(0,6µm) recuit après dépôt110
Figure 3.17 - Les axes des mesures rocking-curves 111
Figure 3.18 - Rocking curve : évolution de la FWHM en fonction de la position suivant les
axes X et Y avant recuit et après recuit 111
Figure 3.19 - Rocking-curve sur le plan (002) réalisées au centre des échantillons d'AlN : (a)
non recuit, (b) recuit post dépôt112
Figure 3.20 - Illustration des différentes régions de mesure de rugosité113
Figure 3.21 - Topographie 2D des couches d'AlN : (a) Couche d'AlN non recuit, (b) Couche
d'AlN recuit post-dépôt, (c) couche d'AlN acheté auprès de MTI (fiche technique MTI)114
Figure 3.22 - Image microscopie optique d'un échantillon avec 5 dispositifs SAW

Figure 3.23 – Comparaison des Coefficients de réflexion S_{11} du dispositif SAW réalisés sur
les différentes couches d'AlN : AlN(1µm), AlN(600nm) et AlN(600nm) avec traitement
thermique post croissance
Figure 3.24 - Comparaison des facteurs de qualité Q obtenus sur les différents échantillons
utilisés
Figure 3.25 – Evolution du coefficient de réflexion S_{11} de la structure
Al(80nm)/AlN(600nm), CRHEA /Saphir en fonction de la température118
Figure 3.26 – Evolution avec la température du facteur de qualité Q et du couplage K2 de la
structure Al(80nm)/AlN(600nm), CRHEA /Saphir118
Figure 3.27 – Evolution avec la température de la figure de mérite de la structure
Al(80nm)/AlN(600nm), CRHEA/Saphir119
Figure 3.28 – (a) Evolution de la fréquence en fonction de la température durant les phases
de chauffage et refroidissement de la structure Al(80nm)/AlN(600nm), CRHEA /Saphir, (b)
comparaison TCF expérimental vs simulation
Figure 3.29 – Courbes de dispersion du TCF de l'AlN [104]120
Figure 3.30 –(a) Coefficient de réflexion S11 de la structure NiAl(80nm)/AlN(600nm),
CRHEA/Saphir à différentes températures, (b) comparaison $S_{\imath\imath}$ avant chauffage et après
refroidissement
Figure 3.31 – Conductance du résonateur NiAl(80nm)/AlN(600nm), CRHEA /Saphir
mesurée à différente température 122
Figure 3.32 – Evolution avec la température du couplage K² de la structure
NiAl(80nm)/AlN(600nm)/Saphir123
Figure 3.33 - Evolution de la fréquence en fonction de la température de la structure
NiAl(80nm)/AlN(600nm), CRHEA/Saphir124
3.34 - Schéma de configuration du résonateur SAW à un port à simuler125
Figure 3.35 - Paramètres Q, K² et FOM du résonateur obtenu par calcul pour différents
nombres de réflecteurs (N_REF) 126
Figure 3.36 - Paramètres Q, K² et FOM du résonateur obtenu par calcul pour différents
nombres de réflecteurs (N_REF)127
Figure 3.37 - Paramètres Q, K² et FOM du résonateur obtenu par calcul pour différents
nombres de réflecteurs (N_IDT)127
Figure 11 Scháma de principa d'une ligicon entre deux antennos dans un espace libre 106

Figure 4.3 - Dispositif expérimental des mesures sans fil des résonateur SAW
Al(80nm)/AlN(1μm), MTI/Saphir à 1m de distance139
Figure 4.4 – (a) Puissance rétrodiffusée, (b) Evolution de la fréquence de résonance du
résonateur SAW Al(80nm)/AlN(1µm), MTI/Saphir mesurée à 3m entre RT et 500 °C 140
Figure 4.5 - Puissance rétrodiffusée du résonateur SAW Al(80nm)/AlN(1µm), MTI/Saphir à
1 m et 3 m à température ambiante141
Figure 4.6 - Dispositif expérimental des mesures sans fil des résonateur SAW
Al(80nm)/AlN(600nm), CRHEA/Saphir à 3m de distance142
Figure 4.7 – (a) Puissance rétrodiffusée d'un résonateur SAW Al(80nm)/AlN(600nm),
CRHEA/Saphir interrogé sans fil à une distance de 3m en fonction de la température (b)
Evolution de la fréquence en fonction de la température de la structure143
Figure 4.8 – (a) Puissance rétrodiffusée d'un résonateur SAW NiAl(80nm)/AlN(600nm),
CRHEA/Saphir interrogé sans fil à une distance de 3 m en fonction de la température, (b)
Evolution de la fréquence en fonction de la température de la structure145
Figure 4.9 – Evolution des niveaux du signaux de résonateurs
Al(80nm)/AlN(600nm)/Saphir et NiAl(80nm)/AlN(600nm), CRHEA/Saphir interrogés
sans fil à 3m en fonction de la température146
Figure 4.10 - Système de détection SAW-DRA proposé 150
Figure 4.11 – modélisation du coefficient de réflexion S_{11} de l'antenne DRA151
Figure 4.12 – Distribution du champ électrique dans la DRA152
Figure 4.13 - Diagramme de rayonnement 3D à 2,45 GHz de la DRA152
Figure 4.14 - Diagramme de rayonnement 2D à 2,45 GHz de la DRA dans les plan E et H153
Figure 4.15 – Antenne à résonateur diélectrique réalisé par photolithographie, alimentée
par une ligne coplanaire155
Figure 4.16 – Caractérisation haute température du prototype DRA155
Figure 4.17 – Coefficient de réflexion S_{11} en fonction de la température des DRAs : (a) avec
un plan de masse en aluminium, (b) avec un plan de masse en platine, (c) évolution des
largeurs de bande relative avec la température, (d) Evolution de la fréquence avec la
température
Figure 4.18 – Illustration du capteur SAW intégré à l'antenne DRA 158
Figure 4.19 – Profil de température de recuit pour le collage du bloc diélectrique159
Figure 4.20 – Dispositif de mesures sans fil du système SAW-DRA

Figure 4.21 - Puissance rétrodiffusée d'un résonateur SAW Al(80nm)/AlN(600nm)/S	Saphir
intégré à une antenne DRA et interrogé sans fil à 1 m en fonction de la température,	TCF du
système SAW-DRA mesurée entre 23°C et 400°C	161

Liste des tableaux

Tableau 1.1 - Paramètres des principaux matériaux piézoélectriques
Tableau 1.2 - Bandes passante des bandes ISM les plus utilisées en Europe [45]
Tableau 1.3 - Caractéristiques des matériaux utilisées pour les IDTs50
Tableau 2.1 - Paramètres de dépôt par pulvérisation cathodique des couches minces de NiAl
Tableau 2.2 Paramètres de croissance de des couches minces d'AlN, CRHEA62
Tableau 3.1 - résistivité des films de NiAl en fonction de la température de dépôt
Tableau 3.2 - Dimensions de l'électrode95
Tableau 3.3 - Estimation des épaisseurs de la couche d'oxyde après chaque recuit à 400°C96
Tableau 3.4 - Estimation des épaisseurs de la couche d'oxyde après chaque recuit à 500°C97
Tableau 3.5 – Rugosité moyenne sur différentes régions des échantillons
Tableau 3.6 – Facteurs de qualité des dispositifs réalisés sur différents échantillons 117
Tableau 4.1 – Paramètres d'enrésinement pour la fabrication des antennes DRA154

Références bibliographiques

- [1] M. Pereira da Cunha, A. Maskay, R. J. Lad, T. Coyle, and G. Harkay, *Langasite 2.45 GHz ISM Band SAW Resonator for Harsh Environment Wireless Applications*, in 2016 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS) (2016), pp. 1–4.
- [2] P. Nicolay, R. Matloub, J. Bardong, A. Mazzalai, and P. Muralt, A concept of wireless and passive very-high temperature sensor, Appl. Phys. Lett. **110**, 184104 (2017).
- [3] D. A. Stephenson, Tool-work thermocouple temperature measurements—theory and implementation issues, (1993).
- [4] M. NAU, *Mesure Electrique de La Temperature* | *PDF* | *Thermocouple* | *Spectre électromagnétique*, https://fr.scribd.com/document/141831304/117276669-Mesure-Electrique-de-La-Temperature.
- [5] R. PISTIS, *Métrologie des températures*, https://www.calameo.com/read/00145452789ecd1d92597.
- [6] P. Nicolay, Les capteurs à ondes élastiques de surface. Applications pour la mesure des basses pressions et des hautes températures, Ph Thesis (2007).
- [7] M. Pereira da Cunha, T. Moonlight, R. Lad, G. Bernhardt, and D. J. Frankel, *P4L-1* Enabling Very High Temperature Acoustic Wave Devices for Sensor & Frequency Control Applications, in 2007 IEEE Ultrasonics Symposium Proceedings (2007), pp. 2107–2110.
- [8] A. Ballato, Piezoelectricity: old effect, new thrusts, IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control **42**, 916 (1995).
- [9] J. Curie and P. Curie, Développement par compression de l'électricité polaire dans les cristaux hémièdres à faces inclinées, Bull. Minéralogie **3**, 90 (1880).
- [10] G. Lippmann, Principe de la conservation de l'électricité, ou second principe de la théorie des phénomènes électriques, J. Phys. Théorique Appliquée **10**, 381 (1881).
- [11] W. P. Mason, Piezoelectricity, its history and applications, J. Acoust. Soc. Am. 70, 1561 (1981).
- [12] C. Campbell, Surface Acoustic Wave Devices for Mobile and Wireless Communications, Four-Volume Set (Academic Press, 1998).
- [13] E. DIEULESAINT and D. ROYER, Propagation et génération des ondes élastiques, Tech. Ing. Electron. 4, E3210 (2001).
- [14] Lord Rayleigh, On Waves Propagated along the Plane Surface of an Elastic Solid, Proc. Lond. Math. Soc. s1-17, 4 (1885).

- [15] D. ROYER and E. Dieulesaint, *Elastic Waves in Solids I: Free and Guided Propagation* (Springer Science & Business Media, 1999).
- [16] J. L. Bleustein, A NEW SURFACE WAVE IN PIEZOELECTRIC MATERIALS, Appl. Phys. Lett. 13, 412 (2003).
- [17] Y. V. Gulyaev, Review of shear surface acoustic waves in solids, IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control 45, 935 (1998).
- [18] J. Devkota, P. R. Ohodnicki, and D. W. Greve, SAW Sensors for Chemical Vapors and Gases, Sensors **17**, 4 (2017).
- [19] M. Pasternak, K. Jasek, and M. Grabka, Surface acoustic waves application for gas leakage detection, Diagnostyka **Vol. 21**, **No. 1**, (2020).
- [20] N. O. Aouled, H. Hallil, B. Plano, D. Rebière, C. Dejous, R. Delépée, and L. Agrofoglio, Love Wave Sensor Based on Thin Film Molecularly Imprinted Polymer : MIP Layer Morphology and Nucleosides Analogs Detection, in 2013 IEEE SENSORS (2013), pp. 1– 4.
- [21] N. O. Aouled, N. Lebal, H. Hallil, R. Delépée, L. Agrofoglio, D. Rebière, and C. Dejous, Study of gaseous compounds adsorption with a love wave sensor based on molecularly imprinted polymeric thin film, Sens. Transducers 149, 37 (2013).
- [22] R. M. White and F. W. Voltmer, DIRECT PIEZOELECTRIC COUPLING TO SURFACE ELASTIC WAVES, Appl. Phys. Lett. 7, 314 (2004).
- [23] P. Chen, G. Li, and Z. Zhu, Development and Application of SAW Filter, Micromachines 13, 5 (2022).
- [24] V. P. Plessky and L. M. Reindl, Review on SAW RFID tags, IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control 57, 654 (2010).
- [25] D. Beyssen, L. Le Brizoual, O. Elmazria, and P. Alnot, Microfluidic device based on surface acoustic wave, Sens. Actuators B Chem. **118**, 380 (2006).
- [26] D. Beyssen, L. Le Brizoual, O. Elmazria, P. Alnot, I. Perry, and D. Maillet, *6i-2 Droplet Heating System Based on Saw/Liquid Interaction*, in 2006 IEEE Ultrasonics Symposium (IEEE, 2006), pp. 949–952.
- [27] M. Mehmood, U. F. Khan, A. O. Maka, J. Akhter, T. N. Chaudhary, F. Masood, S. A. Hasan, and Y. C. Lee, A review of thermal impact of surface acoustic waves on microlitre droplets in medical applications, Adv. Mech. Eng. **14**, 168781322211164 (2022).
- [28] E. Dieulesaint and D. Royer, Ondes élastiques dans les solides-Tome 1: Propagation libre et guidée, (1996).
- [29] L. L. Brizoual, F. Sarry, O. Elmazria, P. Alnot, T. Pastureaud, S. Ballandras, and V. Laude, GHz frequency ZnO/Si SAW device, IEEE Ultrason. Symp. (2005).

- [30] M. K. M. Kadota and M. M. M. Minakata, Piezoelectric Properties of ZnO Films on a Sapphire Substrate Deposited by an RF-Magnetron-Mode ECR Sputtering System, Jpn. J. Appl. Phys. **37**, 2923 (1998).
- [31] H. Ieki and M. Kadota, ZnO Thin Films for High Frequency SAW Devices, in 1999 IEEE Ultrasonics Symposium. Proceedings. International Symposium (Cat. No.99CH37027), Vol. 1 (1999), pp. 281–289 vol.1.
- [32] T. Aubert, O. Elmazria, B. Assouar, E. Blampain, A. Hamdan, D. Genève, and S. Weber, Investigations on AlN/sapphire piezoelectric bilayer structure for high-temperature SAW applications, IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control **59**, 999 (2012).
- [33] M. Benetti, D. Cannata, F. Di Pictrantonio, and E. Verona, Growth of AlN piezoelectric film on diamond for high-frequency surface acoustic wave devices, IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control **52**, 1806 (2005).
- [34] A. Kumar, G. Thachil, and S. Dutta, Ultra high frequency acoustic wave propagation in fully polymer based surface acoustic wave device, Sens. Actuators Phys. **292**, 52 (2019).
- [35] T. Takai, H. Iwamoto, Y. Takamine, H. Yamazaki, T. Fuyutsume, H. Kyoya, T. Nakao, H. Kando, M. Hiramoto, and T. Toi, *Incredible High Performance SAW Resonator on Novel Multi-Layerd Substrate*, in 2016 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS) (IEEE, 2016), pp. 1–4.
- [36] E. Butaud, S. Ballandras, M. Bousquet, A. Drouin, B. Tavel, I. Huyet, A. Clairet, I. Bertrand, A. Ghorbel, and A. Reinhardt, *Innovative Smart Cut™ Piezo On Insulator (POI) Substrates for 5G Acoustic Filters*, in 2020 IEEE International Electron Devices Meeting (IEDM) (2020), p. 34.6.1-34.6.4.
- [37] S. Zhgoon, A. Shvetsov, I. Ancev, S. Bogoslovsky, G. Sapozhnikov, K. Trokhimets, and M. Derkach, SAW temperature sensor on Quartz, IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control 62, 1066 (2015).
- [38] J. G. Bergman, A. Ashkin, A. A. Ballman, J. M. Dziedzic, H. J. Levinstein, and R. G. Smith, Curie Temperature, birefringence, and phase-matching temperature variations in LiNbO3 as a function of melt stoichiometry, Appl. Phys. Lett. **12**, 92 (1968).
- [39] Y. Li, Y. Zheng, X. Tu, K. Xiong, Q. Lin, and E. Shi, *The High Temperature Resistivityof Lithium Niobate and Related Crystals*, in *Proceedings of the 2014 Symposium on Piezoelectricity, Acoustic Waves, and Device Applications* (2014), pp. 283–286.
- [40] J. Hornsteiner, E. Born, and E. Riha, Langasite for high temperature surface acoustic wave applications, Phys. Status Solidi Appl. Res. **163**, R3 (1997).
- [41] C. Caliendo, Theoretical and experimental investigation of gigahertz-band, temperaturecompensated electromechanical coupling configurations based on AlN films, Appl. Phys. Lett. **92**, 033505 (2008).
- [42] C. Caliendo, Gigahertz-band electroacoustic devices based on AlN thick films sputtered on Al2O3 at low temperature, Appl. Phys. Lett. **83**, 4851 (2003).
- [43] M. B. Assouar, Etude de dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW) à structure multicouche nitrure d'aluminium diamant : croissance de matériaux en couches minces et technologie de réalisation, phdthesis, Université Henri Poincaré Nancy 1, 2001.
- [44] J. Justice, K. Lee, and D. Korakakis, Harmonic surface acoustic waves on gallium nitride thin films, IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control **59**, 1806 (2012).
- [45] *Le "portail bandes libres,"* https://www.arcep.fr/la-regulation/grands-dossiers-reseaux-mobiles/le-guichet-start-up-et-innovation/le-portail-bandes-libres.html.
- [46] C. Floer, Capteurs à ondes élastiques confinées, sans fil et étirables: application à l'électronique imperceptible sur peau, 225 (n.d.).
- [47] A. Pohl, A review of wireless SAW sensors, IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control 47, 317 (2000).
- [48] R. Abdolvand, H. Fatemi, and S. Moradian, Quality Factor and Coupling in Piezoelectric MEMS Resonators, in Piezoelectric MEMS Resonators, edited by H. Bhugra and G. Piazza (Springer International Publishing, Cham, 2017), pp. 133–152.
- [49] L. Reindl, I. Shrena, S. Kenshil, and R. Peter, Wireless Measurement of Temperature Using Surface Acoustic Waves Sensors, in IEEE International Frequency Control Symposium and PDA Exhibition Jointly with the 17th European Frequency and Time Forum, 2003. Proceedings of the 2003 (2003), pp. 935–941.
- [50] S. Aubert, Étude d'un résonateur phononique à onde de surface pour des applications de capteurs de température et de déformation, phdthesis, Université Bourgogne Franche-Comté, 2019.
- [51] D. P. Morgan, Surface-wave devices for signal processing, Stud. Electr. Electron. Eng. **19**, (1985).
- [52] A. F. Wright and M. S. Lehmann, The structure of quartz at 25 and 590°C determined by neutron diffraction, J. Solid State Chem. **36**, 371 (1981).
- [53] R. K. Cook and P. G. Weissler, Piezoelectric Constants of Alpha- and Beta-Quartz at Various Temperatures, Phys. Rev. **80**, 712 (1950).
- [54] J. Hornsteiner, E. Born, G. Fischerauer, and E. Riha, Surface Acoustic Wave Sensors for High-Temperature Applications, in Proceedings of the 1998 IEEE International Frequency Control Symposium (Cat. No.98CH36165) (1998), pp. 615–620.
- [55] R. Hauser, L. Reindl, and J. Biniasch, High-Temperature Stability of LiNbO/Sub 3/ Based SAW Devices, in IEEE Symposium on Ultrasonics, 2003, Vol. 1 (2003), pp. 192-195 Vol.1.
- [56] R. Fachberger, G. Bruckner, R. Hauser, and L. Reindl, *Wireless SAW Based High-Temperature Measurement Systems*, in 2006 *IEEE International Frequency Control Symposium and Exposition* (2006), pp. 358–367.

- [57] L. O. Svaasand, M. Eriksrud, G. Nakken, and A. P. Grande, Solid-solution range of LiNbO3, J. Cryst. Growth **22**, 230 (1974).
- [58] E. Born, J. Hornsteiner, T. Metzger, and E. Riha, Diffusion of Niobium in Congruent Lithium Niobate, Phys. Status Solidi A **177**, 393 (2000).
- [59] T. Aubert, N. Kokanyan, H. Alhousseini, A. Taguett, F. Bartoli, J. Streque, H. M'Jahed, P. Boulet, and O. Elmazria, *First Investigations on Stoichiometric Lithium Niobate as Piezoelectric Substrate for High-Temperature Surface Acoustic Waves Applications*, in *IEEE Sensors 2017* (IEEE, Glasgow, United Kingdom, 2017), p. 576.
- [60] A. Weidenfelder, H. Fritze, P. Fielitz, G. Borchardt, J. Shi, K.-D. Becker, and S. Ganschow, Transport and Electromechanical Properties of Stoichiometric Lithium Niobate at High Temperatures, Z. Für Phys. Chem. **226**, 421 (2012).
- [61] A. Weidenfelder, J. Shi, P. Fielitz, G. Borchardt, K. D. Becker, and H. Fritze, Electrical and electromechanical properties of stoichiometric lithium niobate at high-temperatures, Solid State Ion. **225**, 26 (2012).
- [62] J. Streque, T. Aubert, N. Kokanyan, F. Bartoli, A. Taguett, V. Polewczyk, E. Kokanyan, S. Hage-Ali, P. Boulet, and O. Elmazria, Stoichiometric Lithium Niobate Crystals: Towards Identifiable Wireless Surface Acoustic Wave Sensors Operable up to 600 °C, IEEE Sens. Lett. **3**, 1 (2019).
- [63] T. Aubert, J. Bardong, O. Elmazria, G. Bruckner, and B. Assouar, Iridium interdigital transducers for high-temperature surface acoustic wave applications, IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control **59**, 194 (2012).
- [64] H. Takeda, J. -i Yamaura, T. Hoshina, and T. Tsusrumi, Growth, Structure and Electrical Properties of Aluminum Substituted Langasite Family Crystals, in IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, Vol. 18 (IOP Publishing, 2011), p. 092020.
- [65] R. Fachberger, G. Bruckner, R. Hauser, J. Biniasch, L. Reindl, and C. Ruppel, Properties of Radio Frequency Rayleigh Waves on Langasite at Elevated Temperatures, in IEEE Ultrasonics Symposium, 2004, Vol. 2 (2004), pp. 1223-1226 Vol.2.
- [66] B. François, D. Richter, H. Fritze, Z. J. Davis, C. Droit, B. Guichardaz, V. Pétrini, G. Martin, J.-M. Friedt, and S. Ballandras, Wireless and Passive Sensors for High Temperature Measurements, in Third International Conference on Sensor Device Technologies and Applications (SENSORDEVICES 2012) (Rome, Italy, 2012), pp. 46–51.
- [67] M. P. da Cunha, Wireless Sensing in Hostile Environments, in 2013 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS) (2013), pp. 1337–1346.
- [68] J. Hornsteiner, E. Born, G. Fischerauer, and E. Riha, *Surface Acoustic Wave Sensors for High-Temperature Applications*, in *Proceedings of the 1998 IEEE International Frequency Control Symposium (Cat. No.98CH36165)* (1998), pp. 615–620.
- [69] Y. Taniyasu, M. Kasu, and T. Makimoto, An aluminium nitride light-emitting diode with a wavelength of 210 nanometres, Nature **441**, 325 (2006).

- [70] R. C. Turner, P. A. Fuierer, R. E. Newnham, and T. R. Shrout, Materials for high temperature acoustic and vibration sensors: A review, Appl. Acoust. **41**, 299 (1994).
- [71] O. Ambacher, M. S. Brandt, R. Dimitrov, T. Metzger, M. Stutzmann, R. A. Fischer, A. Miehr, A. Bergmaier, and G. Dollinger, Thermal stability and desorption of Group III nitrides prepared by metal organic chemical vapor deposition, J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanometer Struct. Process. Meas. Phenom. 14, 3532 (1996).
- [72] C.-Y. Lin and F.-H. Lu, Oxidation behavior of AlN films at high temperature under controlled atmosphere, J. Eur. Ceram. Soc. **28**, 691 (2008).
- [73] T. Kim, J. Kim, R. Dalmau, R. Schlesser, E. Preble, and X. Jiang, High-temperature electromechanical characterization of AlN single crystals, IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control **62**, 1880 (2015).
- [74] K. Uehara, C.-M. Yang, T. Shibata, S.-K. Kim, S. Kameda, H. Nakase, and K. Tsubouchi, *Fabrication of 5-GHz-Band SAW Filter with Atomically-Flat-Surface AlN on Sapphire*, in *IEEE Ultrasonics Symposium*, 2004, Vol. 1 (2004), pp. 203-206 Vol.1.
- [75] P. J. Harrop and R. H. Creamer, The high-temperature electrical conductivity of singlecrystal alumina, Br. J. Appl. Phys. **14**, 335 (1963).
- [76] S. Uchiyama, Y. Ishigami, M. Ohta, M. Niigaki, H. Kan, Y. Nakanishi, and T. Yamaguchi, Growth of AlN films by magnetron sputtering, J. Cryst. Growth **189**, 448 (1998).
- [77] T. Aubert, J. Bardong, O. Legrani, O. Elmazria, M. Badreddine Assouar, G. Bruckner, and A. Talbi, In situ high-temperature characterization of AlN-based surface acoustic wave devices, J. Appl. Phys. **114**, (2013).
- [78] E. Blampain, O. Elmazria, T. Aubert, B. M. Assouar, and O. Legrani, AlN/Sapphire: Promising Structure for High Temperature and High Frequency SAW Devices, IEEE Sens. J. **13**, 4607 (2013).
- [79] J. Streque, J. Camus, T. Laroche, S. Hage-Ali, H. M'Jahed, M. Rammal, T. Aubert, M. A. DJOUADI, S. Ballandras, and O. Elmazria, Design and Characterization of High-Q SAW Resonators Based on the AlN/Sapphire Structure Intended for High-Temperature Wireless Sensor Applications, IEEE Sens. J. 20, 6985 (2020).
- [80] M. Pekarcikova, M. Hofmann, S. Menzel, H. Schrnidt, T. Gemming, and K. Wetzig, Investigation of high power effects on Ti/Al and Ta-Si-N/Cu/Ta-Si-N electrodes for SAW devices, IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control 52, 911 (2005).
- [81] T. Aubert, O. Elmazria, B. Assouar, L. Bouvot, M. Hehn, S. Weber, M. Oudich, and D. Geneve, Behavior of platinum/tantalum as interdigital transducers for SAW devices in high-temperature environments, IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control 58, 603 (2011).
- [82] T. Aubert, F. Sarry, O. Elmazria, L. Bouvot, B. Assouar, P. Nicolay, and M. Hehn, *Extraction of COM Parameters on Pt/LGS for High Temperature SAW Sensor*, in 2008 *IEEE Ultrasonics Symposium* (2008), pp. 820–823.

- [83] M. Pereira da Cunha, R. J. Lad, T. Moonlight, G. Bernhardt, and D. J. Frankel, *High Temperature Stability of Langasite Surface Acoustic Wave Devices*, in 2008 IEEE Ultrasonics Symposium (2008), pp. 205–208.
- [84] S. C. Moulzolf, D. J. Frankel, G. P. Bernhardt, B. Nugent, and R. J. Lad, *Thin Film Electrodes and Passivation Coatings for Harsh Environment Microwave Acoustic Sensors*, in *Smart Sensors, Actuators, and MEMS V*, Vol. 8066 (SPIE, 2011), pp. 54–62.
- [85] M. Seifert, B. Leszczynska, S. Menzel, and T. Gemming, Long-term high-temperature behavior of Ti–Al based electrodes for surface acoustic wave devices, J. Mater. Res. Technol. **19**, 989 (2022).
- [86] M. Seifert, B. Leszczynska, S. B. Menzel, H. Schmidt, and T. Gemming, Aluminum based high temperature thin film electrode system for wireless sensors, J. Mater. Res. Technol. 26, 1955 (2023).
- [87] M. Seifert, E. Lattner, S. B. Menzel, S. Oswald, and T. Gemming, Study of TiAl thin films on piezoelectric CTGS substrates as an alternative metallization system for hightemperature SAW devices, J. Mater. Res. Technol. **12**, 2383 (2021).
- [88] J. Maufay, B. Paulmier, M. Emo, U. Youbi, E. Mbina, T. Aubert, N. Kokanyan, S. Hage-Ali, M. Vilasi, and O. Elmazria, Innovative NiAl Electrodes for Long-Term, Intermediate High-Temperature SAW Sensing Applications Using LiNbO3 Substrates, IEEE Sens. J. 23, 16691 (2023).
- [89] M. Klein, B. Wall, R. Gruenwald, G. Bruckner, and K. Ueki, *Design, Assembly and Reliability of a Hermetic Package for a 600°C Wireless Temperature Sensor*, in 2015 *IEEE 65th Electronic Components and Technology Conference (ECTC)* (2015), pp. 1351–1356.
- [90] P. da Cunha and Mauricio, Wireless Microwave Acoustic Sensor System for Condition Monitoring in Power Plant Environments, No. DOE-UMaine-FE0007379, Univ. of Maine, Orono, ME (United States), 2017.
- [91] B. François et al., Wireless Temperature Measurements above 500°C using Surface Acoustic Wave Sensors, Procedia Eng. **47**, 1227 (2012).
- [92] S. Ballandras, A. Raveski, F. Bernard, J. Garcia, E. Courjon, and T. Laroche, *Antenna Connection, Particularly for Surface Guided Elastic Wave Transducers*, WO2018178941 Patent (4 October 2018).
- [93] T. Bartnitzek, T. Thelemann, S. Apel, and K.-H. Suphan, Advantages and limitations of ceramic packaging technologies in harsh applications, Int. Symp. Microelectron. **2016**, 000581 (2016).
- [94] O. Legrani, Étude, Élaboration et Caractérisation d'hétérostructures «auto-Protégées» à Base d'ondes Élastiques, PhD Thesis, Université de Lorraine, 2012.
- [95] *Les matériaux d'évaporation*, https://www.neyco.fr/fr/page/les-materiaux-devaporation.

- [96] F. Bartoli, Croissance de Films Minces Piézoélectriques de ScxAl1-xN Par Pulvérisation Cathodique Pour La Réalisation de Dispositifs à Ondes Élastiques Confinées, Destinés à Des Applications Haute-Température, These de doctorat, CentraleSupélec, 2019.
- [97] T. Aubert, *Contribution à l'élaboration de Capteurs sans-Fil, Opérant à Très Haute Température (500-1000 C), à Base de Dispositifs à Ondes Élastiques de Surface: Choix Des Matériaux Constitutifs*, in (Ph. D. dissertation, Ecole Doctorale EMMA, Université Henri Poincaré, Nancy ..., 2010).
- [98] F. Mege, AFM à contact résonant: développement et modélisation, (n.d.).
- [99] K. Hashimoto, *Resonators*, in *Surface Acoustic Wave Devices in Telecommunications* (Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2000), pp. 123–161.
- [100] J. Maufay, Optimisation de capteurs SAW pour un usage hautes températures à base de LiNbO3, These de doctorat, Université de Lorraine, 2023.
- [101]J. A. Howell, Deposition, Characterization, and Thermomechanical Fatigue of Nickel Aluminide and Ruthenium Aluminide Thin Films, The Pennsylvania State University, 2010.
- [102] K. Tsubouchi and N. Mikoshiba, Zero-Temperature-Coefficient SAW Devices on AlN Epitaxial Films, IEEE Trans. Sonics Ultrason. **32**, 634 (1985).
- [103] A. Shvetsov, S. Zhgoon, I. Antcev, S. Bogoslovsky, and G. Sapozhnikov, *Quartz* Orientations for Optimal Power Efficiency in Wireless SAW Temperature Sensors, in 2016 European Frequency and Time Forum (EFTF) (2016), pp. 1–4.
- [104] *MTI Corp Leading Provider of Lab Equipments and Advanced Crystal Substrates*, http://www.mtixtl.com/.
- [105] F. Bartoli, T. Aubert, M. Moutaouekkil, J. Streque, P. Pigeat, S. Zhgoon, A. Talbi, S. Hage-Ali, H. M'Jahed, and O. Elmazria, AlN/GaN/Sapphire heterostructure for high-temperature packageless acoustic wave devices, Sens. Actuators Phys. 283, 9 (2018).
- [106] Q. Zhang, T. Han, J. Chen, W. Wang, and K. Hashimoto, Enhanced coupling factor of surface acoustic wave devices employing ScAlN/diamond layered structure with embedded electrodes, Diam. Relat. Mater. **58**, 31 (2015).
- [107] L. Li, Q. Zhang, Y. Yang, B. Li, Y. Tian, X. Zhao, and S. Fu, The Extraction of Couplingof-Modes Parameters in a Layered Piezoelectric Substrate and Its Application to a Double-Mode SAW Filter, Micromachines **14**, 2205 (2023).
- [108] J. D. Kraus, Antennas. mcgrawhill book company, Inc N. Y. N. Y. (1950).
- [109] J. R. James, P. S. Hall, and C. Wood, *Microstrip Antenna: Theory and Design*, Vol. 12 (Iet, 1986).
- [110]O. Picon, L. Cirio, C. Ripoll, G. Baudoin, J.-F. Bercher, and M. Villegas, *Les Antennes: Théorie, Conception et Applications* (Dunod, 2009).

- [111] A. O. Michael, Standardization of attenuation formula for radio waves propagation through free space (LOS) communication links, Sci. J. Phys. **2012**, (2012).
- [112] S. Long, M. McAllister, and L. Shen, The resonant cylindrical dielectric cavity antenna, IEEE Trans. Antennas Propag. **31**, 406 (1983).
- [113] R. K. Mongia and P. Bhartia, Dielectric resonator antennas—a review and general design relations for resonant frequency and bandwidth, Int. J. Microw. Millim.-Wave Comput.-Aided Eng. **4**, 230 (1994).
- [114] R. K. Mongia and A. Ittipiboon, Theoretical and experimental investigations on rectangular dielectric resonator antennas, IEEE Trans. Antennas Propag. **45**, 1348 (1997).
- [115] Y. Kobayashi and S. Tanaka, Resonant modes of a dielectric rod resonator short-circuited at both ends by parallel conducting plates, IEEE Trans. Microw. Theory Tech. 28, 1077 (1980).
- [116] A. Rashidian and D. M. Klymyshyn, On the Two Segmented and High Aspect Ratio Rectangular Dielectric Resonator Antennas for Bandwidth Enhancement and Miniaturization, IEEE Trans. Antennas Propag. **57**, 2775 (2009).
- [117] A. Sharma, K. Khare, and S. C. Shrivastava, Dielectric resonator antenna for X band microwave application, Res. Rev. Int. J. Adv. Res. Electr. Electron. Instrum. Eng. (2016).
- [118] K. M. Luk and K. W. Leung, Dielectric Resonator Antennas, Research studies press, 2003.
- [119] G. P. Junker, A. A. Kishk, A. W. Glisson, and D. Kajfez, Effect of air gap on cylindrical dielectric resonator antenna operating in TM01 mode, Electron. Lett. **30**, 97 (1994).
- [120] A. Petosa, *Dielectric Resonator Antenna Handbook* (Artech, 2007).
- [121] K.-W. Leung, K.-M. Luk, K. Y. Lai, and D. Lin, Theory and experiment of an aperturecoupled hemispherical dielectric resonator antenna, IEEE Trans. Antennas Propag. 43, 1192 (1995).
- [122] W. Huang and A. A. Kishk, Compact Dielectric Resonator Antenna Array for Microwave Breast Cancer Detection, in 2007 IEEE Region 5 Technical Conference (2007), pp. 9–12.
- [123]Q. Tan, T. Wei, X. Chen, T. Luo, G. Wu, C. Li, and J. Xiong, Antenna-resonator integrated wireless passive temperature sensor based on low-temperature co-fired ceramic for harsh environment, Sens. Actuators Phys. **236**, 299 (2015).
- [124] A. Lambrecht, O. Oestreich, J. Pontes, and W. Wiesbeck, Dielectric Resonator Antennas for Polarization Diversity in Base Station Array Applications, in 2007 International Conference on Electromagnetics in Advanced Applications (2007), pp. 527–530.
- [125]Z. Wang, S. Kamalraj, C. C. Chiau, X. Chen, B. S. Collins, and S. P. Kingsley, Dual-Band Dielectric Antenna for WLAN Applications, in 2007 International Workshop on 185

Antenna Technology: Small and Smart Antennas Metamaterials and Applications (2007), pp. 151–154.

- [126] P. V. Bijumon, Y. M. M. Antar, A. P. Freundorfer, and M. Sayer, Integrated Dielectric Resonator Antennas for System On-Chip Applications, in 2007 Internatonal Conference on Microelectronics (2007), pp. 275–278.
- [127]P. M. Hadalgi, R. G. Madhuri, and S. L. Mallikarjun, Slot-fed wideband dielectric resonator antenna for wireless applications, 8440 Ba (2010).
- [128] C. A. Balanis, Antenna Theory: Analysis and Design (John wiley & sons, 2016).
- [129] R. O. Simmons and R. W. Balluffi, Measurements of the High-Temperature Electrical Resistance of Aluminum: Resistivity of Lattice Vacancies, Phys. Rev. **117**, 62 (1960).
- [130] Y. S. Touloukian, *Thermophysical Properties of High Temperature Solid Materials: Elements*, Vol. 1 (Macmillan, 1967).
- [131] J. W. Arblaster, Selected Electrical Resistivity Values for the Platinum Group of Metals Part I: Palladium and Platinum, Johns. Matthey Technol. Rev. **59**, 174 (2015).
- [132]*FICHE TECHNIQUE AREMCO CERAMABOND* 552, https://www.https://www.polytecstore.fr/polytec_images/documents/FT_AREMCO/c eramabond-552.pdf.
- [133]U. Youbi, S. Hage-Ali, Q. Zhang, Y. Yang, D. Ba, H. M'jahed, T. Aubert, and O. Elmazria, High-Q Wireless SAW Sensors Based on AlN/Sapphire Bilayer Structure, Operating at 2.45 GHz Range for High-Temperature Applications, IEEE Sens. Lett. **8**, 1 (2024).

Publications et communications

Revues internationales à comité de lecture :

- **U.Youbi**, S. Hage-Ali, Q. Zhang, Y. Yang, D. Ba, H. M'jahed, T. Aubert and O. Elmazria "High-Q Wireless SAW Sensors Based on AlN/Sapphire Bilayer Structure, Operating at 2.45 GHz Range for High-Temperature Applications," IEEE Sensors letters. (DOI : 10.1109/LSENS.2024.3419213)
- J. Maufay, B. Paulmier, M. Emo, U. Youbi, E. Mbina, T. Aubert, N. Kokanyan, S. Hage-Ali, M. Vilasi and O. Elmazria "Innovative NiAl Electrodes for Long Term, High Temperature SAW sensing applications using LiNbO3 substrates," IEEE Sensors journal. (DOI: 10.1109/JSEN.2023.3289008)

Conférences internationales avec actes:

- P. Mengue, L. Meistersheim, U. Youbi, S. Hage-Ali, C. Floer, S. Petit-Watelot, S. Zhgoon, M. Hehn and O. Elmazria, "Improvement of the Sensitivity of a Passive RFID Magnetic SAW Sensor Based on Love Waves," IEEE RFID-TA 2023, Cambridge, MA, USA, June 4-6, 2024.(DOI: 10.1109/RFID62091.2024.10582636)
- S. Hage-Ali, P. Mengue, B. Paulmier, J. Maufay, U. Youbi, C. Floer, H. M'Jahed, T. Aubert and O. Elmazria, "SAW-RFID Sensors for Industrial Applications," IEEE RFID-TA 2023, Aveiro, Portugal, Sept 4-6, 2023. (DOI: 10.1109/RFID-TA58140.2023.10290205)
- U. Youbi, T. Makdissy, T. Aubert, O. Elmazria and S. Hage-Ali "A DRA antenna-package for SAW-RFID high temperature sensing," URSI GASS 2023, Sapporo, Japan, Aug. 19-26, 2023. (DOI:10.46620/URSIGASS.2023.3114.RPTA6974)
- J. Maufay, U. Youbi, T Aubert, N. Kokanyan, S. Hage-Ali, M. Vilasi, O. Elmazria, "Pushing the Limits of LiNbO3 in High Temperature SAW Sensors," IEEE Sensors 2021, Sydney, Australia, Oct 31- 3 Nov 2021. (DOI:10.1109/SENSORS47087.2021.9639644)

Conférences internationales sans actes:

- **U. Youbi**, S. Hage-Ali, T. Aubert, D. Ba and O. Elmazria "High Q 2.45 GHz wireless AlN/Sapphire SAW Sensors for High Temperature Applications," 2023 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS), Montreal, 2023, poster.
- **U. Youbi**, T. Makdissy, T. Aubert, O. Elmazria and S. Hage-Ali "A dielectric resonator antenna-package for high temperature SAW sensors," SAW Sensor & Actuator Symposium 2023, Dresden, Sept 21-22, 2023.
- **U. Youbi**, S. Hage-Ali, T. Aubert, D. Ba and O. Elmazria "Wireless SAW sensors based on AlN/Sapphire operating at 2.45GHz for High temperature applications up to 500°C," SAW Sensor & Actuator Symposium 2023, Dresden, Sept 21-22, 2023.
- J. Maufay, T. Aubert, B. Paulmier, M. Emo, S. Hage-Ali, U. Youbi, N. Kokanyan, M. Vilasi, and O. Elmazria, "Innovative NiAl Electrodes for Long Term, High Temperature SAW sensing applications based on lithium niobate," International Ultrasonics Symposium IUS 2022, Venice, Italy, 10-13 October 2022, poster
- J. Maufay, **U. Youbi**, T Aubert, N. Kokanyan, C. Floer, S. Hage-Ali, M. Vilasi, O. Elmazria, "Innovative NiAl alloy electrodes to push the limits of LiNbO3based high temperature SAW sensors," *SAW Sensor & Actuator Symposium* 2021, Dresden, Oct. 14-15, 2021.

Workshops et séminaires:

- **U. Youbi**, S. Hage-Ali, D. Ba, T. Aubert, F. Bartoli, M. Hugues and O. Elmazria "Wireless SAW sensors based on AlN/Sapphire operating at 2.45GHz for High temperature applications up to 500°C," IEEE SENSORS Chapter France, Grenoble, June 13-14, 2024.
- **U. Youbi**, S. Hage-Ali, D. Ba, T. Aubert, F. Bartoli, M. Hugues and O. Elmazria "High Q 2.45 GHz wireless AlN/Sapphire SAW Sensors for High Temperature Applications," Séminaire de l'école doctoral C2MP, Nancy, June 2024, poster.