



Université catholique de Louvain
– UCL / ICTEAM / ELEN –

Biocapteurs à réseaux d'électrodes isolées sur semiconducteur actif

Thèse de doctorat
(mise en forme au 10/09/2012)

par **Rémi S. PAMPIN**

Jury :

Prof. Danielle VANHOENACKER-JANVIER (UCL) – présidente
Prof. Denis FLANDRE (UCL) – promoteur
Prof. Jean-Pierre RASKIN (UCL)
Prof. Jacques DESTINE (Ulg)
Prof. Isabelle HUYNEN (UCL)
Prof. Vincent SENEZ (IEMN)

© Rémi S. PAMPIN – Presses universitaires de Louvain 2012, Thèses de l'Université catholique de Louvain (UCL)

Tous droits de reproduction, d'adaptation ou de traduction, par quelque procédé que ce soit, réservés pour tous pays, sauf autorisation de l'éditeur ou de ses ayants droit.

Remerciements

Un grand merci tout d'abord au Prof. Denis Flandre, promoteur de cette thèse, pour m'avoir donné la chance de commencer et poursuivre longuement des recherches qui m'auront passionné. Le travail rapporté dans les pages qui suivent doit beaucoup aux Dr. Boris FOULTIER et Dr. Pierre-Emmanuel LOBERT des Facultés Universitaires Notre-Dame de la Paix (FUNDP–Namur / Prof. José REMACLE) ainsi qu'à Luis Moreno-Hagelsieb, qui ont mené les développements chimiques et orchestré les séances d'observation sous microscope d'ADN marqué. Sous l'encadrement du Prof. Sophie DEMOUSTIER, Françoise BLONDEAU et Christèle NONCKREMAN ont par ailleurs œuvré aux premiers tests de fonctionnalisation par poly-électrolytes et complété mon initiation sur le sujet. Le Dr. Laurent JACQUES a enfin introduit le filtrage médian comme solution de traitement numérique d'images pour l'effacement d'électrodes en microscopie.

Depuis les chambres propres jusqu'aux salles de caractérisation, toute ma reconnaissance s'adresse également aux équipes des laboratoires DICE et EMIC pour leur accompagnement et leurs fructueuses coopérations. Merci en particulier à André CRAHAY, Christian RENAUX, David SPOTE, Miloud ZITOUT, Pascal SIMON, Brigitte DUPONT, collaborateurs et amis, dont la liste exhaustive serait trop longue.

Many thanks to *ForschungsZentrum Jülich* biochemistry laboratory staff members for teaching me on-chip cells culture: Boris HOFMANN, Matthias SCHINDLER, Jan ESCHERMANN and Xuan-Thang VU in particular, under supervision of Dr. Sven INGEBRANDT and Prof. Andreas OFFENHAEUSER (FZJ/IBN2 – Deutschland).

A ma famille enfin, avec mention spéciale pour mes parents et grands-parents, mes sœurs, et mon épouse Elise, sans qui ce manuscrit n'aurait probablement pas abouti.

Publications

Brevets :

"Insulated Substrate Impedance Transducers", **Rémi Pampin**, Dr. B.Foultier, Dr. L.Moreno-Hagelsieb, Pr. J.Remacle, Pr. D.Flandre – US Patent Application 12/440,469 (2007-09-10)

"Method and device for high sensitivity detection of the presence of DNA and other probes", Pr. D.Flandre, Dr. L.Moreno-Hagelsieb, **R. Pampin**, D. Bourgeois, Pr. J.Remacle, Dr. P.E.Lobert – WO 2004/001403 A1

Chapitre invité :

"DNA analytical CMOS Systems-On-a-Chip", **Rémi Pampin**, Dr. B.Foultier, Pr. J.-P.Raskin, Pr. J.Remacle, Pr. D.Flandre – "EoS" Encyclopedia Of Sensors 2 pp.395-412, ISBN 1-58883-058-6, American Scientific Publishers (2006)

Revue à comité de lecture :

"Direct Protein Detection with a Nano-Interdigitated Array Gate MOSFET", Dr. X.Tang, Pr. A.Jonas, Dr. B.Nysten, Pr. S.Demoustier-Champagne, F. Blondeau, P.-P. Prévot, **R. Pampin**, Pr. J.-P.Colinge, Pr. J.-P.Raskin, Pr. D.Flandre, Pr. V.Bayot – Biosensors and Bioelectronics 24 pp.3531–3537 (2009)

"Miniaturized wireless sensing system for real-time breath activity recording", N. André, S. Druart, P. Gerard, **R. Pampin** et al., D. Flandre and J.-P. Raskin – IEEE Sensors Journal Special issue on Sensors for Breath Analysis (November 2008)

"Electrical detection of DNA hybridization: three extraction techniques based on interdigitated Al/Al₂O₃ capacitors", Dr. L.Moreno-Hagelsieb, Dr. B.Foultier, G. Laurent, **R. Pampin**, Pr. J.Remacle, Pr. J.-P.Raskin, Pr. D.Flandre – Biosensors and Bioelectronics 22 (2007) 2199–2207

"Sensitive DNA electrical detection based on interdigitated Al/Al₂O₃ microelectrodes", Dr. L.Moreno-Hagelsieb, Dr. P.-E.Lobert, **Rémi Pampin**, D. Bourgeois, Pr. J.Remacle, Pr. D.Flandre – Sens. Actuators B 98 pp.269-274 (2004)

"Immobilization of DNA on CMOS compatible materials", Dr. P.-E.Lobert, D. Bourgeois, **R. Pampin**, Dr. A.Akheyar, Dr. L.Moreno-Hagelsieb, Pr. D.Flandre, Pr. J.Remacle – Sens. Actuators B 92 1-2 pp.90-97 (2003)

Conférences :

“Fabrication of SOI-based nano biosensors”, Dr. X.Tang, Pr. A.M.Jonas, Pr. B.Nysten, Pr. S.Demoustier-Champagne, Pr. V.Bayot, Pr. J.-P.Raskin, Dr. L.Francis, **R. Pampin**, Dr. L.Moreno-Hagelsieb, Pr. D.Flandre – “MNE” 35th international conference on Micro & Nano Engineering; Ghent, Belgium (28/09 - 1/10 2009)

“Bio-compatible Insulated Substrate Impedance Transducers”, **Rémi Pampin**, Dr. L.Moreno-Hagelsieb, Pr. D.Flandre – “MBEC 2008” 4th European Congress of the International Federation for Medical and Biomedical Engineering; Antwerp, Belgium (23-27/11/2008)

“An ISFET-like innovative device applied to labelled DNA detection”, **Rémi Pampin**, Pr. D. Flandre – Third focused workshop ERBM3; Liège, Belgium (08/09/2006)

“Insulated Substrate Impedance Transducers: an innovative semiconductor device applied to labelled DNA sensing”, **Rémi Pampin**, Dr. B.Foultier, Dr. L.Moreno-Hagelsieb, B. Heusdens, Pr. J.-P.Raskin, Pr. J.Destiné, Pr. J.Remacle, Pr. D.Flandre – “ND 2006” Nano-electronics days; CNI Jülich, Germany (October 2006)

“DNA analytical CMOS-compatible capacitive systems”, Pr. D.Flandre, Dr. L.Moreno-Hagelsieb, **Rémi Pampin**, G. Laurent, Pr. J.-P.Raskin, Dr. B.Foultier, Pr. J.Remacle – “BME” Belgian Day on Biomedical Engineering (28/10/2005)

“Integrated Low-Cost Micro-Sensors for DNA Sensitive Electrical Detection; Posters I) DNA detection with μ -technologies, II) Experimental results”, **Rémi Pampin**, Dr. L.Moreno-Hagelsieb, G. Laurent, Dr. B.Foultier, Dr. P.-E.Lobert, Pr. J.-P.Raskin, Pr. J.Remacle, Pr. D.Flandre – ASM Conference on Bio-, Micro- and Nanosystems, abstr. p.25 #16; New York, USA (7-10/07/2003)

TABLE DES MATIERES

ACRONYMES & DÉFINITIONS	X
INTRODUCTION GENERALE	1
BIBLIOGRAPHIE GÉNÉRALE	5
= CHAPITRE I =	8
INDEX DES FIGURES	10
INDEX DES TABLEAUX	11
INTRODUCTION	13
1 DE L'ANALYTE AU PORTRAIT	16
1.1. BIOCHIMIE IN VITRO :	18
1.1.1. Préparation et Sensibilisation	18
1.1.2. Réplication des cibles.....	21
1.1.3. Interaction sondes\cibles et Révélation	22
1.1.4. Enjeux de l'intégration.....	24
1.2. TECHNIQUES DE DÉTECTION USUELLES :.....	26
1.2.1. Bio-traçage fluorescent.....	26
1.2.2. Electrochimie avec ou sans marquage d'ADN.....	29
1.2.3. Colorimétrie sur marqueurs or\argent (Au\Ag)	29
1.2.4. Bilan d'échelles et problématique de l'imagerie.....	30
1.3. MICRODISPOSITIFS ÉLECTRIQUES POUR LA BIODÉTECTION	33
1.3.1. Biomarquage Ag/Au d'ADN sur électrodes planaires	33
1.3.2. Micro-électrodes d'aluminium sous alumine (Al_2O_3/Al) :.....	35
1.3.2.1. Passivation biofonctionnelle et alumine MOS	36
1.3.2.2. Mesure capacitive {Ag-Au sur Al_2O_3-Al }	37
1.3.2.3. Des micromarqueurs aux cellules vivantes	39
2 BIOPUCES À CIBLES GRANULAIRES	41
2.1. RÉVÉLATION AG/AU SUR ALUMINE – QUALIFICATIONS :	41
2.1.1. Al_2O_3 galvanique pour le développement Ag-Au/ADN	42
2.1.2. Effet de la fonctionnalisation sur le développement.....	44
2.1.3. Marquage Au/ADN sans développement	46
2.1.4. Prospective – adsorption de colloïdes-Au seuls	47

2.2. MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE QUANTITATIVE :	49
2.2.1. <i>Imagerie de marqueurs – résolution et grossissement</i>	50
2.2.2. <i>Principes d'imagerie numérique</i> :	52
2.2.2.1. Binarisation	52
2.2.2.2. Préfiltrage et homomorphisme	55
2.2.2.3. Gestion d'électrodes planes interdigitées	57
2.2.3. <i>Applications quantitatives sur alumine galvanique</i> :	60
2.2.3.1. Développement Ag/Au sur ADN	61
2.2.3.2. Influence d'un support en silicium dopé	62
2.2.3.3. Simple adsorption Au ₂₅₀ sur PAH-monocouche	64
2.3. PERSPECTIVES – VERS LA CULTURE CELLULAIRE ENCAPSULÉE	65
CONCLUSION	69
ANNEXES	71
I. BIOPUCES – TECHNOLOGIES DE MISE EN ŒUVRE :	71
A. <i>Spécifications d'équipements accessoires</i>	71
B. <i>Détection par fluorescence</i>	72
C. <i>Electrochimie / ADN</i>	73
II. MICRODISPOSITIFS AL ₂ O ₃ /AL :	74
A. <i>Traitement d'images</i> :	74
i - Marqueurs – résolution & grossissement	74
ii - Filtres de Butterworth	76
iii - Homomorphisme log. ou hyperbolique	78
iv - Seuillage d'histogramme et préfiltrage	80
v - Filtrage d'électrodes – domaine de Fourier	82
B. <i>Aspects expérimentaux</i> :	85
i - Révélation Au–Ag sous hydroquinone	85
ii - Influence de la fonctionnalisation	86
iii - Encapsulation / PTFE en boîtier DIL	89
iv - Nettoyage de micrograins par silicone	93
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	94
= CHAPITRE II =	98
INDEX DES FIGURES	102
INDEX DES TABLES	105
NOTATIONS :	106
INTRODUCTION	108
DÉPÔT DE BIOMARQUEURS – APPROCHE EFFECTIVE	109
ELECTRODES À LIGNES COPLANAIRES – THÉORISATIONS	111
SUBSTRATS STRATIFIÉS ET QUALIFICATIONS NUMÉRIQUES	113
1 BIOMARQUEURS SPHÉRIQUES EN SIMULATION 2D	116

1.1. REPRÉSENTATION DE BILLES EN COUPE	116
1.2. DIÉLECTRIQUE ÉQUIVALENT À UN RÉSEAU DE FILS CYLINDRIQUES.....	118
1.3. STATISTIQUE 3D – UNE INTRODUCTION	122
2 MODÈLES ÉLECTRODES \ SUBSTRAT ANALYTIQUES	126
2.1. POSITIONNEMENT DU PROBLÈME :	126
2.1.1. <i>Electrodes parallèles et 'planarisation' de Wheeler</i>	127
2.1.2. <i>Matrice d'admittance, conditions aux frontières</i>	128
2.2. ANALYSE CONFORME MONOCOUCHE – PRINCIPES.....	130
2.3. 'IMAGES PARTIELLES' MULTICOUCHES – FORMALISMES	132
2.4. COMBINAISONS MULTICOUCHES TRIVIALES :	135
2.4.1. <i>Facteur de forme radial {ruban/coplanaire, mode pair}</i>	135
2.4.2. <i>Forme transverse {coplanaire ε^-, mode impair}</i>	136
2.4.3. <i>Permittivités partielles associées</i>	137
2.5. FACTEURS DE FORMES USUELS – DISCUSSION	138
3 ANALYSES MONOCOUCHES (SIMPLE-FACES)	144
3.1. SECTION SIMPLE-ESPACE :	144
3.1.1. <i>Analyse conforme & transformations asymptotiques</i>	146
3.1.2. <i>Propriétés fondamentales et cartographie</i> :.....	148
3.1.2.1. Horizon latéral et région sensible	150
3.1.2.2. Densités de flux et maillage.....	155
3.1.3. <i>Validations numériques (éléments finis)</i>	157
3.2. SECTION MULTI-ESPACE :	161
3.2.1. <i>Analyse conforme & transformations asymptotiques</i>	163
3.2.2. <i>Propriétés et cartographie</i>	165
3.2.3. <i>Validations numériques (éléments finis)</i>	168
4 SUBSTRATS MULTICOUCHES	172
4.1. PERMITTIVITÉS CROISSANTES E^+ À MIXTES $E^\pm$:.....	173
4.1.1. <i>Algorithme général (simple-face)</i>	174
4.1.2. <i>Qualifications numériques</i> :	177
4.1.2.1. Section simple-espace.....	177
4.1.2.2. Section multi-espace.....	181
4.2. EXTENSION DOUBLE-FACE PAR LIGNE DE TRANSMISSION	185
5 APPLICATIONS & DISCUSSION.....	187
5.1. SENSIBILITÉS PRINCIPALES :	188
5.1.1. $\{\varepsilon_i^*\}$ – <i>Variations diélectriques</i>	188
5.1.2. $\{T_i\}$ – <i>Détection d'épaisseur</i>	190
5.1.3. $\{A_{ID}\}$ – <i>Tomographie planaire, approche directe</i>	194
5.2. CAS D'ÉTUDES :	197
5.2.1. <i>Dispositif MOS (Métal\Oxyde\Semiconducteur)</i> :.....	197

5.2.1.1.	Résultats et observations	200
5.2.1.2.	Pertes ohmiques négatives.....	202
5.2.2.	<i>Billes conductrices sur dispositif passif</i> :	204
5.2.2.1.	Compléments alternatives de modélisation.....	205
5.2.2.2.	Discussion	208
CONCLUSION		210
ANNEXES.....		215
III.	MARQUEURS SPHÉRIQUES / DISPOSITIF COPLANAIRE :	215
A.	<i>Polygones circulaires (dessin)</i>	215
B.	<i>Couplage cylindrique & couche effective</i>	215
C.	<i>Statistiques binomiale et normale</i>	217
IV.	TRANSFORMATIONS CONFORMES – GÉNÉRALITÉS :	219
A.	<i>Contradiction de modèles publics par éléments finis</i>	219
B.	<i>Approximations</i>	220
C.	<i>Conditions de calculabilité des modules</i>	221
V.	SECTION SIMPLE-ESPACE :	222
A.	<i>Modèle monocouche de base</i> :	222
B.	<i>Équations-limites</i> :	222
C.	<i>Seuils de calculabilité des modules</i> :	224
D.	<i>Propriétés du mode impair</i> :	225
VI.	SECTION MULTI-ESPACE :	226
A.	<i>Modèle de base monocouche</i>	226
B.	<i>Équations-limites</i>	227
C.	<i>Calculabilité des modules</i>	230
D.	<i>Propriétés du mode impair</i>	231
E.	<i>Caractéristique accessoire – dispersion radiale libre</i>	233
VII.	MODÈLES GÉNÉRAUX À ÉLÉMENTS DISCRETS :	233
A.	<i>Ligne de transmission élémentaire</i>	233
VIII.	AUTRES CARACTÉRISTIQUES APPLICATIVES :	235
A.	<i>Détection d'épaisseur</i>	235
B.	<i>Tomographie planaire simple-espace</i>	238
C.	<i>Dispositif MOS – conductance radiale</i>	239
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES		240
= CHAPITRE III =		244
INDEX DES FIGURES		246
INDEX DES TABLEAUX		247
INTRODUCTION		248
1 CONCEPTS ET FONCTIONNEMENT DE L'ISIT		250

1.1. DISPOSITIFS À EFFET DE CHAMPS :	251
1.1.1. <i>Le transistor MOS</i>	251
1.1.2. <i>Dans un électrolyte – dispositifs EIS et ISFET</i>	253
1.1.3. <i>De l'ISFET à l'ISIT</i>	257
1.2. BILLES ISOLÉES SUR SEMICONDUCTEUR :	259
1.2.1. <i>Equation de Poisson dans le substrat</i>	263
1.2.2. <i>Franges électrostatiques externes</i>	265
1.2.3. <i>Résultantes :</i>	267
1.2.3.1. Profil de potentiel	267
1.2.3.2. Conductivité du canal	271
1.3. ENTRE TRANSISTOR ET CAPACITOR – L'ISIT :	273
1.3.1. <i>Approche numérique en biodétection d'argent</i>	275
1.3.2. <i>Modèle analytique petit signal d'un ISIT</i>	280
2 CAS PRATIQUES	283
2.1. IMPLANTATION DES ZONES ACTIVES & LIGNES D'ACCÈS	283
2.2. DÉTECTION AG-AU/ADN SUR ISIT <i>BULK</i> :	285
2.2.1. <i>Prototypage</i>	285
2.2.2. <i>Influence d'une polarisation de substrat</i>	288
2.3. INSTRUMENTATION SUR PUCE – PROTOTYPAGE :	290
2.3.1. <i>Oscillateur à relaxation intégré :</i>	293
2.3.1.1. Intégrateur & comparateur	295
2.3.1.2. Comparateur & source de courant	296
2.3.1.3. Qualification pratique	297
2.3.2. <i>Perspectives</i>	299
CONCLUSION	303
ANNEXES	305
IX. MODÉLISATION THÉORIQUE :	305
A. <i>Charges-images</i>	305
B. <i>SOI/Si ou membrane/air – caractéristique accessoire</i>	306
C. <i>Modèle d'ISIT à éléments discrets</i>	306
X. CAS PRATIQUES :	308
A. <i>Implantation Phosphore</i>	308
B. <i>Procédés "bulk" et SOI</i>	309
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	312
CONCLUSION GENERALE	315

Acronymes & définitions

ADN	Acide DésoxyriboNucléique
<i>bulk</i>	qualificatif de substrat massif homogène
CMOS	<i>Complementary MOS</i> , association des 2 polarités de transistors (positive—négative)
DIL	“ <i>Dual-In-Line</i> ”
FET	<i>Field-Effect Transistor</i>
IDAE	<i>InterDigitated Array Electrodes</i> , électrodes/réseau entrelacé(es)
ISFET	<i>Ion-Sensitive FET</i>
MOS	<i>Metal-Oxyde-Semiconductor</i>
PCR	<i>Polymerase Chain Reaction</i>
SEM	<i>Scanning Electron Microscope</i> , microscope à balayage électronique
SOI	<i>Silicon On Insulator</i> , où « isolant » désigne l'oxyde SiO ₂ , le Saphir Al ₂ O ₃ ou l'air
fd-SOI	<i>Fully Depleted SOI</i> , SOI complètement déserté
pd-SOI	<i>Partially Depleted SOI</i> , SOI partiellement déserté

<i>Isotropique</i>	De caractère isotrope – c'est-à-dire identique – suivant les principales directions de l'espace.
<i>Substrat</i>	Dans son acception générale : substance présentant des caractéristiques chimiques et physiques particulières (composition, forme ou propriétés électriques). En électronique : plaque semiconductrice (typ. silicium) d'épaisseur millimétrique, transformable à la fabrication (oxydation, dopage).
<i>Support</i>	Partie principale d'un substrat, en surface duquel peuvent avoir lieu des transformations physicochimiques et lui servant de base mécanique.

INTRODUCTION GENERALE

Des premiers automates mécaniques de l'Antiquité à la robotique contemporaine, l'invention des machines a cherché à reproduire le fonctionnement des organismes vivants, d'abord sur le plan de l'action physique puis sur celui de la communication, de l'information et enfin de la perception. La réalisation d'organes sensoriels artificiels depuis l'époque moderne s'inscrit dans ces derniers stades, de la création du gramophone au développement des « *smartphones* ». En complément de l'audition, de la vision et du toucher, l'un des grands défis de l'électronique concerne à présent la captation du goût et de l'odorat [Cai02], dans un cadre physicochimique élargi.

Outre l'acide ou l'amère, le salé et le sucré, les applications concernées ciblent tous les composants élémentaires de l'environnement comme candidats potentiels d'analyse [Ho05] : molécules ou concentrations ioniques [Che03], complexes nanométriques de gènes ou protéines [Sch01], virus et micro-organismes jusqu'aux dixième de millimètre tels que bactéries ou cellules vivantes [Lim05, Fro03], en passant par les nanoparticules et autres marqueurs bio-conjugués [Wu03].

En dehors des produits de synthèse, ces constituants se retrouvent chacun à différents échelons dans l'ordre du vivant : les chaînes d'Acide DésoxyriboNucléique portent ainsi les codes génétiques dont l'expression conditionne la fabrication des protéines structurant la cellule [Yot04]. En cas de mutation, certains gènes peuvent être impliqués dans l'apparition de cancers ou d'autres dysfonctionnements d'antécédence génétique. Par ailleurs, les virus véhiculent des séquences susceptibles de corrompre le code de leurs hôtes. Afin de mieux appréhender ces mécanismes, les puces à ADN de diagnostic ou de recherche ont été développées pour identifier certaines portions de gènes dans les génomes de sources diverses [Bid03].

De façon générale, les biocapteurs collectent leurs cibles par affinité chimique spécifique au niveau de sites préalablement pourvus de sondes de capture dédiées [Yan97]. Une détection peut alors s'y effectuer par mesure des propriétés physicochimiques du couple formé par la sonde et sa cible [Iqb00] ou de marqueurs sélectifs introduits ultérieurement, tels que des catalyseurs enzymatiques [Jai99]. L'utilisation de biomarqueurs radioactifs

ou fluorescents autorise en outre le traçage d'évènements ou produits réactifs depuis leurs caractéristiques qualitatives, jusqu'à l'extraction et la classification statistique des paramètres qui les conditionnent [Dod00].

Dans cette dernière approche, l'imagerie des sites réactifs occupe une place prépondérante pour la compréhension des dynamiques œuvrant aux différentes échelles de la matière [Göp95]. En laboratoire, ces techniques reposent sur un appareillage peu mobile opéré par du personnel spécialisé. Mais dans une perspective de diagnostic rapide à proximité de patients, celles-ci requièrent des automatisations et miniaturisations poussées [Ora03].

La standardisation de traitements chimiques en faibles volumes réactifs sur lames de verre usuelles apporte à cet égard un avantage décisif [Köh01], en confinant l'expérimentation sur une surface de dimensions sub-millimétriques. Au-delà des économies d'échelle, cette tendance vers l'intégration a ouvert la voie au couplage de la biologie avec la microélectronique – micro-bioélectronique – et technologies conjointes de l'informatique [Wil01, Hie09, Lev08]. Pour la détection et l'analyse de cibles et marqueurs électriquement conducteurs ou chargés, les équipements macroscopiques d'imagerie laissent ainsi la place aux dispositifs électroniques intégrés [Bra04, Ber97]. Pour accéder aux propriétés du lieu d'analyse, les structures réalisables se restreignent alors essentiellement aux lignes conductrices imprimées, en substrat éventuellement multicouche et semiconducteur [Sch04].

Le travail rapporté dans cette thèse se base sur le développement argentique de biomarqueurs or/biotine conjugués, pour la révélation au micron de nanomolécules d'ADN [Bra04]. La détection s'effectue dans ce cas indirectement par mesure d'une densité de billes ou cristaux métalliques, au moyen d'électrodes de contact planaires en particulier. Bien que l'objectif poursuivi concerne le développement de dispositifs intégrés, les caractérisations intermédiaires en phase de conception font appel aux équipements tels qu'évoqués plus haut de microscopie à balayage électronique ou à force atomique – en complément de l'approche optique.

Pour la fabrication d'électrodes en microélectronique CMOS, l'éviction de métaux nobles coûteux (typ. or ou platine) au profit d'autres plus standards (p-ex. aluminium ou poly-silicium) requiert notamment une protection de surface robuste sur le plan biochimique [Bor98]. Le choix pour cette couche d'un isolant courant et relativement stable tel que l'alumine

[Wol06] confère par ailleurs à l'interface sensible un caractère électriquement passif, associé à une mesure essentiellement diélectrique.

La détection sensible de marqueurs biochimiques granulaires forme ainsi la clé de voûte de cette thèse, du point de vue de l'imagerie surfacique comme de la mesure électrique. Dans ces deux derniers domaines, la décomposition harmonique suivant le formalisme mathématique de Fourier¹ offre un premier moyen versatile d'analyse de caractéristiques mesurables. Les composantes impliquées recèlent en effet les influences plus ou moins corrélées de différentes parties du système-test, porteuses de données géométriques notamment. Ceci constitue le lieu de démarrage amont de cette thèse de doctorat, à savoir : le développement de biocapteurs basés sur les concepts et méthodes de la spectroscopie électrique, sous forme de dispositifs intégrables au sein de microcircuits électroniques.

Après passage en revue des contraintes chimiques qui pèsent sur de tels bio-dispositifs, le Chapitre I détaille les conditions d'adéquation de fins films d'alumine amorphe pour supporter l'accroche spécifique de biomolécules, nanoparticules métalliques ou cellules vivantes sur des réseaux de micro-électrodes.

Décrites au Chapitre II, les électrodes passives ont connu un effort de modélisation pendant un demi-siècle vis-à-vis de leurs performances comme transducteurs. Outre l'analyse des guides d'ondes coplanaires et microrubans au-delà de 10 MHz [Yam68, Kin73, Ham80, Ghi87, Hor90], l'électronique intégrée et hybride a plus récemment attiré l'attention sur le régime quasistatique pour la détection physicochimique [Tan09, Mor07, Lin07, Ger98]. Eu égard à la conception des électrodes planaires, simulations par éléments finis et transformations conformes présentent une complémentarité notable. Le Chapitre II revisite par conséquent les méthodes d'analyse mathématiques applicables du point de vue de l'ingénieur, et comble certaines lacunes de la littérature sur le sujet : description d'un algorithme générique de modélisation sur substrat stratifié ou non, expression d'équations asymptotiques à supports fins ou épais, introduction de critères de calculabilité, et identification de repères géométriques remarquables. Ces résultats éclairent la compréhension des couplages inter-électrodes en milieu

¹ ainsi que celui de Shannon et Nyquist, notamment

extérieur ou à l'intérieur de substrats conducteurs et isolants, sur une large gamme de paramètres géométriques.

Cela étant, la faible sensibilité de ces électrodes pour la détection de biomarqueurs dispersés invite à en développer d'autres approches [Mor07]. L'alternative innovante exposée au Chapitre III consiste à substituer au support initialement passif un substrat semiconducteur sensible aux cibles éventuellement disposées à sa surface. Le « *diélector* » ou « transducteur d'impédance à substrat isolé » relève ainsi d'un changement de paradigme dans la conception de capteurs intelligents [Pam08a]. L'effet de champs de biomarqueurs métalliques sur un canal de silicium finement isolé se traduit par une modulation de sa résistance, mesurable à-travers l'isolant d'interface en parallèle avec les interactions externes [Pam08b]. La mesure d'un tel dispositif met en jeu par conséquent des composantes diélectriques et ohmiques, respectivement associées à l'isolant de surface d'une part et au canal semiconducteur de l'autre. Ceci constitue la base de phénomènes de relaxation diélectrique, donnant lieu à des caractéristiques dépendantes du temps ou de la fréquence du signal de mesure – de type spectroscopique. Principes fondateurs, microfabrication en électronique intégrée, caractérisation, modèle petit-signal et formulation de l'effet de champ d'une bille s'accompagnent enfin, dans ce même Chapitre, d'une introduction aux circuits d'instrumentation et méthodes envisageables de traitement de signal.

Bibliographie Générale

- [Ber97] H.Berney *et al.* Sensors and Actuators B 44 (1997) 341–349
- [Bid03] G.Bidan *et al.* L'actualité chimique no.269-270 pp.39-46; éd. SCF Société Française de Chimie ISSN 0151-9093, Novembre-Décembre 2003
- [Bra04] E.Braun & K.Keren, Advances in Physics, June 2004, vol. 53 no. 4, 441–496
- [Bor98] D.A.Borkholder "Cell Based Biosensor Using Microelectrodes"; PhD. Thesis, Stanford University (1998)
- [Cai02] K.Cai *et al.* "Identification of Odors Using a Sensor Array with Kinetic Working Temperature and Fourier Spectrum Analysis"; IEEE Sensors Journal vol.2 no.3 (2002)
- [Che03] J.-C.Chena *et al.* "Portable urea biosensor based on the extended-gate field effect transistor"; Sensors and Actuators B 91 180–186 (2003)
- [Dod00] C.Dodeigne *et al.* "Chemiluminescence as diagnostic tool. A review"; Talanta 51 pp.415–439 (2000)
- [Fro03] P.Fromherz, "Neuroelectronic Interfacing: Semiconductor Chips with Ions Channels, Nerve Cells, and Brain"; Nanoelectronics and Information Technology, R. Waser, Wiley-VCH Berlin pp. 781–810 (2003)
- [Ger98] P. Van Gerwen *et al.*, Sensors and Actuators B 49 pp.73–80 (1998)
- [Ghi87] G.Ghione *et al.* IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques vol.MTT-35 no.3 (1987)
- [Göp95] W.Göpel & P.Heiduschka, "Interface analysis in biosensor design"; Biosensors & Bioelectronics 10 853-883 (1995)
- [Ham80] E.Hammerstad *et al.* IEEE MTT-S International Symposium Digest, Washington D.C., pp.407-409 (1980)
- [Hie09] A.Hierlemann "CMOS-Based Bio/Chemosensor and Bioelectronic Microsystems"; Procedia Chemistry 1 pp.5–8 (2009)
- [Ho05] C.K.Ho, A.Robinson, D.R.M. & M.J. Davis, "Overview of Sensors and Needs for Environmental Monitoring"; Sensors 5, pp.4-37 (2005)
- [Hor90] M.Horno *et al.* IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques vol.38 no.8 (1990)
- [Iqb00] S.S.Iqbal & J.P.Chambers, "A review of molecular recognition technologies for detection of biological threat agents"; Biosensors & Bioelectronics 15 549–578 (2000)
- [Jai99] K.K.Jain "Molecular labels, signalling and detection"; DDT vol.4 no.8 (1999)
- [Kin73] G.Kino *et al.* Electronics Letters vol.9 no.3 (1973)
- [Köh01] J.M.Köhler *et al.* Sensors and Actuators B 76 (2001) 166–172

- [Lev08] P.M.Levine *et al.* "Active CMOS Sensor Array for Electrochemical Biomolecular Detection"; IEEE Journal of Solid-State Circuits vol.43 no.8 (2008)
- [Lim05] D.V.Lim *et al.* "Current and Developing Technologies for Monitoring Agents of Bioterrorism and Biowarfare"; Clinical Microbiology Reviews, pp.583–607 (2005)
- [Lin07] P.Linderholm *et al.* Biosensors and Bioelectronics 22 pp.789–796 (2007)
- [Mor07] L.Moreno-Hagelsieb *et al.* "Electrical detection of DNA hybridization: Three extraction techniques based on interdigitated Al/Al₂O₃ capacitors"; Biosensors and Bioelectronics 22 pp.2199–2207 (2007)
- [Ora03] P. D'Orazio, Clinica Chimica Acta 334 (2003) 41–69
- [Pam08a] R.Pampin *et al.* "Insulated Substrate Impedance Transducers"; PCT International Publication WO 2008/028683 A1 (2008)
- [Pam08b] R.Pampin *et al.* "Bio-compatible Insulated Substrate Impedance Transducers"; MBEC 2008, 4th European Congress of the International Federation for Medical and Biomedical Engineering; Antwerp, Belgium (23-27/11/2008)
- [Sch01] F.W.Scheller *et al.* "Research and development in biosensors"; Current Opinion in Biotechnology 12:35–40 (2001)
- [Sch04] M.Schienle *et al.* "A Fully Electronic DNA Sensor With 128 Positions and In-Pixel A/D Conversion"; IEEE Journal of Solid-State Circuits vol.39 no.12 (2004)
- [Tan09] X.Tang *et al.* Biosensors and Bioelectronics 24 pp.3531–3537 (2009)
- [Wil01] I. & B. Willner "Biomaterials integrated with electronic elements: en route to bioelectronics"; Trends in Biotechnology vol.19 no.6 (2001)
- [Wol06] B.Wolfrum *et al.* "Suspended Nanoporous Membranes as Interfaces for Neuronal Biohybrid Systems"; Nano Lett. vol.6 no.3 (2006)
- [Yan97] M.Yang *et al.* "Genosensor technology and the detection of interfacial nucleic acid chemistry"; Analytica Chimica Acta 346 pp.259-275 (1997)
- [Yot04] R.A.Yotter & D. Michelle Wilson, "Sensor Technologies for Monitoring Metabolic Activity in Single Cells—Part II: Nonoptical Methods and Applications"; IEEE Sensors Journal vol.4 no.4 (2004)
- [Wu03] X.Wu *et al.* Nature biotechnology vol.21 (2003)
- [Yam68] E.Yamashita, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques vol.MTT-16 no.8 (1968)

= CHAPITRE I =

BIOCHIMIE ET MICRO-IMAGERIE DE SURFACE

INDEX DES FIGURES	10
INDEX DES TABLEAUX	11
INTRODUCTION	13
1 DE L'ANALYTE AU PORTRAIT	16
1.1. BIOCHIMIE IN VITRO :	18
1.1.1. Préparation et Sensibilisation	18
1.1.2. Réplication des cibles	21
1.1.3. Interaction sondes\cibles et Révélation	22
1.1.4. Enjeux de l'intégration	24
1.2. TECHNIQUES DE DÉTECTION USUELLES :	26
1.2.1. Bio-traçage fluorescent	26
1.2.2. Electrochimie avec ou sans marquage d'ADN	29
1.2.3. Colorimétrie sur marqueurs or\argent (Au\Ag)	29
1.2.4. Bilan d'échelles et problématique de l'imagerie	30
1.3. MICRODISPOSITIFS ÉLECTRIQUES POUR LA BIODÉTECTION	33
1.3.1. Biomarquage Ag/Au d'ADN sur électrodes planaires	33
1.3.2. Micro-électrodes d'aluminium sous alumine (Al_2O_3/Al) :	35
1.3.2.1. Passivation biofonctionnelle et alumine MOS	36
1.3.2.2. Mesure capacitive {Ag-Au sur Al_2O_3-Al }	37
1.3.2.3. Des micromarqueurs aux cellules vivantes	39
2 BIOPUCES À CIBLES GRANULAIRES	41
2.1. RÉVÉLATION AG/AU SUR ALUMINE – QUALIFICATIONS :	41
2.1.1. Al_2O_3 galvanique pour le développement Ag-Au/ADN	42
2.1.2. Effet de la fonctionnalisation sur le développement	44
2.1.3. Marquage Au/ADN sans développement	46
2.1.4. Prospective – adsorption de colloïdes-Au seuls	47
2.2. MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE QUANTITATIVE :	49
2.2.1. Imagerie de marqueurs – résolution et grossissement	50
2.2.2. Principes d'imagerie numérique :	52
2.2.2.1. Binarisation	52

2.2.2.2.	Préfiltrage et homomorphisme	55
2.2.2.3.	Gestion d'électrodes planes interdigitées.....	57
2.2.3.	<i>Applications quantitatives sur alumine galvanique :</i>	60
2.2.3.1.	Développement Ag/Au sur ADN.....	61
2.2.3.2.	Influence d'un support en silicium dopé.....	62
2.2.3.3.	Simple adsorption Au ₂₅₀ sur PAH-monocouche	64
2.3.	PERSPECTIVES – VERS LA CULTURE CELLULAIRE ENCAPSULÉE	65
CONCLUSION		69
ANNEXES		71
I.	BIOPUCES – TECHNOLOGIES DE MISE EN ŒUVRE :	71
A.	<i>Spécifications d'équipements accessoires</i>	71
B.	<i>Détection par fluorescence</i>	72
C.	<i>Electrochimie / ADN</i>	73
II.	MICRODISPOSITIFS AL ₂ O ₃ /AL :	74
A.	<i>Traitement d'images :</i>	74
i -	Marqueurs – résolution & grossissement	74
ii -	Filtres de Butterworth	76
iii -	Homomorphisme log. ou hyperbolique.....	78
iv -	Seuillage d'histogramme et préfiltrage	80
v -	Filtrage d'électrodes – domaine de Fourier	82
B.	<i>Aspects expérimentaux :</i>	85
i -	Révélation Au–Ag sous hydroquinone.....	85
ii -	Influence de la fonctionnalisation	86
iii -	Encapsulation / PTFE en boîtier DIL	89
iv -	Nettoyage de micrograins par silicone.....	93
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES		94

Index des figures

fig-I.1.1 – Structure et reconnaissance de l'ADN	17
fig-I.1.2 – Fonctionnalisation-aldéhyde par trichlorosilane.....	20
fig-I.1.3 – Echelles de la bioélectronique [Man02]	23
fig-I.1.4 [Pam06] Révélation-or\argent de cibles biotinylées (Ag/Au/ADN)..	24
fig-I.1.5 – Microscopie par fluorescence	27
fig-I.1.6 [Pam06] Scan colorimétrique sur biomarqueurs d'argent.	30
fig-I.1.7 – Images comparatives de micromarqueurs métalliques	32
fig-I.1.8 [Pam06] Electrodes coplanaires sous marquages-Au\Ag.....	34
fig-I.1.9 [Mor07, Pam02] Microcapteur MOS à électrodes passivées : mesure d'ADN par marquage Ag–Au sur $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$	38
fig-I.2.1 – Procédé Ag–Au/ADN sur électrodes $\{\text{Al} + \text{Si}\}_{2\%}$ anodisées	41
fig-I.2.2 – Cellule de caractérisation Al– Al_2O_3 –Al.....	43
fig-I.2.3 – Différentes surfaces d'alumine galvanique & cristaux-Ag.....	43
fig-I.2.4 – Surfaces fonctionnalisées-aldéhydes ou non	45
fig-I.2.5 – Clichés SEM des marquages $\text{Au}_{250}/\text{ADN}$ ou $\text{Ag}/\text{Au}_{20}/\text{ADN}$	46
fig-I.2.6 – Absorption d'or colloïdal à polyélectrolytes sur $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{SiO}_2$ –Si ..	48
fig-I.2.7 – Variantes d'adsorption Au_{250} sur poly-électrolytes	48
fig-I.2.8 – Seuillage\Binarisation sur image brute (préfiltrage faible).....	53
fig-I.2.9 – Sélection d'objets après binarisation	54
fig-I.2.10 – Profil en tailles de particules.....	55
fig-I.2.11 – Filtrages & binarisation avec sans homomorphisme	57
fig-I.2.12 – Détection de l'orientation d'électrodes parallèles.....	58
fig-I.2.13 – Electrodes et biomarqueurs estimés par filtrage ordinal	60
fig-I.2.14 – Cinétique de révélation-Ag.....	61
fig-I.2.15 – Couvertures Ag–Au / ADN sur Si_{N} finement passivé	63
fig-I.2.16 – Adsorption Au $\varnothing$ 250 nm sur PAH.....	64
fig-I.2.17 – Faisabilité pour la culture cellulaire d'une cuvette en caoutchouc-silicone formée en boîtier DIL sous presse.....	67
fig-I.2.18 – <i>HEK293_EAG</i> sur dispositifs $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ -Si encapsulé manuellement (prototypage)	68
fig-I.2.19 – Synthèse d'une bille seulement diffusante (Lambert).....	75
fig-I.2.20 – Caractéristiques spectrales de marqueurs et atténuation d'une bille soumise à un filtrage passe-haut ou passe-bas	76

fig-I.2.21 – Filtre coupe-bande, et puissance spectrale relative de billes dans l'intervalle fréquentiel $[f \dots \infty]$	78
fig-I.2.22 – Erreur relative absolue de l'homomorphisme approximatif en $\operatorname{argsinh}()$ comparé à un logarithme entier	79
fig-I.2.23 – Seuillage\Binarisation sans préfiltrage	80
fig-I.2.24 – Seuillage\Binarisation après préfiltrage	81
fig-I.2.25 – Evolution des seuils lin. log. avec la finesse du préfiltrage	82
fig-I.2.26 – Filtrage fréquentiel de particules sur électrodes	83
fig-I.2.27 – Filtrage fréquentiel sous illumination rasante.....	84
fig-I.2.28 – Filtrage fréquentiel en cas-limite	84
fig-I.2.29 – Protocole de révélation or\argent d'ADN hybridé.	86
fig-I.2.30 – Surfaces fonctionnalisées-aldéhydes ou non	88
fig-I.2.31 – Station de placement fin (<i>FinePlacer</i> ®).....	89
fig-I.2.32 – Encapsulation-DIL au silicone avec tampon sous presse	91
fig-I.2.33 – Cellules <i>HEK293_EAG</i> sur $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2\text{-Si}$ encapsulé sous presse (faisabilité)	92
fig-I.2.34 – Dépoussiérage de puces polluées à la découpe.....	93

Index des tableaux

table-I.1.1 [Pam06] Exemples de capteurs électriques { Ag–Au/ADN }	34
table-I.2.1 – Qualité de couvertures Au_{250} / PAH–PSS.	49
table-I. 2.2 – Surface et bille observables selon le grossissement	51
table-I.2.3 – Spécifications commerciales de " <i>spotters</i> " (année 2000).....	71
table-I.2.4 – Spécifications d'un amplificateur à <i>PCR</i> typique.....	72
table-I.2.5 – Caractéristiques techniques de scanners.....	72
table-I.2.6 – Electrochimie de l'ADN [Pam06]	74
table-I.2.7 – Influence du réducteur en l'absence de fonctionnalisation.....	87
table-I.2.8 – Influence de la fonctionnalisation sur le bruit biochimique	87

Introduction

Un demi-millier de maladies infectieuses découle de mutations génétiques identifiées grâce à des outils d'analyse d'efficacité croissante, dont on attendrait aujourd'hui de l'ordre d'un milliard de dollars de chiffre d'affaires [Raj04]. C'est l'une des raisons pour laquelle l'approche actuelle du vivant se focalise sur la cellule et ses constituants, dont on a découvert au 20ème siècle qu'ils obéissent à une programmation intrinsèque codée sur quatre molécules chimiques appelées bases d'Adénine, Thymine, Cytosine ou Guanine, formant la double hélice filiforme d'Acide DésoxyriboNucléique [Ave44, Fra53, Wat53].

Sur le plan clinique, le diagnostic de dysfonctionnements cellulaires après examen médical et bilan sanguin anormaux suit d'ordinaire deux voies complémentaires. La première consiste en une analyse histologique de tissus prélevés, dont les caractères morphologiques et métaboliques sont notamment contrôlés sous microscope. En cas d'anomalie suggérant une origine génétique, la seconde étape se focalise alors sur l'identification de portions d'ADN spécifiques. En terme de recherche biomédicale par extension, ces deux approches se combinent pour l'étude approfondie d'agents potentiellement pathogènes et/ou mutagènes tels que les virus et les bactéries.

A ce stade toutefois, la population de patients pouvant être diagnostiquée et traitée à temps se trouve limitée par le nombre de cliniciens disponibles en laboratoires et par les taux d'utilisation des équipements d'analyse. La multiplicité de ces derniers, leur occupation de locaux éventuellement dédiés, leur complexité d'exploitation et leurs coûts d'acquisition constituent en particulier des freins majeurs à leur déploiement massif.

A cet égard, les « biopuces » constituées sur le modèle des réseaux de pixels répondent aux besoins multiples de diagnostics rapides par leur parallélisme [Lin04]. Il s'agit initialement de plaques de verre, nylon ou polycarbonate sur lesquelles quelques dizaines à plusieurs milliers de séquences d'ADN peuvent être identifiées en quelques minutes. Ces dispositifs peuvent en outre s'appliquer aux protéines, enzymes et autres organites cellulaires, ainsi que dans les domaines connexes tels que l'immunologie ou la virologie [Chi07 ; Iqb00]. Le confinement en volumes

et surfaces contrôlés des produits et traitements biochimiques qui caractérise les biopuces améliore ainsi leur rendement et améliore leur adaptabilité, dans le cadre de l'évolution des techniques et de leurs applications notamment.

La mise en œuvre des biopuces tient beaucoup à la photographie et aux techniques d'imagerie numérique mais, pour des raisons de compacité et de simplicité, un pan majeur de recherches et développements se focalise sur les capteurs miniatures, à têtes sensibles plates intégrées *in situ*. En s'adressant aux propriétés de surface, l'électronique intégrée offre à cet égard un avantage fondamental pour la détection d'événements biochimiques significatifs aux échelles micro- et nanoscopiques. Les micro- et nano-technologies peinent toutefois à intégrer les champs d'application propres à la biologie, en raison d'exigences de compatibilité chimique, de robustesse et d'ergonomie nécessitant l'optimisation de systèmes fluidiques et d'interfaces non-standards pour elles [voir p-ex. Pra07, Mor06, Bor98]. Les conditions initiales telles que rugosité ou porosité qui règnent en surface d'un dispositif exposé à une chaîne de traitements biochimiques déterminent en effet sa qualité et sa prédictibilité finales. Mais elles lui sont essentiellement extrinsèques – elles dépendent du milieu extérieur au moment de sa mise en œuvre – alors que le développement de composants intégrés tire au contraire profit de topologies stables, entièrement déterminées à la production.

En première partie de Chapitre, la variété des conditions d'interface traitées en biochimie justifie d'abord un aperçu général des principes et méthodes de sensibilisation spécifique susceptibles d'affecter le fonctionnement, la mise en œuvre et la fabrication de microcapteurs. Son objectif est double : dresser un catalogue informatif des principaux termes, produits, méthodes et conditions propres à la biochimie d'une part, et introduire les premières données chiffrées nécessaires à la conception de dispositifs de détection. Dans une perspective élargie, le contexte applicatif principal concerne l'accroche et le suivi spécifique de biomolécules, nanoparticules métalliques ou cellules vivantes.

Cette section examine ainsi les spécifications techniques d'équipements de biodétection courants, afin de situer le développement des biopuces dans le cadre d'une intégration des échelles d'observation macroscopiques jusqu'à celles des cibles de détection micro- à nano-métriques. Le prototypage de dispositifs électroniques à micro-électrodes sous alumine amorphe en détection de biomarqueurs métalliques montre alors la nécessité

d'une caractérisation approfondie des dépôts de cibles, par imagerie et traitements numériques de clichés plans en microscopie électronique.

La deuxième partie porte plus particulièrement sur l'adéquation de dispositifs de biodétection électrique fabriqués selon les standards de la microélectronique. En raison de la criticité des interfaces entre les supports solides dotés de zones sensibles et le milieu réactif souvent aqueux et fortement ionique, diverses stratégies de traitement physicochimique ont été adaptées aux composants intégrés sur silicium.

La révélation argentique se trouve ainsi illustré pour le marquage, à l'échelle du micron, de l'hybridation de brins d'ADN nanométriques. Par extension, on examine aussi la possibilité d'adsorber directement certains colloïdes métalliques sur couches de polyélectrolytes – en développement depuis les années 1990 – ainsi que la faisabilité d'une culture de cellules vivantes sur puce électronique standard. Enfin, une synthèse approfondie des problématique et algorithmes fondamentaux de traitement d'images, applicables en microscopie de cibles granulaires, ouvre une voie complémentaire vers une forme avancée de biodétection électronique.

1 De l'analyte au portrait

Une majorité d'organes biosensibles se basent sur la reconnaissance entre une sonde moléculaire et sa cible homologue, sous certaines conditions de température et d'environnement chimique notamment. L'ADN bicaténaire résulte ainsi de l'hybridation d'une paire de monobrs complémentaires par liaisons spécifiques A-T et C-G de leurs bases, que la présence d'une mutation compromet (fig-I.1.1). On retrouve un processus similaire entre protéines, dont la conformation géométrique conditionne par exemple l'activité membranaire des cellules vivantes. En exploitant ce mécanisme, la détection quantitative d'une séquence particulière à l'intérieur d'un mélange s'effectue alors en mesurant le taux d'hybrides formés par les sondes et les cibles s'y étant associées de manière spécifique.

Cependant, la formation d'un hybride stable est un processus thermodynamique dépendant notamment des énergies de liaison propres à chaque couple de bases et des probabilités d'interactions sonde-cible. Outre l'ajustement de paramètres expérimentaux tels que la température et la force ionique du milieu au niveau des sites réactifs, une détection requiert ainsi de dresser des statistiques sur plusieurs séries de tests significatifs. Cette nécessité s'accompagne en outre de contraintes de disponibilité portant d'une part sur les équipements d'analyse et opérateurs qualifiés, et d'autre part sur la quantité de matériau biologique contenue dans les échantillons de test.

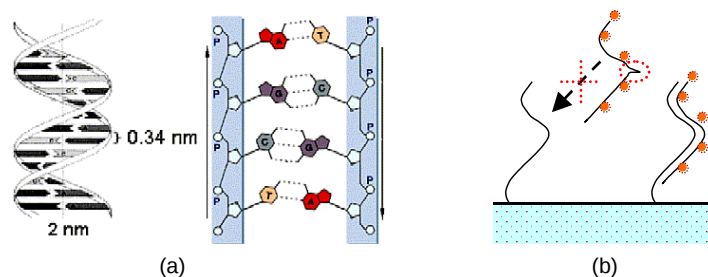


fig-I.1.1 – Structure et reconnaissance de l'ADN

(a-) Architecture double-hélice bicaténaire, anti-parallèle ;

(b-) Hybridation sondes $\leftrightarrow$ cibles marquées, que la présence d'une mutation compromet (symbolisée à gauche).

Dans ce contexte, le dépôt de sondes au goutte-à-goutte à la surface d'un support ouvre la voie à une réduction des volumes et un meilleur contrôle des conditions qui y règnent localement, ainsi qu'au parallélisme de sites autorisant les tests simultanés. Sur le plan technique, les biopuces courantes sont fabriquées sur verres borosilicates (Pyrex[®]) ou silico-sodocalciques. Mais le confinement quasi-bidimensionnel des procédés ouvre aussi la voie vers l'application des technologies plus avancées de l'électronique, elle-même fondée sur la miniaturisation croissante de dispositifs planaires et l'intégration de circuits permettant une détection sur puce.

Quel que soit le support, l'accroche localisée des sondes en nombre contrôlé requiert néanmoins une préparation de fonctions chimiques particulières. Les verres usuels offrent à cet égard des groupements hydrophiles siloxanes, silanols ou silanolates², propres à la condensation d'un film d'eau de 10 à 15 angströms facilitant l'altération chimique de leur surface. Ce caractère hydrophile peut encore être activé par traitement alcalin ou sous plasma d'oxygène (voir § 1.1.1, 1.3.2.1 et 2.3).

Cependant, la présence de métaux et/ou de leurs oxydes en surface d'une puce conditionne fortement l'applicabilité des traitements biochimiques envisageables dans le cadre électronique. Les paragraphes qui suivent recensent donc tout d'abord les procédés les plus courants de traitement des biopuces.

² resp. ($\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$), ($\equiv\text{Si-O-H}$) ou ($\equiv\text{Si-O}^-\text{Na}^+$)

1.1. Biochimie in vitro :

Les biopuces courantes traversent un procédé biologique organisé autour de quatre étapes, décrites ci-dessous dans le cadre des damiers d'analyse génétique ou pour la culture cellulaire. Chacune d'entre elles implique le développement de stratégies visant à réduire les biais expérimentaux et maximiser l'affinité des composés utiles. Certains traitements ne convenant pas sur puces électronique intégrée, il s'agit d'identifier dans ces cas les alternatives de substitution envisageables.

1.1.1. Préparation et Sensibilisation

🕒 < 1+1 h.

Le nettoyage préparatoire requiert une série minimale telle que :

- bain ultrasonique, en détergent alcalin dilué entre 0.5 et 3 % (typ. tensioactif non ionique Tween® [Rev97] ou, plus actif, ampholyte Hellmanex® à pH 12 en tampon phosphate [Wro05]) ;
- dégraissage à l'alcool (typ. éthanol ou isopropanol) éventuellement précédé d'acétone ;
- décapage acide (typ. sulfurique) ;
- stérilisation sous radiation ultraviolette ;

étapes auxquelles s'ajoutent typiquement des rinçages salins en tampon phosphate dilué (typ. PBS^[3]) ou en sérum de croissance [Pra07].

La principale restriction sur puce intégrée concerne la présence de métaux corrodables tels que l'aluminium, qui contraint à la sélection d'acide(s) compatible(s) tel qu'HNO₃ fumant et à la prescription des agents agressifs contenant chlore, soude, hydroxyde de potassium, *etc.*

Sensibilisation – transformation chimique du support conférant à sa surface les propriétés physicochimiques optimales de transition vers le milieu analytique.

- Fonctionnalisation $\propto$ 1 h. : dépôt d'une ou plusieurs couche(s) permettant l'accrochage des sondes ou la capture directe de cibles ;

³ angl. "Phosphate-Buffered Solution", p-ex. 140mM NaCl + 8mM Na₂HPO₄ [Wro05]

- ↪ distribution des sondes ≤ 1 h. : le cas échéant, ancrage localisé des différentes séquences homologues aux cibles à détecter (voir annexe I.A/table-I.2.3).

En biologie moléculaire, de nombreuses méthodes de fonctionnalisation existent pour attacher l'ADN sur support solide [Wes00, Zam00, Lob03], avec deux catégories-phases :

- i. les monocouches auto-assemblées de thiols et autres sulfures ou d'organosilanes (p-ex. SAM d'APTS, APMS, GPTS ^[4]) qui respectivement s'adsorbent sur les métaux de transition (or, platine) ou forment des liaisons covalentes sur les terminaisons -OH des oxydes hydroxylés [Cav01, Xia98, Chr96]. Les SAM de silanes affichent une meilleure stabilité en termes d'accroche et de robustesse à la déformation sous hautes températures ou fortes concentrations de sels [Zam00]. Le processus par trichlorosilanes et son dégagement d'acide chlorhydrique en particulier se trouvent illustrés en fig-I.1.2.
- ii. gels et matrices d'agarose ou autres polymères d'acrylamine, pyrole, lysine, méthyle-méthacrylate *etc.* [Edm97, Sch95, All97, Liv98]. Compromettant la tenue des sondes à haute température ou à fortes concentrations ioniques, l'adsorption non covalente de ces revêtements les destine principalement à l'usage unique.

⁴ angl. "Self-Assembled Monolayers" : *AminoPropyl-TriEthoxy-* ou *AminoPropyl-TriMethoxy-Silane*, *GlycidoxyPropyl-TrimethoxySilane*

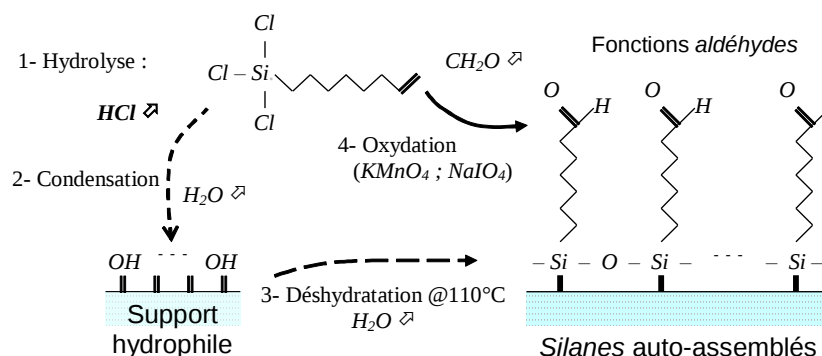


fig-I.1.2 – Fonctionnalisation-aldéhyde par trichlorosilane

Procédé *Diaglass* : l'accrochage de sondes d'ADN aminées implique la condensation de liens imine $\text{H}-\text{C}=\text{N}$ avec libération de cations H^+ , avant hydrogénation en NH sous NaBH_4 .

Concernant les substrats de culture cellulaire, on retrouve par ailleurs les fibres de poly(L)lysine [Pab07, Wro05] ou de fibronectine [Spr98], ainsi que les complexes streptavidine/biotine renforçant l'affinité membranaire sur supports biotinylés.

Dans une catégorie plus particulière se trouvent enfin les polyélectrolytes, macromolécules dans lesquelles une fraction substantielle d'unités constitutives dispose de groupements ioniques ou/et ionisables [Jen04]. Les poly-électrolytes alternativement chargés s'assemblent par interaction électrostatique pour former des films mono- ou multi-couches, dont la compacité évolue avec l'humidité en fonction du pH et de la force ionique du milieu de stratification [Kös05, Sav05]. En croissance linéaire ou exponentielle respectivement, leur épaisseur finale s'étend ainsi de quelques longueurs moléculaires jusqu'au micron. La mise au point de l'adsorption couche par couche [Dec91] justifie actuellement leur essor remarquable en fonctionnalisation de surfaces dans des domaines variés tels que l'optique non linéaire et l'électronique, les biomatériaux, l'industrie textile *etc.* Leur potentiel filtrant utilisé par exemple pour la séparation de gaz, de liquides, ou de protéines profite aussi au piégeage répété de particules en décuplant l'aire effective de capture [Non07].

Quelle que soit la fonctionnalisation retenue, l'hydrométrie ou niveau d'énergie surfacique revêt une responsabilité capitale dans la reproductibilité des dépôts et la stabilité de l'accroche des sondes et des cibles. La bonne délimitation des sites et volumes de réaction profite ainsi d'un contour

globalement hydrophobe, tandis que les lieux de détection tireront plutôt avantage à présenter une surface hydrophile [Sou00].

1.1.2. Réplication des cibles

🕒 < 1h. – 5j.

Définition – clonage ou multiplication des candidats d'analyse issus de l'échantillon et insertion concomitante de précurseurs de marquage, le cas échéant.

Au sein de cellules vivantes, la réplication nucléaire accompagne la croissance exponentielle de populations en milieu physiologique ou en sérum salin (typ. 150mM ou 10^{20}cm^{-3} NaCl | KCl), enrichi pour la culture *in vitro* d'acides aminés et d'antibactériens [Fro03] ainsi que d'antibiotiques et autres facteurs de croissance (p-ex. M2279 + 2mM glutamine + 100 unités/mL pénicilline + 0.1 mg/mL streptomycine, M10) [Pra07]. Cette multiplication s'opère typiquement à 37°C sous atmosphère humide à 5% CO₂ et à condition qu'aucune déprivation d'oxygène ne compromette leur survie [Pra07, Wro05].

En génétique, le procédé enzymatique *PCR* économise le prélèvement de matériel biologique par multiplication sélective d'un faible nombre initial de séquences-clés d'ADN au cours d'alternances durant quelques dizaines de secondes à quelques minutes entre 5°C et 95°C (voir annexe I.A/table-I.2.4), en présence d'amorces spécifiques et des quatre désoxynucléosides précurseurs des bases A, T, C, G.

En regard des objectifs d'observation et de caractérisation par ailleurs (voir §1.1.3), la faible visibilité d'oligomères transparents et dispersés en milieu aqueux appelle des stratégies de suivi indirectes, hors du spectre visible⁵. Ces méthodes emploient traditionnellement des anticorps anti-biotine liés à des traceurs typiquement fluorescents afin de suivre les biomolécules-cibles marquées par biotines, couplées par exemple à la Cytosine au cours de la PCR pour la détection d'ADN.

⁵ l'ADN intégral entouré par une capsule d'hydrates peut, lui, précipiter en pelote visible (blanchâtre dans l'alcool, p-ex.)

1.1.3. Interaction sondes\cibles et Révélation

⌚ < 10+1 h.

Hybridation ~ 10h. – confrontation de la surface biosensible à la préparation sous analyse et reconnaissance spécifique des cibles présentes par leurs sondes dédiées (voir fig-I.1.1).

Les silanes de fonctionnalisation permettent en principe des temps de reconnaissance biomoléculaires plus courts que les polymères (§1.1.1), qui ne supportent guère de tampons concentrés (p-ex. 0.3M) et pénalisent ainsi l'affinité spécifique des sondes pour leurs cibles. La charge électrique des surfaces de poly(L)lysine favorise néanmoins les liaisons ioniques par neutralisation des espèces négatives.

Concernant la culture de cellules vivantes, leur adhésion durant 30 à 90 minutes succède à leur sédimentation, dépendante des volumes considérés mais généralement plus lente – sur plusieurs heures [Pra07]. Les protéines émergeant des quelques nanomètres de bicouche lipidique entourant les cellules (intégrins, glycocalix) forment alors avec la surface une fente large de moins de 100 nanomètres [Fro03, Pab07].

Révélation < 1h. – Mise en évidence, par l'intermédiaire d'un rayonnement optique | radioactif | électrique ou magnétique propre ou stimulé, de couples hybridés éventuellement marqués au préalable (voir §1.1.2)

- ↪ marquage : assemblage de molécules ou nano-éléments supplémentaire permettant un traçage observable à plus grande échelle.
- ↪ développement : étape d'amplification lorsque le rapport signal/bruit disponible à l'issue du (des) premier(s) marquage(s) reste trop faible relativement à la sensibilité de l'équipement de mesure.

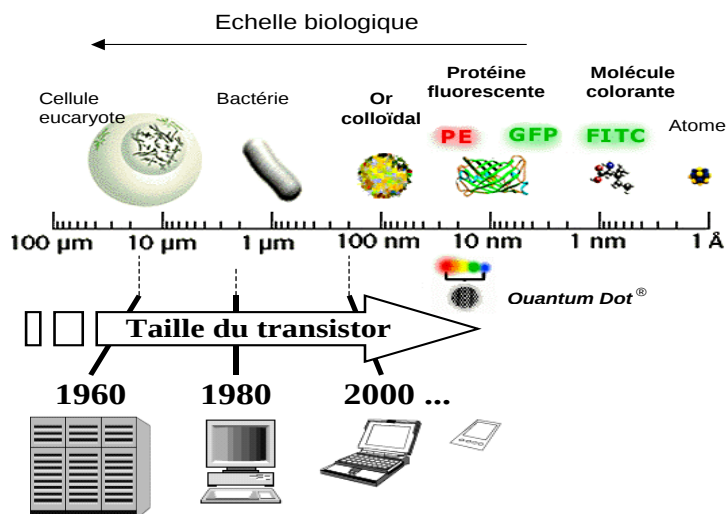


fig-I.1.3 – Echelles de la bioélectronique [Man02]

La détection directe d'objets moléculaires ou biologiques pourrait être considérée *a priori* comme l'objectif ultime épargnant toute étape supplémentaire de révélation ou d'amplification chimique. Mais la plupart des techniques font appel aux marqueurs, afin d'abaisser leur plancher de détection et/ou augmenter leur sensibilité vis-à-vis de cibles primaires. Comme explicité par un diagramme des dimensions sub-cellulaires (fig-I.1.3), le marquage se justifie par son effet grossissant opéré depuis le strict plafond chimique vers le plancher supérieur d'observation biologique. L'étape de révélation revient à collecter l'information enfouie par le biais de relais intercalés, dont la fidélité biochimique – le rapport signal/bruit – constitue le critère de qualité principal.

Aux radio-isotopes de traçage quantitatif hérités de l'électrophorèse "Southern blot" (typ. ^{125}I , ^{32}P , ^{33}P), les biopuces courantes préfèrent les marqueurs fluorescents non toxiques – donc libérés des contraintes de confinement et allégés en prescriptions de recyclage [Sou00] – identifiables par colorimétrie avec en outre une résolution supérieure (voir §1.2.1). D'autres approches, basées sur l'incorporation d'agents redox par exemple, permettent un suivi électrochimique (voir §1.2.2).

Ce travail de thèse se base quant à lui sur le couplage de molécules de biotine avec les brins-cibles d'ADN mono- ou bicaténaïres, sur une base telle que la Cytosine. Tel qu'illustré en fig-I.1.4, la présence de cette vitamine permet une capture spécifique de nanoparticules conjuguées à des anticorps antibiotine ou à la streptavidine par exemple, détectables par voie colorimétrique ou électrique le cas échéant (voir §1.2.3). En terme de seconde amplification, la révélation argentique permet d'accroître la taille de ces particules par métallisation-Ag en présence d'un réducteur, tel que l'hydroquinone « H_2Q » [Ale01, Tat01] (voir annexe II.B.i -).

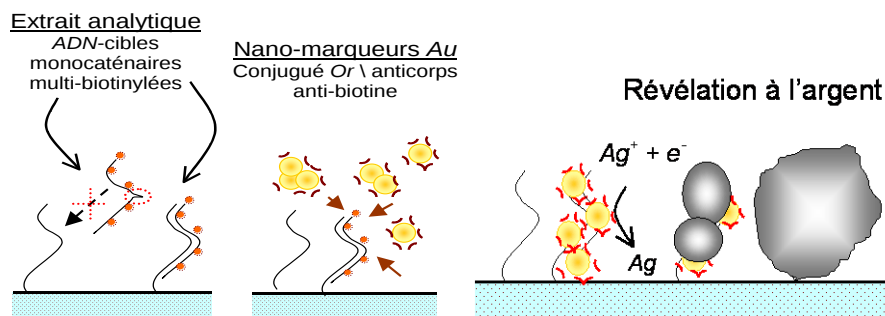


fig-I.1.4 [Pam06] Révélation-or/l'argent de cibles biotinylées (Ag/Au/ADN)

Voir aussi : annexe II.B.i -.

Les méthodes de biodétection usuelles se distinguent ainsi par les cibles auxquelles elles s'appliquent depuis les tissus cellulaires jusqu'aux biomolécules isolées en passant par les marqueurs fluorescents, radioactifs, électrochimiques, voire magnétiques. Cette diversité se traduit en retour par une multiplicité des technologies de mesure dans les domaines optique, électrique ou mécanique notamment.

1.1.4. Enjeux de l'intégration

Le catalogue informatif des traitements biochimiques exposés jusqu'ici permet de dresser un premier aperçu du contexte justifiant le développement des biopuces. Celui-ci peut être scindé en deux catégories. La première concerne l'efficacité du processus global d'analyse biochimique, incluant la réplique des cibles et leur interaction sur support sensibilisé (1.1.2 et 1.1.3), qui constituent les deux plus longues étapes de mise en œuvre. La

seconde se rapporte à la sensibilité physico-chimique de dispositifs miniaturisés pour la biodétection, face aux nettoyage\sensibilisation préparatoires et à la révélation finale (§1.1.1 et §1.1.3).

La réplication et la reconnaissance des cibles dépendent notamment des volumes réactifs, soit par le temps de diffusion ou de sédimentation des produits (hybridation d'ADN, accroche cellulaire), soit par l'hétérogénéité et l'inertie thermiques affectant les cycles en température (typ. PCR). Mais elles sont aussi dépendantes du nombre de cibles diluées à capter, ce pourquoi les recherches actuelles visent d'une part à réduire les volumes réactifs et d'autre part à abaisser les limites de détection des systèmes de mesure, afin d'augmenter leur rendement.

En PCR, le paradigme dit « d'équilibre » bridait traditionnellement la périodicité des cycles à plus de trois minutes en séparant les étapes de dénaturation, recuit et extension. Mais l'approche « cinétique » réduit cette latence autour de trente secondes grâce à l'optimisation des transitions en température et l'occurrence simultanée des trois réactions, dans quelques 10 μ L en capillaires millimétriques [Sil00, Woo96]. A présent, les développements de la microfluidique et de techniques d'ajustement local d'hydrophobie visent des volumes de 10 nL, chauffés à près d'un demi degré par milliseconde avec une précision au dixième de degré [Bur98, Jac94]. On notera que des gouttelettes de 10 nL peuvent couvrir des surfaces de l'ordre de quelques centaines de microns de côté, justifiant ainsi un premier attrait de la microélectronique pour la réalisation de *laboratoires sur puce*.

Accessoirement, des biopuces électriques accélèrent en outre la collecte et l'hybridation d'ADN par hydrolyse locale et abaissement consécutif du pH [Sos97, Hel97]. Cette technique convient en particulier aux tampons fortement astringents, dans lesquelles elle rehausse l'affinité électrochimique et où le faible masquage ionique laisse le champ électrique s'épanouir plus en profondeur dans le volume réactif. Envisagées par ailleurs pour le guidage et le placement de microorganismes par le biais de forces électrostatiques, les électrodes de surface profiteraient également à la culture cellulaire, la bactériologie ou la virologie [Med03].

La miniaturisation de sites réactifs peut ainsi accélérer et/ou flexibiliser la mise en œuvre de procédés biochimiques. Par extension, cette perspective justifie en outre le développement de biopuces sensibles, intégrant un ou plusieurs capteurs à proximité directe des sites de réaction. A l'intérieur de ce cadre, le nombre et la nature des cibles détectables deviennent des

spécifications capitales pour le choix de technologies de conception. Par ailleurs, un plancher de sensibilité plus bas rend aussi possible une détection plus précoce durant la phase de reconnaissance, un moindre taux de réplication des cibles, et une série de cycles finalement plus courte.

Typiquement, un extrait de matériau biologique provenant d'une biopsie [voir p-ex. Mon06] contient 10^5 à 10^7 cellules dispersées dans une dizaine de millilitres de sérum, soit moins de 10 cellules pour 10nL disposés sur un capteur d'un demi millimètre – et autant de copies de leur ADN nucléaire. Dans le cas général et même si certaines techniques permettent l'observation de faibles quantités de cellules (typ. cytomètres), la plupart des détecteurs nécessite une réplication de leurs cibles respectives – par multiplication cellulaire ou PCR typiquement – d'autant plus importante que la taille de ces dernières diminue. Chaque plate-forme de détection se caractérise alors par un ensemble propre de paramètres technologique, qui conditionnent ses performances en terme de consommation de réactifs, de dimension des cibles, et de leur concentration ou densité de surface autour des sites réactifs sensibles.

1.2. Techniques de détection usuelles :

Sur un plan fonctionnel, les dimensions géométriques ainsi que le nombre des sondes et des cibles en jeu constituent les principaux paramètres de départ conditionnant la conception de biodétecteurs. Afin de cadrer les développements de microcapteurs, il est donc utile de rappeler les caractéristiques principales de technologies de biodétection courantes, en particulier leurs modes de fonctionnement et les grandeurs qu'elles manipulent.

1.2.1. Bio-traçage fluorescent

Les biomarqueurs les plus fréquemment rencontrés absorbent la lumière à une longueur d'onde particulière d'excitation et la réémettent par fluorescence à une longueur d'onde généralement supérieure⁶. Selon les

⁶ décalage de Stokes

caractéristiques mesurées, on distingue quatre familles d'équipements correspondants :

- ❑ spectrofluoromètres → concentration moyenne en volume ;
- ❑ cytomètres en flux → statistique de populations.
- ✓ microscopes → détails en 2 ou 3 dimensions ;
- ✓ scanners → revue de plans expérimentaux ;

Les deux premières catégories fonctionnent en solution, les deux dernières également sous atmosphère gazeuse. La spectrophotométrie s'applique au suivi de viabilité des cellules par usage de bleu *Alamar*, métabolisé sous sa forme violette fluorescente par une classe d'enzymes (réductases mitochondriales) [Pra07].

En s'orientant vers l'observation de surface, les deux catégories cochées se prêtent davantage à une association avec la microélectronique, qui forme des architectures planaires jusqu'à l'échelle du millimètre sur base d'empilements de couches matérielles nanométriques.

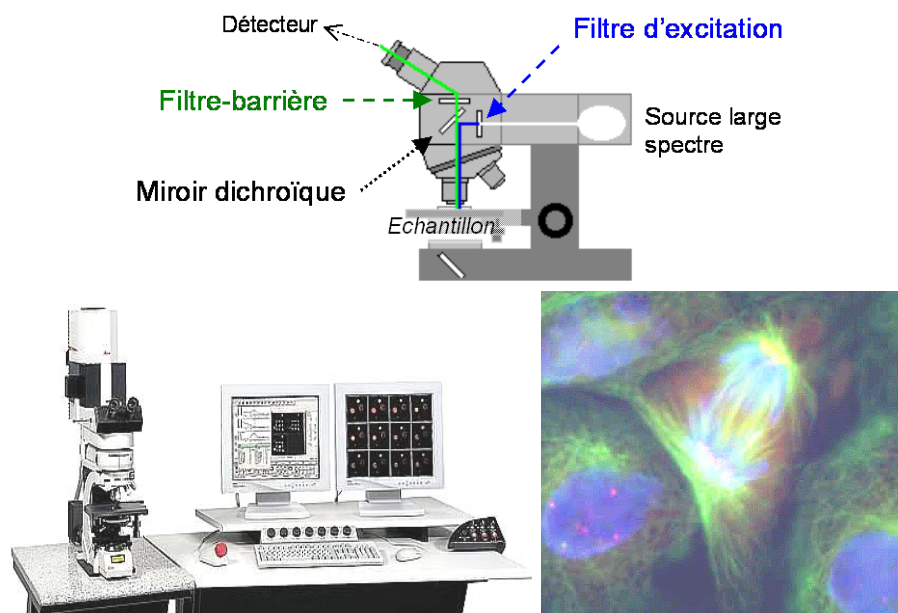


fig-I.1.5 – Microscopie par fluorescence

Exemples de schéma synoptique, produit fini et cliché tricolore. (source : www.techno-science.net)

Initialement, le microscope à fluorescence tel qu'illustré en fig-I.1.5 se distingue de sa version en gamme visible par l'adjonction d'un miroir

« dichroïque » couplé à une paire de filtres d'entrée-sortie. Les technologies puissantes qui y sont intégrées (voir annexe I), dans les scanners tridimensionnels notamment, supportent un balayage ponctuel ou segment par segment de pixels éventuellement multiplexés en couleurs [Nic07 ; Shi06]. Néanmoins, leur complexité et leur faible intégration les rendent peu adaptés aux applications de masse telles que le diagnostic clinique rapide, par exemple. En outre, la puissance qu'ils dissipent handicape leur disponibilité (typ. cinq minutes de mise en température pour un laser de 10 W), et leur vieillissement peut introduire jusqu'à 30% de dérive. Ils demeurent toutefois indispensables à la caractérisation approfondie de tissus ou procédés biochimiques, et les performances qu'ils atteignent servent de base pour la spécification et l'évaluation de technologies alternatives.

Les scanners bidimensionnels plus compacts sont typiquement employés pour la photographie de lames d'expérimentation. En fluorescence *in vitro*, leur efficacité peut souffrir d'une dépendance de l'intensité rayonnée selon le milieu (pH, polarité et oxygénation du solvant, densité des cibles) ou d'interférences entre molécules proches (< 10 nm). Même si ce dernier mécanisme peut être mis à profit dans une PCR en temps réel (voir annexe I), il constitue généralement une limite haute de détection en terme de densité de marqueurs.

Les 20 nanomètres de distance centre-à-centre minimale inter-traçeurs imposent une zone d'exclusion spatiale de 300nm² par marqueur, et correspondent à un plafond de 25% de couverture maximale – moyenne haute pour une répartition régulière. En tenant compte par ailleurs de 16 bits de dynamique en acquisition à pleine échelle (voir annexe I.A/table-I.2.5), la limite de détection numérique⁷ donne alors une couverture minimale proche du millièème de pourcent.

Sur un pixel moyen de 10x10 µm², ces valeurs suggèrent une gamme détectable de [10 – 10⁴] marqueurs-cibles/pixel. A échelle macroscopique, ces performances équivalent à quelques [10⁷ – 10¹⁰] marqueurs/cm², soit [10⁵ – 10⁸] sur une électrode millimétrique. Ces ordres de grandeurs permettent de comparer les technologies de détection optiques aux alternatives-types de *biopuces*.

⁷ la limite de détection se définit comme le double du plancher de bruit, soit un facteur $2/(2^{16}-1)$ par rapport au plafond de saturation sur 16 bits.

1.2.2. Electrochimie avec ou sans marquage d'ADN

Dans les années 1970, la découverte de l'activité électrochimique des acides nucléiques a permis d'envisager une discrimination électrique *in-situ* – en solution – de brins d'ADN simples ou doubles [Pal02], éventuellement amplifiée par agents redox intercalés, enzymes ou autres catalyseurs (annexe I.C). Les limites de détection au nanomolaire, exprimées dans la littérature dans la gamme des $[10^8 - 10^{10}]$ biomolécules par volumes de réaction, se rapportent à des surfaces sensibles de 1 à 100 mm². En supposant un taux de capture surfacique idéal à 100% des cibles disponibles en solution (voir §1.2.4), la limite de détection électrochimique se ramène à quelques 10^{10} molécules/cm²

Les réactions d'oxydoréduction traditionnellement produites à la surface d'électrodes macroscopiques en carbone ou au mercure [Dru03, Ye03] tendent à être portées sur des électrodes en métal noble [Hof02, Dil04, Tak01, Has98], dans la perspective d'une intégration technologique. Une majorité de biopuces électriques se fie ainsi à l'or ou au platine (resp. Au, Pt) pour la réalisation des contacts électriques au dixième de millimètre [Dru03]. Ces métaux inertes évitent la dégradation chimique des électrodes durant l'ensemble des traitements – nettoyages compris – tout en pouvant bénéficier de la simplicité et/ou stabilité des procédés de fonctionnalisations par couches auto-assemblées (voir §1.1.1).

Cependant, la question de leur limite de bruit reste posée si l'on considère l'ordre de grandeur des courants à mesurer, correspondant à une résistivité électrique dans des gammes supérieures au mégohm-mètre⁸ [Dil04].

1.2.3. Colorimétrie sur marqueurs or\argent (Au\Ag)

En marge des technologies de détection par fluorescence ou électrochimie se trouvent les méthodes à micro/nano-particules de marquage. Les propriétés de rétrodiffusion lumineuse⁹ des colloïdes d'argent ou d'or¹⁰ autorisent une lecture optique par colorimétrie [Yge98], au même titre que

⁸ par comparaison, la résistivité d'un mauvais conducteur tel que le silicium intrinsèque est mille fois moindre

⁹ théorie de Rayleigh-Mie

¹⁰ typ. nanobilles Au₁₀₋₈₀ (Ø 10 à 80 nm)

les molécules fluorescentes et autres nanoparticules semiconductrices¹¹ [Wu03].

Le développement argentique de ces particules jusqu'au micron (voir fig-I.1.4\§1.1.3), également utilisé en colorimétrie (fig-I.1.6), produit aux échelles macroscopiques un niveau de gris proportionnel à la densité d'agrégats métalliques en surface.

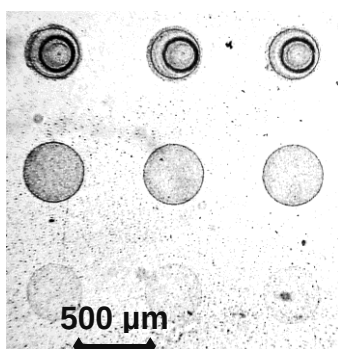


fig-I.1.6 [Pam06] Scan colorimétrique sur biomarqueurs d'argent.

Développement argentique de conjugués or/biotine/ADN sur verre, vu par scan à 2K-dpi en 16 bits.

Les scanners colorimétriques présentent des spécifications similaires à ceux utilisés en fluorescence, soit moins de 10μm/pixel en résolution et 16 bits d'acquisition (source Eppendorf/SilverQuant®, 4000dpi). On note toutefois que leur dynamique effective est plus faible, inférieure à 10 bits. Si le plafond mesurable de couverture des agrégats peut atteindre 92%, cela signifie alors une limite de détection à 0.2% environ. Pour une taille de grains autour du micron et un diamètre de spot d'un demi-millimètre, ces données correspondent à une gamme de $[10^2 - 10^6]$ marqueur-Ag/spot.

1.2.4. Bilan d'échelles et problématique de l'imagerie

Dans la littérature, il peut s'avérer difficile de comparer des méthodes de biodétection différentes. Leurs performances se trouvent généralement rapportées en termes absolus (typ. nombres de moles, de

¹¹ Qdots® (Quantum Dot Corporation) typ. Ø 2 à 10 nanomètres

molécules, ou masse) dissociés d'aspects géométriques pourtant essentiels, tels que volumes de réactifs et aire des sites sensibles. Les caractéristiques instrumentales recensées dans les paragraphes précédents permettent néanmoins une comparaison de différentes technologies de biodétection, fondée sur des données essentiellement géométriques. Les gammes détectables des trois principales approches présentées ci-avant se résument alors comme suit :

- par électrochimie, $\geq 10^{10}$ marqueurs-cibles/cm² ;
- en fluorescence, $[10^7 - 10^{10}]$ biomarqueurs/cm² ;
- sous colorimétrie-Ag, $[10^5 - 10^8]$ grains/cm².

L'évaluation des méthodes électrochimiques peut sembler partielle, car les données utilisées se rapportent à des concentrations en volume plutôt qu'à des densités de surface. Mais la littérature exploitant la fluorescence comme référence fait état du même ordre de grandeur de concentrations (au nanomolaire), ce qui justifie la comparaison de ces techniques en supposant *a priori* le même taux de capture des cibles par leurs sondes.

L'amplification argentique peut quant à elle sembler moins quantitative, car les agrégats métalliques couvrent une surface bien supérieure aux cibles moléculaires de base ou aux nanoparticules du marquage primaire. Néanmoins, la taille de ces dernières atteint communément quelques dizaines à centaines de nanomètres, de sorte qu'un grain d'argent peut couvrir jusqu'à plusieurs dizaines de molécules ou marqueurs primaires. Il est alors intéressant de remarquer que la gamme d'agrégats détectables par scanner correspond à quelques $[10^5 - 10^{10}]$ cibles-primaires/cm² – ce qui recouvre la gamme fluorescente tout en conservant un plancher de détection cent fois moindre¹².

En tout état de cause, la taille finale des objets à détecter (complexes moléculaires, marqueurs amplifiés *etc.*) et la nature de l'interaction mesurée (p-ex. lumineuse ou électrique) constituent les deux principaux critères guidant la conception d'un capteur, indépendamment des cibles biochimiques initiales ou marqueurs primaires éventuels. Au cours du processus de recherche et développement, la qualification de biopuces intégrées renvoie ainsi à la problématique de l'observation d'évènements

¹² le plancher de détection grain/cible ne change pas car il se trouve, au minimum, une cible primaire par grain d'argent

localisés et d'objets chimiques nanométriques, par le biais d'outils macroscopiques. Les propriétés locales d'un objet prennent une importance croissante à mesure que l'échelle d'observation se contracte (fig-I.1.7), de sorte qu'une focalisation microscopique suffisante au sein d'un halo homogène fait apparaître la dispersion des éléments discrets qui le composent. En termes de conception, il s'agit alors d'en estimer les dimensions et l'orientation préférentielle ou d'en modéliser la croissance [Che07, Mar99 ; Pel00].

En microscopie optique, le calibrage et le comptage d'objets s'effectuent plutôt manuellement à partir d'un prélèvement représentatif disposé en regard d'un motif de référence et dans un volume connu, autorisant les calculs de taille, densité et concentration d'individus. L'appréciation de ces caractéristiques sur un grand nombre d'échantillons similaires demande cependant une approche plus générique.

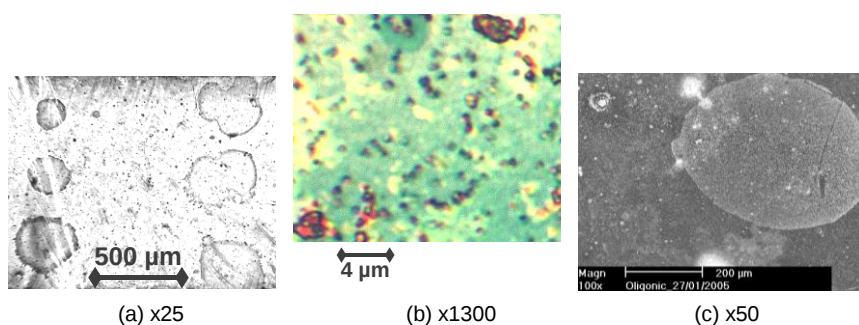


fig-I.1.7 – Images comparatives de micromarqueurs métalliques

Développement argentique de conjugués or/biotine/ADN sur $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al/SiO}_2\text{-Si}$: microscopie optique (a, b) et cliché SEM (c). Grossissements donnés à échelle réelle d'impression.

Des logiciels commerciaux¹³ permettent d'aborder la quantification systématique de populations plus larges (p-ex. niveau d'expression de récepteurs hormonaux [Leh97]), mais celle-ci dépend alors des fonctionnalités disponibles et ne renseigne pas sur les critères de qualité impactant la prise de vue et sa caractérisation. Leur utilisation manuelle ne s'adresse en outre qu'au dénombrement d'une poignée de spécimens et se montre inefficace sur de grandes variétés de formes ou d'états de surfaces, prépondérants aux échelles sub-microscopiques en balayage électronique (fig-I.1.7).

¹³ Optima, ImageX, The Gimp etc.

Au contraire, le traitement algorithmique d'image remplit des exigences d'objectivité, flexibilité et rapidité dès lors que le format d'image {dimensions, résolution, grossissement} se trouve suffisamment renseigné [Woo07, Bea04, Mon03]. Ces notions seront développées au paragraphe 2.2, après utilisation de la microscopie électronique pour qualifier le marquage Ag/Au d'ADN sur puce intégrée en technologie MOS.

1.3. Microdispositifs électriques pour la biodétection

1.3.1. Biomarquage Ag/Au d'ADN sur électrodes planaires

Les marqueurs métalliques peuvent bénéficier aux technologies électroniques en interférant avec les champs de mesure électromagnétiques (table-I.1.1 et fig-I.1.8). En raison de son caractère catalytique toutefois, la précipitation d'argent évoquée plus haut sur noyaux d'or (§1.1.3 & §1.2.3) est sensible à la rugosité et la topologie des surfaces autant qu'à la contamination d'autres particules.

Transducteur [μm]		Limite détectable [pM – ADN]	Mesure	Durée de développement [mn.]
[Par02]	Contacts Au/Ti distants de 20	0.5	Résistance : $\infty \rightarrow 100 \text{ k}\Omega$	35
[Li03]	Contacts Au/Ti largeur 5 ; dist. 0.5	1.0 (Au—Au\Ag)	Résistance : $\infty \rightarrow 2 \text{ k}\Omega$	45
[Mor04]	84 élect. $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Al}$ largeur 2 ; dist. 2	0.2	Capacité : $0.5 \rightarrow 5 \text{ pF}$	7

table-I.1.1 [Pam06] Exemples de capteurs électriques { Ag—Au/ADN }

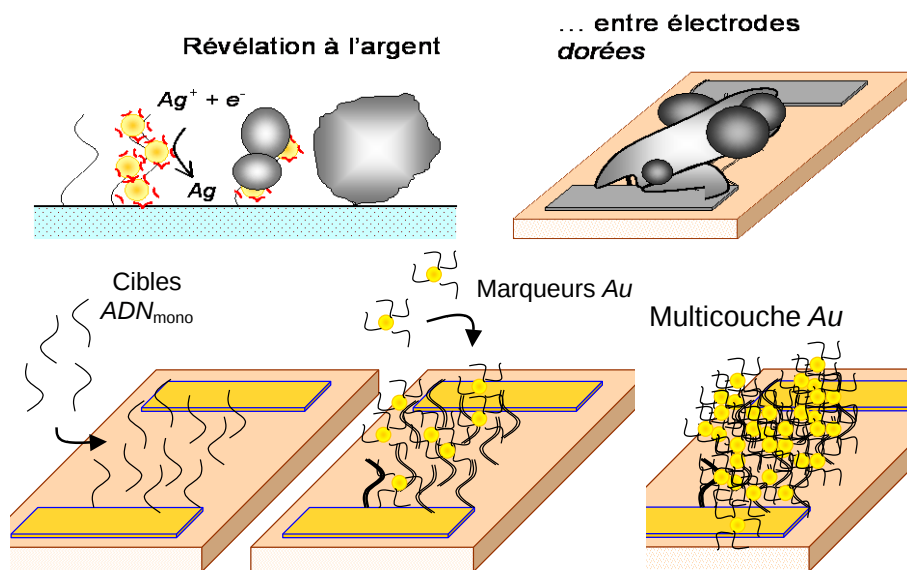


fig-I.1.8 [Pam06] Electrodes coplanaires sous marquages-Au\Ag

La littérature traitant de la révélation argentique sur électrodes dorées [Par02] soulève notamment la nécessité d'un large espacement entre ces structures ($\geq 20 \mu\text{m}$), pour éviter les erreurs de lecture dues à

l'agglomération de précipités métalliques à leur endroit. Pour développer un marquage suffisamment dense d'une électrode à l'autre, cet écartement impose alors de renouveler les bains toutes les deux à trois minutes – soit dix à quinze cycles – pour prévenir toute floculation spontanée.

Des alternatives complémentaires à la stratégie or\argent font d'abord appel à une superposition de nanoparticules d'or [Xue02, Li03] : les monobrins d'ADN capturés reçoivent une couverture alternée d'un conjugué à base de Thymine ou d'Adénine complémentaire, formant un multicouche (fig-I.1.8) Au\polyT – Au\polyA – Au\polyT *etc.* Mais bien que ce marquage Au—Au tempère les problèmes dus au développement argentique, les détecteurs basés sur la conductance doivent toujours utiliser des électrodes onéreuses en or ou platine pour un contact direct avec l'analyte.

Dans la perspective de puces jetables ou recyclables¹⁴, une alternative plus rentable existe, qui recourt aux métaux plus standards de la microélectronique recouverts d'un oxyde commun. Dans l'application de puce à ADN motivant ce Chapitre [Pam02, Lau03, Mor04], des structures étroites d'aluminium couvertes d'alumine agissent ainsi comme détecteurs capacitifs de marqueurs révélés à l'argent (§1.1.3) tout en évitant l'autométallisation associée aux électrodes nues. Même s'il reste sensible aux aspérités de surface, ce concept offre l'avantage de réduire le temps de révélation nécessaire à l'établissement de ponts de connexion métallisés entre électrodes proches, prévenant ainsi la condensation tardive d'argent en solution.

1.3.2. Micro-électrodes d'aluminium sous alumine (Al₂O₃/Al) :

L'utilisation d'aluminium pour la fabrication d'électrodes et d'alumine pour les protéger ouvre la voie aux applications portables en électronique MOS.

¹⁴ après renouvellement des surfaces réactives

1.3.2.1. Passivation biofonctionnelle et alumine MOS

Comme introduit plus haut en paragraphe 1.1.1, la préparation de surfaces propres à la biodétection requiert la présence de groupes hydroxyles –OH classiquement activés ou réintroduits dans des solutions alcalines telles que NaOH ou KOH, qui dissolvent les métaux ordinaires ainsi que leurs oxydes. Dans un cadre technologique MOS, les matériaux de protection exploitables doivent donc comporter une densité élevée de terminaux –OH dès la fabrication et/ou supporter leur réactivation ‘douce’ – sous plasma d’oxygène par exemple.

Les meilleures surfaces passives dans ce cas incluent la silice thermique produite sous atmosphère humide (typ. à 800–1000 °C), qui offre des capacités d’attaches similaires aux lames usuelles en verre borosilicate, suivie respectivement du Pyrox[®], PECVD^[15], SiO₂ sec et nitrure de silicium Si₃N₄ [Lob03]. Seuls le Pyrox[®], le PECVD et le nitrure peuvent néanmoins être déposés à température modérée sur l’aluminium (< 600°C) et n’assurent qu’une protection chimique médiocre en raison de leur porosité, hétérogénéité, ou propension à la rupture par contraction thermique sur des surfaces structurées (Si₃N₄ notamment). Afin de contrer la fragilité de l’aluminium pendant la fonctionnalisation sous trichlorosilane et son dégagement d’acide chlorhydrique en particulier (voir fig-I.1.2), l’alumine galvanique s’est finalement montrée efficace comme oxyde de passivation [Pam02, Lau03, Mor04].

Une anodisation permet d’épaissir la fine couche d’alumine native se produisant naturellement en surface de l’aluminium lors de son exposition à l’air (typ. quelques nanomètres). Dans le but d’obtenir un oxyde non poreux, on opère en électrolyte d’éthylène-glycol à 30 % de pentaborate d’ammonium [Pam02]. Sous courant anodique constant, la tension terminale fixe l’épaisseur obtenue à raison de 1.35 nm/V. A partir de motifs en aluminium épais de 200nm déposés sur 400nm d’oxyde de silicium¹⁶ typiquement, quelques 100nm l’alumine obtenue par anodisation à 1 mA/cm² sous 70V fournissent des capacités d’accroche similaires au verre [Lob03], avec une protection chimique convenable et une bonne transparence diélectrique [Pam02].

¹⁵ angl. “Pressure-Enhanced Chemical Vapor Deposition”

¹⁶ aluminium structuré par “lift-off” sur substrat Si standard (orientation <100>, dopage de 10¹⁵ B/cm³) après cuisson à 950°C en atmosphère humide

1.3.2.2. *Mesure capacitive {Ag–Au sur Al₂O₃–Al}*

La fig-I.1.9 illustre un tel capteur de près d'un demi millimètre de côtés, comportant deux électrodes à peignes interdigités de lignes coplanaires en aluminium, isolées par 100nm d'alumine pour la détection diélectrique de micromarqueurs d'argent [Pam02, Mor07].

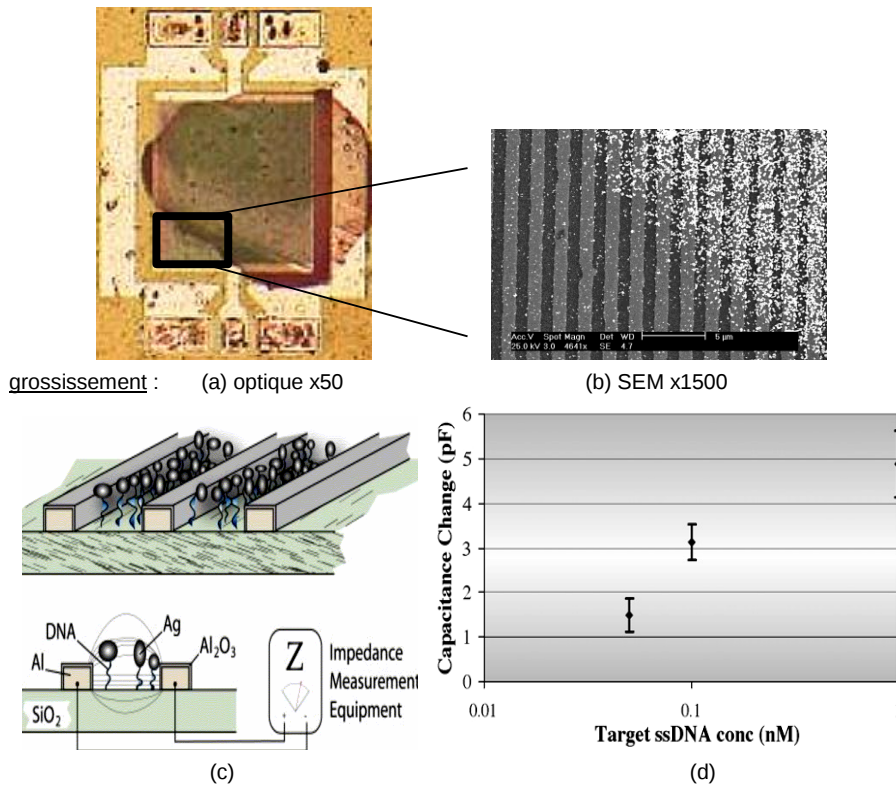


fig-I.1.9 [Mor07, Pam02] Microcapteur MOS à électrodes passivées : mesure d'ADN par marquage Ag–Au sur $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$

(a-) Capteur à électrodes interdigitées de $(350\mu\text{m})^2$ – plots de contacts en haut et en bas au centre). L'aire plus foncée indique un dépôt d'ADN $\propto 500\text{pb}$ marqué Ag–Au. (b-) Zoom par microscopie électronique sur l'arrangement des électrodes à lignes interdigitées et la granularité du dépôt d'argent (resp. coins inférieur-gauche et supérieur-droit). (c-) Schématisation en coupe d'une mesure du couplage électrique produit entre lignes adjacentes par les marqueurs métalliques. (d-) Variations typiques de la capacité diélectrique interélectrodes (base à 2 pF) mesurée en fonction de la concentration de cibles-ADN.

La dynamique capacitive résultante dans la gamme [1 – 10] pF et l'écart-type des mesures à $\pm 0.5\text{pF}$ correspondent à quelques 7 bits de codage. L'analyse théorique indique une gamme extensible à 9 bits^[17] approchant celle des scanners colorimétriques (§1.2.3), mais les performances de ces capteurs souffrent d'aléas expérimentaux.

¹⁷ soit [0.5 – 25] pF pour un capteur de $350 \times 350 \mu\text{m}^2$ [Pam02, Mor04]

Hormis la variation à $\pm 10\%$ de la couverture globale d'un capteur par le dépôt marqué et l'éventuelle hétérogénéité de ce dernier (fig-I.1.9-a et b), il s'agit donc d'évaluer de plus près les propriétés du biomarqueur telles que sa densité et sa granularité. En outre, les paramètres physiques de l'alumine anodique peuvent varier, tels que sa porosité, son épaisseur à $\pm 2\%$ et sa constante diélectrique $\epsilon_{Al_2O_3} \approx 8.3 \pm 15\%$ [Fou98, Hua01]. L'adoption du marquage argent/or sur alumine ouvre ainsi la voie vers une caractérisation approfondie de dispositifs électroniques MOS, dans la perspective ultérieure d'applications plus générales en biodétection (voir §2.1 et §2.3).

1.3.2.3. Des micromarqueurs aux cellules vivantes

Qu'elles fassent ou non appel à des marqueurs éventuellement amplifiés (§1.1.3 et §1.2), les biopuces partagent toutes deux contraintes physiques fondamentales liant un capteur à sa cible, indépendamment du procédé chimique à l'origine de celle-ci. Pour les dispositifs électroniques, il s'agit essentiellement des invariants électrique – électrostatique à électromagnétique – et géométrique. Le premier, qui motivera plus tard les travaux rapportés aux Chapitres II et III de cette thèse, impose que l'interaction mesurée reste de même nature lorsque l'échelle d'observation se réduit ou s'agrandit dans une gamme déterminée. Le second, se rapportant davantage au Chapitre II, suppose que les dimensions d'une structure de détection efficace et de ses cibles doivent être du même ordre de grandeur.

La nécessité ou non d'un marquage dépend donc directement de ces deux critères. L'intérêt des cristaux or/argent est de pouvoir balayer une large gamme de dimensions-cibles depuis quelques dizaines de nanomètres jusqu'à plusieurs microns, et ainsi d'envisager l'application des mêmes microcapteurs en détection d'ADN marqué ou de cellules vivantes non marquées.

A cet égard, la littérature fait état de recherches visant à capturer et/ou cultiver des populations de cellules vivantes ou d'agents pathogènes sur puces compatibles-MOS : cellules rénales embryonnaires ou kératinocytes [Pab07, Wol06, Wro05 ; Lin07], cellules cardiaques ou neurones [Hie09, Pra07, Spr98 ; Zha06, Mor06, Ing04, Fro03, Bor98], bactéries/bactériophages [Yao08, Muh03] *etc.* En terme de détectabilité, quelques jours de culture cellulaire dans un demi millilitre de sérum physiologique donne une couverture de l'ordre de 10^5 cellules/cm² – d'un diamètre de quelques dizaines de microns.

Il s'agit bien là d'un ordre de grandeur similaire à la gamme de densités de micrograins-Ag détectables par colorimétrie (§1.2.4).

2 Biopuces à cibles granulaires

L'aperçu précédent des méthodes de préparation chimique et techniques d'observation de cibles marquées appelle à présent une qualification plus particulière des dispositifs intégrés de biodétection à électrodes planaires, passivées sous alumine anodique (voir §1.3.2). Avant d'élargir leurs perspectives depuis les nanoparticules jusqu'aux cellules vivantes, les paragraphes qui suivent y qualifient les étapes de fonctionnalisation et révélation Ag-Au d'ADN liées aux propriétés ou états de surface.

2.1. Révélation Ag/Au sur alumine – qualifications :

L'utilisation d'aluminium pour fabriquer les électrodes et de son oxyde pour les protéger suggère un champ d'application en micro-électronique MOS, associé aux mesures sans contact ohmique (fig-I.1.9). On se focalise dans un premier temps sur la qualité des surfaces d'alumine pour leur fonctionnalisation par auto-assemblage de silanes et la détection sèche de marqueurs argent/or sur cibles d'ADN (voir fig-I.1.2 et fig-I.1.8).

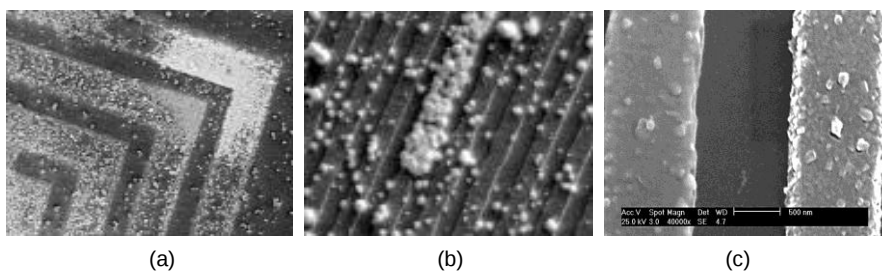


fig-I.2.1 – Procédé Ag-Au/ADN sur électrodes {Al + Si}_{2%} anodisées

Artéfact de couverture à l'angle d'une piste (a) ; précipitation spontanée sur ligne coupée non anodisée (b) ; rugosités des lignes anodisée (c-gauche) ou non (-droite). Dimensions de référence : lignes de largeur 10µm (a), de périodicité centre-à-centre 4µm (b) ou 2µm (c).

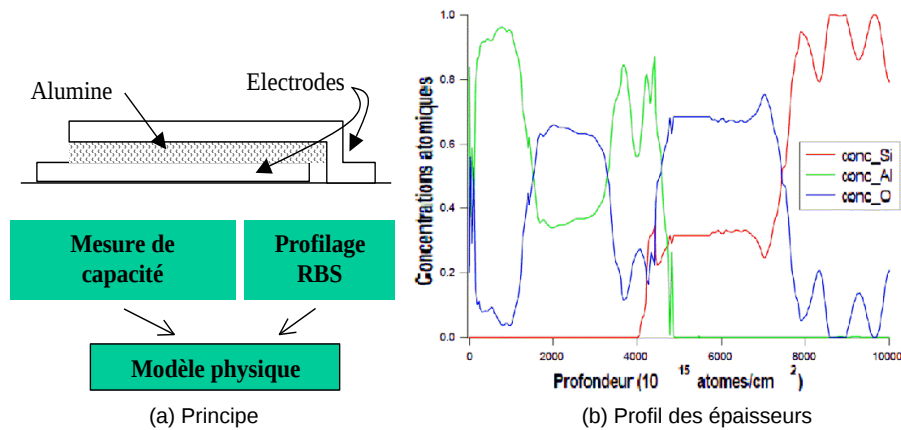
En présence d'électrodes structurées, des observations SEM montrent ainsi l'hétérogénéité de la couverture d'argent aux angles de certaines lignes d'électrodes anodisées ou non (resp. fig-I.2.1-a ou b), et questionne la

rugosité résiduelle de surfaces diversement oxydées (fig-I.2.1-c et fig-I.2.3). Le processus d'anodisation peut notamment conduire à une moindre épaisseur d'alumine sur les pistes métalliques en raison de sa plus grande vitesse de formation aux coins.

2.1.1. Al_2O_3 galvanique pour le développement Ag-Au/ADN

Afin tout d'abord de vérifier la nature de l'alumine de passivation, une série de larges plaques parallèles en aluminium finement anodisées (fig-I.2.2-a) a permis d'évaluer $\epsilon_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ à $9 \pm 5\%$, valeur élevée pouvant y trahir l'inclusion d'impuretés électrolytiques [Shi02]. Des analyses RBS^[18] ont cependant souligné l'existence d'une couche de transition de quelques dizaines de nanomètres aux interfaces Al- Al_2O_3 (fig-I.2.2-b), susceptibles de provoquer une surestimation de la permittivité. En la ramenant autour de 8.3, d'autres tests consécutifs sur de plus petites surfaces soulèvent la possibilité de défauts dans l'oxyde précédent [Mor07], mais l'emploi d'un alliage Al+Si à 2% au lieu d'aluminium pur pourrait également justifier ces différences.

¹⁸ angl. "Rutherford Back-Scattering" – analyse par faisceau d'ions

fig-1.2.2 – Cellule de caractérisation Al-Al₂O₃-Al

(a-) Sur support Si_p massif : SiO₂ 400 nm @ 1000°C humide, évaporation Al 500 nm, anodisation 300 nm, photolithographie, puis *lift-off* Al 400 nm ;
 (b-) analyse RBS des couches Al-Al₂O₃-Al/SiO₂-Si .

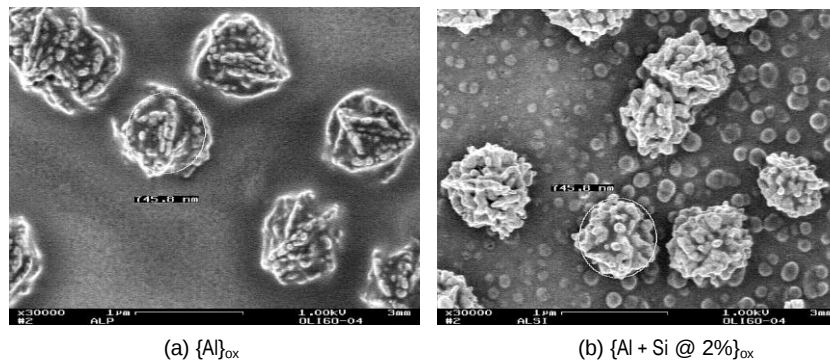


fig-1.2.3 – Différentes surfaces d'alumine galvanique & cristaux-Ag

Surfaces anodisées d'aluminium pur (a) ou en alliage au silicium (b), et cristaux-Ag-Au/ADN Ø 750 nm (voir aussi : protocole annexe II.B.i - / fig-1.2.29). Grossissement x14000 – à échelle réelle d'impression.

Un examen des surfaces incriminées en fig-1.2.3 révèle des noyaux de silicium de diamètres inférieurs à 75 nanomètres, du même ordre de grandeur que l'épaisseur d'alumine proprement dite et donc susceptibles de modifier ses propriétés ou de la fragiliser. La sensibilité de l'alumine à

l'humidité doit par ailleurs faire l'objet d'attentions particulières [And08] étant donnée la forte constante diélectrique de l'eau (typ. $\epsilon_{\text{H}_2\text{O}} = 80$).

2.1.2. Effet de la fonctionnalisation sur le développement

Afin de discriminer les influences de la surface solide et de la couche d'aldéhydes-silanes sur la couverture finale d'argent après hybridation et révélation, des tests à ADN ont été menés avec ou sans fonctionnalisation (annexe II.B.ii -).

Qualitativement, les observations suggèrent que l'ion Ag^+ de la solution d'amplification se lie par attraction électrostatique aux surfaces négatives où l'hydroquinone le réduit, comme sur alumine anodique brute (fig-I.2.4 – c-d) ou sur d'éventuelles fonctions aldéhydes vacantes. L'ajout d'albumine dans la solution permet de tempérer ce phénomène, par l'écrantage électrostatique que procurent les charges qu'elle véhicule.

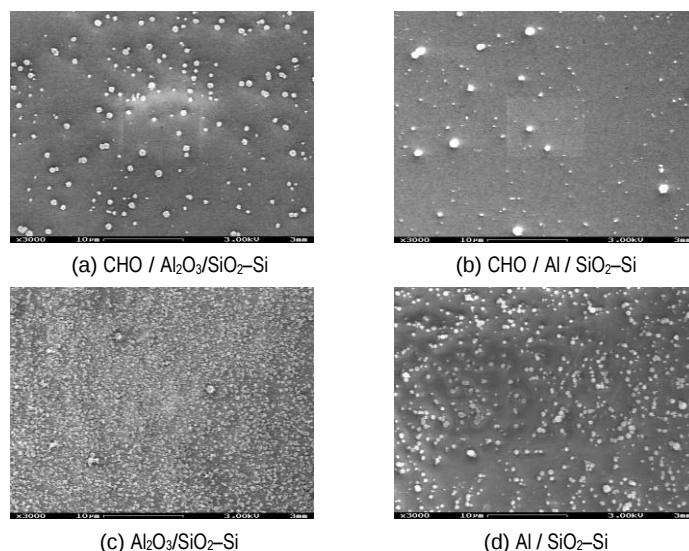


fig-I.2.4 – Surfaces fonctionnalisées-aldéhydes ou non

(a & b-) Fonctionnalisation par trichlorosilanes [voir fig-I.1.2]. (a-d-) Dispense à 50nM d'ADN bicaténaire $\propto$ 500pb multibiotinylé + conjugué Au_{20} + amplification-Ag [annexe II.B.i - / fig-I.2.29]. Grossissement $\times 1000$ à échelle réelle d'impression.

Si une appréciation empirique peut suffire dans ce cas à une sélection de produits chimiques ou tampons réactifs par essai-erreur, cette approche manque cependant de précision pour évaluer quantitativement l'état d'une surface sensible – et de ses cibles – en conditions expérimentales courantes. La caractérisation de procédés chimiques sur micropuces peut à cet égard tirer un meilleur profit de l'imagerie électronique. Après une remise en perspective des développements ou alternatives possibles à la détection amplifiée d'ADN sur alumine, une approche complémentaire d'analyse par traitement algorithmique d'images prises au microscope sera donc introduite (§2.2).

2.1.3. Marquage Au/ADN sans développement

Comme il a été vu jusqu'ici, le développement argentique exerce une contrainte particulière sur la qualité combinée de la surface du support et de la fonctionnalisation, ainsi que sur le protocole de révélation dans son dosage et sa fréquence de renouvellement. L'exclusion de cette étape requiert cependant de fonder la mesure sur les seuls marqueurs dorés. Au regard à la fois des dimensions de dispositifs et des épaisseurs de couches rencontrées en microélectronique, les marqueurs de 20 nanomètres de diamètres pourraient avantageusement céder la place à ceux de 250 nanomètres – taille maximale de conjugué commercialisée à ce jour.

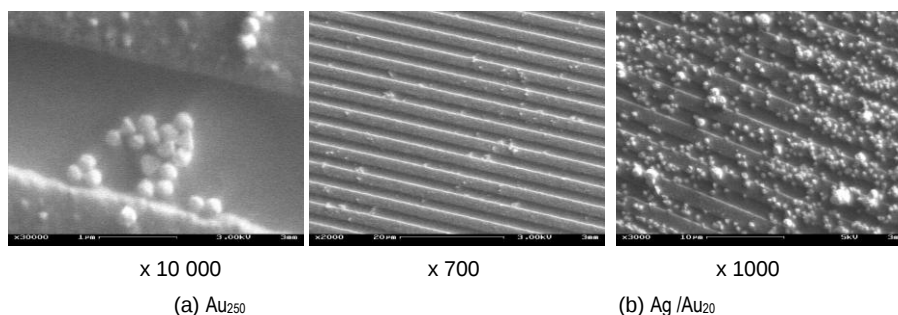


fig-I.2.5 – Clichés SEM des marquages Au₂₅₀/ADN ou Ag/Au₂₀/ADN

Doubles brins d'ADN à 50 nM, multibiotinylés, sur motifs de 2 + 2 μm :

(a-) conjugué GAB250 (anticorps anti-biotine sur Or, Ø 250 nm)

(b-) conjugué GAB20 suivi d'amplification *Silver Blue* (sol. A + B, voir fig-I.2.29).

Grossissements donnés à échelle réelle d'impression.

Comme en témoignent l'accroche obtenue sur ADN bicaténaire multibiotinylé dispensé à 50 nanomolaires (fig-I.2.5), pour des conditions expérimentales par ailleurs égales au procédé Ag/Au₂₀ (voir annexe II.B.i - / fig-I.2.29), les quelques centièmes de pourcentage couverts ne dépassent pas le bruit de fond usuel du procédé argentique en raison de la faible surface d'accroche du couple marqué {anticorps anti-biotine ; ADN biotinylé} par rapport à la masse de la particule d'or.

Un procédé biochimique simplifié a donc été envisagé dans la perspective future d'une caractérisation plus aisée des puces, basé sur l'adsorption d'or colloïdal entre 60 et 250 nanomètres de diamètre sur une

ou plusieurs couches de poly-électrolytes [Non07]. L'éviction de l'ADN permet une réalisation en une demi-journée, contre trois jours sinon.

2.1.4. Prospective – adsorption de colloïdes-Au seuls

L'adsorption de colloïdes fins (10–20 nm) sur surfaces silanisées publiée dans la littérature [End06] a inspiré un portage de la même expérience sur les poly-électrolytes PAH-PSS/PAA^[19] en nombre variable de couches, pour la capture de particules dix fois plus grosses [Non07] – de 250 nanomètres. Au départ, un substrat en silicium standard²⁰ est oxydé sur 400 nanomètres à 950°C en atmosphère humide avant de recevoir par évaporation "*e-gun*" une épaisseur de 50 nanomètres d'aluminium pur, enfin complètement anodisé à 1 mA/cm² (§ 1.3.2.1 et 1.3.2.2).

Le protocole expérimental sur ce support passivé s'exécute alors comme suit :

- nettoyage 10 mn, rinçage à l'acétone, séchage libre ;
- 1^{ère} couche PAA, rinçage H₂O ;
- alternance PAH-rinçage-PSS-rinçage, terminée en PAH ;
- séchage éventuel ;
- adsorption horaire du colloïde ($\varnothing$ 250 nm ; $3,6.10^8$ particules/mL)
- rinçage(s).

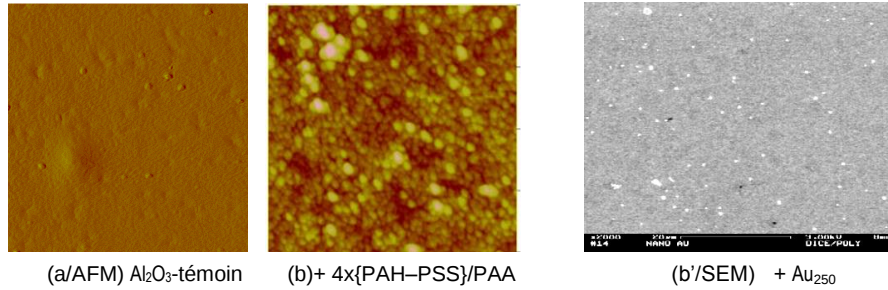
Pour la première série de tests, les puces ont été séchées au sèche-cheveux après fonctionnalisation, et l'adsorption colloïdale effectuée trois heures à température ambiante puis suivie de trois rinçages en tubes plastiques (Eppendorf®) avant séchage à l'air libre.

L'imagerie AFM^[21] confirme en fig-I.2.6 (a-b) la présence de poly-électrolytes dans une gamme d'épaisseur à [1 – 10] nanomètres, en surface d'une alumine à moindre rugosité.

¹⁹ Poly(Allylamine Hydrochloride) – Poly(Styrene Sulfonate) / Poly(Acrylic Acid)

²⁰ Si <100> dopé à 10^{15} B/cm²

²¹ angl. "Atomic-Force Microscopy" – microscopie à force atomique

fig-I.2.6 – Absorption d'or colloïdal à polyélectrolytes sur Al_2O_3 / SiO_2 -Si

(a-b) Clichés $1 \times 1 \mu\text{m}^2$ à dynamique $Z_{\text{max}} \cong 17 \text{ nm}$. (b-) Quadruple bicouches {PAH/PSS} sur $\text{PAA}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ -Si, de rugosité moyenne $Z_{\text{RMS}} = 1.4 \text{ nm}$ et (b'-) imagerie SEM en présence d'or $\varnothing 250 \text{ nm}$, sous grossissement $\times 700$ à échelle réelle d'impression.

Que ce soit sur 2, 4 ou 8 bicouches néanmoins, la faiblesse de la couverture sur les puces photographiées au SEM (fig-I.2.6-b') corrobore la forte décantation visible au fond des tubes après adsorption. Trois heures d'adsorption supplémentaires avec re-suspension toutes les heures suivie d'une nuit sans agitation n'ont que localement renforcé la couverture, révélant des marques du séchage des poly-électrolytes sous forme de traces circulaires.

Pour la seconde batterie de tests (fig-I.2.7), des puces furent lavées à l'acide nitrique fumant HNO_3 au lieu de l'acétone pour garantir l'activité des liens hydroxyles en surface, puis rincées à l'eau dé-ionisée avant d'être fonctionnalisées par quadruple bicouche – sauf témoin {C}.

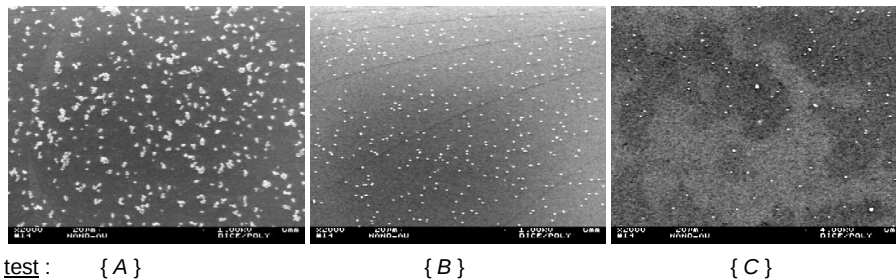


fig-I.2.7 – Variantes d'adsorption Au_{250} sur poly-électrolytes
Quadruple bicouche PAH-PSS sur fragments $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ -Si.
Grossissement $\times 700$ à échelle réelle d'impression.

Test	Rinçage final	Observations	Couverture
{ A }	3x	Décantation moindre	Forte avec floculation
{ B }	-	<i>id.</i>	Forte & homogène, (+ sels)
{ C } <u>sans fct°.</u>	2x Séchage N ₂ (pistolet)	-	Faible, hétérogène
Adsorption 3 h sans agitation			

table-I.2.1 – Qualité de couvertures Au₂₅₀ / PAH–PSS.

Ces tests montrent que le rinçage final n'est pas le facteur principal déterminant la couverture de colloïde adsorbé – même plus forte avec rinçages que sans (table-I.2.1). En revanche, ils confirment que le séchage des polyélectrolytes exerce une influence décisive sur le résultat final [Kös05, Sav05] en tassant les multicouches formées – ou en les agglomérant localement sur les contours de gouttes résiduelles en fin d'évaporation.

Ils montrent en tout état de cause la faisabilité de l'adsorption sur polyélectrolytes de colloïdes d'or de plusieurs centaines de nanomètres en surface de l'alumine anodique MOS, suivant un protocole plus simple et plus rapide que l'hybridation et le marquage amplifié d'ADN. Ces résultats ouvrent la voie vers la possible caractérisation de détecteurs de particules à densité et/ou homogénéité variable(s), pourvu qu'une quantification des dépôts par imagerie soit rendue possible.

Une réalisation effective et reproductible sur monocouche PAH–PSS/PAA non séchée, présentée plus loin, exploitera à cet égard une quantification au SEM de la couverture en nanoparticules (§2.2.3.3).

2.2. Microscopie électronique quantitative :

Les traitements numériques d'images permettent le conditionnement et la segmentation automatiques des clichés. Une chaîne typique de prétraitements indépendants s'applique à corriger une illumination non uniforme, supprimer le bruit ou améliorer les contrastes, et nécessite généralement des connaissances additionnelles sur l'environnement telles

que le grossissement ou la résolution. En se restreignant aux niveaux de gris, on implémente les étapes suivantes à l'aide de fonctions standards :

- i- Prétraitement :
 - ↳ redimensionnement (décimation passe-bas)
 - ↳ effacement de lignes, le cas échéant
 - ↳ (option : homomorphisme)
 - ↳ filtrages réjecteur de bande (passe-haut) & passe-bas
- ii- Evaluation du marquage :
 - ↳ binarisation par seuillage d'histogramme global
 - ↳ lissage morphologique
 - ↳ intégration d'aire des objets clairs (marqueurs)
 - ↳ calibrage des marqueurs (diamètres équivalents)

La première étape consiste en un recadrage-carré des matrices de pixels selon une taille exprimable en puissance de 2 – qui conditionne l'efficacité de la transformée de Fourier rapide. A cette occasion, le sous-échantillonnage des clichés en fonction du diamètre minimal de bille considéré permet d'atténuer le bruit de fond et d'accélérer les traitements ultérieurs. En fin de prétraitement par ailleurs, un filtrage passe-haut (plus exactement réjecteur de bande, conservant la luminosité moyenne) obscurcit les amas trop volumineux. Toutefois, ces deux opérations nécessitent en premier lieu l'évaluation des tailles de grains minimale $^{\min}D_O$ et maximale $^{\max}D_O$ que l'on souhaite observer.

2.2.1. Imagerie de marqueurs – résolution et grossissement

La première question que l'on se pose avant observation d'agrégats en microscopie se rapporte au grossissement nécessaire pour d'une part visualiser les plus fines particules et d'autre part balayer un échantillon suffisamment représentatif de la surface. Contradictoires, ces deux contraintes appellent un zoom respectivement maximal et minimal. Le compromis qu'il faut trouver fait appel aux propriétés numériques de l'image en termes de nombre de pixels et de résolution, ainsi qu'aux propriétés des objets à observer – des particules en l'occurrence. L'analyse de cet ensemble d'étude, portée en annexe II.A.i -, recommande l'utilisation d'une résolution supérieure ou égale à 1.6 pixel/diamètre de grain (voir éq-I.2 \ annexe II.A.i -).

Cette condition d'imagerie permet alors d'estimer l'aire maximale qu'il est possible de couvrir en microscopie numérique. Si l'on considère une image VGA²² de 640x480 pixels typiquement, et une cible de détection à 0.5 micron de diamètre par exemple, la surface maximale d'observation s'évalue comme :

$$\frac{640 \times 480}{1.6 \times 1.6} \cdot 0.5 = 200 \times 150 \quad \text{microns-carrés.}$$

A résolution de 42 pixels/centimètre par ailleurs (c-à-d. 107dpi, typ. SEM), le grossissement minimal nécessaire à une observation au demi-micron s'évalue par une règle de trois autour de :

$$\frac{1.6}{42} \frac{10^{-2}}{0.5 \cdot 10^{-6}} > 760.$$

La surface couverte et la taille minimale de grains observables sur une image VGA sont données en table-I. 2.2 selon le grossissement adopté. Si des nanoparticules d'or requièrent un grossissement de dix à trente mille, la plupart des évaluations après développement argentique peuvent ainsi se contenter d'un facteur mille à trois-mille (voir §2.1).

Grossissement	1000	3000	10 000	30 000
Surface [μm^2]	150 x 115	50 x 40	15 x 10	5 x 4
(D_0)_{min} [nm]	380	125	40	15

table-I. 2.2 – Surface et bille observables selon le grossissement

Données relatives à une résolution SEM de 107 dpi et une taille d'image de 640x480 pixels, typiquement (diamètres D_0 arrondis à ± 2.5 nanomètres près).

Ces limites approximatives ne tiennent pas compte de la sensibilité, de la dynamique ni du facteur de bruit propre au capteur – influence de l'optique et nombre de bits du codage notamment – mais délimitent déjà un environnement de travail pour les algorithmes de traitement d'image qui pourront lui être successivement appliqués.

²² angl. "Video Graphics Array"

2.2.2. Principes d'imagerie numérique :

2.2.2.1. Binarisation

La couverture d'argent dans l'image correspond à la proportion de pixels brillants associés aux billes, pour laquelle on détermine un niveau de gris médian. A partir de l'histogramme global supposé bimodal, la méthode d'Otsu-Fisher évalue un seuil optimal de discrimination entre classes 'claire' et 'sombre' (fond), par minimisation de leurs variances internes [Ots79]. Notons que des méthodes plus rapides existent, telles qu'une approche équivalente itérative [Don04] ou un algorithme différent de segmentation par maximisation locale de l'entropie [Fen05].

Au niveau global, un échelonnement logarithmique de l'histogramme H_p permet déjà d'appréhender les images souffrant d'artefacts de contraste. En fig-I.2.8 par exemple, des effets de bords provoquent une surexposition lumineuse de zones localisées sur quelques microns – de même taille que les biomarqueurs. Dans ce cas, l'histogramme linéaire global présente une troisième classe de 'fond clair' (fig-I.2.8-a), de sorte qu'un seuillage simple se révèle impropre à la binarisation (-b). Un passage de l'histogramme en logarithmique contourne ce problème en compressant la (les) classe(s) dominante(s) du fond (fig-I.2.8-a' & b'), et se montre robuste aux possibles variations du prétraitement (voir annexe II.A.iv -).

En guise d'optimisation, un algorithme automatique de seuillage\binarisation choisira typiquement le maximum I_{th} des seuils évalués sur l'histogramme H_p en linéaire ou logarithmique, à savoir :

$$I_{th} = \max(\text{Otsu}(H_p) ; \text{Otsu}(\log(H_p + 1))).$$

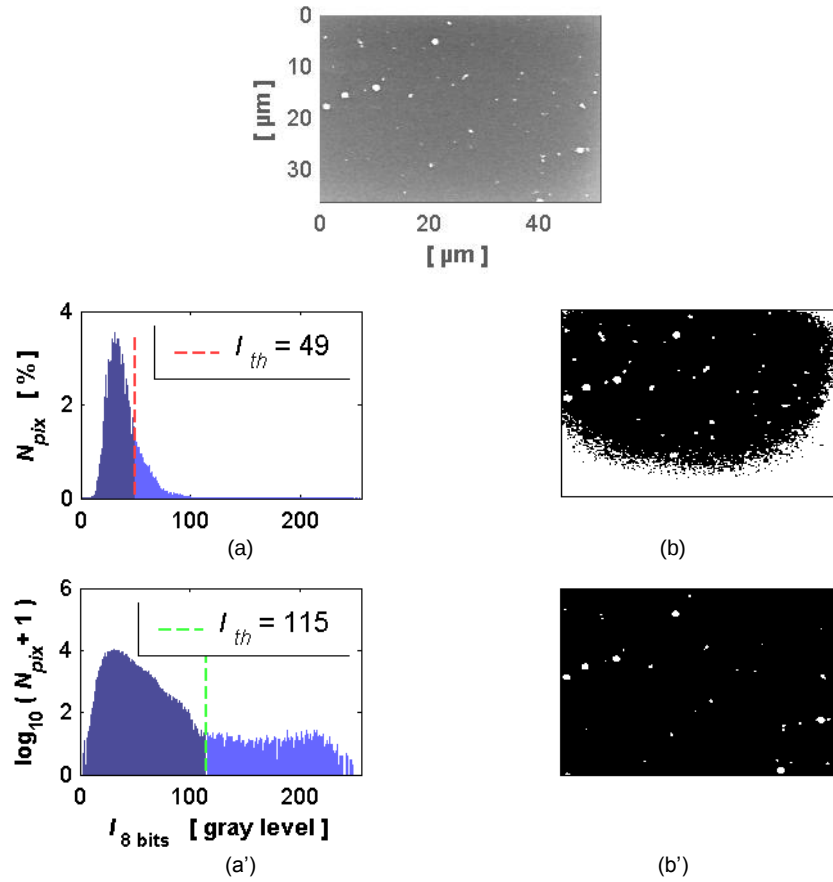


fig-I.2.8 – Seuillage\Binarisation sur image brute (préfiltrage faible)

Passage en noir-&-blanc d'un cliché à fond hétérogène (en haut), après seuillage de l'histogramme global H_p en échelle linéaire (a-b) ou logarithmique (a'-b'). Le seuil linéaire échoue entre les classes de fond sombre [0–49] et surexposé [49–115].

Après seuillage binaire d'une image pix_2 , les marqueurs moins significatifs ne comprenant qu'un ou deux pixel(s) blanc(s) peuvent être supprimés (et les autres légèrement dilatés) par une opération logique, telle que :

$$pix_2(c, r) \leftarrow \left(\sum_{\substack{i=c\pm1 \\ j=r\pm1}} pix_2(i, j) \geq 3 \right) \text{ en colonne } c \text{ et ligne } r.$$

La binarisation ouvre par extension la voie vers une réduction morphologique du bruit – l'élagage des objets de tailles invalides – consistant à numéroté puis sélectionner les zones connexes selon leurs surfaces et longueurs d'axe minimales (fig-I.2.9). L'exclusion de ces objets dans les calculs de couverture subséquents modère les conséquences délétères de l'opération – en particulier sa propension à éliminer les billes valides connectées en un seul point. Cette étape s'avère par ailleurs utile pour dresser dans le même temps un profil en tailles des biomarqueurs.

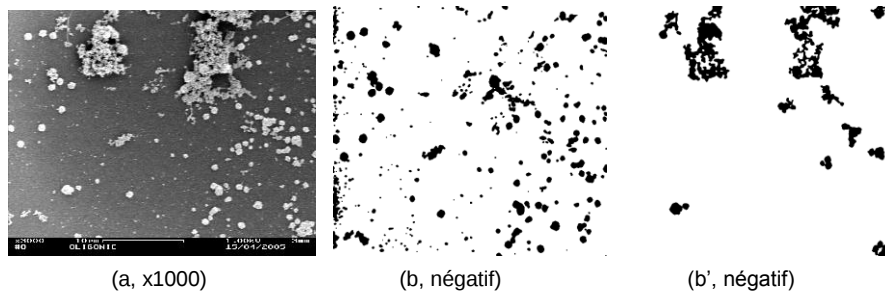


fig-I.2.9 – Sélection d'objets après binarisation

(a-) Pollution squameuse de biomarqueurs Ag-Au sur $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2\text{-Si}$: on soustrait de l'image binaire (b) les défauts d'aire excessive ou d'axe minimal trop étroit (b'). Grossissement donné à échelle réelle d'impression (a).

En plus de la couverture moyenne des particules, égale au nombre de pixels blanc sur la surface totale non altérée, la caractérisation biochimique s'intéresse à la répartition en taille des billes – ou de leurs amas. Comme l'étape de sélection précédente fournit l'aire ou le diamètre équivalent des objets, il ne reste qu'à en dresser la fonction de répartition. En gardant à l'esprit que ces mesures sont strictement positives et continues, une approche efficace consiste à paramétrer un histogramme linéaire classique²³ des diamètres, tel qu'illustré en fig-I.2.10.

²³ intervalle défini par $\delta D_O = 2.15 \sigma \cdot N_{ptcl}^{-1/5}$, où σ estime la déviation standard d'un échantillon comportant N_{ptcl} données – ici les diamètres particuliers

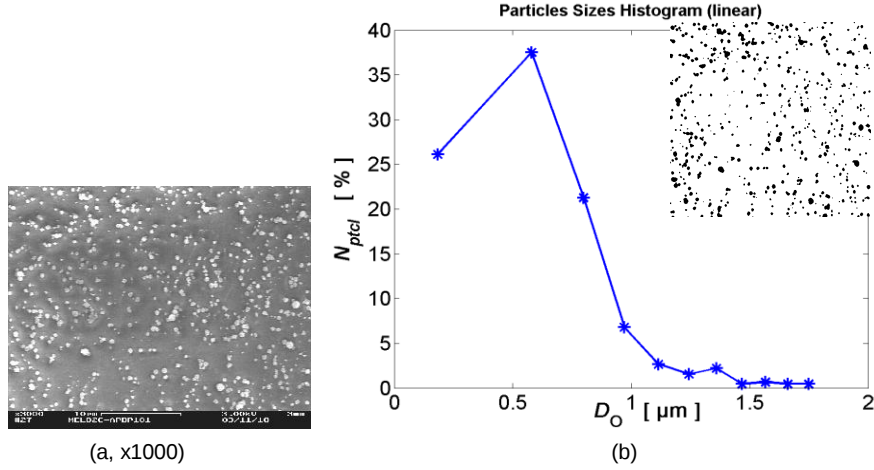


fig-1.2.10 – Profil en tailles de particules

Cristaux Ag–Au sur Al_2O_3/SiO_2-Si : cliché SEM original (a) binarisé (b – encart), et histogramme linéaire des diamètres (b) dans la gamme $\{ 0.15 \leq D_O [\mu m] \leq 1.4 \}$, par pas $\delta D_O \cong 0.6 \mu m$. Couverture moyenne évaluée à 7.6 % de marqueurs. Grossissement donné à échelle réelle d'impression (a).

2.2.2.2. Préfiltrage et homomorphisme

A large échelle, l'illumination anisotrope ou désalignée de particules sur fond homogène ou structuré provoque cependant des artefacts de contraste à basses fréquences. Une fonction de transfert coupe-bande de type Butterworth ou Gauss permet d'éliminer ces composantes d'éclairement tout en préservant la luminosité moyenne de l'image.

Dans l'espace de Fourier, la dispersion des billes donne lieu à un échantillonnage spectral aléatoire tandis que leurs diamètres D_O déterminent une gamme de fréquences utiles telles que (annexe II.A.i -/éq-I.2) :

$${}^{Lo}f_c = \frac{0.2}{\max D_O} \quad \text{et} \quad {}^{Hi}f_c = \frac{0.8}{\min D_O}. \quad \text{éq-I.1}$$

La borne supérieure ${}^{Hi}f_c$ – correspondant aux plus fines particules – est conditionnée par le (ré-)échantillonnage initial de l'image, évalué à 1.6 pixel par diamètre de grain au minimum (voir §2.2.1). On s'intéresse maintenant à une troisième borne de fréquence, $f_1 < {}^{Lo}f_c$, qui détermine la frontière de luminosité moyenne à conserver. La fonction de transfert coupe-bande d'un

filtre Butterworth pour la gamme rejetée $]f_1; {}^{Lo}f_c]$ s'écrit alors (annexe II.A.ii -) :

$$|H_{But-n}| = \frac{1}{1 + s_{notch}^n}, \quad \text{de variable normalisée } s_{notch} = \frac{({}^{Lo}f_c - f_1)/f}{1 + {}^{Lo}f_c f_1/f^2}$$

avec $f_1 = \frac{1}{4} f_s / \sqrt{N_{pix}}$

pour toute fréquence f ,

où N_{pix} et f_s désignent le nombre de pixels dans l'image et sa fréquence d'échantillonnage, respectivement.

En supplément de ce filtrage spectral rendant un contraste homogénéisé, un masque moyenneur sur l'image (typ. gaussien de largeur D_0 avec σ unitaire) peut en outre adoucir la surface cristallisée des biomarqueurs. D'autres algorithmes plus avancés tels que l'exploration régionale de texture alimentent la littérature sur ce thème [p-ex. Eri06], mais on privilégiera dans un premier temps l'approche globale pour sa simplicité. Une autre décomposition passe-bas/passe-haut pour l'effacement d'électrodes à lignes régulières sera par ailleurs présentée plus loin (§2.2.2.3).

Les filtres appliqués dans le domaine spectral affectent insensiblement les marqueurs dispersés comme les artéfacts de fond. Une transformation homomorphe, consistant typiquement à prendre le logarithme de l'intensité d'un pixel produit de sa réflectivité locale par l'illumination globale, permet en principe de mieux discriminer ces deux composantes dans le spectre fréquentiel de l'image (voir annexe II.A.iii -). Après filtrage, la prise d'une exponentielle restitue alors l'image originale. En théorie, cette méthode améliore la séparation entre les variations lentes de luminosité incidente et la réflectivité plus large bande [Baz06 ; Gon92].

Les résultats pratiques illustrés en fig-I.2.11 permettent de comparer l'influence du prétraitement sur image brute (filtrage 'linéaire') ou après homomorphisme. Cette dernière option privilégie en général les contours des objets – à petite échelle notamment – au prix d'une sensibilité vis-à-vis de défauts mal filtrés tels que les dépôts polluants ou les rayures. L'homomorphisme constitue néanmoins un compromis dans la plupart des cas, en conservant à la fois davantage de particules disparates ou d'agglomérés – sinon totalement effacées par le filtrage – pouvant encore être discriminées par sélection morphologique ultérieure (§2.2.2.1/fig-I.2.9).

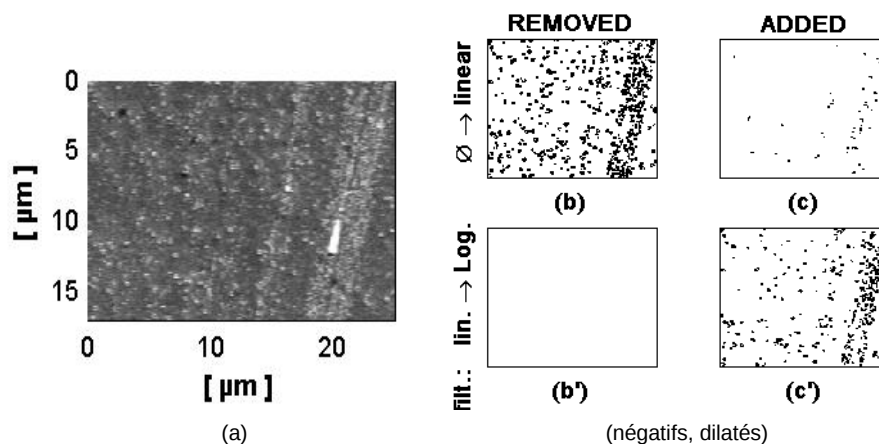


fig-1.2.11 – Filtrages & binarisation avec/sans homomorphisme

(a-) Cristaux ($0.7 \mu\text{m}$) sur $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2\text{-Si}$ défectueux : le filtrage linéaire efface l'essentiel des rayures mais aussi une partie de marqueurs (b), tandis qu'un filtrage homomorphe conserve partiellement la granularité – y compris des rayures (c').

Au cours des opérations précédentes, la présence d'un fond structuré tel qu'un réseau d'électrodes introduit deux biais conséquents. D'une part, l'incidence non perpendiculaire de l'illumination par rapport à l'échantillon produit un reflet variable aux angles des motifs ; d'autre part, la fixation de biomarqueurs sur les flancs d'électrodes surfaciques augmente localement leur densité apparente. Les dimensions de lignes planaires peuvent par ailleurs atteindre le même ordre de grandeur que celles des billes.

A défaut d'une bande de fréquences propre, il s'agit donc plutôt de déterminer l'orientation d'électrodes à peignes coplanaires avant d'en effacer les motifs, soit globalement dans le domaine fréquentiel soit régionalement sur l'image.

2.2.2.3. Gestion d'électrodes planes interdigitées

On examine ainsi l'effacement de lignes parallèles par pondération spectrale ou application d'un masque de convolution géométrique, cette dernière alternative offrant une meilleure gestion d'artéfacts locaux telles que discontinuités de lignes ou aberrations de contraste.

□ Approche fréquentielle

Dans le plan de Fourier, un réseau de bandes parallèles ajoute une série de composantes décroissantes en $1/\omega$ à $1/\omega^2$ pour un profil d'épaisseur respectivement abrupte ou triangulaire, superposées aux composantes quasi-isotropes des biomarqueurs et dirigées suivant un axe perpendiculaire à la direction des lignes (fig-I.2.12-a & b). En outre, un désalignement de l'illumination par rapport à la verticale altère la densité spectrale de puissance le long de ses axes principaux.

La partie haute du spectre – hors composante continue – calculé à l'étape de préfiltrage convient particulièrement à l'intégration des amplitudes fréquentielles par secteur angulaire (fig-I.2.12-c). Un demi-plan de calcul suffit par symétrie, ainsi qu'une résolution polaire assez grossière telle que :

$$\delta\theta = \arctan\left[1/(\max D_o f_s \sqrt{2})\right].$$

Celle-ci correspond aux coins d'un masque géométrique de référence (employé plus tard sur l'image) de côtés égaux au double du diamètre maximal de bille.

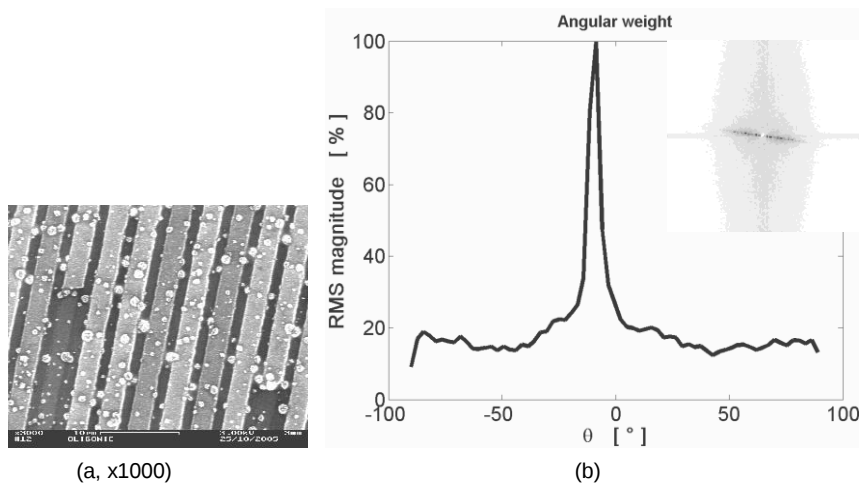


fig-I.2.12 – Détection de l'orientation d'électrodes parallèles

Cristaux Ag-Au sur lignes $\{2+2 \mu\text{m}\}$ passivées, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al/SiO}_2\text{-Si}$: cliché SEM (a) et poids angulaires correspondant à l'intensité spectrale moyenne vues dans le domaine de Fourier selon différentes directions (b). En encart (b) : spectre fréquentiel (image inversée, pondération par la pulsation ω , |FFT|). (a-) Grossissement donné à échelle réelle d'impression.

L'identification des raies dominantes détermine ainsi l'orientation principale des électrodes, et peut aussi servir de fonction de pondération polaire pour un filtrage plus général de l'image (voir annexe II.A.v -). Mais bien que le résultat global puisse en être acceptable dans ce cas, travailler dans le plan de Fourier discret impose une série de contraintes calculatoires et algorithmiques qui le rendent peu pratique.

□ Plan géométrique

Pour un angle d'électrodes θ_{el} donné, un filtrage ordinal de l'image suivant la direction correspondante consiste à affecter sur chaque pixel l'un des niveaux de gris les plus bas de son voisinage, défini par un masque carré de côté égal au double du diamètre maximal de bille considéré. Ce procédé s'exécute en deux passages, le premier sélectionnant les pixels plus sombre (fig-I.2.13-a) et le second n'en retenant que les plus clairs (-b). L'image lissée obtenue respecte les variations de contraste à plus large échelle le long des lignes, dont la soustraction à l'image d'origine fournit une estimation fidèle des biomarqueurs.

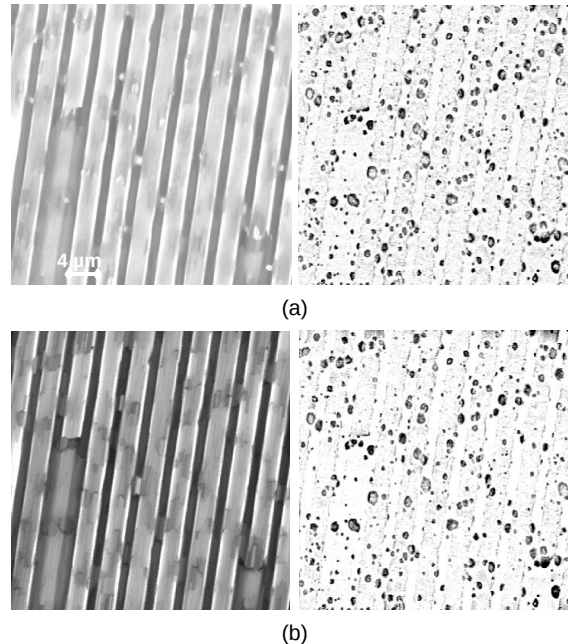


fig-I.2.13 – Electrodes et biomarqueurs estimés par filtrage ordinal

Sélection simple des pixels les plus sombres (approx. érosion – a), suivi d'un 2^{ème} passage sur les plus clairs (approx. érosion+dilatation – b).

La puissance de cette approche réside dans son aspect local permettant d'appréhender certains accidents de surface. Ceci la distingue essentiellement des méthodes fréquentielles qui traitent des caractéristiques globales d'une image.

2.2.3. Applications quantitatives sur alumine galvanique :

Les méthodes de traitement d'image et comptage d'objets présentées ci-avant permettent une caractérisation plus chiffrée des procédés chimiques abordés au paragraphe 2.1.

2.2.3.1. Développement Ag/Au sur ADN

Dans le cadre d'un développement argentique de nanomarqueurs d'or sur ADN (§1.3.2 & 2.1), une série de tests a été menée en contrôlant la taille des cristaux afin de jauger quand la floculation du nitrate d'argent commence à produire un excès de bruit chimique ().

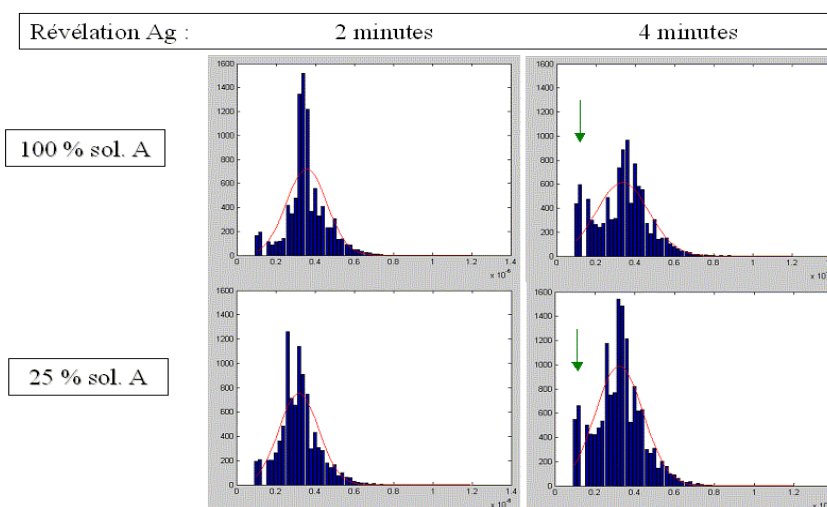


fig-I.2.14 – Cinétique de révélation-Ag.

Echelle des abscisses : diamètres $D_0 \in [0 - 1.4] \mu\text{m}$;
des ordonnées : comptage des grains-Ag $\in [0 - 1600]$.

Les profils en taille des agrégats métalliques, tracés en fig-I.2.14, indique que la dilution de la solution de développement argentique n'apporte pas de différence significative. Les résultats après deux ou quatre minutes de développement figurent par contre qu'une courte durée favorise l'unicité des tailles autour de 0.3 micron, alors qu'à moyen terme une seconde classe de biomarqueurs émerge autour de 0.1 micron.

Cette observation complète l'analyse qualitative du bruit chimique avancée au paragraphe 2.1 et justifie la limitation du temps de révélation autour de cinq minutes. En retour, cette contrainte impose une taille de grains de l'ordre du demi-micron (voir aussi fig-I.2.10\§2.2.2.1) et des dispositifs de détection adaptées à cette échelle – qui feront l'objet du Chapitre II de cette thèse.

2.2.3.2. *Influence d'un support en silicium dopé*

La plupart des cas d'application présentés dans ce Chapitre se rapportent à des supports de silicium isolé par un oxyde épais (typ. 400nm) avant passivation sous alumine. En première approximation, l'influence du semiconducteur peut donc être négligée et le support supposé essentiellement passif. Néanmoins, les dispositifs électroniques tels que les transistors utilisent un oxyde de silicium dix fois plus fin, et le silicium sous-jacent reçoit normalement un dopage modifiant ses propriétés électriques. Le Chapitre III de cette thèse explorera notamment des structures de ce type. Cette perspective questionne toutefois l'influence d'un semiconducteur plus « actif » sur les procédés biochimiques appliqués à sa surface.

L'influence électrostatique sur la révélation d'ADN par or\argent d'un substrat en silicium dopé-²⁴N²⁴, isolé par 31 nanomètres de son oxyde avant passivation sous alumine anodique, a donc été contrôlée. A noter qu'une pollution à la découpe, due à l'omission de résine protectrice, a imposé un nettoyage préalable des échantillons par ultrasons (voir annexe II.B.iv -) sans endommagement de la surface examinée au microscope électronique. On a par ailleurs vérifié visuellement la présence de grains-Ag dans des proportions similaires sur puces nettoyées ou non.

²⁴ dopage au phosphore à $5 \cdot 10^{11}$ P/cm² sous 20keV, jusqu'à quelques 100 nanomètres de profondeur (voir Chapitre III)

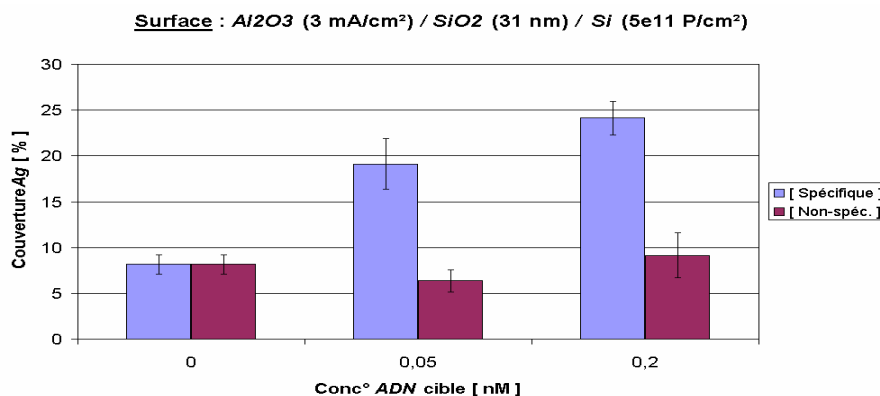


fig-I.2.15 – Couvertures Ag-Au / ADN sur Si_N finement passivé

Triplet d'échantillons sans capteurs – surfaces finement passivées seulement. Pour chaque concentration : couverture utile (c-à-d. signal) à gauche et bruit non-spécifique à droite.

Etant données la négativité de l'ADN et la positivité des ions argent en surface d'un semiconducteur enrichi d'électrons libres, l'anomalie recherchée était soit une insuffisance de la couverture marquée, soit un excès de précipitation non spécifique. Les quantifications au SEM – sur échantillons préalablement nettoyés – affichées en fig-I.2.15 suggèrent à cet égard une adéquation électrochimique très satisfaisante.

La couverture d'argent évolue en fonction de la concentration d'ADN-cible de façon identique aux résultats publiés sur oxyde épais [Mor06]. Ces qualifications ouvrent ainsi la voie au développement de capteurs *semi-actifs* tels que les dispositifs ISIT sur silicium, analysés au Chapitre III.

2.2.3.3. Simple adsorption Au_{250} sur PAH-monocouche

Suite à la recherche d'un protocole plus simple que le dépôt d'ADN biotinylé pour l'obtention d'un marquage Ag–Au (§2.1.4), l'adsorption directe de nanoparticules d'or sur polyélectrolytes a finalement été réalisée sur une monocouche PAH/PSS–PAA sans séchage – c-à-d. toujours maintenue en milieu aqueux. La couverture régulière et sans percolation produite à environ 5–10 % d'aire (fig-I.2.16-a), s'est ainsi révélée mieux reproductible que les tentatives préliminaires décrites plus tôt.

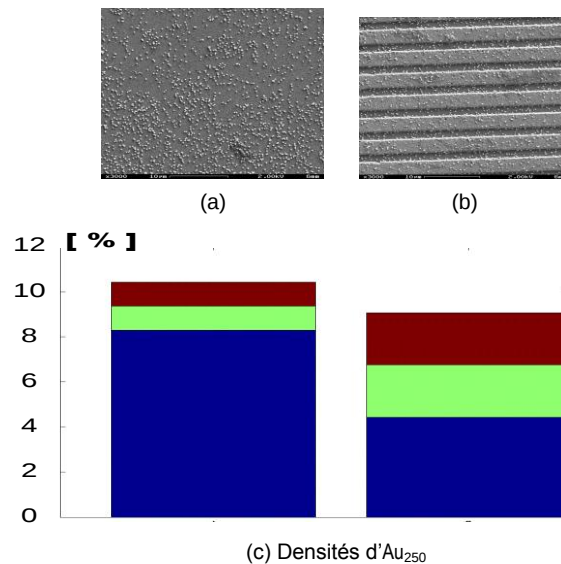


fig-I.2.16 – Adsorption $Au \varnothing 250$ nm sur PAH

Bicouche PAH/PSS–PAA sur support passivé Al_2O_3/SiO_2-Si (a) ou Al_2O_3-Al/SiO_2-Si en présence d'électrodes à $2+2 \mu m$ de périodicité (b). Grossissement $\times 700$ à échelle réelle d'impression. (c-) Couvertures évaluées par traitement numérique : les empilements respectifs identifient la moyenne ± 1 écart-type.

Portés ensuite sur motifs inter-digités en aluminium larges de $2 + 2$ microns, les tests accusent une différence d'accroche des nanoparticules entre l'interstice et la surface des électrodes, par rapport aux résultats sur surfaces

homogènes (fig-I.2.16-c – resp. 7% ou 9% en moyenne, colonne gauche ou droite).

Cette différence pourrait être attribuée à la moindre qualité de l'oxyde formé sur les reliefs par rapport au même oxyde créé ailleurs, comme il a déjà été constaté lors du prototypage des révélations Ag-Au/ADN sur alumine (§2.1/fig-I.2.1). Mais au delà, il est intéressant de noter que la densité de particules pour ces taux de couverture même faibles se situe dans la gamme des 10^8 particules/cm², comparable aux ordres de grandeur manipulés en biodétection (§1.2.4). Cette remarque achève encore de justifier la recherche d'une adsorption directe de colloïdes nano- à micro-métriques, comme substrats versatiles de caractérisation pour capteurs intégrés génériques.

2.3. Perspectives – vers la culture cellulaire encapsulée

Comme introduit aux paragraphes 1.1.4, 1.2.4 et 1.3.2.3, les principales voies de sensibilisation propre et stable sur supports MOS et les échelles d'intégration considérées préparent le rapprochement de la microélectronique avec le vivant [Yot04, Bor98, Fro03]. La problématique première concerne la convergence des techniques de fabrication des dispositifs électroniques et des méthodes biochimiques d'exploitation courante – mises en œuvre en laboratoire par exemple.

La croissance cellulaire requiert en particulier l'adaptation autour des connexions électriques d'un système fluide adapté comprenant chambre et opercule stériles ainsi qu'un encapsulant peu absorbant [Xia98, Pra07]. Le caoutchouc-silicone Sylgard[®] 182|184 et la colle-silicone 96-083 permettent ainsi l'isolement et la fixation en boîtiers DIL^[25] standards de dispositifs électroniques propres à l'analyse biochimique (source : Fz-Jülich²⁶).

La prise du silicone – initialement visqueux – s'effectue à plus de cent degrés Celsius en moins d'une heure ; l'opération à température ambiante reste possible mais dure une journée et se traduit par une plus grande souplesse du produit final. Une station de soudage réglée à 350°C,

²⁵ angl. “Dual-In-Line”

²⁶ Forschungszentrum Jülich, Nordrhein-Westfalen Deutschland

successivement mis en contact pendant 2 x 3 minutes avec l'une puis l'autre moitié d'un boîtier céramique, a permis dans notre cas de porter l'ensemble à pré cuisson autour de 120°C. Le durcissement définitif pendant 90 minutes dans un four à 150°C parachève ensuite cette première étape. Les puces sont ensuite préparées pour la croissance cellulaire conformément au paragraphe 1.1.1 avec un nettoyage Hellmanex[®] notamment, mais sans l'acide sulfurique ni le peroxyde d'hydrogène altérant l'aluminium et son oxyde de surface. La culture proprement dite part d'une dilution de 4000 cellules rénales humaines *HEK293-EAG* dans 60µL de sérum physiologique (§1.1.2).

Mais auparavant, la mise au point d'un protocole est nécessaire pour ouvrir une cuvette au-dessus des capteurs sensibles tout en maintenant isolées leurs connexions et pistes d'accès électriques. L'utilisation sous presse d'un tampon biseauté a permis un premier prototypage, par formation d'une cuvette large de quelques centaines de microns et longue de quelques millimètres au-dessus des capteurs. Détaillée pour mémoire en annexe II.B.iii -, cette méthode s'est toutefois révélée instable en raison de la détérioration et/ou mauvaise adhérence du caoutchouc-silicone en bordures de cuvette, même après traitement par plasma d'oxygène.

Son principal intérêt a été de montrer à la fois la faisabilité d'une culture cellulaire en cuvette particulièrement étroite, et la sensibilité de cette culture aux accidents et résidus d'encapsulation. La fig-I.2.17 montre en particulier l'hétérogénéité de couverture obtenue après grattage de la surface par un embout en plastique, ayant permis d'éliminer un débordement de l'encapsulant en fond de cuvette.

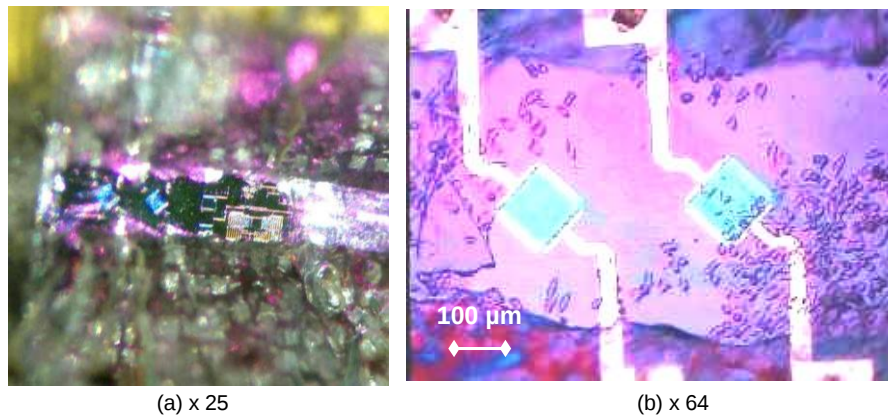


fig-I.2.17 – Faisabilité pour la culture cellulaire d'une cuvette en caoutchouc-silicone formée en boîtier DIL sous presse

La jointure imparfaite du tampon en biseau en fond de cuvette provoque une fuite par capillarité du silicone avant cuisson (a – à droite). L'arrachement mécanique de cet excédent par un embout en plastique (b – lèvre résiduelle de silicone visible sur la gauche) provoque l'hétérogénéité de croissance de cellules *HEK293_EAG*, sans toutefois la compromettre totalement (b, après trois jours). Grossissements donnés à échelle réelle d'impression.

Pour la seconde batterie de tests en définitive, l'encapsulation manuelle par colle-silicone 96-083 a donc été préférée sous forme d'une série de dépôt au goutte-à-goutte de colle sous loupe binoculaire, suivie d'une stabilisation et d'une précuisson²⁷ durant deux minutes chacune.

Les tests de croissance cellulaire dans les mêmes conditions montrent en fig-I.2.18 cette fois une couverture relativement homogène sur oxyde de champ et zones actives (resp. sans et avec électrodes) – non quantifiée à ce stade.

²⁷ station de soudage à 250°C avec embout au contact du boîtier DIL en céramique

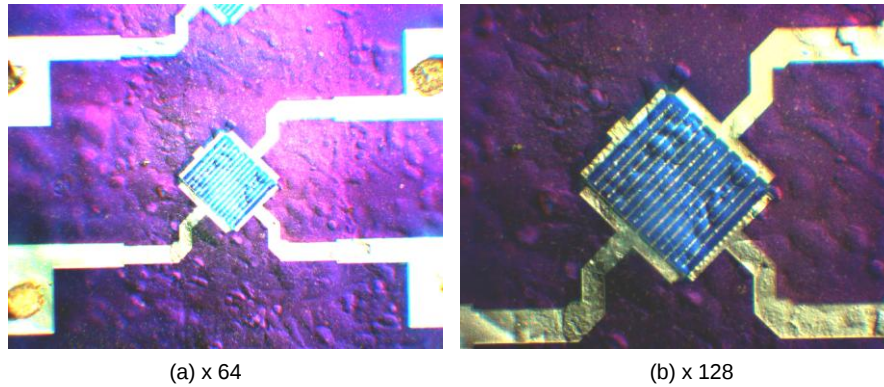


fig-I.2.18 – *HEK293_EAG* sur dispositifs $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2\text{-Si}$ encapsulé manuellement (prototypage)

(a-) Capteur au centre et plots de contact de part et d'autre – pistes d'aluminium à épaisseur de 300nm. (b-) Zoom montrant le détail des peignes d'électrodes inter-digités du capteur sur silicium oxydé et la granularité des cellules après trois jours de croissance.

Ces premiers succès témoignent ainsi de la faisabilité d'une culture cellulaire sur dispositifs électronique à surface d'alumine galvanique biofonctionnelle [Cam10, Vos03 ; Wil87], étroitement encapsulés sous silicone en chambre d'un demi-millimètre dans un boîtier DIL standard.

Conclusion

L'ensemble d'études précédant montre les possibilités qui s'ouvrent à la bioélectronique sur puce. L'adéquation avérée de l'alumine MOS galvanique pour l'accroche et/ou la reconnaissance de biomolécules nanométriques, de cellules vivantes à l'échelle du micron ou de particules métalliques de tailles intermédiaires s'accompagne de conditions sur la mise en œuvre de ces biopuces.

La nature de l'aluminium employé pour former l'oxyde de passivation pose ainsi une première question de compatibilité : alors qu'un alliage au silicium présente une plus grande rugosité que le métal pur, celle-ci se trouve atténuée par l'anodisation. Considérant qu'une rugosité supérieure constitue néanmoins un risque supplémentaire de fragilité chimique (notamment à épaisseur de passivation de quelques dizaines de nanomètres seulement) ou de facteur bruyant lors des traitements successifs, on préférera l'aluminium pur. En présence d'électrodes en alliage alu-silicium, une solution médiane consiste à recouvrir d'alumine « pure » l'intégralité du dispositif sensible, quitte à poursuivre plus profondément l'oxydation des lignes elles-mêmes – si nécessaire d'un point de vue électrique.

En dehors des aspects strictement surfaciques, l'existence de motifs structurés semble affecter l'adsorption de nanoparticules or/polyélectrolytes, ce qui questionne non seulement l'origine de cet effet mais aussi ses éventuelles répercussions sur la détection électrique d'ADN révélé par or/argent. Si par ailleurs le problème s'avère provenir de l'alumine en surface des structures, il se pourrait aussi que l'adhérence de cellules cultivées sur les mêmes dispositifs ne soit pas maximale. Dans l'état d'avancement actuel, une adaptation des algorithmes de traitement d'image fournirait une première réponse.

Dans chaque cliché pris au microscope électronique en effet, les méthodes de binarisation et segmentation résumées dans ce chapitre permettent de discriminer la face supérieure des lignes de l'espace inter-digital, et ainsi vérifier comment s'y répartissent les biomarqueurs. Il demeure néanmoins que l'espace interélectrodes – qui collecte *a priori* la plus grande densité de nanoparticules – est aussi le plus intéressant sur le plan électrique, comme on pourra le voir au cours des chapitres suivants.

Annexes

I. Biopuces – Technologies de mise en œuvre :

A. Spécifications d'équipements accessoires

Concernant la biologie moléculaire, la distribution de sondes – lorsqu'elle n'est pas manuelle – fait généralement appel à un robot à pointes de touche, projection piézo-électrique ou thermique (table-I.2.3), qui délivre rapidement un grand nombre de séquences sous forme de gouttes calibrées en atmosphère régulée [Mel00].

Marque	Equipement	Performances	Productivité
WoW	Aiguilles (4) : pas de 4.5mm Spots < 50 nl : 12–20 x20 /lame Anti-évaporation @ 10 °C	<u>“Spotting”</u> vitesse : $V = 0-0.2\text{m/s}$ accélération : $A = 0-1.6\text{m/s}^2$ Précision : = 20 μm sur lame ; = 5 μm inter-spots	Rinçages +séchages : 60 s ; temporisation : $\frac{1}{4}$ s. 60 lames/h sur 5 ans → 10 ⁵ lames
Euro-genetec	Aiguilles : Ø 250 150 μm pas 800 350 μm Spot ₈₀₀ ~ 0.1 nl: 3 x 600 /lame	Ø Spots ≤ 200 μm	--

table-I.2.3 – Spécifications commerciales de "spotters" (année 2000)

Support standard : lame en verre borosilicate de 25 x 75 mm².

24 x 35 x 17 cm ³ 850 W	Température [°C]	Vitesse de chauffe [°C/s]
Gamme	-5 – 105	1 – 10
Valeurs nominales	90 ± 0.3	3

table-I.2.4 – Spécifications d'un amplificateur à PCR typique

Type	Dynamique [# bits]	Résolution [µm/pixel]	Echantillonnage
3D	8 – 14	≥ 0.1	10 kHz – 100 MHz
2D	16	2.5 – 100	100 kHz – 1 MHz

table-I.2.5 – Caractéristiques techniques de scanners

[Nic07, Shi06, Pag04]

B. Détection par fluorescence

Par principe, le séparateur dichroïque des microscopes à fluorescence réfléchit l'ensemble des longueurs d'onde d'excitation vers le spécimen de test et filtre sa réponse en direction du détecteur (voir fig-I.1.5). Le format commercial de blocs-filtres interchangeable assure traditionnellement la versatilité du montage pour les gammes de couleurs propres au marqueur employé. En termes d'améliorations, le développement d'alternatives acousto-optiques (typ. AOBS, AOTS) aux miroirs et filtres séparateurs accompagne l'informatisation croissante d'ensembles modulables plutôt que modulaires épargnant la permutation de blocs. Les lampes courantes au xénon ou à vapeur de mercure par ailleurs, qui génèrent des faisceaux infrarouge ou ultraviolets-bleu-vert à larges spectres, peuvent avantageusement être remplacées par des sources lasers offrant de meilleures directivité et sélectivité lumineuses. La technique confocale corrige enfin le flou du microscope conventionnel par occultation des volumes hors champs, en intercalant aux points focaux de la source et du détecteur une paire de diaphragmes à pupilles micrométriques en limite de diffraction [Min57].

Dans les applications de détection d'ADN par fluorescence, la technique de PCR en temps réel met à profit l'interférence entre marqueurs proches par

le biais d'un couple de sondes marquées chacune à une couleur ou et individuellement invisibles : une fluorescence spécifique n'apparaît qu'en cas de collecte des deux sondes sur un même brin cible autorisant le transfert d'énergie par résonance entre leurs marqueurs ainsi rapprochés [Sil00]. Pour mémoire, le temps-réel en PCR autorise notamment d'optimiser les concentrations initiales de l'enzyme de réplication et des séquences mères, afin de travailler dans la zone de plus haute sensibilité en température – c-à-d. de meilleure sélectivité au regard de mutations ponctuelles – tout en réduisant la consommation primaire de matériau biologique.

C. Electrochimie / ADN

Les limites de détection électrochimique d'ADN rapportées dans la littérature sont le plus souvent exprimées en nombres de moles, de molécules ou en masse et se rapportent à des surfaces de 1 à 100 mm² (table-I.2.6). Sur base de données volumiques [Ye03] et tenant compte d'une masse molaire approximative de 0.3g/mol par nucléotide simple²⁸, on peut communément ramener ces planchers à une concentration de l'ordre du nanomolaire.

²⁸ source : Invitrogen-LifeTechnologies™

Méthode	Cibles / principe	Plancher de détection [molécules]
<i>Electrochimie de l'ADN</i>	Bases {A ; G} sous fort voltage (fort bruit en solution aqueuse)	2.10^{10} (40 fmol)
<i>Chimie ADN Indirecte (oxydation)</i>	Base G à médiateur (p-ex. polypyridyl) ou autres bases modifiées par PCR et catalyse	10^8 (0.4 fmol)
<i>Marqueurs (signatures)</i>	Réactifs redox intercalés par PCR (p-ex. ferrocène, bleu de méthylène)	$\sim 10^{10}$
	Nano-Au sous oxydation ou Photo-électrochimie (typ. UV / CdS)	5.10^8 (0.8 fmol)
	Précipité isolant	- (50 fmol)
<i>Transport de charge par ADN</i>	Substrat cationique / oxydo-réduction après électromigration	$\sim 10^8$
	Conductimétrie sur agents réduits	

table-I.2.6 – Electrochimie de l'ADN [Pam06]

Aires réactives de quelques millimètres- à quelques centimètres-carrés, typiquement.

II. Microdispositifs $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$:

A. Traitement d'images :

i - Marqueurs – résolution & grossissement

En toute approximation, le plancher de résolution δ_s d'une image pourrait se déduire du diamètre minimal $^{\min}D_0$ de billes que l'on souhaite observer, projeté à 45° sur l'un des axes principaux de l'image – de façon à préserver la rondeur des plus petites particules – puis échantillonné d'après Shannon–Nyquist,

$$\text{soit } \delta_s \leq ^{\min}D_0 \sqrt{2}.$$

Dans la perspective d'un filtrage ultérieur coupe-bande devant également préserver l'information des plus grandes particules d'intérêt, une approche

élargie consiste cependant à synthétiser le profil de luminosité d'une bille supposée parfaitement diffusante (modèle isotrope de Lambert), calculer son spectre de Fourier puis estimer les fréquences de coupure d'un filtrage passe-bande n'altérant pas la forme des billes de tailles valides.

En supposant un éclairage homogène distant orienté perpendiculairement à la surface observée, l'intensité $d\phi$ reçue par une unité d'aire infinitésimale dS sur le contour d'une bille centrée en $x = 0$ s'écrit (voir fig-I.2.20-a) :

$$\frac{d\phi}{dS} = \frac{d\phi}{dx} \cos(\theta) = \frac{d\phi}{dx} \cos[\arcsin(x/R_o)].$$

Par symétrie sphérique, la fig-I.2.19-b montre l'image résultante vue du dessus – c-à-d. $y \leftarrow d\phi / dS$ dans le plan (xz) . La cristallisation variable des grains d'argent réels pourra être traitée comme un bruit surajouté à hautes fréquences, le cas échéant.

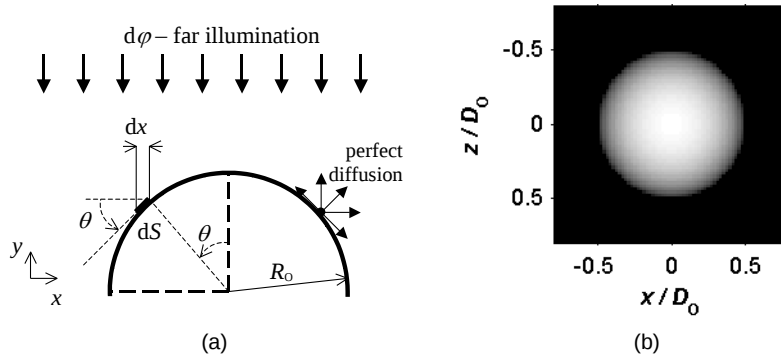


fig-I.2.19 – Synthèse d'une bille seulement diffusante (Lambert)

Modèle en coupe (a) et rendu polaire par rotation (b) ; réflectivités ambiante et spéculaire exclues.

En remarquant que la représentation d'un contour circulaire nécessite un minimum de 3 points, une perte de 1 dB en puissance rayonnée correspond à l'effacement d'un pixel sur une particule homogène minimale en comportant 4. L'intégration cumulative de la densité spectrale de puissance obtenue par transformée de Fourier rapide (fig-I.2.20) permet d'identifier les fréquences de coupures haute et basse provoquant une telle perte, à savoir :

- $^{Hi}f_c > 0.8 f_o \rightarrow f_s > 1.6 f_o$, ou $\delta_s < 0.6 D_o$
- $^{Lo}f_c < 0.2 f_o$

éq-I.2

pour $f_o = 1/D_o$, où $f_s = 1/\delta_s$ représente la fréquence d'échantillonnage.

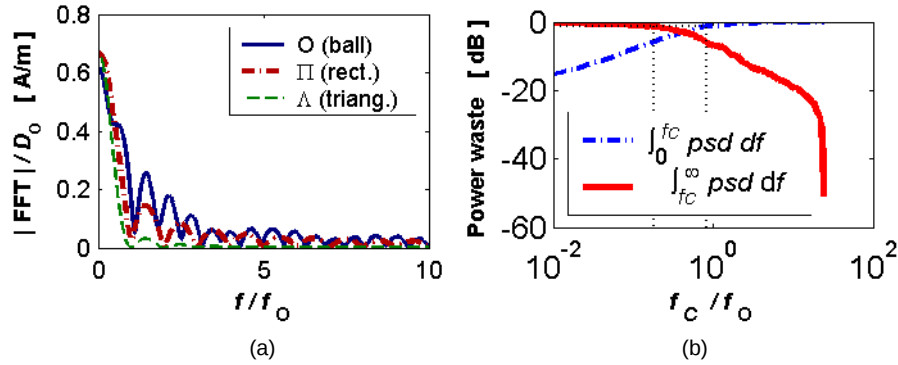


fig-I.2.20 – Caractéristiques spectrales de marqueurs et atténuation d'une bille soumise à un filtrage passe-haut ou passe-bas

Le spectre fréquentiel (a) d'une bille montre des lobes secondaires plus importants que ceux de la fonction porte (sinus cardinal) ou triangle (*sinc* au carré). L'intégration de la densité de puissance vers 0 ou l'infini (b) permet de déterminer la fréquence de coupure basse ou haute limitant à -1dB l'obscurcissement d'une bille (traits fins pointillés).

Par comparaison avec une particule à bords abrupts ou triangulaires (resp. spectres en sinus cardinal ou *sinc* au carré, fig-I.2.20-a), la bille comporte davantage d'harmoniques secondaires tels que les paramètres ci-dessus pourraient s'appliquer à d'autres formes de marqueurs sans détériorer l'information qu'ils portent – mais au prix d'une moindre sélectivité.

ii - Filtres de Butterworth

Une fonction de transfert de Butterworth articulée autour des pulsations de référence ω_l et ω_c respectivement basse et haute (§2.2.2.2) s'écrit :

$$|H_{But-n}| = \frac{1}{1+s^n}, \quad \text{d'ordre } n \geq \frac{\log_{10}(10^{A_{\max}/10} - 1) - \log_{10}(10^{A_{\min}/10} - 1)}{2 \log_{10}(\omega_a/\omega_c)}$$

où $A_{\min}$, $A_{\max}$ et ω_a spécifient respectivement les plancher et plafond d'atténuation ainsi que la frontière de la bande affectée,

de pulsations normalisées

$$\begin{cases} S_{Hi-p} = \omega_c / \omega \\ S_{notch} = B \left(\frac{\omega}{\omega_0} + \frac{\omega_0}{\omega} \right)^{-1} \\ S_{Low-p} = \omega / \omega_c \end{cases}$$

avec $\omega_0 = \sqrt{\omega_1 \omega_c}$ et $B = \frac{\omega_c - \omega_1}{\omega_0}$,

pulsation centrale et largeur de bande atténuée, respectivement.

Si on définit par $\omega_c \equiv {}^{Lo}\omega_c$ la fréquence minimale acceptable pour représenter un dépôt de particules, correspondant à un diamètre maximal d'agrégat ${}^{max}D_O$, reste à évaluer la borne ultra-basse $\omega_1 < {}^{Lo}\omega_c$ déterminant la frontière de luminosité moyenne à conserver. Celle-ci se détermine comme un multiple inverse de la taille de l'image. Il faut toutefois noter que la raideur et l'ordre n du filtre augmentent à mesure que ω_1 diminue, et qu'une borne trop basse par rapport à la résolution du spectre conduit à un obscurcissement de l'image. Afin de conserver une marge suffisante de quelques échantillons autour du point-origine dans le plan spectral, on définit alors :

$$\omega_1 = \frac{1}{4} \frac{2\pi}{\sqrt{N_{pix}} / f_s}$$

où N_{pix} et f_s désignent respectivement le nombre de pixels et la fréquence d'échantillonnage de l'image.

Le facteur $1/4$ restreint l'élimination aux variations lumineuses principalement non monotones mais garantit une conservation de la luminosité moyenne.

La borne de coupure ultra-basse ω_1 s'adjoint ainsi à la gamme de pulsations utiles ω_0 , déterminée par le diamètre D_O des particules à observer (éq-I.2 \ annexe II.A.i -), telles que :

$$\frac{1}{4} \frac{2\pi}{\sqrt{N_{pix}} / f_s} < \omega_{notch} < 0.2 \frac{2\pi}{\max D_O} \leq \omega_0 \leq 0.8 \frac{2\pi}{\min D_O}. \quad \text{éq-I.3}$$

Le graphique représenté en fig-I.2.21 illustre ainsi un filtre coupe-bande de Butterworth, articulé autour des bornes basses d' ω_{notch} ci-dessus, pour un diamètre médian de bille autour du demi-micron.

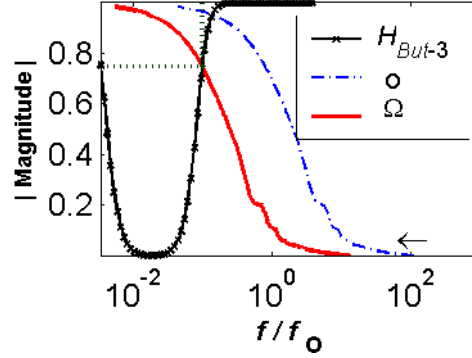


fig-I.2.21 – Filtre coupe-bande, et puissance spectrale relative de billes dans l'intervalle fréquentiel $[f \dots \infty]$

Filtre Butterworth du 3^{ème} ordre superposé aux fonctions de répartition en puissance de billes larges ('Ω') et fines ('o'), intégrée depuis l'infini jusqu'à la fréquence f . Diamètres des billes : $^{max}D_o = 1.5 \mu m$ et $^{min}D_o = 0.15 \mu m$.

iii - Homomorphisme log. ou hyperbolique

Une transformation homomorphe typique consiste à prendre le logarithme de l'intensité $p(z,x)$ d'un pixel, issue du produit de sa réflectivité $r(z,x)$ à hautes fréquences par l'illumination $i(z,x)$ à basses fréquences, afin de séparer ces deux composantes spectrales sous forme additive [Baz06] :

$$p(z,x) = i(z,x) \cdot r(z,x)$$

$$\log_2 [p(z,x) + \zeta] \cong \log_2 [i(z,x)] + \log_2 [r(z,x)] \quad \forall p \geq 0. \quad \text{éq-I.4}$$

où ζ désigne un petit nombre (p.ex. $\zeta = 2^{-1}$) nécessaire lorsque $p = 0$. En alternative au logarithme, un homomorphisme approximatif en arg-sinus hyperbolique peut aussi s'écrire :

$$\underset{p \rightarrow \infty}{\text{argsinh}(i \cdot r)} \rightarrow \text{argsinh}(i) + \text{argsinh}(r) - \ln(2)$$

En comparant la somme des transformées de i et r par rapport à la transformation du produit p en fig-I.2.22, cette dernière fonction montre une erreur modérée pour $p > 3$, similaire à l'homomorphisme par logarithme entier d'éq-I.4 – rappelé ici pour comparaison.

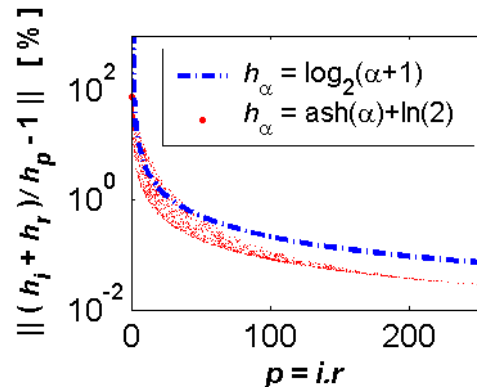


fig-I.2.22 – Erreur relative absolue de l'homomorphisme approximatif en $\text{argsinh}()$ comparé à un logarithme entier

Test de 1024 produits aléatoires $p = i.r$ où $\{i, r\} \in]0 ..16[$: comparaison avec $\log_2(1+p)$ pour p entier. La fonction hyperbolique donne aussi de bons résultats si $p \geq 5$.

Mais le sinus hyperbolique présente un offset inhérent en $\ln(2)$ qui détériore l'erreur à faible p . Avec un logarithme, l'utilisation d'un offset ζ plus faible peut minimiser cette erreur, ce pourquoi l'homomorphisme- $\log$ reste préférable.

iv - Seuillage d'histogramme et préfiltrage

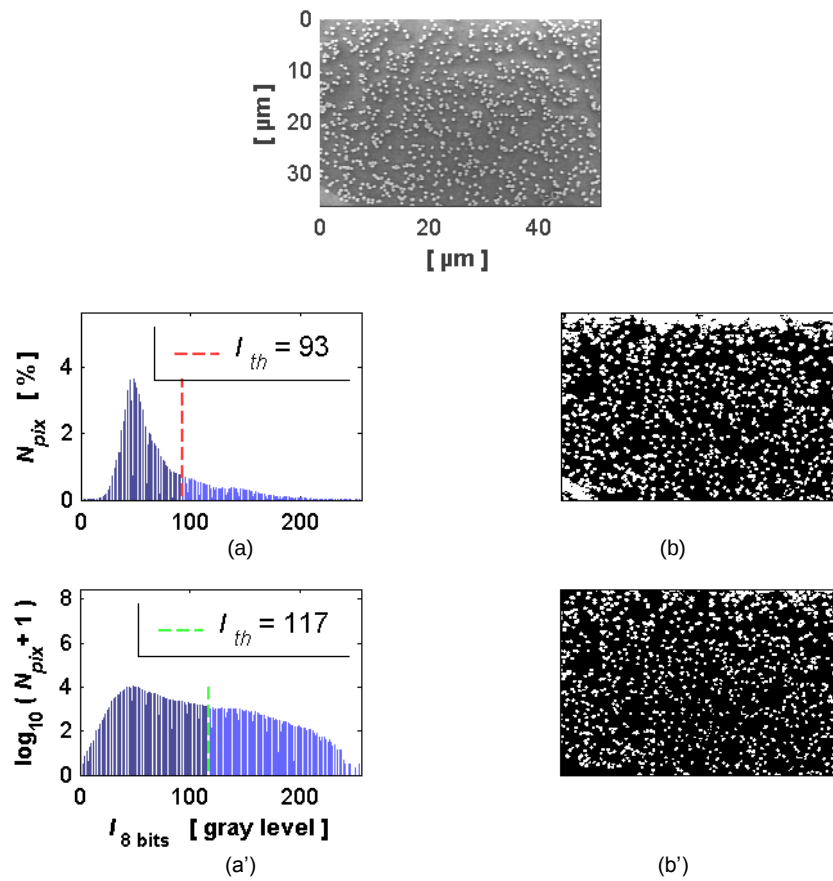


fig-1.2.23 – Seuillage\Binarisation sans préfiltrage

Passage en noir-&-blanc d'un cliché non préfiltré (en haut), après seuillage de l'histogramme global H_p en échelle linéaire (a-b) ou logarithmique (a'-b'). L'hétérogénéité du fond en bordure d'image ne perturbe que la binarisation 'linéaire'.

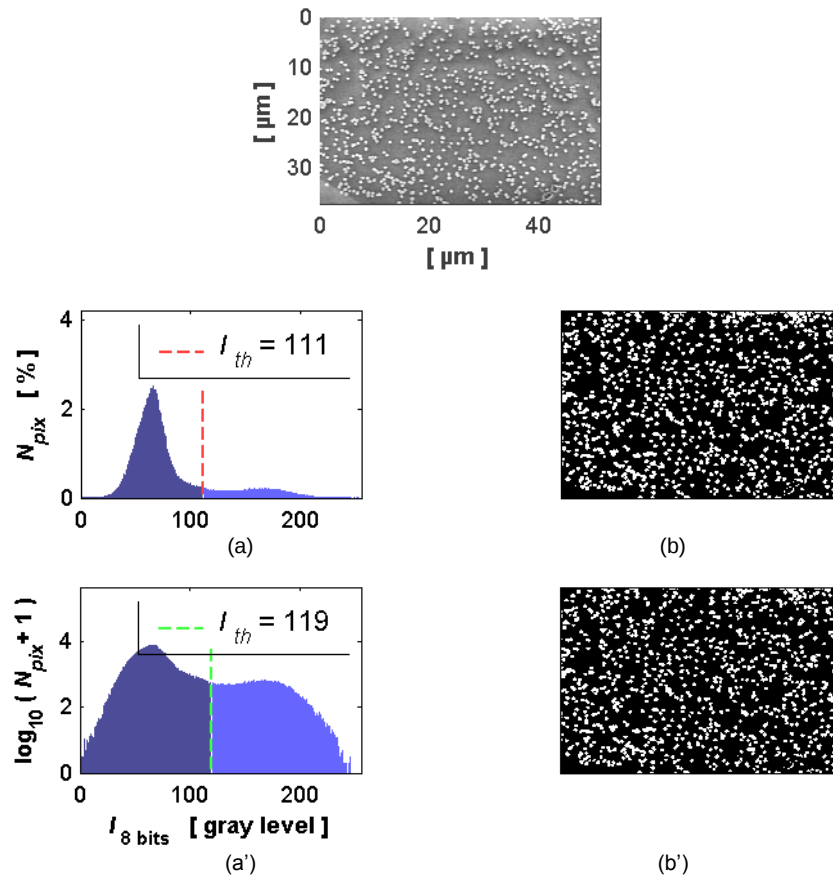


fig-I.2.24 – Seuillage\Binarisation après préfiltrage

Binarisation d'un cliché préfiltré (en haut) à partir de l'histogramme en linéaire (a-b) ou logarithmique (a'-b') : après atténuation des artéfacts, les 2 seuils se rapprochent.

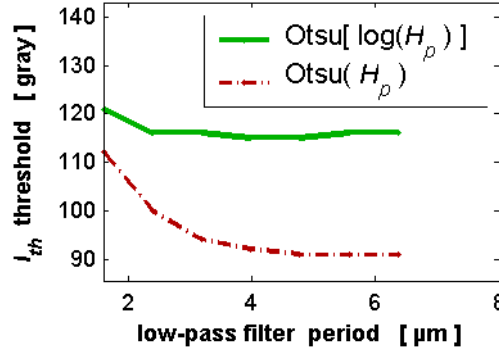


fig-I.2.25 – Evolution des seuils lin.|log. avec la finesse du préfiltrage

A filtrage fin, les deux seuils de l'histogramme H_p convergent, alors qu'à traitement faible l'estimation 'linéaire' subit l'influence d'artéfacts de fond ou d'illumination résiduels. Le seuillage en logarithmique s'avère quant à lui plus stable.

v - Filtrage d'électrodes – domaine de Fourier

L'identification des raies dominantes d'une image dans le plan fréquentiel permet de déterminer l'orientation principale d'électrodes linéaires (§2.2.2.3), mais elle peut aussi servir de fonction de pondération polaire pour un filtrage global de l'image tel qu'illustré en fig-I.2.26. Le cas échéant, le déploiement du filtre bidimensionnel à partir du profil des poids angulaires (fig-I.2.26-a et fig-I.2.12) doit tenir compte d'un intervalle d'interpolation plus large dans le centre du spectre qu'à sa périphérie en raison de l'incertitude angulaire $\Delta\theta$ inhérent à l'échantillonnage bidimensionnel :

$$\Delta\theta = \max \left\{ \left[\frac{\partial}{\partial \omega_x} \right] \arctan \left(\frac{\omega_x}{\omega_z} \right) \right\} = \max \left(\frac{\omega_z}{\omega_z^2 + \omega_x^2}; \frac{-\omega_x}{\omega_z^2 + \omega_x^2} \right)$$

où ω_x et ω_z quantifient les pulsations horizontale et verticale, respectivement.

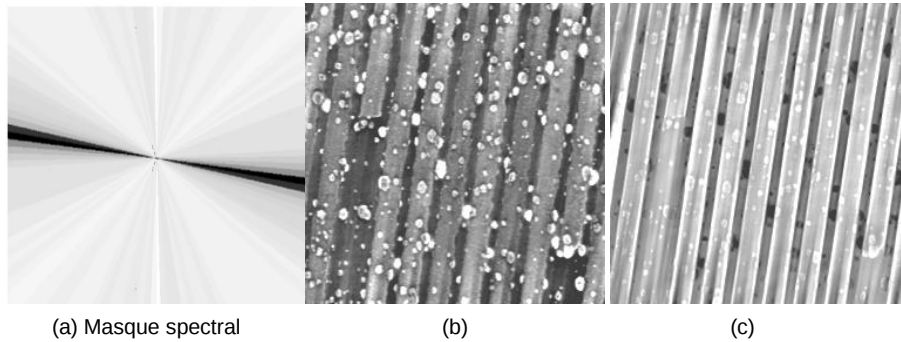


fig-I.2.26 – Filtrage fréquentiel de particules sur électrodes

Cliché et spectre d'origine en fig-I.2.12. Ici, masque angulaire de filtrage dans le domaine fréquentiel (a), transformée de Fourier inverse du spectre original filtré (b) et approximation soustractive des lignes (c).

L'intérêt du profil de puissance polaire comme fonction de pondération apparaît en outre pour atténuer les effets de divers artefacts globaux tels que l'ombrage dû à un axe d'observation non perpendiculaire à l'échantillon (fig-I.2.27), le flou directionnel dû à un glissement pendant la prise de vue, ou encore une déformation provoquée par le recadrage préalable de l'image (fig-I.2.28).

Cette approche peut cependant souffrir de la proximité de taille entre électrodes et billes, qui complique l'effacement total des premières à mesure que la densité de biomarqueurs augmente (voir fig-I.2.28-b).

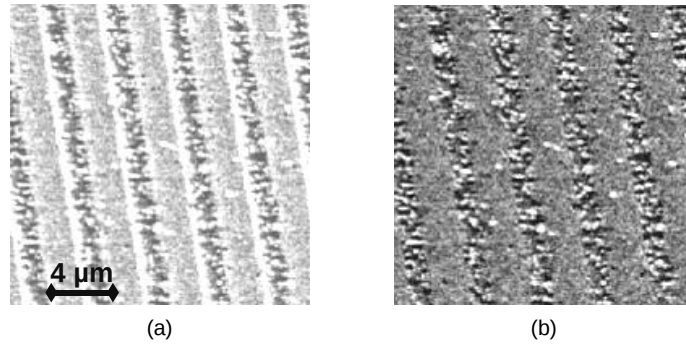


fig-I.2.27 – Filtrage fréquentiel sous illumination rasante

Image SEM d'origine (a) puis après analyse et pondération spectrale (b) : l'ombre portée des électrodes sur les biomarqueurs est également corrigée.

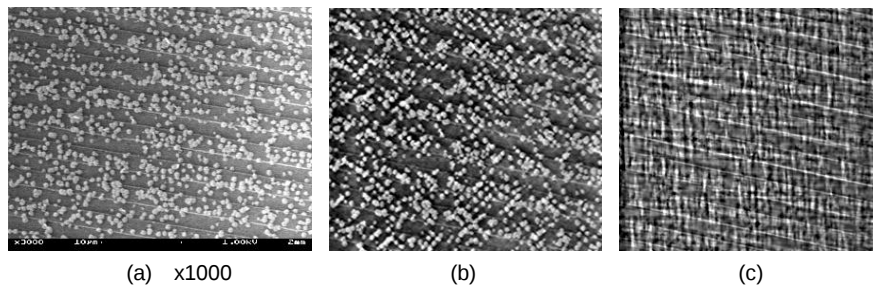


fig-I.2.28 – Filtrage fréquentiel en cas-limite

Cliché SEM original de faible contraste (a) après pondération spectrale (b) : le reste récupérant les électrodes (c) montre un bruit majoritairement dû à la faiblesse du contraste. Grossissement donné à échelle réelle d'impression.

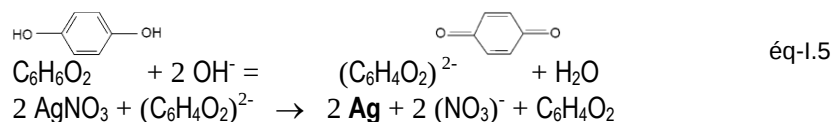
D'une manière générale, travailler dans le plan de Fourier discret impose une série de contraintes calculatoires et algorithmiques qui le rendent peu pratique. Les techniques et observations rapportées ci-dessus permettent néanmoins d'aborder le traitement géométrique de l'image de façon plus directe.

B. Aspects expérimentaux :

i - Révélation Au–Ag sous hydroquinone

Le diagramme illustré en fig-I.2.29 synthétise le protocole de marquage argent/or employé pour la détection d'ADN dans ce travail de thèse. Le développement argentique s'opère préférentiellement par précipitation du métal sur les noyaux de catalyse, particules ou accidents de surfaces typiquement.

En présence d'hydroquinone par exemple, issue de la p-benzoquinone à pH basique (éq-I.5), le processus de réduction s'écrit :



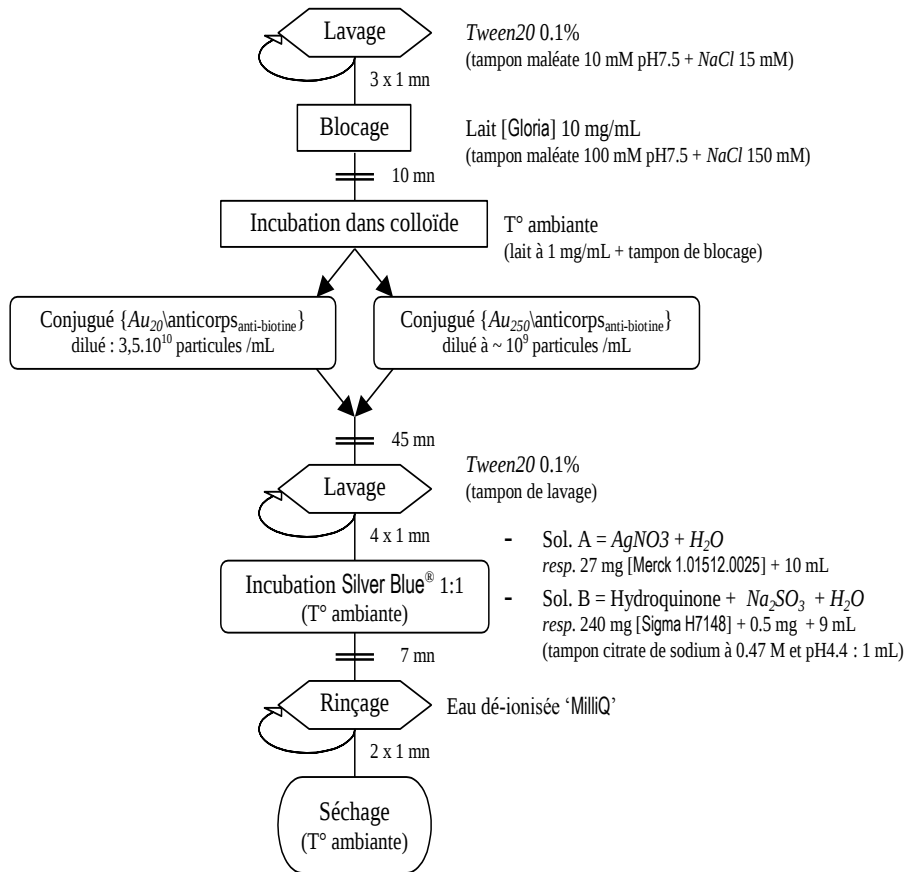


fig-I.2.29 – Protocole de révélation or l'argent d'ADN hybridé.

ii - Influence de la fonctionnalisation

Les tests-ADN menés avec ou sans couche de fonctionnalisation (table-I.2.8, resp. fig-I.2.30 – a-b ou c-d) indiquent une précipitation parasite maximale sur les oxydes non fonctionnalisés d'aluminium ou de silicium, et uniquement en présence du réducteur (table-I.2.7). Cette dernière observation exclut d'abord l'éventualité d'une réduction par les électrodes.

Réducteur →	Hydroquinone	(sans)
↓ Support		
Al ₂ O ₃ / SiO ₂ -Si	Bruit intense, hétérogène	Bruit faible, Homogène
SiO ₂ -Si		
Si	Bruit faible, hétérogène	Bruit faible, grosses billes
Rinçages : 3x		

table-I.2.7 – Influence du réducteur en l'absence de fonctionnalisation

Dispense à 50nM d'ADN bicaténaire $\times$ 500pb multibiotinylé + conjugué Au₂₀ + amplification-Ag [annexe II.B.i - / fig-I.2.29].

En l'absence de fonctionnalisation-silanes ensuite, l'aluminium nativement oxydé sur quelques nanomètres affiche un fort bruit réactif – certes moindre que l'alumine anodique. La fonctionnalisation stabilise les surfaces natives ou anodisées, vraisemblablement parce qu'elle isole la surface de la solution de développement argentique.

Fonctionnalisation →	Trichlorosilane	(sans)	
↓ Support		Bruit	Cristaux [nm]
Al/ SiO ₂ -Si	Bruit faible ; grands cristaux (600 à 700 nm)	faible	Grands $D_0 \leq 800$ nm
Al ₂ O ₃ / SiO ₂ -Si		Intense hétérogène	$20 < D_0 < 450$
SiO ₂ -Si	Bruit faible ; petites billes	Intense hétérogène	-
Si		faible hétérogène	-
Rincages : 3x			

table-I.2.8 – Influence de la fonctionnalisation sur le bruit biochimique

Observations relatives à la fig-I.2.30.

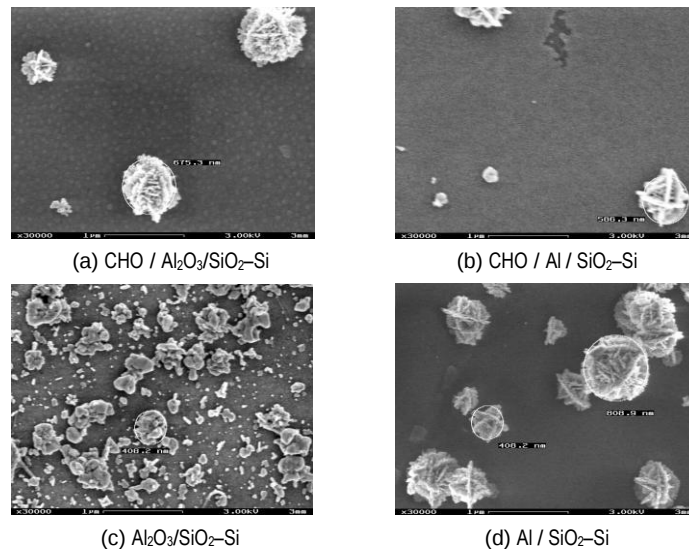


fig-I.2.30 – Surfaces fonctionnalisées-aldéhydes ou non

(a & b-) Fonctionnalisation par trichlorosilanes [voir procédé en fig-I.1.2]. (a–d-) Dispense à 50nM d'ADN bicaténaire $\propto$ 500pb multibiotinylé + conjugué Au_{20} + amplification-Ag [annexe II.B.i - / fig-I.2.29]. Grossissement x10000 à échelle réelle d'impression.

Les anions d'oxygène vacants O^- confèrent en effet à l'alumine et au verre une électronégativité propre à la formation de groupements $-OH$ susceptibles :

- d'augmenter localement la concentration de réducteur (voir annexe II.B.i -/éq-I.5) ;
- d'attirer les cations dissociés du nitrate d'argent.

La précipitation résiduelle peut encore s'expliquer par l'électronégativité des terminaisons aldéhydes de la fonctionnalisation par silanes (fig-I.1.2 \ §1.1.1).

On peut donc avancer que l'ion Ag^+ se lie par des forces électrostatiques aux surfaces négatives où l'hydroquinone le réduit. D'abord envisagé pour résorber le bruit de fond, l'ajout du cation Cu^{2+} ayant davantage d'affinité pour les charges négatives s'est également traduit par une absence de signal en conséquence de la compétition avec l'argent pour la fixation aux nanoparticules d'or. Une solution d'albumine – protéine porteuse de nombreuses charges négatives et positives – a enfin permis après cinq

minutes de diminuer le bruit de fond tout en hissant le signal à un micron de diamètre de cristaux (contre deux-cent nanomètres avec H₂Q seule).

iii - Encapsulation / PTFE en boîtier DIL

Dans le but de porter la technique d'encapsulation silicone/verre [Ple07] sur puce MOS, un tampon biseauté de Teflon[®] PTFE^[29] a été usiné pour couvrir la zone sensible dans l'intervalle 0.2—0.6 x 3 mm² pendant l'enrobage des accès électriques. Cette étape a été réalisée sous équipement de micro-assemblage (fig-I.2.31) de sorte à aligner le fil du biseau de 0.3 x 3 mm² entre les connexions.



fig-I.2.31 – Station de placement fin (*FinePlacer*[®])

Plateau sur coussin d'air à vis de précision et optique d'alignement composant/support.
(source : www.finetech.de)

Une balance de précision intercalée sous le boîtier et thermiquement isolée de ce dernier par une chute de silicone permettait d'ajuster la pression appliquée à quelques cent grammes, afin de maîtriser les conditions du contact tout en limitant la déformation de l'embout en PTFE. Suivant la théorie de Hertz, le modèle du contact sphérique permet à cet égard d'évaluer la contrainte mécanique du couple Teflon[®]/verre [Aki3w].

²⁹ Poly-TétraFluorÉthylène (C₂F₄)_n

En notant :

$$R_e = \left(\frac{1}{R_{PTFE}} + \frac{1}{R_{SiO_2}} \right)^{-1} \approx R_{PTFE}$$

le rayon de courbure équivalent du Teflon® sur une interface de silice, avec $R_{PTFE} \approx 0.2\text{mm}$ estimé égal à une demi-largeur d'embout et $R_{SiO_2} \rightarrow \infty$ en raison de la planarité du support,

$$\text{et} \quad E_e = \left(\frac{1 - \nu_{PTFE}^2}{E_{PTFE}} + \frac{1 - \nu_{SiO_2}^2}{E_{SiO_2}} \right)^{-1}$$

le module équivalent d'élasticité de ces deux matériaux de paramètres $\nu_{PTFE} = 0.4$, $\nu_{SiO_2} = 0.208$, $E_{PTFE} = 3.5$ Gpa et $E_{SiO_2} = 72$ Gpa, on calcule la contrainte de poids associée à une déformation $2a$ de part et d'autre de la tête du biseau :

$$p_m = \left(a^3 \frac{2E_e}{3R_e} \right) \frac{1}{g}$$

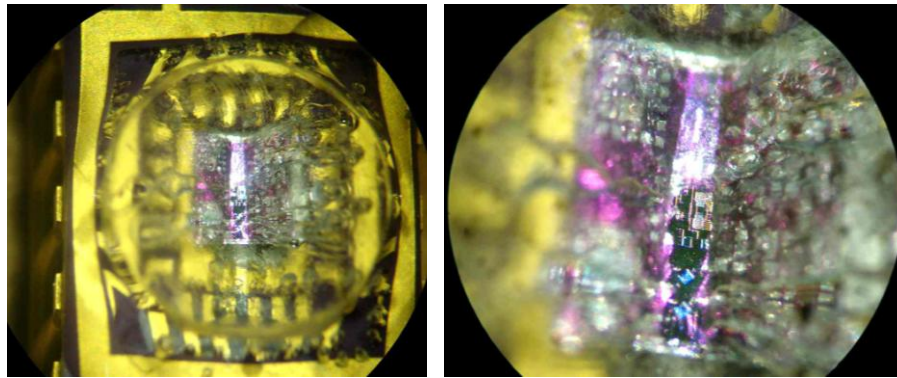
avec $g = 9.81$ N/kg (constante de gravitation),

soit $p_m < 167$ g pour $a < 50 \mu\text{m}$.

Même si le choix du rayon de courbure principal R_{PTFE} est sujet à caution, l'estimation théorique de 100 à 300 grammes correspond à l'ordre de grandeur effectif qui assurerait le maintien du boîtier sans trop détériorer l'embout.

Compromise par la contraction thermique de cuisson, l'adhésion du caoutchouc Sylgard® 182/184 obtenue sur un oxyde de surface s'est néanmoins avérée ne pas procurer d'isolation fiable. Un plasma d'ozone anisotrope de 45 secondes à 30 Watts en réacteur à plaques parallèles suivi d'un séchage sous presse de 90 minutes au four à 65°C active cette adhérence par interaction hydrophile, mais laisse persister un doute sur sa fiabilité en cas d'exposition à l'eau pendant quelques jours [Bha07, Sha07]. On notera en tout état de cause qu'un traitement par plasma isotrope en réacteur circulaire (angl. "barrel") pourrait donner une meilleure activation de l'interstice puce\silicone. Quant à la colle-silicone, sa viscosité provoque un piégeage d'air autour du biseau même à 3 ou 20 % de fixateur au lieu de 10%, formant un réseau de cavités grossières après cuisson. On notera bien

sûr que le dégazage sous vide effectué juste après le mélange base+fixateur ne peut pas être renouvelé sur l'équipement.



grossissement : (a) x 5

(b) x 15

fig-I.2.32 – Encapsulation-DIL au silicone avec tampon sous presse

Le profil en biseau du tampon reproduit par le caoutchouc souffre d'une faiblesse à la jointure sur l'oxyde tandis que l'excès de bulles disloque la colle. Grossissements donnés à échelle réelle d'impression.

Des cellules rénales humaines *HEK293-EAG* stockées à concentration de $7.3 \cdot 10^6$ cellules/mL se sont développées avec succès pendant 3 jours sur ces prototypes de puces, préparés conformément au paragraphe 1.1.1 (nettoyage Hellmanex®) partant d'un échantillon de 4000 cellules dispersées dans 60µL. En raison de la présence d'alumine et d'aluminium en surface, le nettoyage préalable des supports exclut l'acide sulfurique et le peroxyde d'hydrogène employés sinon.

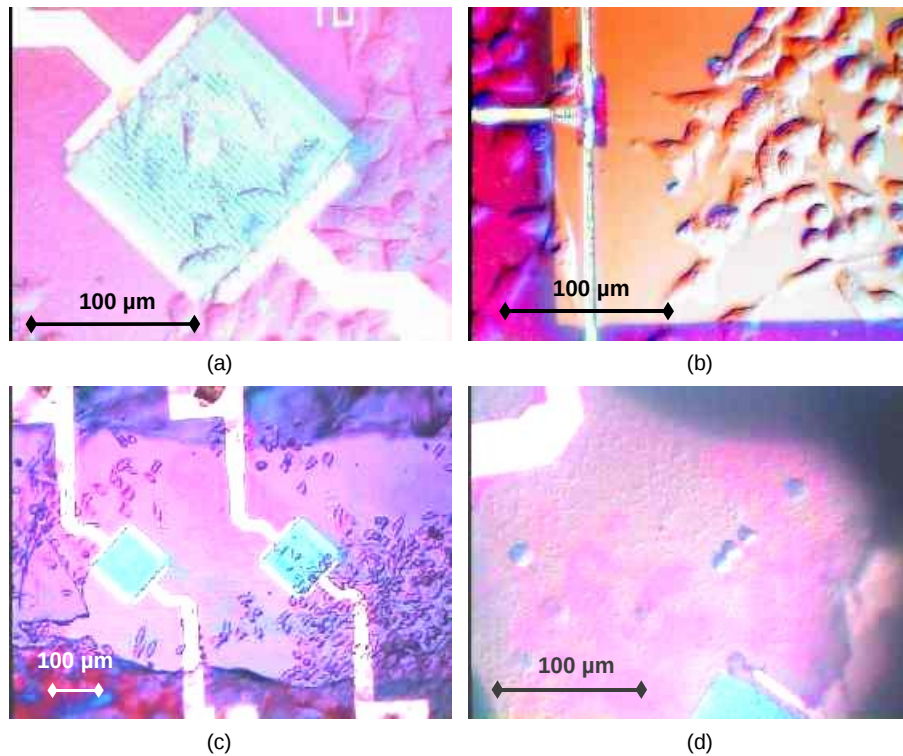


fig-I.2.33 – Cellules *HEK293_EAG* sur $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2\text{-Si}$ encapsulé sous presse (faisabilité)
 (a & c) effet de bord probablement dû à l'arrachement du silicone (c, à gauche). (d-) contamination bactérienne.

Après deux essais, les deux tiers des puces confirmaient une première adéquation des surfaces d'alumine encapsulées au silicone pour l'accroche cellulaire (fig-I.2.33). L'une d'elle subit une contamination bactérienne identifiable – hors l'absence d'adhésion ou de la rondeur excessive des cellules restantes – à la granulosité de la surface et au flou affectant les contours visibles de l'encapsulant (-d). Bien que l'hétérogénéité des couvertures obtenues questionne par ailleurs l'influence du procédé d'encapsulation sous presse (-a & c), ces premiers résultats en situation suboptimale suggèrent la possibilité d'une véritable culture cellulaire dans l'espace confiné d'une cuvette sur puce relativement étroite (voir fig-I.2.32).

iv - Nettoyage de micrograins par silicone

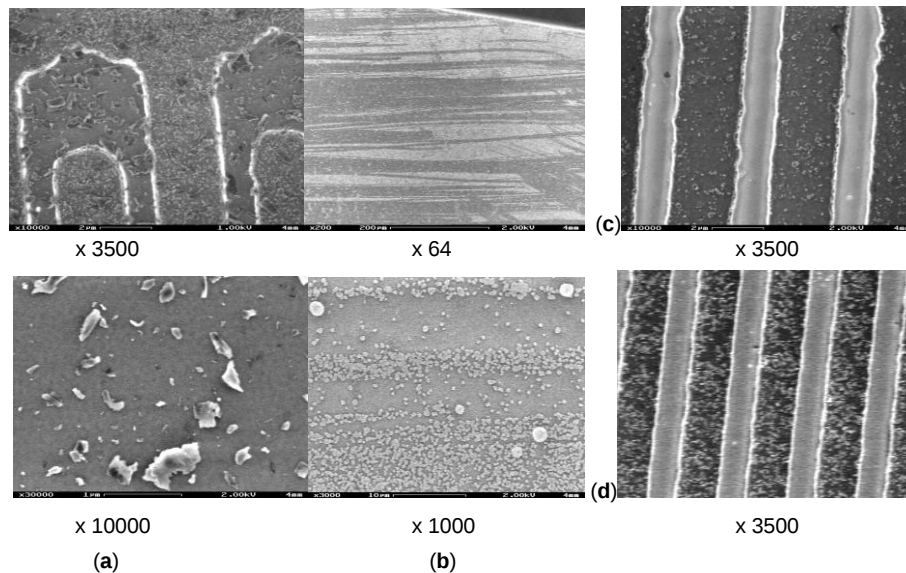


fig-I.2.34 – Dépoussiérage de puces polluées à la découpe

(a-) Etat initial : essuyage manuel (b), acide nitrique et bain ultrasons 20 mn (c), ou moulage avant exfoliation de caoutchouc-silicone (d). Grossissements donnés à échelle réelle d'impression.

Parmi les méthodes de dépoussiérage, soit par dépôt puis exfoliation d'une fine couche de silicone (prise de l'élastomère : 24 h. @ 20°C), soit par époussetage avec un chiffon propre, soit encore par nettoyage au bain à ultrasons, les deux dernières fournissent une différence de couverture comprise entre 20 et 50 % respectivement à 0.0 et 0.05 nanomolaire, tandis que la première restitue l'apparence microscopique des puces à la normale (fig-I.2.34).

Références Bibliographiques

- [Aki3w] M.Akilian; Space Nanotechnology Laboratory, Massachusetts Institute of Technology (<http://web.mit.edu/~makilian/www/2.75/PTFE.htm>)
- [Ale01] I.Alexandre *et al.* Analytical Biochemistry 295:1–8 (2001)
- [All97] J.F.Allemand *et al.* Biophys. J. 73:2064–2070 (1997)
- [And08] N.André *et al.* IEEE Sensors Journal Special issue on Sensors for Breath Analysis, November 2008
- [Ave44] O.T.Avery *et al.* J. Exp. Med. 79:137–159 (1944)
- [Baz06] S.Bazeille *et al.* CMM'06 Caractérisation du Milieu Marin (2006)
- [Bea04] L.Beaunier *et al.* Journal of Electroanalytical Chemistry 566:159–167 (2004)
- [Bha07] S.Bhattacharya *et al.* Applied Surface Science 253:4220–4225 (2007)
- [Bor98] D.A.Borkholder “Cell Based Biosensors Using Microelectrodes”; Ph.D. Thesis, Stanford University (1998)
- [Bur98] M.A.Burns *et al.* Science 282 n°5388:484–487 (1998)
- [Cam10] J.Camps “Notions de biocompatibilité”; Société Francophone de Biomatériaux Dentaires 2009-2010
- [Cav01] B.A.Cavic *et al.* The Analyst 126:485–490 (2001)
- [Che07] L.-C.Chen *et al.* Journal of Alloys and Compounds 434–435:663–667 (2007)
- [Chi07] J.H.Chien *et al.* Applied Physics Letters 91:143901 (2007)
- [Chr96] L.A.Chrisey *et al.* Nucleic Acids Research 24:3031–3039 (1996)
- [Dec91] G.Decher, J.-D.Hong; Makromol. Chem., Macromol. Symp. 46:321–327 (1991)
- [Dil04] K.Dill *et al.* (CombiMatrix®) J. Biochem. Biophys. Methods 59:181–187 (2004)
- [Don04] IEEE SMC_2004 international Conference, pp. 3057–3062
- [Dru03] T.G.Drummond *et al.* Nat. Biotechnol. 21, 10, 1192–1199 (2003)
- [Edm97] C.F.Edman *et al.* Nucleic Acids Research 25 n°24:4907–4914 (1997)
- [End06] Surface Science 600:L71–L75 (2006)
- [Eri06] M.Erikson; Pattern Recognition Letters 27:160–166 (2006)
- [Fen05] Pattern Recognition Letters 26:597–603 (2005)
- [Fou98] S.Four *et al.* J. Appl. Phys., vol. 83 no. 10, 15 May 1998
- [Fra53] R.E.Franklin, R.G. Gosling; Nature 171 n°4356 : 740–741 (1953)
- [Fro03] P.Fromherz; Nanoelectronics and Information Technology, R. Waser, Wiley-VCH Berlin pp. 781–810 (2003)
- [Gon92] C.Raphael & R.E.Woods “Digital Image Processing Gonzalez”; Addison-Wesley, Reading, MA. (1992)

- [Has98] K. Hashimoto *et al.* Sens. Actuators B 46, 220–225 (1998)
- [Hel97] Nanogen® (M.J.Heller, E.Tu) “Active programmable electronic devices for molecular biological analysis and diagnostics”; United States Patent n° 5,605,662 (1997)
- [Hie09] A.Hierlemann, *Procedia Chemistry* 1 (2009) 5–8
- [Hof02] F.Hofmann *et al.* ESSDERC 2002, 487–490 (2002)
- [Hua01] A.Huanosta *et al.* Thin Solid Films 401 (2001) 284–290
- [Ing04] S.Ingebrandt *et al.* Eur Biophys J (2005) 34: 144–154
- [Iqb00] S.S.Iqbal *et al.* Biosensors & Bioelectronics 15:549–578 (2000)
- [Jac94, d’après Mel00] S.C.Jacobson *et al.* Anal. Chem. 66 n°20 : 3472–3476 (1994)
- [Jen04] A.D.Jenkins *et al.* « Glossaire des termes de base en science des polymères » ; GFP, Commission de la nomenclature macromoléculaire (1996)
- [Kös05] Köstler *et al.* Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects 270-271:107–114 (2005)
- [Lau03] G. Laurent *et al.* ESSDERC 0-7803-7999-3 pp. 171–174 (2003)
- [Leh97] Lehr *et al.* J. Histochem. Cytochem. 45:1559–1565 (1997)
- [Li03] J.Li *et al.* IEEE Trans. Electron Devices 50 n°10:2165–2170 (2003)
- [Lin04] W.Lin « Applications de la technologie des Puces à ADN à l’étude de la différenciation méiotique et des mécanismes de recombinaison chez la levure *Saccharomyces cerevisiae* » ; Université Paris 6, thèse de doctorat (2004)
- [Lin07] P. Linderholm *et al.* Biosensors and Bioelectronics 22 (2007) 789–796
- [Liv98] T.Livache *et al.* Biosensors and Bioelectronics 13:629–634 (1998)
- [Lob03] P.-E.Lobert *et al.* Sensors and Actuators B 92:90–97 (2003)
- [Man02] N.Manaresi *et al.* “Microelectronics Meets Biology: Challenges and Opportunities for Functional Integration in Lab-on-a-chip”; ESSDERC (2002)
- [Mar99] A.Martinez-Nistal *et al.* Applied Clay Science 14:235–243 (1999)
- [Med03] G.Medoro *et al.* IEEE Sensors Journal, vol.3 no.3 pp.317–325 (2003)
- [Mel00] D.Meldrum {www.genome.org}; Cold Spring Harbor Laboratory Press ISSN 1088-9051/00 Vol. 10:1288–1303 (2000)
- [Min57] M.Minsky “Microscopy apparatus”; US Patent 3 013467 (1957)
- [Mon03] L.H.Monteiro-Lehal *et al.* Journal of Structural Biology 141:228–239 (2003)
- [Mon06] F.Mondet *et al.* Progrès en Urologie (2006), 16, 311–315
- [Mor04] L.Moreno *et al.* Sensors and Actuators B 98:269–274 (2004)
- [Mor06] F. Morin *et al.* Biosensors and Bioelectronics 21 (2006) 1093–1100
- [Mor07] L.Moreno-Hagelsieb “Anodic Aluminum Oxide Processing, Characterization and Application to DNA Hybridization Electrical Detection”; PhD. Thesis, Université catholique de Louvain (2007)
- [Muh03] Z.Muhammad-Tahir & E.C.Alcilja, IEEE Sensors Journal, vol. 3 no. 4, August 2003
- [Nic07] V.Nicolas & C.Pous « Principe de la microscopie confocale à balayage laser »; Formation permanente ISERM IFR141-ITFM (2007)

- [Non07] C.Nonckreman “Design of materials with nanostructured surface to improve hemocompatibility”; Thèse de Doctorat, Université catholique de Louvain (2007)
- [Ots79] N.Ostu ; IEEE Trans. Syst., Man., Cybern., vol. 26 p.1277-1294 (1979)
- [Pab07] M.Pabst; Eur. Phys. J. E 24:1–8 (2007)
- [Pag04] A.M.Page, Neuropathology and Applied Neurobiology (2004)
- [Pal02] E.Paleček ; Talanta 56 (2002) 809–819
- [Pam02] R.Pampin « Capteur Electronique Intégré à ADN ou Biopuce - Mesure capacitive par électrodes interdigitées » ; Mémoire de Master, Université catholique de Louvain (2002)
- [Pam06] R.Pampin *et al.* « DNA Analytical CMOS Systems-On-a-Chip »; ed. C.A.Grimes, E.C.Dickey & M.V.Pishko, American Scientific Publishers, Encyclopedia of Sensors vol. X, ISBN 1-58883-056-X (2006)
- [Par02] S.-J.Park, T.A.Taton, C.A.Mirkin; Science 295:1503–1506 (2002)
- [Pel00] A.Peled *et al.* Applied Surface Science 154–155:324–330 (2000)
- [Ple07] A.Plečis & Y. Chen; Microelectronic Engineering 84:1265–1269 (2007)
- [Pra07] S.B.Prakash “On-Chip Capacitance Sensing for Cell Monitoring Applications”; IEEE Sensors Journal 7 n°3 (2007)
- [Raj04] M. Rajan {www.bccresearch.com}; Report No. RB-197 (2004)
- [Rev97] M.-E.Reverdy *et al.* Méd. Mal. Infect. 27:711-4 (1997)
- [Sav05] Saveyn *et al.* Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects 262:40–51 (2005)
- [Sch95] M.Schena *et al.* Science 270:467–470 (1995)
- [Sha07] V.Sharma *et al.* Vacuum 81:1094–1100 (2007)
- [Shi02] K.Shimizu *et al.* Electrochimica Acta 47 (2002) 1225–1228
- [Shi06] Optics Communications 263 :156–162 (2006)
- [Sil00] D. de Silvaa & C.T.Wittwerb; Journal of Chromatography B 741:3–13 (2000)
- [Sos97] R.G.Sosnowski *et al.* Proc. National Academy of Science 94:1119–1123 (1997)
- [Sou00] E.Souteyrand *et al.* Applied Surface Science 164 :246-251 (2000)
- [Spr98] C.Sprössler *et al.* Biosensors & Bioelectronics 13:613–618 (1998)
- [Tak01] M.Takagi, Pure Appl. Chem. 73, 10, 1573–1577 (2001)
- [Tat01] T.A.Taton, G.Lu, C.A.Mirkin; J. of the American Chemical Society 123:5164–5165 (2001)
- [Vos03] V. Voskerician *et al.* Biomaterials 24 (2003) 1959–1967
- [Wat53] J.Watson & F.Crick; Nature 171, 737 (1953)
- [Wes00] J.West *et al.* “DNA sensor. II. Biolayer generation and characterisation”; 1st annual conf. Microtechnologies in Medicine and Biology pp. 402–406 (2000)
- [Wil87] D.F.Williams *et al.* Prog. in Biomedical Engineering Devices vol.4 p.72, Elsevier, Amsterdam (1987)
- [Wol06] B.Wolfrum *et al.* Nano Lett., Vol. 6, No. 3, 2006
- [Woo96, d’après Mel00] A.T.Woolley *et al.* Anal. Chem. 68(23):4081-6 (1996)

- [Woo07] D.Woolford *et al.* Journal of Structural Biology 157:174–188 (2007)
- [Wro05] G.Wrobel *et al.* Biophysical Journal 89:3628–3638 (2005)
- [Wu03] X.Wu *et al.* Nature Biotechnology 21 pp.41–46 (2003)
- [Xia98] Y.Xia, G.M.Whiteides “Soft Lithography”; Angew. Chem. Int. Ed. 37:550–575 (1998)
- [Xue02] M.Xue *et al.* Proc. Electron Device Meeting pp. 207-210 (IEDM 2002)
- [Yao08] L.Yao *et al.* CCECE/CCGEI May 5-7 2008 Niagara Falls, Canada
- [Ye03] Y.Ye & H.Ju; Sensors 3, 128–145 (2003)
- [Yge98] J.Ygerabide; Analytical Biochemistry 262:137–156 (1998)
- [Yot04] R.A.Yotter, D.M.Wilson “Sensor Technologies for Monitoring Metabolic Activity in Single Cells—Part II: Nonoptical Methods and Applications”; IEEE Sensors Journal 4 n°4 (2004)
- [Zam00] N.Zammatteo *et al.* Analytical Biochemistry 280:143–150 (2000)
- [Zha06] J.Zhang *et al.* Biomaterials 27 (2006) 5734–5739

= CHAPITRE II =

LIGNES SYMETRIQUES DE DETECTION COPLANAIRES / RUBAN A SUBSTRAT MULTICOUCHE : Eléments Finis et Analyse Conforme Comparés

INDEX DES FIGURES	102
INDEX DES TABLES	105
NOTATIONS :	106
INTRODUCTION	108
DÉPÔT DE BIOMARQUEURS – APPROCHE EFFECTIVE	109
ELECTRODES À LIGNES COPLANAIRES – THÉORISATIONS	111
SUBSTRATS STRATIFIÉS ET QUALIFICATIONS NUMÉRIQUES	113
1 BIOMARQUEURS SPHÉRIQUES EN SIMULATION 2D	116
1.1. REPRÉSENTATION DE BILLES EN COUPE	116
1.2. DIÉLECTRIQUE ÉQUIVALENT À UN RÉSEAU DE FILS CYLINDRIQUES	118
1.3. STATISTIQUE 3D – UNE INTRODUCTION	122
2 MODÈLES ÉLECTRODES \ SUBSTRAT ANALYTIQUES	126
2.1. POSITIONNEMENT DU PROBLÈME :	126
2.1.1. <i>Electrodes parallèles et 'planarisation' de Wheeler</i>	127
2.1.2. <i>Matrice d'admittance, conditions aux frontières</i>	128
2.2. ANALYSE CONFORME MONOCOUCHE – PRINCIPES	130
2.3. 'IMAGES PARTIELLES' MULTICOUCHES – FORMALISMES	132
2.4. COMBINAISONS MULTICOUCHES TRIVIALES :	135
2.4.1. <i>Facteur de forme radial {ruban/coplanaire, mode pair}</i>	135
2.4.2. <i>Forme transverse {coplanaire ε^-, mode impair}</i>	136
2.4.3. <i>Permittivités partielles associées</i>	137
2.5. FACTEURS DE FORMES USUELS – DISCUSSION	138
3 ANALYSES MONOCOUCHE (SIMPLES-FACES)	144
3.1. SECTION SIMPLE-ESPACE :	144

3.1.1. Analyse conforme & transformations asymptotiques.....	146
3.1.2. Propriétés fondamentales et cartographie :.....	148
3.1.2.1. Horizon latéral et région sensible	150
3.1.2.2. Densités de flux et maillage.....	155
3.1.3. Validations numériques (éléments finis)	157
3.2. SECTION MULTI-ESPACE :	161
3.2.1. Analyse conforme & transformations asymptotiques.....	163
3.2.2. Propriétés et cartographie	165
3.2.3. Validations numériques (éléments finis)	168
4 SUBSTRATS MULTICOUCHES	172
4.1. PERMITTIVITÉS CROISSANTES ϵ^+ À MIXTES $\epsilon^\pm$:.....	173
4.1.1. Algorithme général (simple-face).....	174
4.1.2. Qualifications numériques :	177
4.1.2.1. Section simple-espace.....	177
4.1.2.2. Section multi-espace.....	181
4.2. EXTENSION DOUBLE-FACE PAR LIGNE DE TRANSMISSION	185
5 APPLICATIONS & DISCUSSION	187
5.1. SENSIBILITÉS PRINCIPALES :	188
5.1.1. $\{\epsilon_i^*\}$ – Variations diélectriques.....	188
5.1.2. $\{T_i\}$ – Détection d'épaisseur.....	190
5.1.3. $\{A_{ID}\}$ – Tomographie planaire, approche directe.....	194
5.2. CAS D'ÉTUDES :	197
5.2.1. Dispositif MOS (Métal/Oxyde/Semiconducteur) :	197
5.2.1.1. Résultats et observations	200
5.2.1.2. Pertes ohmiques négatives.....	202
5.2.2. Billes conductrices sur dispositif passif :	204
5.2.2.1. Compléments alternatives de modélisation.....	205
5.2.2.2. Discussion	208
CONCLUSION	210
ANNEXES.....	215
III. MARQUEURS SPHÉRIQUES / DISPOSITIF COPLANAIRE :	215
A. Polygones circulaires (dessin).....	215
B. Couplage cylindrique & couche effective	215
C. Statistiques binomiale et normale.....	217
IV. TRANSFORMATIONS CONFORMES – GÉNÉRALITÉS :	219
A. Contradiction de modèles publics par éléments finis	219
B. Approximations.....	220
C. Conditions de calculabilité des modules	221
V. SECTION SIMPLE-ESPACE :	222
A. Modèle monocouche de base :	222

<i>B. Équations-limites :</i>	222
<i>C. Seuils de calculabilité des modules :</i>	224
<i>D. Propriétés du mode impair :</i>	225
VI. SECTION MULTI-ESPACE :	226
<i>A. Modèle de base monocouche</i>	226
<i>B. Équations-limites</i>	227
<i>C. Calculabilité des modules</i>	230
<i>D. Propriétés du mode impair</i>	231
<i>E. Caractéristique accessoire – dispersion radiale libre</i>	233
VII. MODÈLES GÉNÉRAUX À ÉLÉMENTS DISCRETS :.....	233
<i>A. Ligne de transmission élémentaire</i>	233
VIII. AUTRES CARACTÉRISTIQUES APPLICATIVES :.....	235
<i>A. Détection d'épaisseur</i>	235
<i>B. Tomographie planaire simple-espace</i>	238
<i>C. Dispositif MOS – conductance radiale</i>	239
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	240

Index des figures

fig-II.2.1 – Synopsis : biomarqueurs/électrodes planes de détection.....	109
fig-II.2.2 – Décomposition coplanaire d'un substrat bicouche de permittivité décroissante vers l'extérieur.....	113
fig-II.2.3 – Décomposition d'un profil bicouche de ruban à contact arrière	114
fig-II.1.1 [TCAD] Coupes 2D : billes/coplanaires et couche équivalente	117
fig-II.1.2 [Math] Couplage bille-bille résolu par inversion conforme	119
fig-II.1.3 [Math] Paramètres effectifs 2D d'une monocouche de billes.....	121
fig-II.1.4 [TCAD/Math] Billes-effectives / lignes-coplanaires : capacité transverse (éléments finis).....	121
fig-II.1.5 – Distributions aléatoires de billes à 50% de couverture.....	123
fig-II.1.6 [Math] Dépôt effectif – statistique locale	124
fig-II.2.1 – Lignes coplanaires inter-digitées (numérotées 1 & 2), à contact arrière de ruban (n°3, le cas échéant).	127
fig-II.2.2 – Composantes transverse $_xY$ et radiale $_yY$ des admittances d'un ruban à contact arrière	129
fig-II.2.3 – Région restreinte de modélisation conforme (grisée) justifiée par une symétrie supposée d'axe x.....	131
fig-II.2.4 – Admittances partielles de mode impair en bicouches de permittivités extérieures décroissantes (a), ou croissantes avec et sans contact arrière (b & c)	134
fig-II.2.5 – Décomposition SPC des couplages radiaux (en y) de mode pair en ruban multicouche à contact arrière.	136
fig-II.2.6 – Décomposition PPC des couplages transverses (en x) impairs sur coplanaire multicouche de type ϵ^-	136
fig-II.2.7 – Lignes coplanaires\ruban : notations usuelles.	138
fig-II.2.8 [Math-TCAD] Coplanaires multi-espaces sur bicouche ϵ^- : confrontation entre modèles usuels et simulations par éléments finis.	142
fig-II.3.1 – Transformations conformes d'un quartier physique (plan t) permettant d'évaluer l'auto-couplage d'entrée de ligne ($_{xy}p$, $_{xy}s$) et les composantes radiale ($_yp$, $_ys$) ou transverse ($_xp$, $_xs$)	145
fig-II.3.2 [Math] Espace unique : tracé des potentiels complexes (xy).....	150

fig-II.3.3 [Math] Mono-espace : extension des franges latérales et de la région sensible selon l'épaisseur d'un monocouche	152
fig-II.3.4 [Math] Espace unique : extension dans la profondeur (en y) des franges électrostatiques de mode impair	155
fig-II.3.5 [Math] Mono-espace \ monocouche ϵ^+ : densités de maillage	156
fig-II.3.6 [Math-TCAD] Espace unique \ monoruban ϵ^+ : erreurs comparées du modèle analytique.	159
fig-II.3.7 [Math-TCAD] Espace unique \ coplanaire ϵ^- : erreurs analytiques seulement transverses.	160
fig-II.3.8 – Transformations conformes (b-e, e', e'') de la région grisée (a) permettant d'évaluer l'auto-couplage xy d'entrée de ligne (d, e') et la composante y-radiale (d, e) ou x-transverse (d'', e'').	162
fig-II.3.9 [Math] Multi-espace : tracé des potentiels complexes (xy)	166
fig-II.3.10 [Math] Multi-espace : extension dans la profondeur (en y) des franges électrostatiques de mode impair	167
fig-II.3.11 [Math] Multi-espace \ monocouche ϵ^+ : densités de maillage....	168
fig-II.3.12 [Math-TCAD] Multi-espace \ ruban ϵ^+ : erreurs comparées du modèle analytique.	170
fig-II.3.13 [Math-TCAD] Multi-espace \ coplanaire ϵ^- : erreurs analytiques (transverses)	171
fig-II.4.1 – Admittances partielles de substrat en mode impair	172
fig-II.4.2 – Décomposition mixte (xy) des couplages partiels de mode impair en ruban ϵ^+ à contact arrière.	173
fig-II.4.3 [Math] Rapport diélectrique variable : capacités transverses (x) d'un bicouche	176
fig-II.4.4 [Math] Cas-tests de T-sensibilité sur ruban bicouche	177
fig-II.4.5 [Math-TCAD] Espace unique \ bi-ruban ϵ^+ : erreurs analytiques en bicouche SiO ₂ /H ₂ O épais, par proto- ou <i>pseudo</i> -images.	178
fig-II.4.6 [Math-TCAD] Espace unique \ bi-ruban ϵ^+ : erreurs analytiques en bicouche SiO ₂ /H ₂ O à $T_1/T_2 = 1/2$, par proto- ou <i>pseudo</i> -images	179
fig-II.4.7 [Math-TCAD] Espace unique \ ruban ϵ^+ : erreurs analytiques en bicouche mixte, H ₂ O/SiO ₂ épais avec contact arrière	180
fig-II.4.8 [Math-TCAD] Multi-espace \ biruban ϵ^+ : erreurs analytiques en bicouche SiO ₂ /H ₂ O épais, par capacités partielles ou séries	182
fig-II.4.9 [Math-TCAD] Multi-espace \ bi-ruban ϵ^+ : erreurs analytiques en bicouche SiO ₂ /H ₂ O à $T_1/T_2 = 1/2$, par capacités partielles ou séries	183
fig-II.4.10 [Math-TCAD] Multi-espace \ ruban ϵ^+ : erreurs analytiques en bicouche mixte, H ₂ O/SiO ₂ à contact arrière lointain.	184
fig-II.4.11 – Modèle biface par ligne de transmission simple	185

fig-II.4.12 [Math-TCAD] Multi-espace biface {milieu extérieur/ruban monocouches} : erreurs transverses	186
fig-II.5.1 [Math] Test multi-espace \ bicouche dégénéré : sensibilité transverse à la première interface.....	188
fig-II.5.2 [Math] Coplanaire bicouche ϵ^- ou ϵ^+ : ϵ_1 -sensibilités transverses relatives & ordonnées isotropiques 'effectives'	189
fig-II.5.3 Cas-tests en coplanaire\rubans monocouches.	190
fig-II.5.4 [Math] Multi-espace \ monoruban : sensibilités à l'épaisseur	191
fig-II.5.5 [Math] Test multi-espace \ bicouche ϵ^- : sensibilité transverse à la première épaisseur (intérieure).....	192
fig-II.5.6 [Math] Multi-espace coplanaire ϵ^- ou ϵ^+ : T_1 -sensibilités transverses et ordonnées isotropiques 'effectives'	193
fig-II.5.7 [Math] Coplanaire bicouche ϵ^- ou ϵ^+ : T_1 -sensibilités transverses relatives & ordonnées isotropiques 'effectives'	194
fig-II.5.8 [Math-TCAD] Multi-espace coplanaire \ ruban SOI intrinsèque avec grille arrière.....	196
fig-II.5.9 – Coplanaire\ruban : Métal-Oxyde-Semiconducteur.....	199
fig-II.5.10 [Math-TCAD] Coplanaire\ruban MOS : capacité en fréquence ...	201
fig-II.5.11 [Math-TCAD] Coplanaire\ruban MOS : conductance.....	202
fig-II.5.12 – Couples de transformations étoiles→triangles successives....	203
fig-II.5.13 – Billes/coplanaire : algorithme total	205
fig-II.5.14 – Ligne de transmission transverse-transverse	207
fig-II.5.15 [Math-Expe] Confrontation modèles / mesures.....	207
fig-II.5.16 – [Math-TCAD] Mono-espace coplanaire sur bicouche ϵ^- : confrontation de modèles usuels aux simulations par éléments finis.	219
fig-II.5.17 – [Math-TCAD] Mono-espace coplanaire\ruban sur bicouche ϵ^+ : confrontation de modèles usuels aux simulations à éléments finis. ...	220
fig-II.5.18 [Math] Multi-espace \ milieu infini : extension radiale (en y) des franges électrostatiques de mode impair.	233
fig-II.5.19 – Ligne de transmission simple	233
fig-II.5.20 – [Math] Multi-espace \ monoruban : capacités selon l'épaisseur	235
fig-II.5.21 – [Math] Multi-espace \ coplanaire ϵ^- : capacité transverse en fonction de la première épaisseur intérieure T_1	235
fig-II.5.22 – [Math] Simple-espace \ monoruban : capacités et sensibilités selon l'épaisseur	236
fig-II.5.23 – [Math] Simple-espace \ monoruban : capacité transverse et sensibilité selon la première épaisseur (intérieure)	237

fig-II.5.24 [Math-TCAD] Simple-espace \ SOI $\epsilon^{\pm}$: couplages diélectriques et erreurs analytiques	238
fig-II.5.25 [Math-TCAD] Coplanaire\ruban MOS : conductance.....	239

Index des tables

table-II.2.1 – Combinaisons multicouches usuelles.....	133
table-II.2.2 – Facteurs de formes usuels (monocouches).....	141
table-II.3.1 – Simple-espace : seuils de fiabilité du modèle en substrat épais ou film fin selon la précision de calcul	148
table-II.3.2 – Frontières de références et paramètres de maillage	157
table-II.3.3 – Multi-espace : seuils de fiabilité du calcul selon sa précision, en monocouche épaisse ou fine.....	165
table-II.5.1 – Dimensions équivalentes de polygones circulaires.....	215
table-II.5.2 – Identités et approximations de fonctions usuelles.....	221

Notations

Lignes coplanaires symboliques

$\{1\}$ -	section coplanaire mono-espace (1 couple de 2 lignes)
$\{N_{ID}\}$ -	coplanaire multi-espace (N_{ID} couples de lignes adjacentes ou espaces inter-digitaux)

Symboles de substrat

- ...	dispositif coplanaire sans contact arrière
- ... --	dispositif ruban/coplanaire à contact arrière
4 \ 9 \ 1	profil de permittivités caractérisé : substrat triple-couche de constantes diélectriques arrondies 4, 9 et 1 relatives au vide, énoncées de gauche à droite depuis la surface coplanaire vers l'extérieur.
$\varepsilon^{-}, \varepsilon^{+}, \varepsilon^{\pm}$	nature des interfaces du substrat vu depuis la surface coplanaire vers l'extérieur, à savoir respectivement : profil monotone de permittivités décroissantes (ε^{-}) ou croissante (ε^{+}), et entrelacement arbitraire ($\varepsilon^{\pm}$).

Variables géométriques

$\Lambda_{ID} = \Lambda_c + \Lambda_g$	distance Inter-Digitale d'un couple de lignes conductrices coplanaires larges de Λ_c et espacées de Λ_g (angl. <i>gap</i>)
D_i	Distance ou profondeur (angl. <i>Depth</i>) de la $i^{\text{ème}}$ interface entre strates adjacentes, ou épaisseur cumulée des i premières couches au départ de la surface coplanaire du substrat

$_{xy}T_{\#}$	épaisseur particulière de ruban à contact arrière, dite « <i>isotropique</i> », où flux transverse (axe x) et radial (y) s'égalisent – en polarisation impaire des électrodes
$_{\infty}T_{\#}$	profondeur « <i>isotropique</i> » en milieu infini, distinguant champs proche et lointain à égale contribution de flux transverse (structures coplanaires en polarisation impaire)
$_{xy}C, {}_xC, {}_yC$	respectivement : capacités d'auto-couplage de ligne, de couplage transverse entre lignes coplanaires, ou radial ligne-à-masse en ruban à contact arrière.
$_{xy, x, y}C_i$	contribution en capacité partielle (mixte, transverse ou radiale) de la couche i

Introduction

Toute mesure physicochimique nécessite d'adapter la tête sensible des instruments aux propriétés et aux dimensions des *stimuli* ciblés. La mesure de biomarqueurs sur dispositifs électroniques intégrés requière en outre le développement d'outils logiciels permettant de comprendre les interactions du capteur avec ses cibles microscopiques. L'emploi de cristaux d'argent pour marquer l'ADN constitue à cet égard un cas d'étude générique pour la micro-électronique, s'agissant de caractériser une couverture variable d'inclusions métalliques au moyen de signaux électriques et de structures adaptées à leur acheminement. Les paramètres d'importance sont dans ce cas la conductivité des biomarqueurs d'argent, la nature diélectrique du support s'il s'agit de verre ou de polymère, et plus généralement les propriétés du milieu à l'interface duquel s'effectue la mesure. L'objectif est de maîtriser la chaîne liant la conception théorique et la fabrication du capteur, sa mise en œuvre pratique et finalement l'extraction de caractéristiques significatives.

Parmi les topologies envisageables, les plus simples sont les pistes conductrices de faible épaisseur imprimées sur un support essentiellement passif. Arrangées sur une même face, elles prennent le qualificatif de « coplanaires », électrodes compactes de formes diverses ou à lignes parallèles, éventuellement organisées en réseau périodique. Un support recouvert d'un large plan conducteur sur son autre face porte le nom de « ruban » à contact arrière. Même différemment structurés (p-ex. en cercles, méandres ou dents de scie) et/ou comprenant des sites particuliers (typ. coins intérieurs ou bords extérieurs de lignes), les motifs coplanaires peuvent être décomposés en sections infinitésimales localement rectilignes simplifiant leur étude théorique.

Pour décrire de tels dispositifs sensibles, le parti pris par ce Chapitre consiste à développer un ensemble réduit d'équations analytiques et algorithmes de calcul susceptibles d'atteindre une précision de l'ordre de $\pm 10\%$ dans une large gamme d'applications. En limite de validité, une continuité de fonctionnement doit être assurée, qui rende compte d'une tendance cohérente. Leur validation repose sur un logiciel commercial de simulation discrète, par éléments finis (TCAD³⁰). Ce socle de référence

³⁰ angl. "Technology Computer-Aided Design", p-ex. suite logicielle Synopsys/ISE®

permet de raisonner sur un modèle idéal, affranchi des contingences expérimentales et massivement paramétrable.

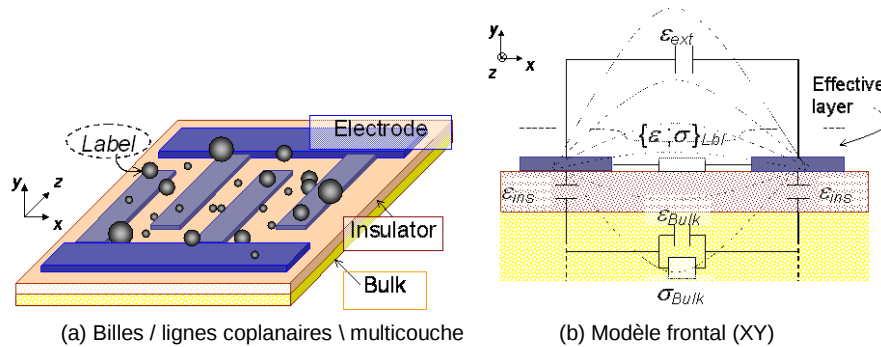


fig-II.2.1 – Synopsis : biomarqueurs/électrodes planes de détection

(a-) Electrodes à réseau de lignes coplanaires isolées sur un support pour la détection de biomarqueurs circulaires. (b-) Illustration des couplages par strates avec indication de leurs propriétés essentielles, en présence d'une couche effective substituée à la dispersion de marqueurs.

Depuis l'architecture du support jusqu'au milieu extérieur en passant par les structures de surface, la représentation des capteurs amène à gérer un grand nombre de paramètres. La description de lignes conductrices porte d'abord sur leur nombre, leurs largeur et espacement, ainsi que sur leur épaisseur. Celles du support et du milieu de mesure incluent le nombre de couches qui les constituent, les épaisseurs de celles-ci, ainsi que leurs constantes diélectriques et conductivités respectives. De manière versatile, un dépôt de biomarqueurs singuliers contribue aux couplages entre électrodes plus ou moins sensiblement en fonction de ses propriétés. Mais sa forme discontinue complique l'intégration des effets associés dans un modèle multicouche unifié (fig-II.2.1), qui exploite plutôt des paramètres effectifs tels qu'épaisseur, permittivité et conductivité équivalentes.

Dépôt de biomarqueurs – approche effective

Les approximations de milieu effectif font l'objet d'une littérature abondante [voir Orl92]. Les techniques expérimentales procèdent par caractérisation en fréquence de volumes matériels comportant une portion

modérée d'inclusions ponctuelles noyées dans une matrice homogène, suivie d'une identification de ses propriétés macroscopiques par le biais d'un circuit équivalent R--C [Son00, Mat99]. Les composés simples de conducteurs et d'isolants affichent en effet une relation courant/tension linéaire (loi d'Ohm). A faible couverture par ailleurs, les mélanges peuvent être considérés comme proportionnels et les propriétés microscopiques individuelles des inclusions minoritaires affectent peu le comportement global. A plus forte couverture néanmoins, les particules commencent à interagir localement jusqu'à former des ponts de connexion à plus large échelle. Le seuil de percolation correspondant suit approximativement l'inverse du nombre de dimensions topologiques principales [Abe97, Kir73], soit typiquement 50% d'aire en 2D (couche surfacique) ou 30% de volume en 3D (bloc massif). L'étude des composites couple ainsi théories de la percolation et des milieux effectifs [p-ex. Dav76], entre considérations micro- et macroscopiques.

Dans un cadre plus formel, les solutions de Landauer-Bruggeman supposent un champ partout identique au sein d'une matière homogène [Lan78, Orl92], dont l'évaluation se ramène à une moyenne des influences ponctuelles dues aux inclusions. Initialement appliquées en quasistatique sur des composés passifs linéaires, cette approche de base a néanmoins connu des extensions dynamiques ou transitoires en composites non linéaires, appliquées par exemple à une estimation fréquentielle du bruit produit par des fluctuations aléatoires de conductivité [Str98]. Les développements plus fondamentaux s'attachent cependant à affiner la résolution locale du champ, en y intégrant les propriétés microscopiques des composites indépendamment du processus parallèle de percolation. On relève notamment l'approximation numérique par régions d'influence discrètes [Ios99], qui restreint l'estimation du champ moyen au seul voisinage des inclusions. Un formalisme par '*tenseurs de polarisation généralisés*' permet ainsi de modéliser les faibles couvertures de particules, en composite isotrope ou non [Amm07]. Un autre exemple, de type variationnel, utilise des fonctions de Green pour l'approximation du champ local puis estime la résultante énergétique globale par optimisation stochastique à base gaussienne, en composites fortement non-linéaires, isotropes ou non [Pel01]. Bien que de telles méthodes à maillage 'amorphe' offrent une granularité modérée, plus légère que d'autres (typ. éléments finis), leurs traitements statistiques sous-jacents requièrent des algorithmes itératifs variablement complexes.

Dans la perspective d'une intégration logicielle, modéliser la détection de biomarqueurs par électrodes coplanaires se pose plutôt en défaveur de ces procédures. En premier lieu, les microdispositifs évoqués mesurent des propriétés de surface à des échelles similaires aux dimensions et à l'écartement moyen des inclusions. Ceci signifie que les interactions bille-bille et électrodes-billes en champ proche sont également prépondérantes et nécessiteraient, le cas échéant, une gestion paritaire de régions d'influence associées aux lignes coplanaires. En second lieu, les caractères itératif et fortement non linéaire de ces algorithmes complexifient leur implémentation à l'intérieur d'autres codes discrets (typ. éléments finis ou analyse récursive), et tendent à freiner le suivi de mécanismes physiques déjà échelonnés sur de multiples niveaux d'abstraction. En dernier lieu, une approche 2D validée par éléments finis comme celle qui a été poursuivie dans ce Chapitre ne permet pas de qualifier de telles procédures, axées plutôt vers l'interprétation de données expérimentales *a posteriori*.

Pour toutes ces raisons, un modèle plus simple a été développé qui exclut les composites spéciaux et ramène les aspects statistiques à une seule loi de probabilité linéaire, binomiale en l'occurrence. En tablant sur une répartition régulière de marqueurs cylindriques essentiellement conducteurs dans un milieu passif, où s'établit un champ électrostatique moyen, ce premier travail se décline alors en deux phases (paragraphe 1) :

- ➔ approximation bidimensionnelle de marqueurs cylindriques (§1.1) ;
- ➔ analyse d'un couplage bille-bille, et déduction des épaisseur et permittivité effectives d'une couche équivalente au dépôt (§1.2).

Electrodes à lignes coplanaires – théorisations

De leur côté, les guides d'ondes ou réseaux inter-digités d'électrodes à lignes coplanaires/microrubans se rencontrent fréquemment dans les dispositifs semiconducteurs [Swa73, Ave01, Cho02], les coupleurs électromécaniques à ondes millimétriques [Gre71, Gre82, Cav02], les transducteurs [Tan09, And08, Pam06, Mor04, Ger98, Hor00, Kur00, Höl03, Muk07, Sch04, Bas01, Yao08, Nis99] ou actionneurs [Ram99, Do04] à basse fréquence, et les amplificateurs radiofréquences [Chi07, Kin73, Bau84]. Hormis les techniques de transformations conformes, leur conception usuelle par ordinateur se base sur les mathématiques discrètes telles qu'éléments finis [Zhe08, Alf01], décomposition en séries numériques des potentiels et du

champ le long des axes géométriques dans le domaine spatial ou de Fourier [Gly87, Hor90], ou autres approches intermédiaires appliquant des solutions particulières aux frontières considérées : équations variationnelles, intégrales, méthode de relaxation [Yam68, Cra78, Ale78, Yme01]. En dehors des bords infinis, les méthodes de moments demeurent les plus versatiles mais requièrent l'ajustement critique des contraintes et/ou algorithmes non linéaires de maillage (p-ex. réseaux de neurones artificiels [Alf01]) pour garantir précision et répétabilité. Egaleme nt universelle, la décomposition spectrale peut typiquement gérer l'anisotropie de matériaux et abaisser l'erreur-planche r à raison du nombre d'itérations ou de fonctions de base, mais manque généralement de critère de convergence. En outre, l'échantillonnage inhérent à ces approches tend à occulter la compréhension des mécanismes physiques, d'autant que la non-linéarité des problèmes empire avec la complexité géométrique.

L'analyse conforme offre quant à elle une aptitude à cartographier les champs et fournit des expressions réduites pour les caractéristiques globales des dispositifs, par le biais de fonctions et/ou intégrales elliptiques [Abr92, Law89] – combinées itérativement dans les cas de couches multiples. Hormis la difficulté initiale du choix des transformations, leur principal désavantage réside dans les restrictions calculatoires liées au codage-machine. Des implémentations judicieuses publiées dans la littérature portent mention occasionnelle d'approximations asymptotiques pour les facteurs de forme extrêmes, mais l'absence de critère de calculabilité explicite porte toutefois préjudice à leur fiabilité et leur adoption en ingénierie. Les articles en question concernent des électrodes coplanaires sur permittivités extérieurement décroissantes (p-ex. milieu verre\air) [Igr04, Gev96] ou coplanaires\microrubans à contact arrière [Gev95, Ghi87]. A ce stade, il faut noter que les transformations conformes et la décomposition de supports multicouches, certes inter-dépendantes, relèvent néanmoins de deux procédures distinctes. La première se focalise sur l'analyse monocouche individualisée, alors la seconde s'attache à la recombinaison itérative globale des strates caractérisées. Les questions de calculabilité concernent fondamentalement l'analyse conforme, qui conditionne ensuite toute association multicouche. La deuxième étape essentielle de ce travail consiste donc à soigner la formulation d'équations monocouches valides sur une gamme d'applications aussi large que possible, en répondant aux objectifs suivants (paragraphe 3) :

- ➔ sélection de formes analytiques valides ;
- ➔ réduction asymptotique des équations à film fin et substrat épais ;

→ expression des limites de calculabilité correspondantes.

Ce Chapitre traite exclusivement des électrodes inter-digitées comportant un nombre de lignes égal à deux ou supérieur à quatre – resp. $N_{ID} = 1$ au paragraphe 3 ou $N_{ID} \geq 3$ en §3.2. Dans les faits, ce choix n'exclut que les guides d'ondes à trois pistes (c-à-d. $N_{ID} = 2$), qui répondent cependant à des expressions largement éprouvées par la littérature consacrée aux radiofréquences [Fou84, Ghi03]. Par ailleurs, la priorité ayant été donnée aux problématiques des épaisseurs du substrat, les largeurs ou espacements extrêmes de lignes ne sont pas traitées en détail mais néanmoins abordés au travers du rapport espace/périodicité.

Substrats stratifiés et qualifications numériques

La littérature concernant les algorithmes de modélisation multicouche fait seulement état de quelques solutions pour des substrats dont les propriétés s'échelonnent de façon monotone d'une strate à la suivante. Ces propositions se rapportent particulièrement aux profils de permittivités strictement décroissantes ou croissantes, respectivement considérées dans la direction ligne-à-ligne transverse (fig-II.2.2) ou ligne-à-masse radiale (fig-II.2.3).

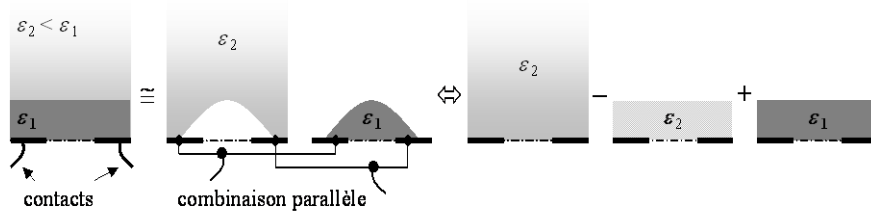


fig-II.2.2 – Décomposition coplanaire d'un substrat bicouche de permittivité décroissante vers l'extérieur

La méthode illustrée pour des constantes diélectriques ϵ_i pures s'applique identiquement en présence de conductivités pures (σ_i), successivement décroissantes vers l'extérieur dans le cas présenté.

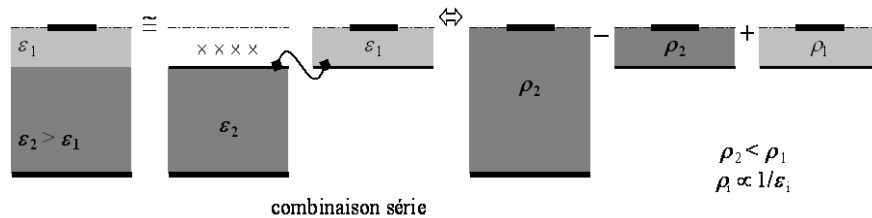


fig-II.2.3 – Décomposition d'un profil bicouche de ruban à contact arrière

Bien que la constante diélectrique ε constitue généralement la propriété de référence pour ce type de représentations, il est ici plus commode d'illustrer la mise en série de résistivités ρ_i croissantes vers l'extérieur, multiples inverses de permittivités extérieurement décroissantes.

Seules quelques rares publications tentent d'intégrer les couplages dans ces deux directions pour les motifs périodiques à permittivités extérieures croissantes ou mixtes, p-ex. en substrats silicium-sur-isolant ou autres hétérostructures. S'agissant des permittivités croissantes en particulier, les combinaisons séries et/ou parallèles des composantes partielles de strates communément décrites par certains auteurs [Syt01, Gev03b] s'avèrent relativement instables, souffrant d'erreurs jusqu'à plusieurs ordres de grandeurs. Les substrats de permittivités mixtes attendent quant à eux encore proposition [Ghi03]. Le troisième travail rapporté dans ce Chapitre propose donc une amélioration en deux stades (paragraphes 2 et 4) :

- ➔ présentation des principales approches usuelles (§2.3) et rappel détaillé des cas d'étude fondamentaux les plus légitimes (§2.4) ;
- ➔ synthèse d'un algorithme itératif (§4.1.1) généralisant la modélisation de substrats multicouches à permittivités extérieures (dé)croissantes ou mixtes.

La mise en place de cas-tests fiables sous éléments finis (angl. FE, "*finite-elements*"), implémentés à l'intérieur d'une suite logicielle commerciale, constitue la trame de fond des travaux de qualification évoqués jusqu'ici. Une telle validation numérique [Hor00, Ghi87] a été préférée aux comparaisons basées sur des mesures [Igr04, Gev03b, Tet03, Olt99, Ger98, Fou84], inadaptées aux tests intensifs et souffrant d'aléas expérimentaux par nature différents des incertitudes théoriques. Les évaluations-FE discrètes ouvrent la possibilité de mener une multitude de tests par ajustement des paramètres de maillage ou des frontières géométriques, et sont confrontées à des imprécisions de type logique semblables aux limites calculatoires de l'analyse conforme. Leurs deux désagréments principaux proviennent de la

finitude des frontières du domaine simulé et des résolutions de maillage envisageables, conditionnés par le temps de calcul et la mémoire disponibles en machine. La qualité de simulations-FE dépend par conséquent de la délimitation préalable des frontières critiques du domaine géométrique.

En première application du paragraphe 3 (voir plus haut), les analyses monocouches permettent de situer les profondeurs et largeurs optimales englobant l'essentiel des champs – c-à-d. les extensions de franges radiales et latérales – ainsi que les densités de flux associées. Destinés aux physiciens et ingénieurs de conception, ces caractéristiques fondamentales ont en outre permis de mettre à jour les expressions très simples de profondeurs ou d'épaisseurs particulières, qualifiées d'«*isotropiques*». Il s'agit de distances de référence autour desquelles les composantes de couplage transverse (ligne-à-ligne) et radial (ligne-à-masse) s'égalisent. En d'autres termes, les épaisseurs *isotropiques* distinguent champs proche et lointain dans un régime intermédiaire compris entre film fin et substrat épais. Ces paramètres *isotropiques* d'intérêt général (voir paragraphe 5) recèlent un certain nombre de propriétés exclusives.

En résumé, les résultats rapportés dans ce Chapitre s'organisent en cinq parties :

- §1 – émulation d'un dépôt de biomarqueurs par transformation analytique de cylindres couplés, vers un modèle de couche effective ;
- §2 – revue des principes et algorithmes usuels pour la modélisation d'électrodes à lignes coplanaires/ruban en substrats multicouches ;
- §3 – analyse d'une seule paire de lignes isolées ainsi que d'un réseau infini de lignes parallèles inter-digitées ;
- §4 – proposition et tests d'un algorithme généralisé de modélisation multicouche ;
- §5 – conséquences applicatives et discussion.

1 Biomarqueurs sphériques en simulation 2D

Afin d'appréhender l'influence de marqueurs granulaires déposés sur un réseau inter-digité d'électrodes coplanaires, on considère une monocouche régulière de billes indéformables distribuées à intervalle constant. Cette représentation de sphères rigides, disposées en réseau cubique à face centrée³¹ [Ios99], ne rend pas compte de la distribution aléatoire de marqueurs ni de leur percolation à plus de 50% de couverture [voir à ce sujet Kir73, Ber76, Bal84, Ios99]. Toutefois, elle facilite la répétition de tests à l'identique ainsi que la comparaison entre différentes topologies ou modélisations. En simulation par éléments finis, une série impaire de trois ou cinq couples inter-digités sont dessinés, sur chacun desquels on dépose la même série de grains de gauche à droite, en partant du milieu de l'une des deux lignes coplanaires considérées à chaque itération. Pour diversifier légèrement les conditions du placement, un décalage aléatoire jusqu'à deux fois l'espacement moyen des grains est introduit au départ de chaque série interélectrode pour la disposition du premier grain (voir fig-II.1.1-a). L'analyse mathématique se portera quant à elle sur un couple de billes ou cylindres adjacents pris isolément, dont la distance moyenne déterminera les propriétés effectives globales d'une couche homogène équivalente. Il s'agit donc de l'approche électrostatique locale d'un dépôt de billes multiples, et l'on montrera que l'erreur d'approximation due au choix d'un modèle binaire restera faible (voir §1.2).

1.1. Représentation de billes en coupe

Un environnement de simulation bidimensionnel travaille à partir de coupes rapportées sur une profondeur donnée (p-ex. 2D extrudée sur 1 micron sous Synopsys/ISE®-TCAD). Les billes représentées par des cercles ou polygones (voir annexe III.A) sont ainsi traitées comme des cylindres. Une optimisation géométrique a donc été recherchée pour maximiser la vraisemblance de ces représentations 2D avec la réalité tridimensionnelle des billes. Le double critère retenu consiste à identifier le volume et l'aire du

³¹ angl. 'face-centered cubic lattice'

cylindre équivalent à ceux d'une bille tridimensionnelle, à l'exclusion de ses deux sections circulaires. Il en résulte un rayon et une longueur d'extrusion R_o et L_o respectivement tels que :

$$R_o = \frac{2}{3} R_\Theta \quad \text{et} \quad L_o = 3 R_\Theta,$$

où $R_\Theta = \frac{1}{2} D_\Theta$ désigne le rayon (et D_Θ le diamètre) d'une bille.

L'écartement centre-à-centre moyen entre marqueurs successifs dans la direction transverse (${}_x\Delta_o$) et la profondeur (${}_z\Delta_o$) s'expriment alors en fonction de la couverture de surface κ des cylindres équivalents tels que, respectivement :

$${}_x\Delta_o = 2 \cdot R_o / {}_x\kappa \quad \text{éq-II.1}$$

$${}_z\Delta_o = L_o / {}_z\kappa$$

$$\text{où} \quad {}_x\kappa = {}_z\kappa = \sqrt{\kappa}.$$

Le paramètre $\sqrt{\kappa}$ ramène ici la couverture surfacique globale à une densité unidimensionnelle moyenne le long de chacun des deux axes (XZ), c-à-d. vue en coupe transverse ou dans la profondeur.

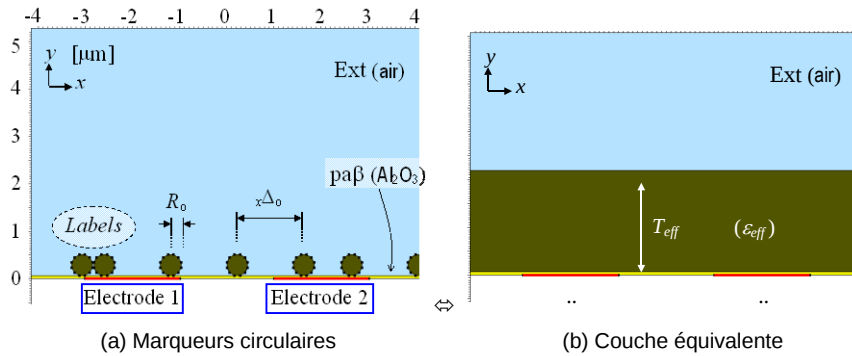


fig-II.1.1 [TCAD] Coupes 2D : billes/coplanaires et couche équivalente

Structure : passivation Al_2O_3 @ 70nm \ marqueurs $\varnothing 0.67\mu\text{m}$ \ Air sur lignes coplanaires de $\{2+2\}\mu\text{m}$ – numérotée 1 et 2. (a-) Illustration d'une couverture $\kappa = 10\%$ de cylindres $\varnothing 0.45\mu\text{m}$ et (b-) d'une couche équivalente d'épaisseur T_{eff} et constante diélectrique ϵ_{eff} .

Dans la perspective d'une modélisation tridimensionnelle par extrusion simple, le couplage transverse ${}_xC_\Theta$ moyen par unité de profondeur au-travers d'une couche marquée peut alors se calculer comme la somme pondérée de deux valeurs : la première ${}_xC_o$ en présence des cylindres sur une profondeur L_o , et la seconde ${}_xC_{blank}$ à vide sur la distance (${}_z\Delta_o - L_o$), telles que :

$${}_xC_\Theta = ({}_z\kappa \cdot {}_xC_o + {}_xC_{blank}) / (1 + {}_z\kappa). \quad \text{éq-II.2}$$

Quelle que soit la combinaison retenue en 3D, il importe donc de résoudre en premier lieu le couplage $\times C_0$ par unité de profondeur propre à un dépôt monocouche de cylindres, vu en coupe transversale comme un tissu de fils parallèles à sections circulaires. L'approche retenue ne se base que sur une couple de deux billes, négligeant donc la multiplicité des marqueurs d'un dépôt réel. Bien que partielle, cette approximation a été choisie par simplification dans un cadre analytique déjà complexe, et servira en outre également dans le Chapitre III.

1.2. Diélectrique équivalent à un réseau de fils cylindriques

L'interaction électrostatique de marqueurs circulaires présente des effets de franges prépondérants. On évalue leur couplage élémentaire par transformation conforme dans un système comportant deux billes supposées parfaitement conductrices, isolées dans un milieu homogène infini de permittivité ϵ_{ext} . L'objectif consiste à dériver les propriétés d'une couche effective équivalente à un dépôt de billes, en fonction de la distance moyenne séparant deux exemplaires adjacents – pris isolément. L'erreur commise en isolant deux billes adjacentes au lieu d'en intégrer une distribution multiple peut raisonnablement être estimée inférieure à un facteur 2 voire, étant donnée l'aspect quadratique du problème, inférieure à $\sqrt{2}$ (c-à-d. $\pm 40\%$) et ne change donc pas vraisemblablement les ordres de grandeur à être évalués. On notera d'ailleurs plus loin l'excellente concordance obtenue entre un calcul de couche effective réalisé à partir d'un seul couple de billes et des simulations numériques réalistes en comportant une multiplicité (voir plus loin, fig-II.1.4).

Pour simplifier, on néglige en outre la déformation des champs introduite par un support de permittivité éventuellement différente. Les lignes de flux suivent alors des trajectoires ellipsoïdales perpendiculaires au plan de symétrie inter-marqueurs ainsi qu'à la surface des billes. La géométrie circulaire des marqueurs et la substitution d'un contact parfait à l'endroit du plan médian justifient la résolution en coupe d'une moitié du problème seulement (fig-II.1.2-a).

Par inversion complexe autour du barycentre x_{inv} des charges distribuées en périphérie d'un cylindre [Bin63], l'un des demi-plans bordés par l'axe médian peut ainsi être transformé en section coaxiale, tel qu'illustré en fig-II.1.2. La capacité cylindre|plan-médian par unité de profondeur s'écrit en fonction de la densité transverse ${}_x\kappa$ comme (annexe III.B) :

$$C_{o|} \equiv \varepsilon_{ext} \frac{2\pi}{\ln(\sqrt{1-{}_x\kappa^2} + 1) - \ln({}_x\kappa)}.$$

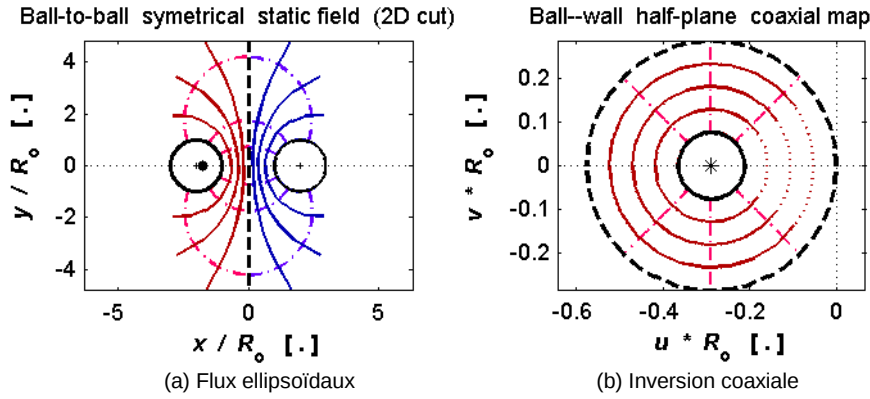


fig-II.1.2 [Math] Couplage bille-bille résolu par inversion conforme

Cartographie symétrisée des potentiels complexes du demi-plan gauche, autour de 2 cylindres distants de ${}_x\Delta_0=4R_0$, soit ${}_x\kappa = 50\%$ en densité transverse. Le calcul du barycentre des charges (a- pointeur '•' d'abscisse $x_{inv} \sim 1.7R_0$) permet l'inversion des champs vers une section coaxiale [b- rayons intérieur $r_{int} \sim 1/(20R_0)$ et extérieur $r_{ext} \sim 1/(3R_0)$].

L'objectif est ici de paramétrer la cellule 2D rectangulaire et homogène qui présenterait la même capacité transversale $C_{eff} = C_{o|}$ que le dépôt de billes. Il s'agit d'une part de trouver d'une part la hauteur de deux contacts de mesure éloignés de la même distance $\frac{1}{2} {}_x\Delta_0$ qu'entre cylindre et plan-médian, et d'autre part la constante diélectrique du matériau de remplissage équivalent. Ces épaisseur et permittivité de couche effective (T_{eff} , ε_{eff}) doivent ainsi vérifier :

$$C_{eff} = \varepsilon_{eff} \frac{T_{eff}}{\frac{1}{2} {}_x\Delta_0} \equiv C_{o|}$$

avec $\lim_{{}_x\kappa \rightarrow 0} (\varepsilon_{eff}) = \varepsilon_{ext}$, condition limite à faible densité.

Le développement de $C_{o|}$ lorsque l'espacement des cylindres augmente permet d'écrire les deux paramètres d'épaisseur et de permittivité effectives comme, respectivement (voir annexe III.B) :

$$\begin{aligned} T_{eff} &\cong \frac{3}{2} \kappa \Delta_o \equiv 3R_o / \kappa \\ \varepsilon_{eff} &\cong \varepsilon_{ext} \frac{\frac{2}{3}\pi}{\ln(\sqrt{1-\kappa^2} + 1) - \ln(\kappa)} \end{aligned} \quad \text{éq-II.3}$$

Leur tracé est donné en fig-II.1.3, ainsi qu'une comparaison par éléments finis entre la capacité transverse de lignes coplanaires sans support mais en présence de cylindres parfaitement conducteurs dans l'air ou après substitution par la couche effective correspondante, en fig-II.1.4. La concordance de ces derniers résultats s'avère remarquable, en regard de la forme d'inversion complexe choisie – non périodique – moins réaliste vis-à-vis d'un dépôt de billes multiples. L'erreur relative se maintient en dessous de $\pm 10\%$ sur la majeure partie de la gamme de densité κ , considérée pour une proportion d'aire couverte $\kappa = \kappa^2$ comprise entre 5% et 90%. Les moins bonnes performances attendues entre 0 et 9% d'aire (c-à-d. 0–30% transverses) s'expliquent par une distance inter-cylindres supérieure à l'espacement interélectrodes, qui contredit l'approche par couche effective moyenne. Ce problème pourra cependant être contourné par une extension statistique du modèle en trois dimensions (§1.3), qui profitera des paramètres effectifs d'éq-II.3 dans le cadre de coupes locales.

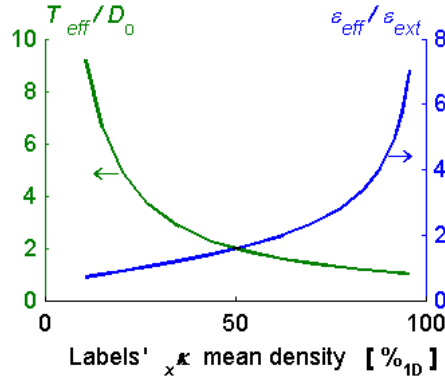


fig-II.1.3 [Math] Paramètres effectifs 2D d'une monocouche de billes

Epaisseur et constante diélectrique relatives d'une couche équivalente à un dépôt de cylindres, en fonction de leur densité moyenne (couverture surfacique $\kappa \in [1 ; 90] \%$).

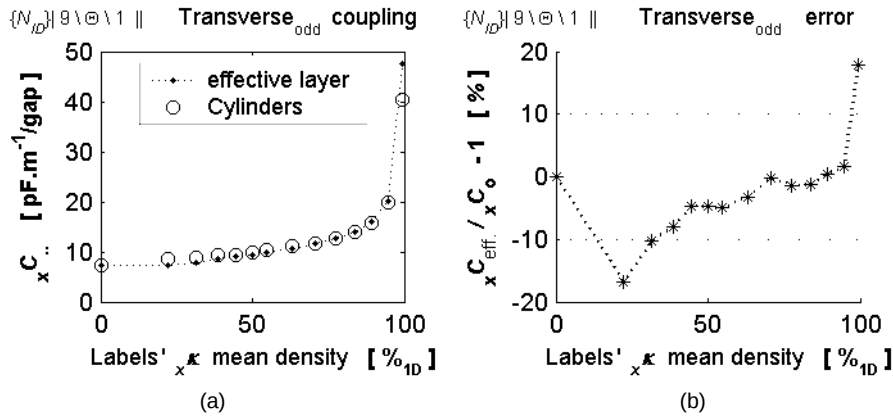


fig-II.1.4 [TCAD/Math] Billes-effectives / lignes-coplanaires : capacité transverse (éléments finis)

Structure Al_2O_3 ($\epsilon_r = 8.7$; $t_{\text{pa}\beta} = 70\text{nm}$) \ cylindres ϕ $0.22\mu\text{m}$ \ Air sur lignes $\{2+2\}\mu\text{m}$. Capacité transverse en coupe selon la densité locale de marqueurs : (a-) comparaison entre la disposition de cylindres parfaitement conducteurs (ϕ $0.67\mu\text{m}$) ou d'une couche effective, et (b-) erreur relative causée par cette approximation. Simulations par éléments finis sur base de paramètres effectifs analytiques.

Ces excellentes performances – malgré l'approximation d'un dépôt réel par un modèle élémentaire centré sur deux billes – justifient dès lors une intégration logicielle du modèle de couche effective précédent avec les

équations analytiques décrivant les couplages entre lignes coplanaires\ruban en substrats multicouches, le tout en 2D également.

1.3. Statistique 3D – une introduction

Dans la perspective d'une extension tridimensionnelle dépassant l'approximation moyenne d'éq-II.2 introduite plus haut (§1.1), le développement d'un modèle statistique pourra aider à une meilleure compréhension des mécanismes en jeu dans le type de processus stochastique considéré – c-à-d. la distribution aléatoire de grains entre lignes coplanaires. Le formalisme combinatoire retenu, basé sur la loi de probabilité binomiale, est plus simple que les approches complètes par fonctions de Green et autre optimisation non-linéaire [Pel01, Amm07, Ios99] (voir INTRODUCTION). Ici, la loi binomiale décrit la probabilité d'obtenir de 0 à N_o grains sur N_o emplacements libres entre lignes coplanaires, pour une proportion κ de couverture surfacique. Bien qu'essentiellement discrète (c-à-d. à variable entière), sa densité de probabilité tend par ailleurs vers une gaussienne pour N_o grand (loi normale). En bénéficiant d'une telle fonction élémentaire asymptotiquement continue, cette approche analytique offre ainsi une grande facilité d'implémentation et d'intégration dans un algorithme de modélisation générique.

Le cas d'étude envisagé en fig-II.1.5-a comporte une paire de lignes parallèles distantes de Λ_{ID} , subdivisées dans leur longueur en sections infinitésimales de profondeur D_o (diamètre d'une bille ou de son cylindre équivalent, voir §1.1). Une section dispose de $N_o = \Lambda_{ID} / D_o$ sites carrés de largeur $dx \equiv D_o$, susceptibles chacun de recevoir une bille avec une la même probabilité singulière $p_\kappa = \kappa$ (couverture globale). Le test d'occupation pour un site élémentaire constitue une épreuve binaire de Bernoulli, et le nombre n_o de billes présentes sur une section à N_o sites répond à une combinaison de N_o épreuves indépendantes de la loi binomiale $B(N_o, p_\kappa = \kappa)$, par définition (voir annexe III.C). Par extension à un nombre non entier de marqueurs de tailles variables, cette distribution discrète peut être approchée par une loi normale $N(\mu, \sigma)$, de densité de probabilité continue telle que (annexe III.C) :

$$p_N(n_o) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{(n_o - \mu)^2}{2\sigma^2}\right].$$

où $\mu = N_o p_\kappa$
et $\sigma^2 = N_o p_\kappa (1 - p_\kappa)$

éq-II.4

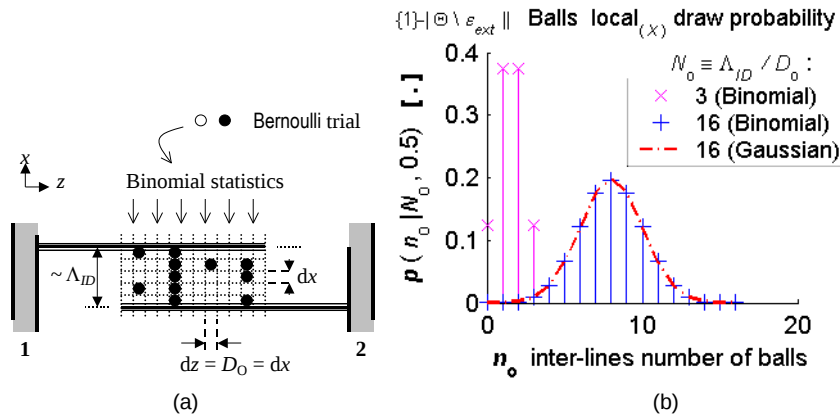


fig-II.1.5 – Distributions aléatoires de billes à 50% de couverture

(a-) Schéma de principe et (b-) probabilité gaussienne ou binomiale (voir éq-II.4 et annexe III.C)

Le long d'une section infinitésimale, le nombre n_o de billes rapporté aux maximum N_o de sites disponibles renvoie une densité locale ${}_x\kappa = n_o / N_o$ autorisant le calcul des permittivité et épaisseur de couche effectives par éq-II.3. Définis localement pour chacun des N_o cas possibles (fig-II.1.6, axe des abscisses), ces paramètres effectifs se caractérisent ainsi par une probabilité d'occurrence donnée par éq-II.4 dans le cas général, pour une couverture globale moyenne $p_\kappa = \kappa$. (fig-II.1.6, en ordonnées).

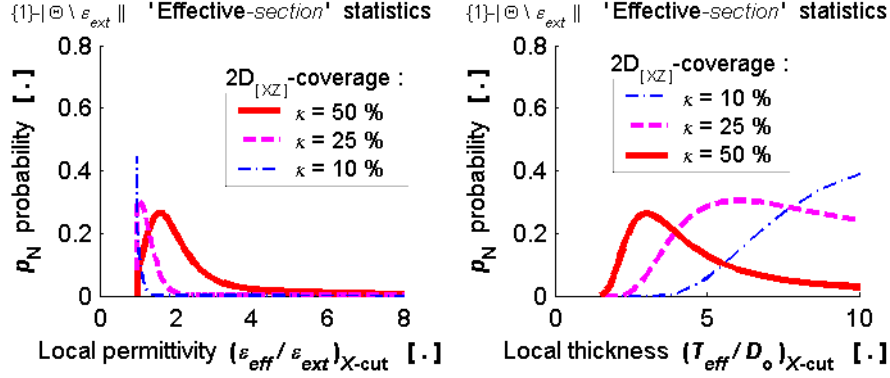


fig-II.1.6 [Math] Dépôt effectif – statistique locale

En négligeant la résistance des lignes coplanaires dans leur profondeur, le couplage global résulte de la somme des contributions locales de l'ensemble des sections associées en parallèle, pondérées chacune par leur probabilité d'occurrence. L'algorithme complet s'écrit dès lors, avec i et j indices respectifs de combinaison locale et de couverture globale :

pour chaque combinaison possible, $n_o(i) \in [0 \cdots N_o] \cap \mathcal{R}$,

$$\begin{aligned} {}_x\kappa(i) &\leftarrow N_o/n_o(i) \\ \begin{cases} T(i) \leftarrow T_{eff} [{}_x\kappa(i)] \\ \varepsilon(i) \leftarrow \varepsilon_{eff} [{}_x\kappa(i)] \end{cases} & \quad (\text{éq-II.3}) \\ {}_xC(i) &\leftarrow {}_xC_o[T(i); \varepsilon(i)] \end{aligned}$$

et pour chaque densité locale $p_\kappa(j)$ possible,

$$\begin{aligned} \mu(j) &\leftarrow N_o p_\kappa(j) \\ \sigma^2(j) &\leftarrow \mu(j)[1 - p_\kappa(j)] \\ p(i, j) &\leftarrow p_N[n_o(i)|\mu(j), \sigma^2(j)] \end{aligned} \quad (\text{éq-II.4})$$

tels que le couplage 3D s'évalue comme

$${}_xC_\Theta(j) = \sum_i {}_xC(i) \cdot p(i, j)$$

$$\text{soit } \boxed{{}_xC_\Theta = {}_xC \cdot p_N} \quad (\text{produit matriciel}) \quad \text{éq-II.5}$$

où ${}_xC \equiv {}_xC_o(T; \varepsilon)$ désigne la capacité transverse vue entre les électrodes coplanaires couvertes d'un dépôt d'épaisseur et permittivité effectives T et ε , respectivement.

Cet algorithme permet d'envisager l'intégration du modèle de couche effective synthétisé jusqu'ici à l'intérieur d'un programme générique pour la simulation de détecteurs de particules – ou d'autres cibles pouvant se ramener à une forme circulaire. Divers aspects de précision et d'applicabilité seront abordés en fin de Chapitre (voir §5.2.2), après qualification d'un autre modèle analytique d'électrodes planes en substrat multicouche.

2 Modèles électrodes \ substrat analytiques

La modélisation des couplages à franges entre électrodes coplanaires fait l'objet d'un vaste panel d'études publiées depuis plus d'un demi-siècle (voir l'Introduction), incluant notamment les analyses de potentiels complexes par transformations conformes.

2.1. Positionnement du problème :

Parmi les questions qu'amène l'analyse conforme, le premier problème concerne la sélection des transformations à appliquer pour une moindre inexactitude. Le choix d'équations légitimes est en effet fondé sur des présomptions heuristiques de l'état électromagnétique du dispositif en certains endroits de sa géométrie – notamment ses bords – pour en simplifier le domaine de résolution (voir paragraphe 2). Or, si les conditions appliquées sont souvent bien décrites par leurs promoteurs dans la littérature, le passage vers une transformation ainsi que son impact sur les résultats ne le sont en général que plus subjectivement.

Un autre obstacle aux modélisations conformes tient paradoxalement à leur succès, qui amène chaque auteur à employer des notations propres à son cas d'étude, ou simplement commodées mais dépourvues de signification (typ. lettres uniques 's', 'g', 'W', ou 'a', 'b', 'c', voir §2.5). Les notations très techniques peuvent par ailleurs introduire une confusion entre des caractères scientifiques couramment employés (p-ex. dimensions géométriques ou pulsations ω , s , p , grille G d'un transistor, *etc.*). Les autres moins spécifiques favorisent le succès des équations conformes dans leurs différents champs d'application pour une utilisation ponctuelle, mais ne facilite pas leur intégration dans les modèles étendus à variables multiples.

Le présent travail marque une préférence pour les notations spécifiques, étant donnée la variété des paramètres à prendre en compte. La stratégie adoptée consiste à désigner les grandeurs géométriques par des lettres grecques majuscules représentatives, dotées d'index associés à chaque élément : 'c' pour désigner les lignes coplanaires conductrices, 'g' pour leur

espacement (angl. ‘gap’), ‘ID’ pour un couple d’*inter-digits*. Des équivalents latins peuvent se substituer à la plupart d’entre elles ; Lambda ou Tau signifient respectivement une mesure externe de longueur (‘ Λ ’ ou ‘ L ’, angl. ‘length’), ou interne d’épaisseur (‘ T ’, angl. ‘Thickness’).

Quant au choix effectif de transformations conformes valides, les paragraphes qui suivent en rappellent les bases rationnelles afin de remettre en perspective leurs développements et aboutir à une reformulation synthétique (voir paragraphes 3 à 4).

2.1.1. Electrodes parallèles et ‘planarisation’ de Wheeler

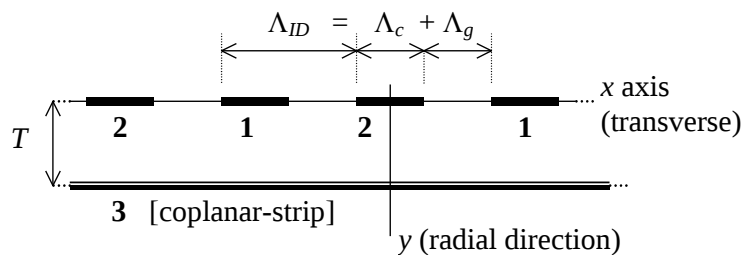


fig-II.2.1 – Lignes coplanaires inter-digitées (numérotées 1 & 2), à contact arrière de ruban (n°3, le cas échéant).

Des pistes parallèles disposées en surface dite ‘frontale’ d’un substrat passif forment un dispositif coplanaire, qualifié de ruban si un contact dit ‘arrière’ est présent (fig-II.2.1). Les dimensions géométriques principales de cette architecture sont les largeur Λ_c et espacement Λ_g des lignes, leur périodicité totale Λ_{ID} , ainsi que l’épaisseur T du support – ici monocouche. Par définition, les lignes coplanaires sont supposées d’épaisseur nulle et l’on cherche en principe à ramener toute structure réelle à ce schéma simplifié, aligné sur les axes orthogonaux du problème en coupe XY.

L’épaisseur des électrodes peut être négligée lorsqu’elle reste faible par rapport aux dimensions principales évoquées. Néanmoins, la densité croissante des systèmes électroniques intègre les composants discrets et

dispositifs semiconducteurs aux échelles sub-millimétriques³² à nanométriques, respectivement. Si nécessaire, l'approximation de Wheeler permet de ramener une épaisseur modérée H_c vers une situation planaire par l'extension $\delta\Lambda_c$ en largeur des lignes, conformément à [Whe77] :

$$\delta\Lambda_c = H_c \frac{\varepsilon_{sub} + \varepsilon_{ext}}{2\pi \varepsilon_{sub}} \left[1 + \ln \left(8\pi \frac{\Lambda_c}{H_c} + 1.1 \right) \right]. \quad \text{éq-II.6}$$

où ε_{ext} et ε_{sub} désignent les modules des permittivités du milieu extérieur et du substrat, respectivement.

2.1.2. Matrice d'admittance, conditions aux frontières

Les couplages globaux susceptibles de s'établir entre les contacts d'un dispositif passif doté d'électrodes, tel qu'un réseau de lignes coplanaires, peuvent être décrits en terme de matrice d'admittance symétrique reliant tensions appliquées v et courants incidents i , suivant la loi d'Ohm [p-ex. Ang57, Sil68] :

$$\begin{bmatrix} i_1 \\ i_2 \\ i_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} Y_{11} & Y_{12} & -\frac{1}{2}Y_{33} \\ Y_{12} & Y_{11} & -\frac{1}{2}Y_{33} \\ -\frac{1}{2}Y_{33} & -\frac{1}{2}Y_{33} & Y_{33} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} v_1 \\ v_2 \\ v_3 \end{bmatrix} \quad \text{où } Y_{ij} = \frac{i_i}{v_j} \Big|_{v_{k \neq j} = 0},$$

d'indices 1, 2 et 3 correspondants aux électrodes coplanaires et au contact arrière, respectivement.

Les facteurs simple-nœud Y_{11} ou Y_{33} s'appliquent respectivement à l'auto-couplage d'entrée de ligne ou de contact arrière, tandis que Y_{12} caractérise la composante mutuelle ligne-à-ligne. Lorsque $v_1 = v_2 = v_3$, la loi de conservation des courants requiert :

$$Y_{11} + Y_{12} - \frac{1}{2}Y_{33} = 0. \quad \text{éq-II.7}$$

Les circuits usuels de mesure appliquent des tensions de test simple-nœud pour caractériser les courants de réponse en sortie (voir Chapitre III). La modélisation théorique profite quant à elle de la symétrie du dispositif à $v_3 = 0$, en notant l'auto-couplage $_{xy}Y$ d'entrée des lignes et la composante mutuelle $_{y}Y$ ligne-à-masse comme :

³² p-ex. sur PCB (angl. *Printed Circuit Board*) : pistes 0.01–0.25 mm, finesse de gravure jusqu'à 0.02mm, substrat 0.05–8 mm

$${}_{xy}Y = \frac{i_1}{v_1} \bigg|_{\substack{v_2 = -v_1 \\ i_2 = -i_1}} = Y_{11} - Y_{12} \quad \text{et} \quad {}_yY = \frac{i_1}{v_1} \bigg|_{\substack{v_2 = v_1 \\ i_2 = i_1}} = Y_{11} + Y_{12}.$$

Ceux-ci correspondent aux valeurs et vecteurs propres de la matrice précédente, soit respectivement $[+v ; -v ; 0]^T$ en mode différentiel impair (fig-II.2.2-a) et doubles $[v ; v ; 0]^T$ en mode commun pair (fig-II.2.2-b) – avec v tension de référence. En considérant la composante différentielle ligne-à-ligne,

$${}_xY = -Y_{12} = \frac{1}{2}({}_{xy}Y - {}_yY)$$

et observant ${}_yY \equiv \frac{1}{2}Y_{33}$ par éq-II.7,

éq-II.8

la matrice précédente se simplifie finalement suivant :

$$\begin{bmatrix} i_1 \\ i_2 \\ i_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} {}_xY + {}_yY & -{}_xY & -{}_yY \\ & {}_xY + {}_yY & -{}_yY \\ (sym.) & & 2{}_yY \end{bmatrix} \begin{bmatrix} v_1 \\ v_2 \\ v_3 \end{bmatrix}.$$

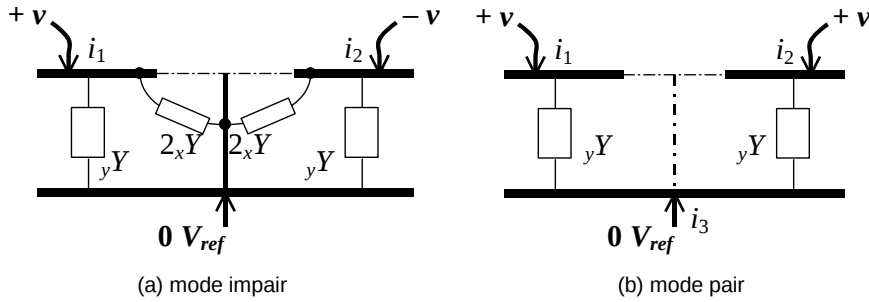


fig-II.2.2 – Composantes transverse ${}_xY$ et radiale ${}_yY$ des admittances d'un ruban à contact arrière

Les segments épais désignent les électrodes, des traits continus les lignes équipotentielles et des tirets les isoflux.

Hormis les guides d'ondes à trois pistes coplanaires, les structures comportant un nombre fini $N_{ID} \geq 3$ d'espaces inter-digitaux sont usuellement traitées par l'addition des 2 contributions $\otimes Y^{(1)}$ simples-espaces en bordures de réseau à celles $\otimes Y^{(\infty)}$ des $(N_{ID} - 2)$ couples de lignes internes [Igr04, Gev96], telle que toute composante marquée ' $\otimes$ ' du couplage global s'écrit :

$$\otimes Y(N_{ID} \geq 2) = \otimes Y_{\{1\}} + (N_{ID} - 2) \cdot \otimes Y_{\{\infty\}}. \quad \text{éq-II.9}$$

2.2. Analyse conforme monocouche – principes

Les composantes d'admittance $\otimes Y$ d'une structure dépendent de la nature ε^* de son matériau de remplissage et de sa conformation géométriques CSR , au travers du produit :

$$\otimes Y = \otimes \varepsilon^* \otimes CSR \quad \text{éq-II.10}$$

La permittivité complexe ε^* présente une partie réelle ou des pertes imaginaires éventuellement nulles – pour un conducteur ou un isolant parfait respectivement. Le facteur CSR exprime un « rapport de forme cellulaire » (angl. 'cell shape ratio') généralement associé aux principaux axes topologiques. Les symboles ' $*$ ' et ' $\otimes$ ' désignent une propriété complexe et la composante xy , y ou x considérée, respectivement. En matériaux isotropes, cette dernière distinction devient superflue pour la permittivité, car alors $_{xy}\varepsilon^* \equiv _y\varepsilon^* \equiv _x\varepsilon^* \equiv \varepsilon^*$.

Les parties réelle et imaginaire de la constante ε^* identifient à l'intérieur d'une écriture plus synthétique les propriétés résistive et diélectrique du (des) matériau(x) employé(s). On notera ainsi en termes de capacités les couplages $\otimes C$ comme suit :

$$\begin{aligned} _{xy,y}C &\equiv _{xy,y}Y; \\ _xC &\equiv 2 _xY. \end{aligned}$$

Par généralisation de la loi d'Ohm, chacune de ces composantes correspond au rapport du flux différentiel interélectrodes sur le champ électro- ou magnéto-statique déployé, de sorte que les $\otimes CSR$ peuvent être déduits de la distribution des potentiels complexes dans le dispositif. Les caractères complexes de la permittivité et du potentiel, même s'ils sont liés, relèvent de deux natures différentes. Il distingue dans les deux cas des parties réelle et imaginaire linéairement indépendantes, mais exprime dans le premier un décalage courant/tension temporel et dans le second une orthogonalité des lignes équipotentielle et isoflux dans leur acception statique. Les signaux de mesure à fréquence relativement basse, c-à-d. de longueur d'onde supérieure aux dimensions géométriques considérées, permettent de séparer dans éq-II.10 les expressions de ε^* et $\otimes CSR$, respectivement exprimées dans les domaines spectral et géométrique.

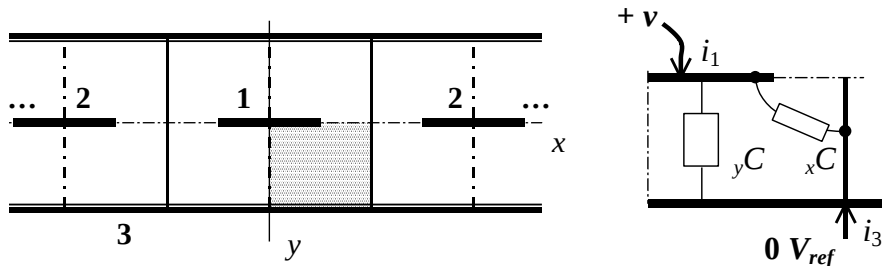


fig-II.2.3 – Région restreinte de modélisation conforme (grisée) justifiée par une symétrie supposée d'axe x .

Les transformations conformes permettent de calculer de tels CSR individuels par anamorphoses complexes de paires d'électrodes vers une configuration canonique à plaques parallèles, au moyen de fonctions analytiques vérifiant l'équation de Laplace entre les régions porteuses de charges. Afin de réduire la complexité du problème, la négligence des variations de champs le long des lignes coplanaires généralement admise en approximation quasi-TEM (*électromagnétique transverse*) autorise à restreindre l'étude d'une structure tridimensionnelle en coupe bidimensionnelle – extrudée par après. D'un point de vue strictement géométrique, l'intégralité d'une architecture pourrait supporter l'analyse conforme sans perte de cohérence ; mais la superposition des potentiels dans les domaines successifs risquerait d'introduire quelques inconsistances selon les conditions appliquées aux frontières. Un seul cadran complexe doit par conséquent être manipulé après acceptation de clauses de symétrie vraisemblables (fig-II.2.3) telles qu'un potentiel ou un flux constant aux bords internes significatifs – resp. conditions de Dirichlet ou Neumann parfois appelées murs électriques ou magnétiques ou encore court-circuit/circuit-ouvert virtuels.

La continuité des champs quasi-TEM à l'interface coplanaire impose ainsi typiquement un axe des abscisses isoflux – électrodes mises à part. Par ailleurs, le couplage radial ligne-à-masse yY de mode pair s'associe à un axe des ordonnées isoflux (voir fig-II.2.2-b), tandis que la symétrie impaire nécessaire à l'existence des composantes xyY et xY produit une masse virtuelle à cet endroit (-b). Ce conditionnement heuristique de frontières internes aboutit à l'analyse des couplages et facteurs de formes CSR_i par des considérations d'ordre stationnaire (c-à-d. quasistatique), par lignes de transmission (dynamique), ou par une association des deux [Ber72].

2.3. 'Images partielles' multicouches – formalismes

L'admittance globale d'un substrat multicouche dérive communément de la technique dite des "capacités partielles" [Ghi03], inspirée par la méthode des images [Bin63], qui consiste à résoudre l'équation de Laplace à l'intérieur de chaque strate comme s'il s'agissait d'une couche unique étirée vers la surface, avec pour contrepartie un reconditionnement des charges appliquées ou des permittivités de substrat, typiquement. On définit pour chaque interface i l'épaisseur cumulée D_i de celles des strates intermédiaires empilées $T_{j=1..i}$, soit :

$$D_i = \sum_{j=1}^i T_j .$$

Les capacités globales résultent alors d'une connexion parallèle (PPC³³) ou série (SPC³³) des composantes partielles [Ghi03], pour un profil monotone de permittivités respectivement décroissantes ou croissantes vers l'extérieur (resp. fig-II.2.4-a ou -b).

En regardant depuis la surface coplanaire, l'interface entre couches intérieure d'indice i et extérieure ($i+1$) est notée :

- ε^- si $|\varepsilon_{i+1}^*| \leq |\varepsilon_i^*|$;
- ε^+ si $|\varepsilon_{i+1}^*| \geq |\varepsilon_i^*|$, en particulier sur contact arrière
où $|\varepsilon_{i+1}^*| \rightarrow \infty$.

Par défaut dans ce Chapitre, un substrat monocouche sera qualifié de ruban ε^+ en présence d'un contact arrière, coplanaire ε^- sinon.

Dans un multicouche, l'association-parallèle des couplages partiels ε^- en PPC suppose une addition des contributions de chaque strate (voir fig-II.2.4-a) ; pour un ruban ε^+ en SPC, il s'agit essentiellement de sommer leurs inverses (fig-II.2.4-b & c). La transition entre ces deux modèles pour $\varepsilon_{i+1} \approx \varepsilon_i$ a pu constituer une première faiblesse dans cette classification. La littérature spécialisée évoquait en effet un recouvrement des natures PPC\SPC à cet endroit [Ghi03], ou encore la nécessité d'une correction adéquate de la SPC dans la gamme $0.8 < \varepsilon_{i+1} / \varepsilon_i < 1$ [Gev03b]. Cette question trouvera une réponse implicite dès lors que l'on changera, non pas d'algorithme de calcul,

³³ angl. "Parallel" ou "Series Partial Capacitance"

mais bien son implémentation (voir §4.1.1). En tout état de cause, il s'agit d'un problème relativement bénin lorsque les permittivités de couches varient peu (p-ex. grains métalliques à moins de 30% de couverture) ou du moins que leurs variations n'altèrent pas l'ordre des interfaces (p-ex. silicium dopé contre oxyde : $|\varepsilon_{\text{Si}_d\text{opé}}^*| \geq 11.7 > \varepsilon_{\text{SiO}_2} = 3.9$ – pour tout dopage).

Réf.	Capa	Validité
[Gev03b]	ε^+ PPC, additive	$\varepsilon_2 > 1.25 \varepsilon_1$
[Gev96]	$\varepsilon^?$ PPC, additive	$1 < 2s/h \ll \infty$
[Car99]	additive	$\varepsilon_2 < 2 \varepsilon_1$
[Gev95]	additive	$h_1 < g$ $T_2 > \lambda_0 / (2\pi\sqrt{\varepsilon - 1})$

table-II.2.1 – Combinaisons multicouches usuelles.

L'approche par capacités partielles souffre communément de défauts autrement critiques. Tout d'abord et par définition, l'additivité des ε^- en PPC ne s'applique pas sur un contact arrière [Igr04, Syt01, Gev96], qui s'apparente à une face ε^+ .

Concernant ensuite la combinaison des ε^+ en SPC, le choix des composantes à sérialiser ainsi que leur mode de calcul font l'objet de propositions différentes [Syt01, Gev03b]. Certaines évoquent la mise en série des composantes de couplage transverse ${}_xY$ ou radial ${}_yY$ prises isolément (fig-II.2.4-b), au contraire d'une autre établissant la dépendance de ${}_xY$ envers ${}_yY$ (-c). L'intérêt du premier modèle relève de sa proximité avec la méthode 'native' des images, qui travaille sur des couches homogénéisées – ici des piles d'épaisseurs cumulées T_i . L'avantage du second repose sur son appréhension de l'enchaînement réel des strates. Cette dernière approche de SPC simule les interfaces ε^+ par « lignes-images projetées » de même largeur que les électrodes coplanaires [Gev03b] : on la dénommera 'pseudo-formalisme' au premier ordre³⁴ (voir paragraphe 4).

³⁴ Le préfix *pseudo* indique qu'il ne s'agit pas de la méthode des images bien que la technique s'en inspire ; son 2^{ème} ordre consisterait à évaluer une largeur effective de ligne-image qui tienne compte de l'évasement des champs dans la profondeur.

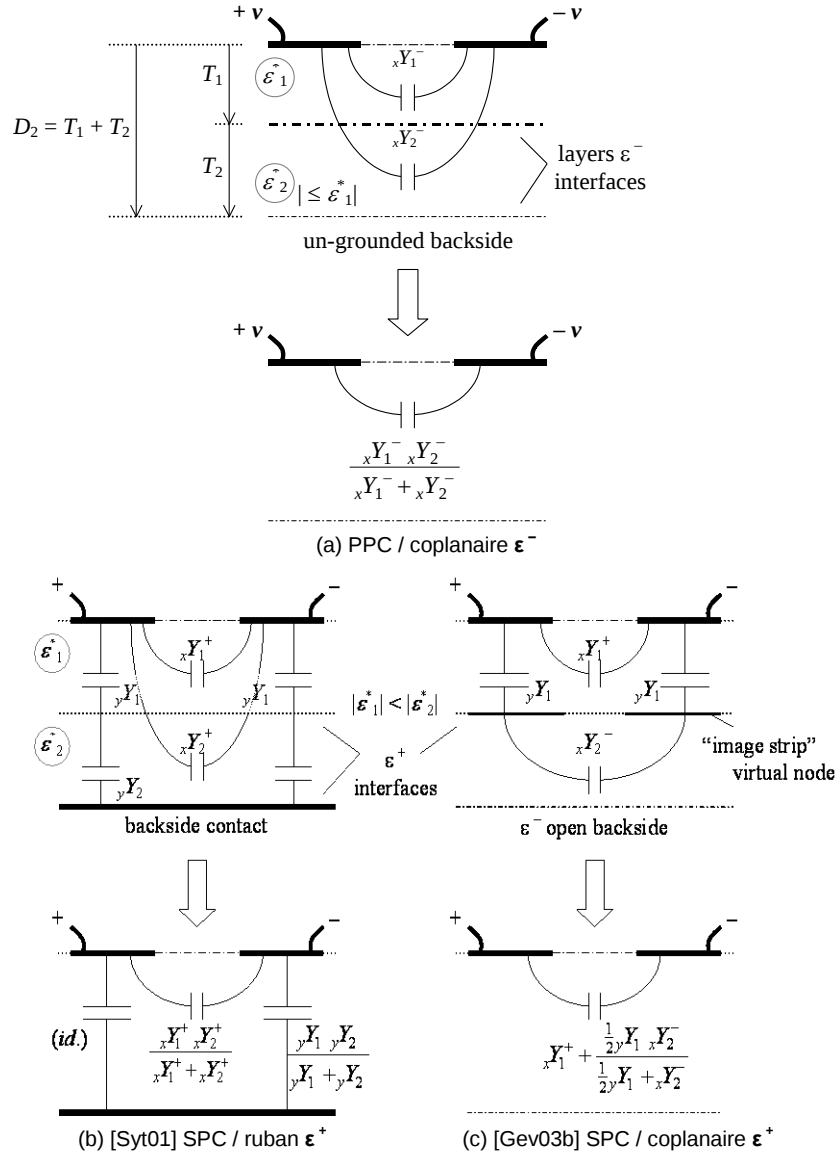


fig-II.2.4 – Admittances partielles de mode impair en bicouches de permittivités extérieures décroissantes (a), ou croissantes avec et sans contact arrière (b & c)

Les modèles usuels (a) & (b) maintiennent une certaine cohérence avec la méthode des images, moins évidente pour le pseudo-formalisme (c, 'projected image strips') qui rappelle néanmoins la verticalité des flux aux interfaces ϵ^+ .

Un modèle synthétique au premier ordre sera proposé dans ce Chapitre pour palier à ces défauts. En substrats monotones à permittivités strictement (dé)croissantes toutefois, on adoptera la technique PPC|SPC commune comme la plus vraisemblablement pertinente dans les deux cas particuliers unidirectionnels, à savoir : un couplage seulement transverse en mode impair ou seulement radial pair, respectivement. Les fondements des techniques PPC sur coplanaire ϵ^- et SPC en ruban à contact arrière sont donc repris aux paragraphes suivants.

Afin de normaliser la situation au regard de la méthode « native » des images [Bin63], on rappelle les deux conditions suivantes :

- l'évaluation des potentiels dans une $i^{\text{ème}}$ couche à distance des électrodes doit considérer un matériau de remplissage homogène depuis la surface coplanaire jusqu'à la $i^{\text{ème}}$ interface, quel que soit le profil diélectrique du substrat ;
- les composantes effectives de couplage distant découlent d'une élimination de la contribution excessive introduite par l'étirement de strate, soit par rognage du CSR_i associé soit par adaptation concomitante des $\epsilon_{0..i-1}^*$ intérieurs [Ghi03, Ham80].

Comme il se rapproche le plus d'une structure canonique à plaque parallèle, le ruban à contact arrière propre au seul couplage radial – modèle SPC – sera revu en premier.

2.4. Combinaisons multicouches triviales :

2.4.1. Facteur de forme radial {ruban/coplanaire, mode pair}

Dans un ruban à profil diélectrique quelconque pourvu d'un contact arrière, l'intégralité des flux circulant en mode pair tend à s'aligner suivant la direction radiale (y) – c-à-d. perpendiculairement à la face arrière et à la surface coplanaire. Le couplage ligne-à-masse ${}_yY$ résulte donc simplement de la sérialisation des composantes partielles ${}_yC_i$ aux interfaces i (fig-II.2.5), conformément à [Syt01, Syt98] :

$${}_yY = \frac{1}{\sum_{i=1}^{N_s} (1/{}_yC_i)} \quad \forall \varepsilon_i. \quad \text{éq-II.11}$$

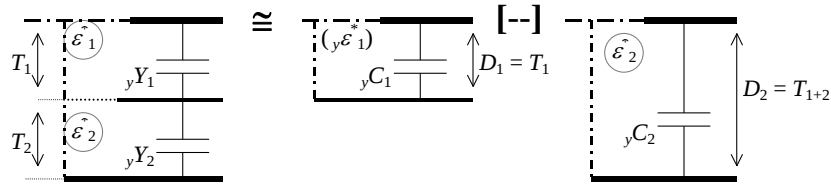


fig-II.2.5 – Décomposition SPC des couplages radiaux (en y) de mode pair en ruban multicouche à contact arrière.

Le symbole [--] identifie un montage en série.

2.4.2. Forme transverse {coplanaire ε^- , mode impair}

Pour un dispositif coplanaire à permittivité décroissante vers l'extérieur sans contact arrière, polarisé en mode impair, l'orientation des flux principalement tangente aux interfaces justifie la mise en parallèle des composantes transverses (suivant x) tel qu'illustré en fig-II.2.6. Le couplage ligne-à-ligne ${}_xY$ résulte alors de l'addition des composantes partielles selon [Igr04, Syt01, Ghi03, Gev03a, Gev96] :

$${}_xY = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^{N_s} {}_xC_i^- \quad \forall i / \text{interfaces } \varepsilon_i^- \text{ 'isoflux'}. \quad \text{éq-II.12}$$

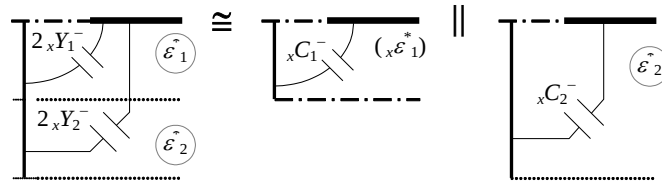


fig-II.2.6 – Décomposition PPC des couplages transverses (en x) impairs sur coplanaire multicouche de type ε^- .

L'axe vertical porte une masse virtuelle ; le symbole || identifie un montage en parallèle.

2.4.3. Permittivités partielles associées

La décomposition quasistatique d'un substrat stratifié par la technique des images partielles suppose l'évaluation indépendante de chaque facteur de forme CSR_i comme à l'intérieur d'une pile homogène, obtenue par étirement de la $i^{\text{ème}}$ couche vers la surface coplanaire. Elle mésestime donc en soi les contributions des couches distantes au couplage global, puisqu'elle y adjoint chaque fois l'épaisseur cumulée des strates intérieures. La correction des permittivités successives, les unes par rapport aux autres, vise ordinairement à compenser ce biais dans le produit final d'éq-II.10, soit par leur soustraction soit par leur « dé-sérialisation » en PPC ou SPC, respectivement.

Au regard d'éq-II.12 (voir fig-II.2.6), le préconditionnement des constantes diélectriques transverses ${}_x\varepsilon_i$ en PPC- ε^- procède par résolution de l'identité suivante [Igr04, Syt01, Ghi03, Gev03a, Gev96], impliquant d'une part la contribution isolée de la seule $i^{\text{ème}}$ couche,

$${}_xY_i^- = \frac{1}{2} \varepsilon_i \quad {}_xCSR_i^-,$$

et d'autre part sa combinaison PPC avec la $(i+1)^{\text{ème}}$ strate,

$$2 \quad {}_xY_i^- \equiv {}_xC_i^- + (\varepsilon_{i+1} \quad {}_xCSR_i^-) \quad \text{où} \quad {}_xC_i^- = \varepsilon_i \quad {}_xCSR_i^-,$$

d'où l'on déduit :

$$\begin{aligned} \varepsilon_i &= \varepsilon_{i+1} - \varepsilon_{i+1} & \forall i \in [1 \dots (N_s - 1)], \\ & \text{pour } N_s \text{ couches empilées.} \end{aligned} \quad \text{éq-II.13}$$

De façon similaire mais relativement à éq-II.11 cette fois (voir fig-II.2.5), la réévaluation des permittivités radiales ${}_y\varepsilon_i$ en SPC- ε^+ doit vérifier [Ghi03, Syt98] :

$${}_yY_i = \varepsilon_i \quad {}_yCSR_i$$

$$\text{avec} \quad {}_yY_i \equiv \frac{{}_yC_i (\varepsilon_{i+1} \quad {}_yCSR_i)}{{}_yC_i + (\varepsilon_{i+1} \quad {}_yCSR_i)} \quad \text{où} \quad {}_yC_i = \varepsilon_i \quad {}_yCSR_i,$$

$$\text{soit} \quad {}_y\varepsilon_i = \frac{\varepsilon_i \quad \varepsilon_{i+1}}{\varepsilon_{i+1} - \varepsilon_i}. \quad \text{éq-II.14}$$

Ces adaptations de permittivités achèvent la description des principaux algorithmes publics de modélisation multicouche par capacités partielles. En amont, une synthèse globale des couplages de substrat repose essentiellement sur l'analyse des facteurs de forme géométriques monocouches qui lui servent de base.

2.5. Facteurs de formes usuels – discussion

Quel que soit l'algorithme de composition multicouche adopté et les corrections de permittivités partielles incluses, l'essentiel des performances analytiques globales repose sur la formulation sous-jacente des facteurs de formes monocouches CSR_i , dépendant des épaisseurs cumulées et de la géométrie coplanaire.

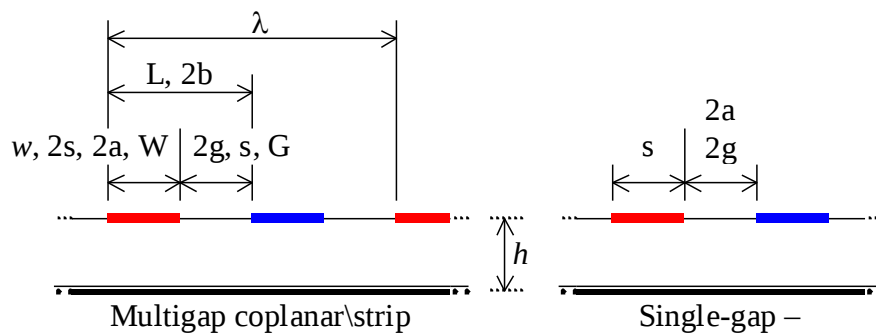


fig-II.2.7 – Lignes coplanaires\ruban : notations usuelles.

Même non exhaustif, un passage en revue de la littérature témoigne de la variété des transformations conformes telles qu'appliquées aux lignes coplanaires (table-II.2.2).

[Réf.]	Dispositif	Capacité (module)	$h \rightarrow \infty : k$	$h \rightarrow 0 : k$	Validité
Gev03a Gev01	1: ϵ^-	${}_xC \equiv 2C_s = \epsilon K(k')/K(k)$ $k = \frac{\tanh(\frac{1}{2} \pi g/h)}{\tanh[\frac{1}{2} \pi (s+g)/h]}$	$\frac{g}{s+g}$	-	$3.10^{-5} \leq \frac{h\Lambda_g}{\Lambda_{ID}^2} < 7\%$
Gev03b	1: ϵ^+ --	${}_{xy}C \equiv C_o = \epsilon K(k'_o)/K(k_o)$ ${}_yC \equiv C_{21} = C_e = \epsilon K(k'_e)/K(k_e)$ ${}_xC \equiv C_{22} = C_o - C_e$ $k_e = \frac{\cosh(\frac{1}{2} \pi g/h)}{\cosh[\frac{1}{2} \pi (s+g)/h]}$ $k_o = \frac{\sinh(\frac{1}{2} \pi g/h)}{\sinh[\frac{1}{2} \pi (s+g)/h]}$	-	$e^{\left(\frac{\pi g}{2h}\right)}$	$0.5\% \leq \frac{h\Lambda_g}{\Lambda_{ID}^2} < 3$
Gev96	1: $\epsilon^?$	${}_xC \equiv 2C = 2\epsilon K(k')/K(k)$ $k = \frac{\sinh(\frac{1}{2} \pi g/h)}{\sinh[\frac{1}{2} \pi (2s+g)/h]}$	$\frac{g}{2s+g}$	-	-

<u>Gev96</u>	$>2: \varepsilon ? \parallel$	${}_xC \equiv 2C = \varepsilon K(k)/K(k')$ $k = \frac{sh(\frac{1}{2}\pi s/h)}{sh[\frac{1}{2}\pi(s+g)/h]}$ $\cdot \sqrt{\frac{ch^2[\frac{\pi(s+g)}{2h}] + sh^2[\frac{\pi(s+g)}{2h}]}{ch^2(\frac{\pi s}{2h}) + sh^2[\frac{\pi(s+g)}{2h}]}}$	$\frac{s}{s+g}$	$\sqrt{2}e^{\frac{-\pi g}{2h}}$	$0.2\% \leq \frac{h\Lambda_g}{\Lambda_{ID}^2} \leq 36$
Olt99 Ger98 Wei77	$>2: \varepsilon^\infty \parallel$	${}_xC \equiv 2C = \varepsilon K(k')/K(k)$	$\cos\left(\frac{\pi w/2}{s+w}\right)$	n.a.	$5\% < \frac{\Lambda_g}{\Lambda_{ID}} < 95\%$
Igr04	$>2: \varepsilon^- \parallel$	${}_xC \equiv C_I = \varepsilon K(k_I)/K(k'_I)$ $k_I = t_2 \sqrt{(t_4^2 - 1)/(t_4^2 - t_2^2)}$ $t_2 = sn\left[K(k)\frac{W}{W+G}, k\right]$ $t_4 = 1/k$ $k = [\vartheta_2(0, q)/\vartheta_3(0, q)]^2$ $q = \exp\left[-4\pi \frac{h}{2(W+G)}\right]$	$\sin\left(\frac{\pi W/2}{W+G}\right)$ $\forall \frac{h}{\Lambda_{ID}} > 1$	-	$10\% < \frac{\Lambda_g}{\Lambda_{ID}} < 90\%$ $0.1 < \frac{h}{\Lambda_{ID}} < 1.5$

Igr04	$1: \boldsymbol{\varepsilon}^- $	${}_xC \equiv C_E = \varepsilon K(k_E)/K(k'_E)$ $k_E = \frac{1}{t_3} \sqrt{\frac{t_4^2 - t_3^2}{t_4^2 - 1}}$ $t_3 = \cosh\left(\pi \frac{G}{4h}\right)$ $t_4 = \cosh\left(\pi \frac{2W + G}{4h}\right)$	$\frac{2\sqrt{W(W+G)}}{2W+G}$	-	
Lim68	$>2: \boldsymbol{\varepsilon}^\infty $	${}_xC \equiv 2C = 2\varepsilon K(k)/K(k')$	$\tan^2\left(\frac{\pi a}{4b}\right)$	n.a	$10\% < \frac{\Lambda_g}{\Lambda_{ID}} < 90\%$
Owy58 Wei77	$1: \boldsymbol{\varepsilon}^\infty $	${}_xC \equiv 2C = \varepsilon K(k')/K(k)$	$\frac{a}{b}$	n.a	$5\% < \frac{\Lambda_g}{\Lambda_{ID}} < 95\%$

table-II.2.2 – Facteurs de formes usuels (monocouches).

'n.a.' : non applicable.

Mais au-delà de leur multiplicité, le test de certaines équations et algorithmes courants dans des contextes applicatifs relativement simples montre rapidement leurs limites, pour cause soit d'imprécision soit d'incalculabilité à film fin ou en milieu épais (fig-II.2.8, voir aussi annexe IV.A). De ces deux raisons, la première est de moindre impact car les modèles reproduisent généralement des tendances vraisemblables et reposent sur des choix qui peuvent être contestés jusqu'à justifier, le cas échéant, un changement de modèle. Mais la seconde est plus contrariante pour un concepteur, qui ne peut aisément contourner les dysfonctionnements constatés qu'en incorporant ses propres modifications à un niveau opportun du code de calcul, voire en entreprenant la révision approfondie de systèmes d'équations complets au risque d'altérer leur cohérence.

L'une des origines de ce type de problèmes réside dans la gamme de fonctionnement rapportée par les publications : leurs auteurs évoquent pour la plupart des limites empiriques issues d'observations propres mais les quantifient plus rarement et ne les illustrent jamais.

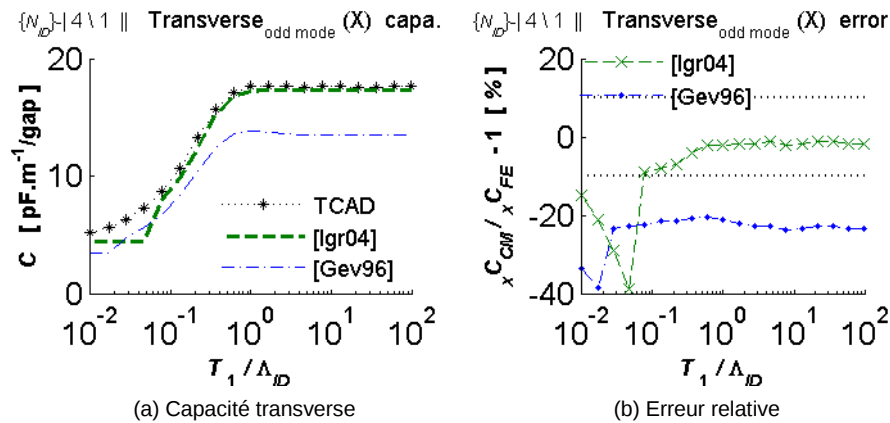


fig-II.2.8 [Math-TCAD] Coplanaires multi-espaces sur bicouche ϵ^- : confrontation entre modèles usuels et simulations par éléments finis.

Les modèles rencontrés dans la littérature souffrent soit d'imprécision non caractérisée [Gev96] soit de non-calculabilité à film fin, ou de l'absence d'un critère de convergence en substrat épais [Igr04].

C'est pourquoi, suite à l'instauration d'un formalisme générique et après sélection puis réécriture d'équations courantes dans la littérature, ainsi que de leurs approximations asymptotiques à film fin et milieu infini, les

paragraphe qui suivent mènent une série de qualifications approfondies dans les gammes de proportions suivantes :

- rapport coplanaire $10\% < \frac{\Lambda_g}{\Lambda_{ID}} < 90\%$, avec tracé des caractéristiques principales à 5 ou 95 % ;
- épaisseur relative $0.005 < \frac{T\Lambda_g}{\Lambda_{ID}^2} < 20$.

En tant que telles, les configurations coplanaires à largeurs de lignes infinies ne sont pas abordées mais les caractérisations à faible Λ_g/Λ_{ID} couvrent à cet égard une gamme déjà exploitable.

3 Analyses monocouches (simples-faces)

3.1. Section simple-espace :

Les transformations conformes d'une section ne comportant que deux lignes – c-à-d. à espace unique – partent d'un secteur dont un bord latéral s'étend à l'infini (fig-II.3.1-a). Suivant l'approximation quasi-TEM (voir paragraphe 1), on suppose un milieu homogène remplissant l'intégralité du domaine physique t .

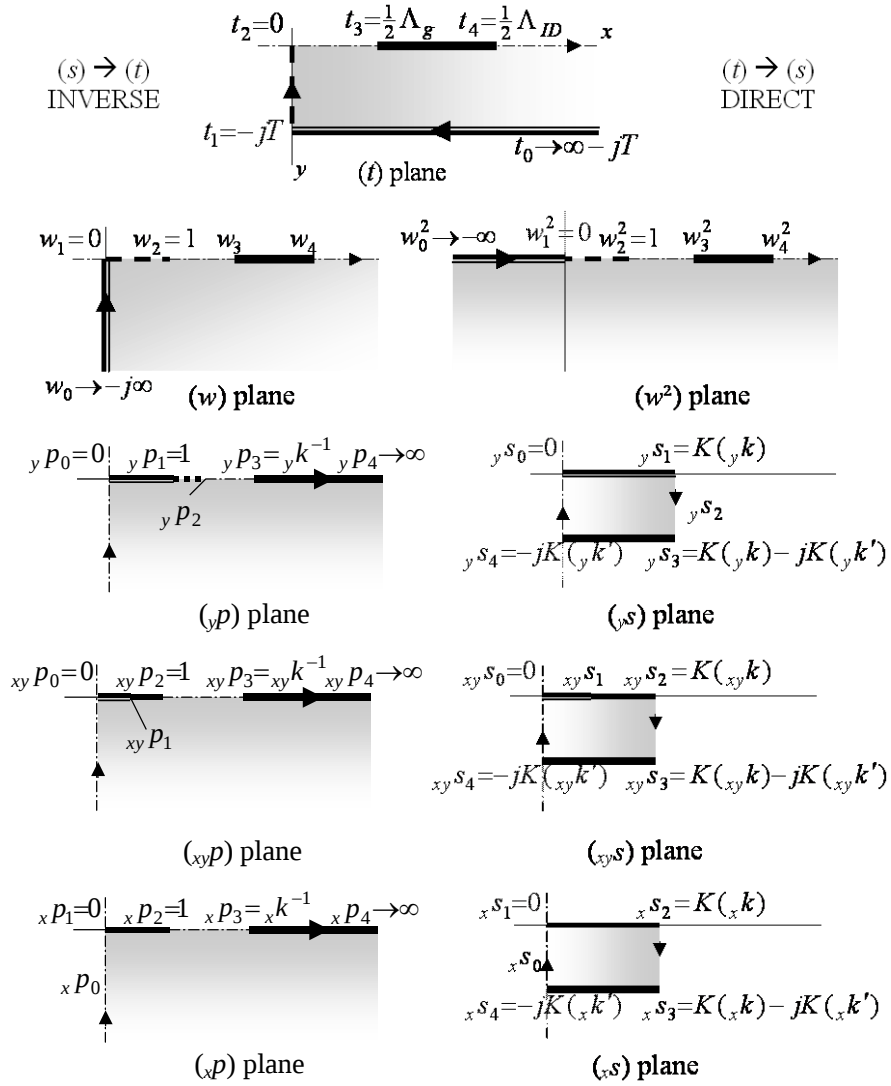


fig-II.3.1 – Transformations conformes d'un quartier physique (plan t) permettant d'évaluer l'auto-couplage d'entrée de ligne ($xy p$, $xy s$) et les composantes radiale ($y p$, $y s$) ou transverse ($x p$, $x s$)

Des segments épais localisent les électrodes tandis que des tirets déterminent une masse virtuelle ou un axe isoflux respectivement en mode impair ou pair. Des flèches pleines réfèrent un parcours arbitraire.

3.1.1. Analyse conforme & transformations asymptotiques

En suivant une série d'étapes décrites ci-après, la région active du plan t (fig-II.3.1, grisée) est d'abord rapportée au 4ème cadran du plan complexe w par le cosinus hyperbolique [Ghi87, Gev03b], dont le carré déploie le demi-plan inférieur (voir aussi [Igr04, Wei77]):

$$w = \cosh\left(\frac{\pi}{2} \frac{t}{T}\right). \quad \text{éq-II.15}$$

La mise à l'échelle consécutive du contact de masse entre $x=0$ et $x=1$ dans le quatrième cadran du plan p autorise alors un repliement usuel de Schwarz-Christoffel dans le plan s final, conformément à :

$${}_{xy}p = \sqrt{\frac{w_4^2 - 1}{w_4^2 - w^2}}, \quad {}_yp = \sqrt{\frac{w_4^2}{w_4^2 - w^2}}, \quad {}_xp = w^2 \sqrt{\frac{w_4^2 - 1}{w_4^2 - w^2}} \quad \text{éq-II.16}$$

en direct

$$\text{ou} \quad {}_{xy,y}w = \sqrt{w_4^2 - \frac{w_4^2 - w_{2,1}^2}{{}_{xy,y}p^2}} \quad \text{en réciproque}$$

$$\text{et} \quad {}_{\otimes}s = \int_0^p \frac{d\varpi}{\sqrt{(1-\varpi)(1-{}_{\otimes}k^2\varpi^2)}} = F[\text{arctan}({}_{\otimes}p), {}_{\otimes}k] \quad \text{éq-II.17}$$

en direct

ou ${}_{\otimes}p = \text{sn}({}_{\otimes}s, {}_{\otimes}k)$ en réciproque,

avec $F(\varphi, k)$ intégrale elliptique incomplète du premier type, où le symbole ' $\otimes$ ' tient lieu d'indice xy , y , ou x . Les couplages en direction essentiellement radiale- y ou mixte- xy s'associent respectivement au mode pair ou impair de polarisation des lignes inter-digitées.

Pour exprimer les modules elliptiques k , il s'avère plus simple d'en référer à leurs duaux complémentaires $k' = \sqrt{1 - {}_{\otimes}k^2}$ définis par (annexe V.A):

$${}_{xy}k' = \frac{\sinh(\frac{1}{4}\pi \Lambda_g/T)}{\sinh(\frac{1}{4}\pi \Lambda_{ID}/T)}, \quad {}_yk' = \frac{\cosh(\frac{1}{4}\pi \Lambda_g/T)}{\cosh(\frac{1}{4}\pi \Lambda_{ID}/T)} \quad \text{éq-II.18}$$

et ${}_x k' = \frac{\tanh(\frac{1}{4}\pi \Lambda_g / T)}{\tanh(\frac{1}{4}\pi \Lambda_{ID} / T)}$
 vérifiant par ailleurs ${}_x k' = {}_{xy} k' / {}_y k'$.

Les domaines carrés résultant aux différents plans $\otimes$ s permettent l'évaluation directe des rapports de forme cellulaires³⁵ coplanaires\rubans dans une géométrie-type à plaques parallèles, soit respectivement pour l'auto-couplage d'entrée et les composantes mutuelles :

$$\begin{aligned} {}_{xy} CSR^+ &= K({}_{xy} k) / K({}_{xy} k'), & {}_y CSR^- &= K({}_y k) / K({}_y k'), \\ {}_x CSR^- &= K({}_x k) / K({}_x k') \quad \text{et} \quad {}_x CSR^+ = {}_{xy} CSR^+ - {}_y CSR^- \quad (\text{voir éq-II.8}) \\ &\quad - \text{sans oublier } {}_{xy} CSR^- \leftarrow {}_x CSR^- + {}_y CSR^- \end{aligned}$$

avec $K()$ l'intégrale elliptique complète du premier type et $\otimes k = \sqrt{1 - \otimes k'^2}$ ses modules complémentaires.

Comme les $K(m)$ divergent à m unitaire et qu'un petit ${}_x CSR^+$ est très sensible aux erreurs commises sur la différence entre grands ${}_{xy} CSR^+$ et ${}_y CSR^+$, des approximations asymptotiques avec critères de validité sont nécessaires pour les caractéristiques-limites à film fin ou substrat épais. Etant donnée la tolérance de calcul absolue ξ dérivée du codage-machine (typ. 10-3 en demi-précision, 10-7 en simple ou 10-16 en double), les approximations suivantes et leurs seuils respectifs d'épaisseurs critiques pourront être retenus (voir annexes V.B–C).

A film fin – dénoté par l'indice '0' :

$$\left. \begin{aligned} {}_x^0 CSR^- &\approx \frac{\pi}{\ln(8) + \frac{1}{2}\pi \Lambda_g / T} \\ {}_y^0 CSR &\approx \frac{\Lambda_c}{T} + \frac{2}{\pi} \ln \left[2 + 2 \tanh \left(\frac{\pi \Lambda_g}{4 T} \right) \right] \\ {}_{xy}^0 CSR^+ &\approx {}_y CSR - \frac{2}{\pi} \ln [\tanh(\frac{1}{4}\pi \Lambda_g / T)] \end{aligned} \right| \quad \forall \frac{T}{\Lambda_{ID}} \leq \frac{2\pi}{-\ln(2\xi)} \quad \text{éq-II.19}$$

³⁵ angl. CSR, 'cell(s) shape(s) ratio(s)'

Les termes résiduels en tangentes hyperboliques rendent ici possible l'évaluation d'un petit ${}_x CSR^+$. La composante ${}_y CSR$ radiale tend vers une limite de type plaques-parallèles présentant une largeur de ligne effective augmentée de presque une épaisseur de film.

Dans un substrat épais (dénotée ' ∞ '), on obtient :

$$\begin{aligned} {}^\infty_y CSR &\approx \frac{\pi}{2 \ln(8/\pi) - \ln(\Lambda_c \cdot \Lambda_g / T^2)} \\ {}^\infty_{xy} CSR^+ &\equiv {}^\infty_x CSR^- \cong \frac{K(\Lambda_c / \Lambda_{ID})}{K(\Lambda_g / \Lambda_{ID})} \end{aligned} \quad \left| \quad \forall \frac{T}{\sqrt{\Lambda_c \cdot \Lambda_g}} \geq \frac{\pi}{2\sqrt{2}\xi} \right. \quad \text{éq-II.20}$$

Lorsque ${}_y CSR$ (radial) s'approche de zéro à mesure que la couche s'épaissit, auto-couplage ${}^\infty_{xy} CSR^+$ d'entrée se réduit à l'expression connue pour ${}^\infty_x CSR^-$, de composante transverse seule en milieu infini ([Gev96, Olt99, Igr04], voir annexe V.B).

La table-II.3.1 énumère les épaisseurs à calculabilité critiques pour un rapport espace/périodicité de moitié en mode 16, 32 ou 64 bits, respectivement. Bien que le seuil 'épais' double-précision ne soit que rarement atteint en pratique, éq-II.19 décrit toujours une transition douce vers les films particulièrement fins jusqu'au cas-limite à plaques parallèles.

Précision :		Demi	Simple	Double
<i>Couche / Critère</i>				
<i>Epais</i>	$T / \sqrt{\Lambda_c \cdot \Lambda_g} \geq$	35	$4 \cdot 10^3$	10^8
<i>fin</i>	$T / \Lambda_{ID} \leq$	$1/4$	$1/10$	$1/23$

table-II.3.1 – Simple-espace : seuils de fiabilité du modèle en substrat épais ou film fin selon la précision de calcul

Evalués à $\Lambda_g / \Lambda_{ID} = 1/2$.

3.1.2. Propriétés fondamentales et cartographie :

En milieu infini où n'existe aucun couplage radial, le flux confiné en surface peut être considéré seul. Dans un ruban dont l'épaisseur s'affine cependant, les franges transverses s'étirent jusqu'à s'évanouir vers le contact

arrière au profit de la composante radiale, conduisant *in-fine* au découplage transverse.

En régime intermédiaire qualifié ici d'« *isotropique* », lorsque ${}_x CSR^+$ et ${}_y CSR$ s'égalisent, composantes transverse et radiale présentent une sensibilité croisée élevée. En particulier, l'erreur d'appréciation du champ radial en présence de franges latérales affecte la précision dans la direction transverse. On exprime les iso-épaisseur de ruban et isoprofondeur de substrat par, respectivement (voir annexe V.D) :

$${}_{xy}T_{\#} \approx \pi/4 \Lambda_{ID} \sqrt{\Lambda_g / \Lambda_{ID}} , \quad \text{iso-épaisseur de ruban} \quad \text{éq-II.21}$$

$${}_x^{\infty}T_{\#} = \frac{1}{2} \Lambda_{ID} \sqrt{\Lambda_g / \Lambda_{ID}} , \quad \text{« isoprofondeur »} \quad \text{éq-II.22}$$

en substrat épais.

L'iso-épaisseur ${}_{xy}T_{\#}$ de ruban peut être associée à certaines caractéristiques remarquables, expliquées plus loin. L'isoprofondeur ${}_x^{\infty}T_{\#}$ concerne autant les dispositifs coplanaires en champs libre que les rubans épais, avec ou sans contact arrière, dont les couplages sont identiquement transverses (voir éq-II.20). Ces deux repères *isotropiques* nouveaux définissent une région intermédiaire entre les limites usuellement connues à film fin et milieu infini.

L'illustration en fig-II.3.2 des lignes à potentiel ou flux constant, transformées conformément au modèle général d'éq-II.17–éq-II.15 (sens réciproque, voir aussi éq-II.51–éq-II.50 \ annexe V.A), montre en particulier que les coordonnées *isotropiques* précédentes délimitent les champs concentrés en surface ou dispersés au loin.

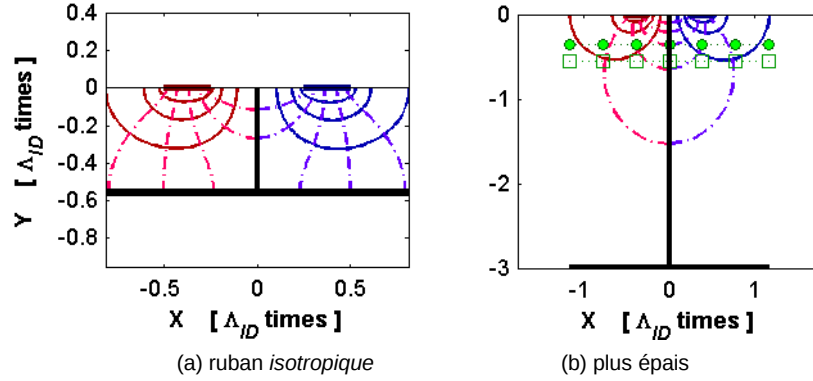


fig-II.3.2 [Math] Espace unique : tracé des potentiels complexes (xy)

Equipotentiels $[t_\Phi; t_\varphi]$ de mode pair calculées par transformations anti-conformes à intervalles respectifs d'un quart de la tension appliquée ou un sixième du courant total, c-à-d. :

$$\left\{ \begin{array}{l} \forall \alpha_\Phi \in \mathbb{N} \cap [0 \dots 4], \quad \Im m_{(xy)s} = -K_{(xy)k'} \frac{\alpha_\Phi}{4} \mapsto t_\Phi \quad \forall \Re e_{(xy)s} \in]0 \dots K_{(xy)k}] \\ \forall \alpha_\varphi \in \mathbb{N} \cap [0 \dots 6], \quad \Re e_{(xy)s} = K_{(xy)k} \frac{\alpha_\varphi}{6} \mapsto t_\varphi \quad \forall \Im m_{(xy)s} \in]0 \dots -K_{(xy)k'}] \end{array} \right.$$

(b-) Disques '●' et carrés '□' pointent respectivement l'isoprofondeur en milieu infini et l'iso-épaisseur de ruban.

Soulignons qu'aux alentours de ces épaisseurs remarquables en couplage xy mixte, la composante radiale influence significativement sa complémentaire transverse. Ceci s'avère particulièrement critique en simulations par éléments finis en raison de leur sensibilité au positionnement de l'horizon latéral global : le contact arrière nécessairement tronqué présente alors une extension latérale finie, dite largeur « effective ».

3.1.2.1. Horizon latéral et région sensible

Plus généralement, la qualification numérique des modèles analytiques d'intérêt requiert de répondre à deux objectifs préalables :

- délimiter un horizon latéral totalisant par exemple 99% de flux total, sachant que l'espace supplémentaire $\Delta_{99\%}$ dessiné à côté de la zone coplanaire conditionne la résolution par éléments finis du problème – naturellement non borné ;

- inventorer une région qualifiée de « sensible » cumulant les couplages radial et transverse les plus significatifs, à hauteur de 90% de flux typiquement.

Les taux choisis correspondent respectivement à 1% et 10% de marges d'erreur dans l'estimation des caractéristiques internes du dispositif. En faisant glisser la variable complexe $_{xy}s$ le long des contacts de ligne ou de masse (voir fig-II.3.1-e'), les transformations réciproques éq-II.18–éq-II.15 autorisent un repérage des coordonnées physiques respectives $x(s)$ ou $y(s)$ au-delà desquelles le couplage dans chaque direction tombe sous les proportions évoquées.

Le déploiement latéral des champs entre zéro et l'infini suivant l'épaisseur T d'un support justifie un tracé de l'horizon à $\Delta_{99\%}$ en fonction de T/Λ_{ID} . Cette largeur « efficace » $_{yt_0}^{eff}$ du contact arrière s'évalue au pire cas dans la direction radiale en mode pair (d'extension latérale maximale), par transformations anti-conformes du segment $_{ys_0-ys_1}$ suivant (voir éq-II.18–éq-II.15 & fig-II.3.1-e) :

$$\forall \Lambda_{ID}, \quad _ys = \frac{1}{100} K \left[_yk \left(\frac{\Lambda_{ID}}{T} \right) \right] \mapsto _yt_0^{eff} / \Delta_{99\%} = \Re e(_yt_0^{eff}).$$

Une procédure identique sert à délimiter la région 'sensible' en mode impair à 90% du flux transverse entre t_2 et t_1 (abscisse $_{xy}X_{90\%}$) ou radial entre t_1 et t_0 (profondeur $_{xy}Y_{90\%}$), soit respectivement sur $_{xy}s_2-_{xy}s_1$ ou $_{xy}s_1-_{xy}s_0$:

$$\begin{aligned} _{xy}s = \frac{_{xy}s_1}{10} &\mapsto _xt_{0.9} / X_{90\%} = \Re e(_xt_{0.9}) \\ _{xy}s = \frac{9_{xy}s_1 + K(_{xy}k)}{10} &\mapsto _yt_{0.9} / Y_{90\%} = \Im m(_yt_{0.9}) \end{aligned} \quad \text{éq-II.23}$$

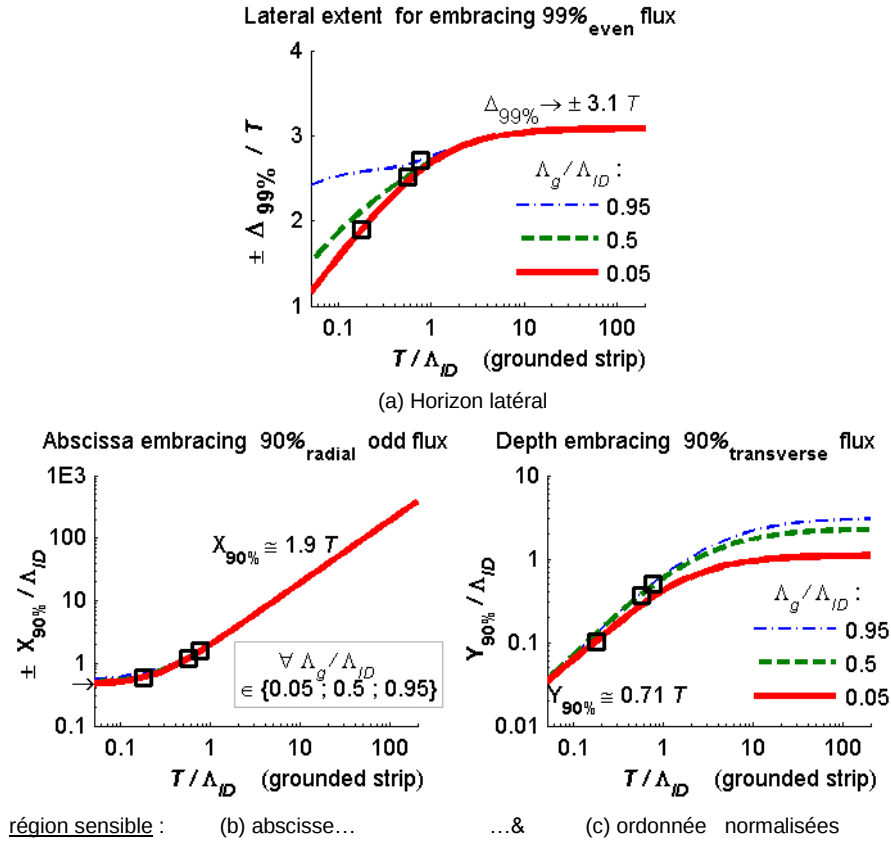


fig-II.3.3 [Math] Mono-espace : extension des franges latérales et de la région sensible selon l'épaisseur d'un monocouche

(a- mode pair) Limiter à 1% l'erreur de calcul numérique par troncature latérale du domaine requiert quelques $3T$ d'extension hors ligne coplanaire. Les iso-épaisseurs $xyT_{\#}$ (pointeurs '□') dénotent des points de courbure caractéristiques entre les régimes à film fin et support épais (b & c- mode impair), distinguant la concentration des flux sous la zone coplanaire (b- '→') et leur déploiement distant à $T \propto \Lambda_{ID}$ (c).

Les qualifications latérales (fig-II.3.3-a & b) confirment ainsi qu'un substrat épais appelle l'évasement des franges sur le contact arrière suivant l'épaisseur T ; on situe l'horizon $\Delta_{99\%}$ de flux à quelques $3T$ de distance par rapport au bord extérieur d'une ligne (a-). La région sensible à 90% s'avère quant à elle élargie moins que $2xyT_{\#}$ de part et d'autre de la zone coplanaire (b); elle se réduit à $\frac{1}{2}\Lambda_{ID}$ à film fin en raison du piégeage des champs sous les lignes. Ces conclusions pourront

accessoirement s'appliquer aux réalisations envisageant par exemple de réduire la diaphonie entre dispositifs adjacents.

Dans la profondeur (fig-II.3.3-c), la sensibilité se développe dans une profondeur d'au-plus $3\Lambda_{ID}$ en milieu infini, et se ramène à $T/\sqrt{2}$ dans un film fin.

Néanmoins, les pourcentages quelque-peu arbitraires choisis plus haut restreignent l'analyse au conditionnement minimal de simulations numériques. En poursuivant vers une caractérisation d'ordre plus général, on s'intéresse donc à la distribution continue des potentiels à l'intérieur du support, et à mi-espace en particulier. Afin de tracer la densité des champs, on estime à épaisseur T constante la proportion du flux comprise entre la surface coplanaire et un ensemble de profondeurs-tests³⁶ (axe des ordonnées). Les profils résultants supportent ainsi la localisation graphique de régions quelconques susceptibles de présenter un intérêt applicatif.

Représenter la dispersion latérale des champs demande au minimum de sélectionner une profondeur de coupe (en y). Par commodité, notamment pour simplifier les transformations conformes, on choisit d'opérer le long du contact arrière d'un ruban *isotropique*, c-à-d. à $_{xy}T_{\#}$ – épaisseur intermédiaire ni infinie ni trop fine. Dans ce cas, la proportion β de flux reçue par le contact arrière entre $x=0$ et l'abscisse $_{xy}X_{\beta}$ relative au bord d'une ligne vérifie (voir fig-II.3.1-e') :

$$0 \leq _{xy}X_{\beta} < \infty, \quad _{xy}t_{\beta} = (_{xy}X_{\beta} - j_{xy}T_{\#}) \mapsto \beta = \left[1 - \frac{_{xy}s_{\beta}}{K(_{xy}k)} \right] \in]0, 1[$$

Pour toutefois éviter un calcul d'intégrale elliptique incomplète en transformation directe (voir éq-II.17), on évalue plutôt réciproquement $_{xy}X_{\beta}$ en fonction de β comme lors de la caractérisation de la région sensible (voir éq-II.23) :

$$\forall \beta \in \Re \cap [0 \dots 1], \quad _{xy}s_{\beta} = (1 - \beta)K(_{xy}k) \mapsto _{xy}t_{\beta} / _{xy}X_{\beta} = \Re(_{xy}t_{\beta}).$$

Le tracé se fait cette fois après interversion des axes graphiques : β donnée en ordonnées et $_{xy}X_{\beta}$ reportée en abscisses (fig-II.3.4). En plus de confirmer une extension latérale 'sensible' comprise entre $\frac{1}{2}$ et $2\Lambda_{ID}$ (fig-II.3.4-a) comme soulevé en fig-II.3.3-b (voir l'ordonné des pointeurs *isotropiques*), cette représentation graphique permet de quantifier plus précisément le taux

³⁶ le nombre de points de calcul conditionne la précision de l'estimation graphique

de piégeage des flux sous les lignes en film fin, soit autour de 50% pour une épaisseur inférieure à Λ_{ID} (a- typ. à $\Lambda_g/\Lambda_{ID} = 1/2$).

Pour conclure sur le déploiement des franges dans la profondeur cette fois, on travaille d'une part à ruban *isotropique* et d'autre part en milieu infini (resp. fig-II.3.4-b & c). En champ libre, la transformation réciproque de mode impair s'écrit asymptotiquement (voir annexe V.D) :

$${}_{xy}^{\infty}t = \frac{1}{2} \Lambda_{ID} \sqrt{1 - sn^{-2}({}_{xy}^{\infty}S, {}_{xy}^{\infty}k)} \quad \text{éq-II.24}$$

$$\text{où} \quad {}_{xy}^{\infty}k \approx \sqrt{1 - (\Lambda_g / \Lambda_{ID})^2}.$$

Pour ${}_{xy}^{\infty}S$ circulant le long du segment de masse ${}_{xy}^{\infty}S_0 - {}_{xy}^{\infty}S_1$ (voir fig-II.3.1-e'), le tracé de ${}_{xy}^{\infty}t$ selon l'équation précédente,

$$\forall \alpha \in \mathfrak{R} \cap [0 \dots 1]: \quad {}_{xy}^{\infty}S_{\alpha} = \alpha K({}_{xy}^{\infty}k') \xrightarrow{\text{éq.17}} \quad {}_{xy}^{\infty}t_{\alpha} / {}_x^{\infty}Y_{\alpha} = \Im m({}_{xy}^{\infty}t_{\alpha})$$

confirme que plus de 90% du flux transverse se développe dans une profondeur d'au plus $3\Lambda_{ID}$ (fig-II.3.4).

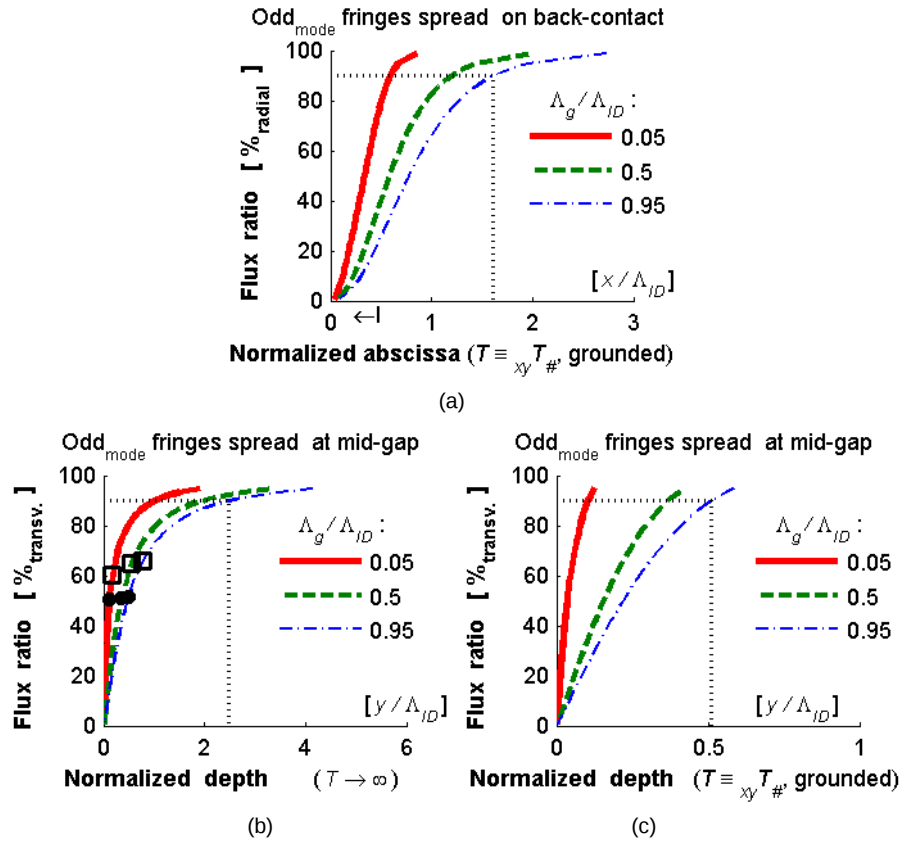


fig-II.3.4 [Math] Espace unique : extension dans la profondeur (en y) des franges électrostatiques de mode impair

(a-) A l'épaisseur isotropique de référence, une moitié de flux radial s'établit sous la zone coplaire (grossièrement entre 20 et 80%, voir le repère ' $\rightarrow$ ' positionné à $x = \frac{1}{2} \Delta_{ID}$) tandis que la zone sensible à 90% s'étend latéralement sur moins de $2\Delta_{ID}$. (b- éq-II.24) En milieu infini, les isoprofondeurs $x T_{\#}$ ('•') pointent la moitié du flux global tandis que les iso-épaisseurs $xy T_{\#}$ ('□') en totalisent environ 2/3. Un repère pointillé délimite la région sensible à 90% du flux transverse, également en ruban isotropique (c).

3.1.2.2. Densités de flux et maillage

En regard de la définition du maillage dans la perspective de simulations par éléments finis, la densité des flux le long des directions transverse et radiale doit être analysée. Le glissement de xy s à intervalle constant $\Delta_{xy}s \equiv \Delta\phi$

= 5% ϕ_{total} sur l'électrode xyS_3-xyS_4 ou la masse virtuelle médiane xyS_2-xyS_1 (voir fig-II.3.1-e') permet de caractériser la résolution en éléments finis pour un échantillonnage donné à $\phi_{\text{total}}/20$ – de ce fait proportionnelle à la densité de charges aux contacts (fig-II.3.5). Intensité du champ inter-électrodes et densité subséquente d'éléments augmentent avec l'épaisseur de la couche et/ou la proximité des lignes, telle qu'un rapport espace/périodicité modérément étroit de 0.3 constitue un exemple significativement représentatif. Comme les champs transverses se concentrent aux coins des lignes coplanaires (fig-II.3.5-a), la densité médiane ou en moyenne quadratique fournit une contrainte convenable de maillage fin en région *isotropique*, alors que la plus large résolution suffit dans la région 90%-sensible plus étendue. De façon similaire, une moyenne approximative des densités de flux en dessous ou au delà de l'épaisseur *isotropique* convient au maillage différencié des champs respectivement proche ou lointain (fig-II.3.5-b).

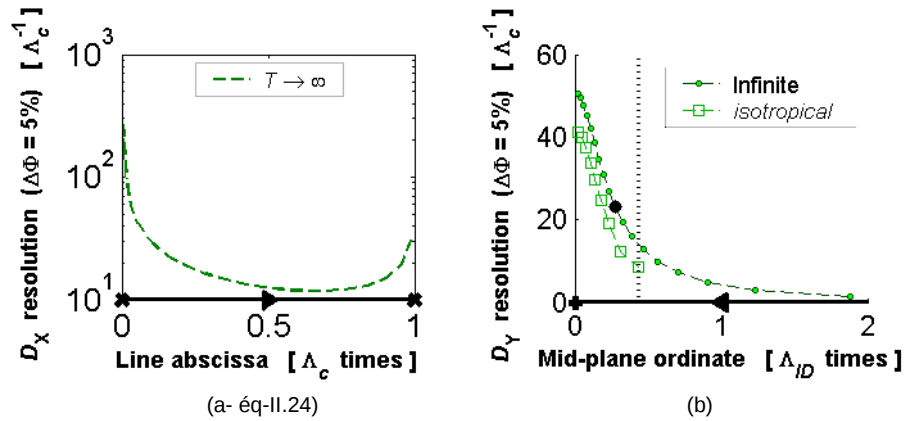


fig-II.3.5 [Math] Mono-espace \ monocouche ε^+ : densités de maillage

Résolution du maillage à 5% de flux impair par élément, le long d'une électrode suivant x (a - milieu infini) ou de l'axe y central (b) ; $\Lambda_g / \Lambda_{ID} = 0.3$. L'iso-épaisseur $xyT_{\#}$ (b, repère vertical) indique un changement de courbure entre champs proche et lointain tandis que l'isoprofondeur $xyT_{\#}$ en ruban épais situe approximativement la résolution médiane ('•').

Remarquablement, le régime *isotropique* décrit par éq-II.21 correspond bien à une transition entre flux dense et ténu – ou champs proche et lointain – tandis que l'isoprofondeur éq-II.22 localise une densité médiane dans la région surfacique plus sensible en milieu infini.

Pour résumer, on peut définir des zones de maillage suffisamment distinctes au sein du substrat, échantillonné lui-même selon le critère de Nyquist-Shannon à quelques points par dimension constitutive (table-II.3.2).

Géométrie → Zone :	Coordonnées		Résolution	
	$\pm x_{max}$	y_{max}	Δx_{max}	Δy_{max}
surface coplanaire	$\frac{1}{2} \Lambda_{ID}$	$_{xy}T_{\#}$	$\Lambda_c / 64$	$\Lambda_{ID} / 32$
région sensible	$\frac{1}{2} \Lambda_{ID} + 1.5 \text{ }_{xy}T_{\#}$	$3 \Lambda_{ID}$	$\Lambda_c / 32$	$\Lambda_{ID} / 16$
Substrat	$3.5 T$	T	T	$T / 8$

table-II.3.2 – Frontières de références et paramètres de maillage

Echantillonnage autour de 5% de flux total par élément ; ratios arrondis aux entiers binaires afin d'améliorer le conditionnement du problème numérique.

3.1.3. Validations numériques (éléments finis)

Les erreurs comparatives du modèle analytique de base avec une série de 49 cas-tests à éléments finis TCAD³⁷ optimisés conformément à la table-II.3.2 (1 à 40 mille éléments) montrent en fig-II.3.6 et fig-II.3.7 (-a & -b) des différences de couplage radial ou transverse respectivement inférieures à 5% ou 20% en ruban monocouche et 6% sur coplanaire, dans une large gamme d'épaisseurs et de rapports espace/périodicité. La méthode par défaut de raffinement du maillage a été préférée aux algorithmes plus avancés disponibles, dans une perspective de test au pire cas privé d'accessoires heuristiques additionnels – difficilement vérifiables. Les plus graves erreurs transverses apparaissant à substrats fins peuvent cependant être contournées en augmentant la résolution suivant x à plusieurs centaines d'éléments par largeur de ligne – au prix éventuel d'une taille numérique prohibitive – ou par l'emploi de caractéristiques telles que celle de la fig-II.3.5-a pour affiner le maillage au cas par cas. Le matériau de remplissage employé (p-ex. silice à $\varepsilon = 3.9$) n'a pas d'importance dans ce cas précis monocouche, en vertu de l'isolement total du domaine simulé ainsi qu'analysé (voir p.131).

Il est intéressant de noter que les iso-épaisseurs $_{xy}T_{\#}$ et isoprofondeurs $^{\infty}_{xy}T_{\#}$ anticipent les difficultés de modélisation numérique et analytique à substrats fins, car elles référencient en fait la transition vers le régime essentiellement radial lorsque T diminue. Par ailleurs, les tests asymptotiques

³⁷ Synopsys/SE®

en demi-précision affichent des erreurs raisonnablement inférieures à 20% (fig-II.3.6-b), suggérant ainsi la possibilité de passer outre la complexité du modèle de base en interpolant le cas général par une combinaison typiquement quadratique d'éq-II.19 & eq-II.20 [Wan07]. On remarquera enfin que la remontée des erreurs notamment radiales aux Λ_g / Λ_{ID} extrêmes, même si elle peut être en partie due aux éléments finis, reste vraisemblablement imputable au modèle développé jusqu'ici qui ne gère pas explicitement les paramètres coplanaires ($\Lambda_c ; \Lambda_g$) indépendamment des problématiques de substrat. Largeur et espacement des lignes ont en effet chacun une influence spécifique sur les couplages respectivement radial et transverse.

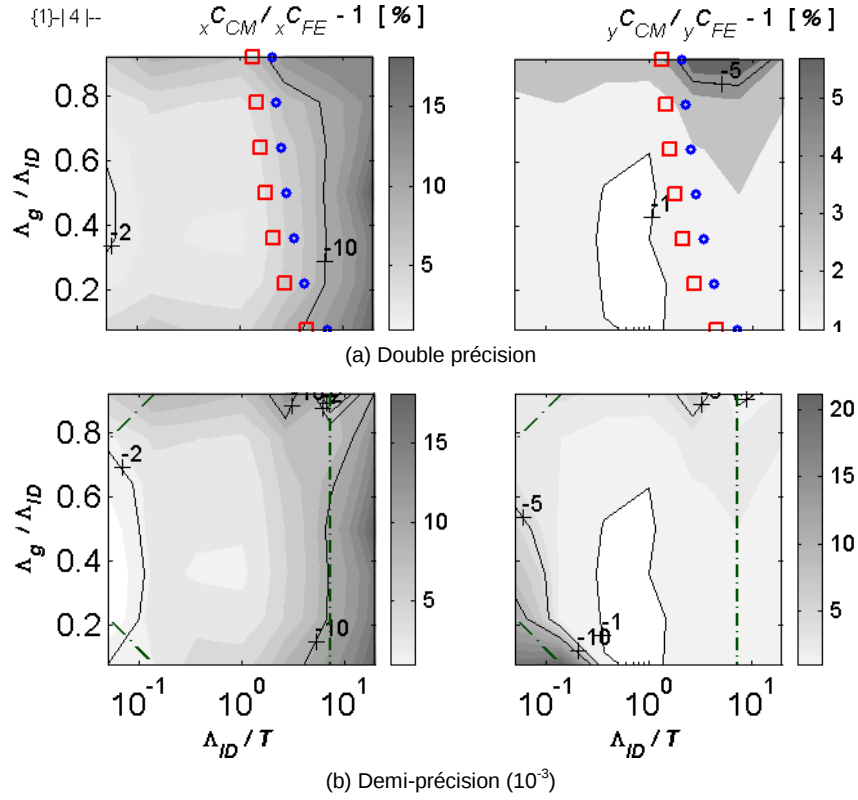


fig-II.3.6 [Math-TCAD] Espace unique \ monoruban ϵ^+ : erreurs comparées du modèle analytique.

Ensemble de 7x7 cas-tests à éléments finis. (a-) Les ordonnées *isotropiques* $xyT_{\#}$ et $x^{\infty}T_{\#}$ – resp. cercles 'o' et carrés '□' – anticipent les cas à film fin. (b-) Pour un calcul en demi-précision, des tirets délimitent par ailleurs les motifs à ruban fin ou épais.

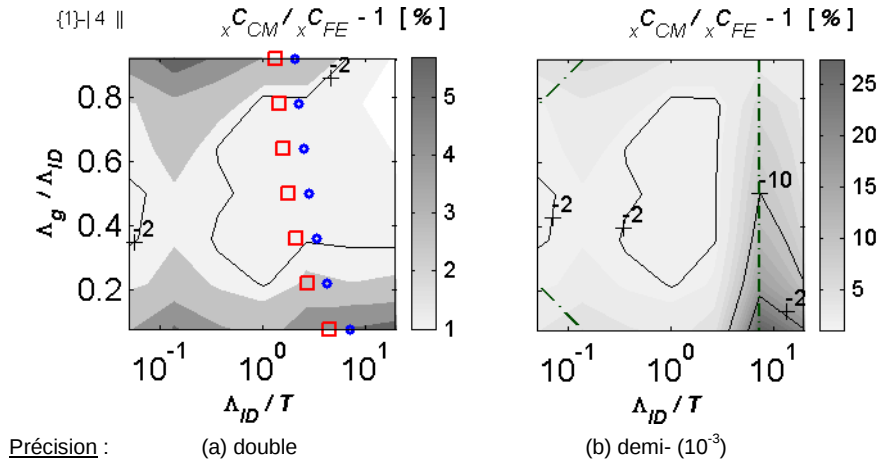


fig-II.3.7 [Math-TCAD] Espace unique \ coplanaire ε^- : erreurs analytiques seulement transverses.

Des tirets délimitent les structures coplanaires à film fin ou substrat épais.

Les paragraphes qui précèdent apportent une synthèse sur les équations analytiques réduites de structures à lignes coplanaires mono-espace. L'extention asymptotique, à film fin notamment, des formes générales disponibles dans la littérature ont permis de qualifier un modèle générique valable sur une gamme élargie de dimensions géométriques. L'approche poursuivie s'appliquera avec les mêmes avantages aux dispositifs comportant un nombre plus élevé de couples coplanaires, en particulier aux réseaux infinis d'électrodes inter-digitées.

3.2. Section multi-espace :

De même qu'en section simple-espace, la modélisation de motifs interdigités à lignes périodiques (voir fig-II.2.1 et l'Introduction) s'inscrit à l'intérieur d'une région élémentaire déterminée par les conditions de symétrie admises, telles que la coupe bidimensionnelle à espaces multiples se présente comme une juxtaposition de la section élémentaire (voir aussi fig-II.2.3).

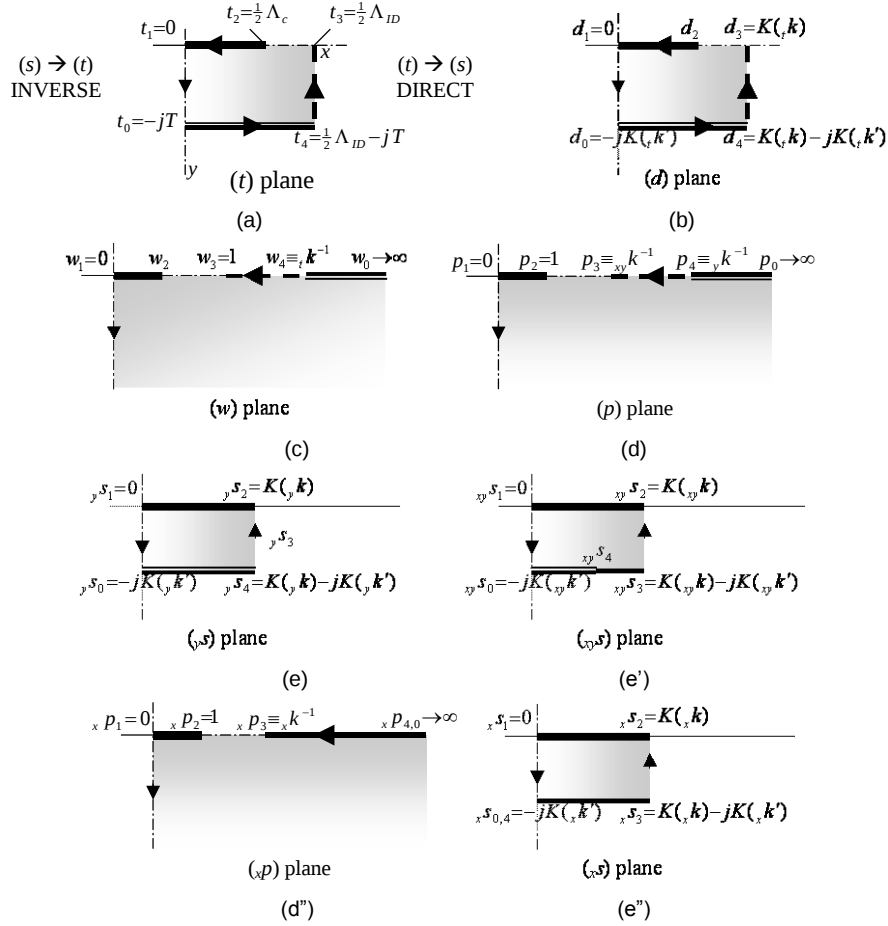


fig-II.3.8 – Transformations conformes (b-e, e', e'') de la région grisée (a) permettant d'évaluer l'auto-couplage xy d'entrée de ligne (d, e') et la composante y -radiale (d, e) ou x -transverse (d'', e'').

Des segments épais localisent les électrodes tandis que des tirets déterminent une masse virtuelle ou un axe isoflux respectivement en mode impair ou pair. Des flèches pleines référencient un parcours arbitraire.

3.2.1. Analyse conforme & transformations asymptotiques

La transformation conforme d'un quartier du domaine physique t vers le demi-plan w inférieur (fig-II.3.8-a & c) procède par une mise à l'échelle dans le plan d intermédiaire avant transformation usuelle de Schwarz-Christoffel [Igr04], suivant (annexe VI.A) :

$$\begin{aligned} d = \pi \mathcal{G}_3^2(q) \cdot t / \Lambda_{ID} \quad \text{ou} \quad t = d \cdot \Lambda_{ID} / [\pi \mathcal{G}_3^2(q)] \\ \text{en sens direct} \quad \text{ou} \quad \text{réciproque} \end{aligned} \quad \text{éq-II.25}$$

$$\begin{aligned} \text{incluant la dite « nome »} \quad q = \exp(-\pi T / \frac{1}{2} \Lambda_{ID}) \\ w = \text{sn}(d, {}_t k) \quad \text{ou} \quad d = F[\arcsin(w), {}_t k] \\ \text{en 'direct'} \quad \text{ou} \quad \text{réciproquement} \end{aligned} \quad \text{éq-II.26}$$

$$\text{liée au premier module} \quad {}_t k = [\mathcal{G}_2(q) / \mathcal{G}_3(q)]^2 \quad \text{éq-II.27}$$

où $\mathcal{G}_2$ et $\mathcal{G}_3$ dénotent les fonctions thêta de Jacobi et $F(\varphi, k)$ l'intégrale elliptique incomplète du premier type détaillée plus haut (éq-II.17).

La normalisation de w par rapport aux abscisses-images d'un bord de ligne dans le plan p autorise finalement son repliement par une seconde application de Schwarz-Christoffel, au moyen d'une intégration elliptique standard du premier type :

$$\begin{aligned} {}_{xy,y} p = w / w_2 \quad \text{ou} \quad w = w_2 {}_{xy,y} p, \\ {}_x p = \frac{w}{w_2} \sqrt{\frac{w_4^2 - w_2^2}{w_4^2 - w^2}} \quad (\text{réciproque non étudiée}), \end{aligned} \quad \text{éq-II.28}$$

$$\begin{aligned} \text{et} \quad {}_{\otimes} s = F[\arcsin({}_{\otimes} p), {}_{\otimes} k] \quad \text{ou} \quad {}_{\otimes} p = \text{sn}({}_{\otimes} s, {}_{\otimes} k) \\ \text{de modules} \quad {}_{xy} k = w_2, \quad {}_y k = w_2 / w_4 \equiv {}_{xy} k \cdot {}_t k, \\ \text{et} \quad {}_x k = w_2 \sqrt{\frac{w_4^2 - 1}{w_4^2 - w_2^2}}. \end{aligned} \quad \text{éq-II.29}$$

où le symbole ' $\otimes$ ' tient lieu d'indice xy, y , ou x .

Les formes cellulaires carrées finales permettent l'évaluation directe des auto-couplage d'entrée et composantes mutuelles par espace inter-lignes, d'après respectivement :

$$\begin{aligned} {}_{xy} CSR^+ &= K({}_{xy} k) / K({}_{xy} k'), \quad {}_y CSR = K({}_y k) / K({}_y k'), \\ {}_x CSR^- &= K({}_x k) / K({}_x k') \end{aligned}$$

et ${}_x CSR^+ = {}_{xy} CSR^+ - {}_y CSR$, ${}_{xy} CSR^- \leftarrow {}_x CSR^- + {}_y CSR$ (éq-II.7)

– où ${}_0 k' = \sqrt{(1 - {}_0 k^2)}$.

Rappelons que chacun d'entre eux doit être multiplié par le nombre N_{ID} de couples inter-digités dans une structure réelle (voir éq-II.9).

De même qu'en section simple-espace (§3.1.1), la divergence des $K(m)|_{m \rightarrow 1}$ d'une part et la dégradation de ${}_x CSR^+$ à film fin d'autre part appellent des approximations asymptotiques aux équations précédentes, accompagnées de critères de calculabilité en regard de la tolérance-machine ξ (resp. 10^{-3} , 10^{-7} ou 10^{-16} en 16, 32 ou 64 bits).

Ainsi sur film fin, dénoté '0' (voir annexes VI.B–C) :

$$\left. \begin{aligned} {}^0_{xy} CSR^+ &\approx \frac{\ln(4)}{\pi} + \frac{\frac{1}{2} \Lambda_c}{T} \\ {}^0_y CSR &\approx {}^0_{xy} CSR^+ - \frac{1}{\pi} \ln \left[\frac{1}{2} + \frac{1}{2} \tanh \left(\frac{\pi}{4} \cdot \frac{\Lambda_g}{T} \right) \right] \\ {}^0_x CSR^- &\approx \frac{\pi}{\ln(8) + \frac{1}{2} \pi \Lambda_g / T} \end{aligned} \right| \begin{aligned} &\frac{T}{\Lambda_{ID}} \\ &\leq \frac{-\pi/2}{\ln(2\xi)} \end{aligned} \quad \text{éq-II.30}$$

La complexité relative de la formule ${}^0_y CSR$ évite l'annulation précoce de ${}_x CSR^+ \equiv {}_{xy} CSR^+ - {}_y CSR$ (éq-II.7) en transverse lorsque couplages d'entrée et mutuels tendent tous-deux vers le cas-limite à plaques parallèles. En toute approximation, le terme de droite tend au premier-ordre vers $\ln[1 - \tanh(\eta)] \approx \tanh(\eta)$ – réduction toutefois imprécise. Une comparaison de ces facteurs de couplage avec l'asymptote simple-espace d'éq-II.19 met en lumière leur similarité. En film fin, les deux structures tendent effectivement vers le cas-limite à plaques parallèles, à un facteur 2 près dû à différentes définitions de la largeur des lignes et de la symétrie du problème, c'est-à-dire :

$$(\Lambda_c)^{\text{multi}} \Leftrightarrow (2 \Lambda_c)^{\text{simple}}.$$

En substrat épais dénotée ' ∞ ' (*ibid.*) :

$$\left. \begin{aligned} {}^{\infty}_{xy}CSR^+ &\equiv {}^{\infty}_xCSR^- \cong \frac{K\left[\cos\left(\frac{1}{2}\pi\Lambda_g/\Lambda_{ID}\right)\right]}{K\left[\sin\left(\frac{1}{2}\pi\Lambda_g/\Lambda_{ID}\right)\right]} \\ {}^{\infty}_yCSR &\approx \frac{\pi/2}{\pi T/\Lambda_{ID} - \ln\left[\cos\left(\frac{1}{2}\pi\Lambda_g/\Lambda_{ID}\right)\right]} \end{aligned} \right| \forall \frac{T}{\Lambda_{ID}} > \frac{\ln(8\xi)}{-2\pi} \quad \text{éq-II.31}$$

A l'approche de la limite en champ libre, la composante impaire se réduit à l'expression seulement transverse connue en milieu infini [Igr04, Olt99, Ger98, Gev96], qui ne souffre pas davantage d'approximation.

La table-II.3.3 énumère les épaisseurs critiques pour un rapport espace/périodicité de moitié en mode 16, 32 ou 64 bits, respectivement. Par comparaison avec la section simple-espace, les seuils à couche épaisse autant qu'à film fin pourraient se rencontrer en pratique, par rapport auxquels éq-II.30 et éq-II.31 proposent des transitions calculables.

Précision :		Demi	Simple	Double
Support / Critère				
<i>Epais</i>	$T / \Lambda_{ID} >$	$\frac{3}{4}$	2.2	5.5
<i>fin</i>	$T / \Lambda_{ID} <$	$\frac{1}{4}$	10%	5%

table-II.3.3 – Multi-espace : seuils de fiabilité du calcul selon sa précision, en monocouche épaisse ou fine
Evaluations @ $\Lambda_g / \Lambda_{ID} = \frac{1}{2}$.

3.2.2. Propriétés et cartographie

De façon comparable avec la section simple-espace (§3.1.2), épaisseur *isotropique* et isoprofondeur en milieu infini ont été respectivement dérivées comme (voir annexe VI.D) :

$${}_{xy}T_{\#} \propto \frac{\pi}{4\sqrt{2}} \Lambda_{ID} \sqrt{\Lambda_g / \Lambda_{ID}} \quad {}^{\infty}_xT_{\#} \approx \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \Lambda_{ID} \sqrt{\Lambda_g / \Lambda_{ID}} \quad \text{éq-II.32}$$

Celles-ci diffèrent des iso-ordonnées simples-espaces par un quotient $\sqrt{2}$ associé à la division par moitié de la largeur de ligne coplanaire transformée.

Afin de représenter les lignes de potentiel conformément aux éq-II.29–éq-II.25 réciproques, l'intégrale elliptique incomplète $F(\varphi, k)$ s'évalue par le biais de la moyenne arithmético-géométrique [Abr92]. Les allures observables en fig-II.3.9 ressemblent à ceux du simple-espace (voir fig-II.3.2) pour des épaisseurs environ 1.6 fois moindres en raison de la concentration des champs en surface, forcée par la périodicité des lignes coplanaires et le repliement concomitant des franges latérales vers l'intérieur de l'espace inter-électrodes. Bien que la cartographie des flux trahisse les approximations consenties pour l'expression des ordonnées *isotropiques* ci-dessus, les résultats affichés localisent qualitativement bien les régimes électrostatiques proches ou lointains.

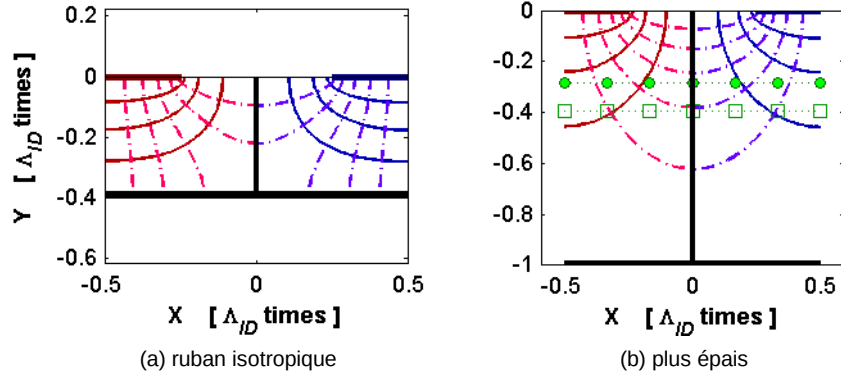


fig-II.3.9 [Math] Multi-espace : tracé des potentiels complexes (xy)

Equipotentielles $[t_\phi; t_\varphi]$ de mode pair calculées par transformations anti-conformes à intervalles respectifs d'un quart de la tension appliquée ou un sixième du courant total, c-à-d. :

$$\left\{ \begin{array}{ll} \forall \alpha_\phi \in \mathbb{N} \cap [0 \dots 4], \quad \Im m_{(xy)s} = -K_{(xy)k'} \frac{\alpha_\phi}{4} & \mapsto t_\phi \quad \forall \Re e_{(xy)s} \in]0 \dots K_{(xy)k}] \\ \forall \alpha_\varphi \in \mathbb{N} \cap [0 \dots 6], \quad \Re e_{(xy)s} = K_{(xy)k} \frac{\alpha_\varphi}{6} & \mapsto t_\varphi \quad \forall \Im m_{(xy)s} \in]0 \dots -K_{(xy)k'}] \end{array} \right.$$

(b-) Disques '•' et carrés '□' pointent respectivement l'isoprofondeur en milieu infini et l'iso-épaisseur de ruban.

Par ailleurs, Van Gerwen *et al.* [Ger98] rapportèrent les profondeurs de pénétration des flux en milieu infini sur motifs inter-digités, affichant une concentration typique de 95% des champs dans une épaisseur égale à la périodicité Λ_{ID} (§3.2.2). A cet égard, la transformation réciproque de mode impair en champ libre approche :

$${}_{xy}^{\infty}t \cong \Lambda_{ID} \arcsin \left[sn({}_{xy}^{\infty}s, {}_{xy}^{\infty}k) {}_{xy}^{\infty}k \right] \frac{1}{\pi} \quad \text{éq-II.33}$$

de module-limite ${}_{xy}^{\infty}k \cong \cos(\frac{1}{2} \pi \Lambda_g / \Lambda_{ID})$.

Comme illustré en fig-II.3.10, les forts champs de surface inter-digités se traduisent en effet par un rétrécissement de la région « sensible » embrassant 90% du flux transverse dans une profondeur inférieure à Λ_{ID} .

La densité de flux dans cette direction (fig-II.3.11) ne diffère pas beaucoup du cas simple-espace (voir fig-II.3.5) et les évaluations radiales confirment la validité des mêmes résolutions minimales conseillées pour une simulation précise par éléments finis (table-II.3.2).

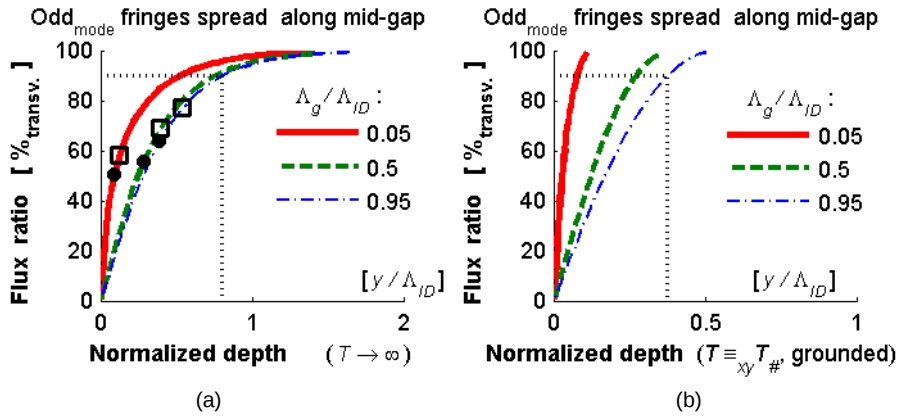
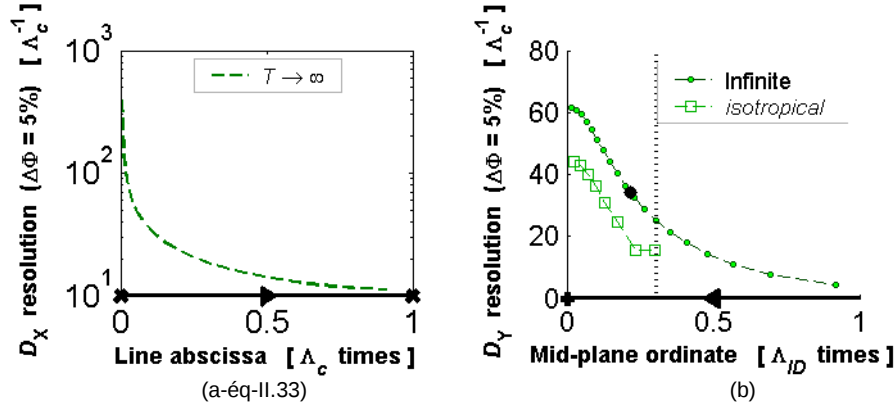


fig-II.3.10 [Math] Multi-espace : extension dans la profondeur (en y) des franges électrostatiques de mode impair

(a- éq-II.33) L'isoprofondeur ${}_{xy}^{\infty}T_{\#}$ ('•') se situe autour de 50–63% du flux global tandis que l'iso-épaisseur ${}_{xy}T_{\#}$ ('□') en totalise environ 70%. Un repère pointillé délimite la région sensible à 90% du flux, également en ruban isotropique (b).

fig-II.3.11 [Math] Multi-espace \ monocouche ε^+ : densités de maillage

Résolution du maillage à 5% de flux impair par élément, le long d'une électrode suivant x (a - milieu infini) ou de l'axe y central (b) ; $\Lambda_g / \Lambda_{ID} = 0.3$. L'isoprofondeur ${}_x T_{\#}$ en ruban épais indique une résolution médiane (b, '•') tandis que l'iso-épaisseur ${}_{xy} T_{\#}$ (repère vertical) distingue champs proche et lointain. (b, *isotropique* -) Un artéfact sur la courbe de densité à proximité de ${}_{xy} T_{\#}$ trahit la surestimation d'éq-II.32, due aux approximations employées (voir annexe VI.D).

3.2.3. Validations numériques (éléments finis)

La comparaison de modèles coplanaires à espaces multiples doit théoriquement intégrer un grand nombre de lignes afin de minimiser les effets de bord liées aux extrémités du réseau. En pratique, le logiciel TCAD³⁸ employé pour référence autorise la délimitation stricte du domaine géométrique de résolution, aux frontières duquel s'appliquent les conditions standards de Dirichlet ou Neumann (voir §2.2). En dessinant un nombre pair de lignes par souci de symétrie, il suffit donc de tronquer le domaine au milieu des deux lignes extrêmes pour émuler un réseau infini. Les couplages sont alors rapportés au nombre d'espaces pris en compte.

Par rapport aux éléments finis TCAD optimisés (voir table-II.3.2), la modélisation conforme montre des précisions radiale ou transverse respectivement supérieures à 95% ou 80% en ruban monocouche et 90% sur coplanaire, pour une périodicité de lignes s'échelonnant entre $1/20^{\text{ème}}$ et 20 fois l'épaisseur du support (fig-II.3.12 et fig-II.3.13, -a). En demi-précision de calcul (-b), les erreurs relatives transverses à ruban fin plongent en négatif

³⁸ Synopsys/SE®

à cause des approximations d'éq-II.30 (voir annexe VI.B, éq-II.59). Les facteurs de formes impliqués, qui en pratique ne correspondent qu'à moins de 0.1 pF/m sur verre ou 0.3 fF/cm² sur circuit imprimé standard (angl. PCB, '*Printed-Circuit Board*' : $T = 1.6\text{mm}$), s'accompagnent cependant de couplages radiaux les dominant d'un ordre de grandeur – c-à-d. plusieurs centaines de fois plus significatifs. A tout le moins, les équations asymptotiques et critères d'application proposés plus haut offrent des transitions monotones vers une description à substrat fin qualitativement fondée. Comme dans la section simple-espace dans ce dernier cas (voir p.159), les iso-épaisseurs $_{xy}T_{\#}$ et isoprofondeurs $_{\infty}T_{\#}$ prédisent assez justement les difficultés de modélisation numérique au côté du seuil analytique de calculabilité en demi-précision (éq-II.30), et la légère appréciation des erreurs radiales à rapports espace/périodicité extrêmes rappelle l'approche orientée-épaisseur privilégiée pour l'analyse.

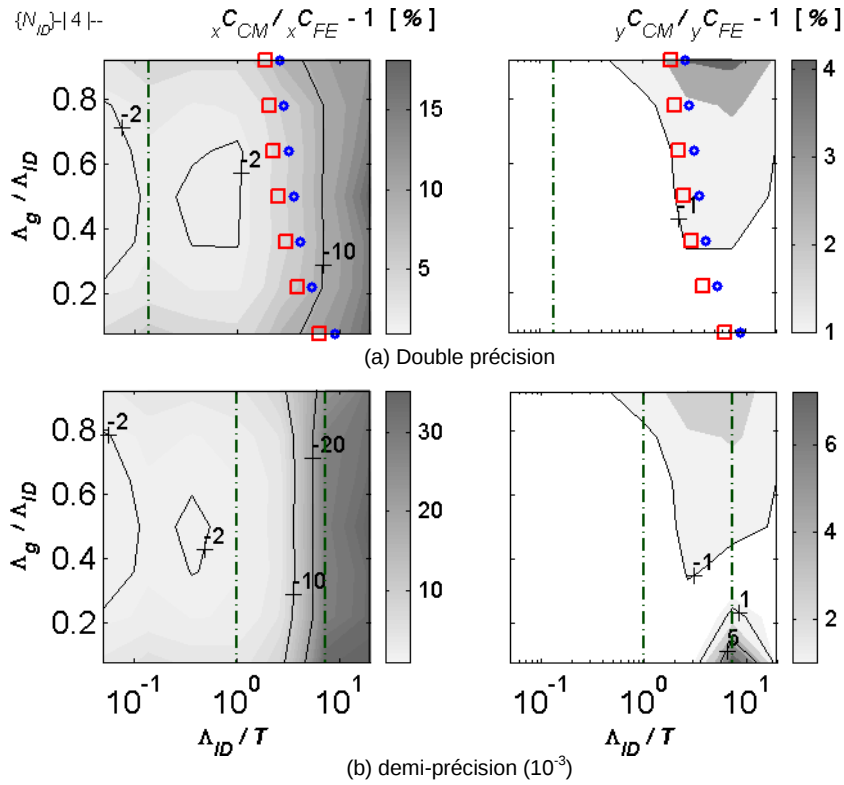
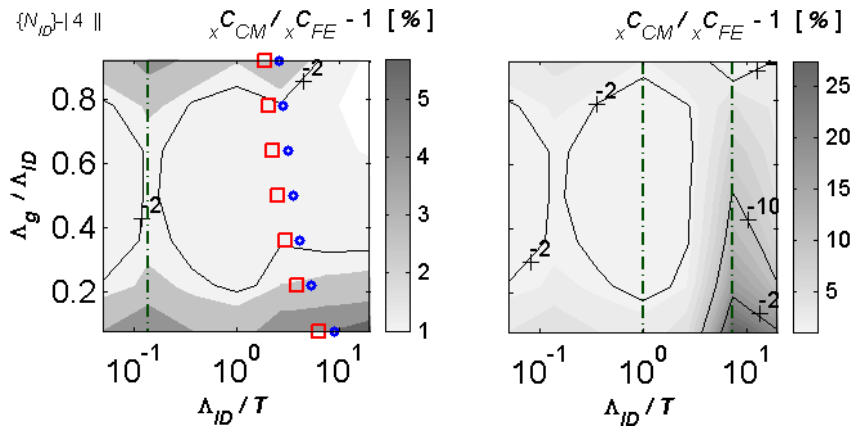


fig-II.3.12 [Math-TCAD] Multi-espace \ ruban ϵ^+ : erreurs comparées du modèle analytique.

Affichage plafonné à $\pm 100\%$; ensemble de 7×7 cas-tests évalués par éléments finis. (a-) Les ordonnées *isotropiques* $xyT_{\#}$ et $xT_{\#}$ – resp. cercles 'o' et carrés '□' – anticipent les cas film-fin. (b-) Pour un calcul en demi-précision, des tirets délimitent par ailleurs les motifs à ruban fin ou épais.



Précision : (a) double

(b) demi- (10^{-3})

fig-II.3.13 [Math-TCAD] Multi-espace \ coplanaire ε^- : erreurs analytiques (transverses)

Des tirets délimitent les structures coplanaires à film fin ou substrat épais.

L'étude approfondie d'un modèle analytique de lignes coplanaires disposées en réseau infini ou en couple (§3.1), qualifié sur une large gamme de dimensions, ouvre la voie au calcul rapide et fiable de détecteurs constitués sur la base de ces dispositifs. Pour parachever cet ensemble, reste à établir une méthode valable d'association multicouche des composantes, présentées jusqu'ici en substrats monocouches.

4 Substrats multicouches

Les précédentes validations numériques d'analyses conformes sur coplanaires\rubans monocouches autorisent leur intégration dans un algorithme de calcul plus général incluant les substrats stratifiés. L'approche au premier ordre qui suit propose un compromis entre une meilleure cohérence physique que les modèles plus anciens et une complexité algorithmique modérée. Ce formalisme, dénommé à « proto-images » partielles, reprend les techniques PPC et SPC simples pour les cas présentés en §2.4.2 et §2.4.1 (resp. coplanaire ϵ^- ou ruban à contact arrière). En substrats ϵ^+ , le modèle adopté s'insère entre les deux alternatives introduites antérieurement (§2.3/fig-II.2.4-b & c). La résolution prend en compte la divergence des champs en respectant la méthode des images, et traite l'enchaînement réel des strates sans y projeter d'électrodes virtuelles (fig-II.4.1). Son principe repose sur les composantes d'admittances mixtes $_{xy}Y_i$, en plus des couplages usuels $_xY_i$ transverses et $_yY_i$ radiaux.

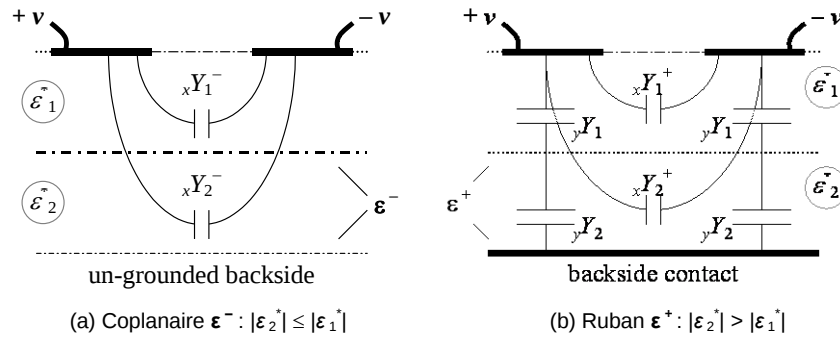


fig-II.4.1 – Admittances partielles de substrat en mode impair

La modélisation par proto-images partielles maintient une certaine cohérence avec la méthode native des images (-b).

4.1. Permittivités croissantes ϵ^+ à mixtes $\epsilon^\pm$:

En ruban ϵ^+ à permittivité extérieure croissante pourvu d'un contact arrière, on suppose toujours que les flux atteignent les couches distantes perpendiculairement à leurs interfaces (fig-II.4.2), de sorte que le substrat peut être envisagé comme une chaîne de quadripôles formant ligne de transmission [Cra78, Iva00]. Depuis le contact arrière vers l'intérieur – à rebours jusqu'à la surface coplanaire – les composantes ${}_{xy}C_{(i+1)}$ s'associent alors en série avec ${}_yC_i$ et en parallèle avec ${}_xC_i^+$ comme illustré en fig-II.4.2.

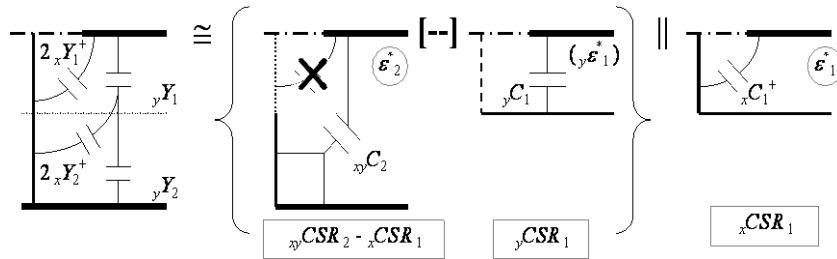


fig-II.4.2 – Décomposition mixte (xy) des couplages partiels de mode impair en ruban ϵ^+ à contact arrière.

L'axe vertical porte une masse virtuelle ; les symboles || et [--] identifient un montage en parallèle ou en série, respectivement.

La mise à la masse de l'axe central des ordonnées dans sa totalité permet une évaluation simple du facteur de forme ${}_{xy}C_{i+1}$, étiré conformément à la méthode des images. Mais en contrepartie, il faut éliminer de ${}_{xy}C_{i+1}$ la contribution intérieure $\epsilon_{(i+1)} {}_xCSR_i$ des flux ne croisant pas l'interface distante (voir fig-II.4.2). Cette correction n'est pas faisable par une combinaison des permittivités indépendante des facteurs de formes, au contraire d'éq-II.13 & éq-II.14, car les directions diffèrent : transverse dans le cas de ${}_xCSR_i$ et mixte pour ${}_{xy}C_{i+1}$. Le préconditionnement par « permittivités partielles », plébiscité dans la littérature pour les structures canoniques (voir §2.4.3), se montre donc inadaptée aux cas plus généraux impliquant les couplages mixtes.

En définitive, si l'on renonce à modifier les permittivités 'naturelles' et que l'on conserve pleinement les facteurs de forme monocouches, l'algorithme de combinaison des composantes en ruban ϵ^+ s'écrit, récursivement,

- dans la direction xy-mixte :

$$\begin{cases} {}_{xy}Y_{N_s} \leftarrow {}_{xy}C_{N_s} \\ {}_{xy}Y_i \leftarrow \frac{{}_yC_i ({}_{xy}Y_{i+1} - \varepsilon_{i+1}^* {}_xCSR_i^+)}{{}_yC_i + ({}_{xy}Y_{i+1} - \varepsilon_{i+1}^* {}_xCSR_i^+)} + {}_xC_i^+ \quad \forall i = (N_s - 1) \dots 1 \end{cases} \quad \text{éq-II.34}$$

avec

$$\begin{aligned} {}_xC_i^+ &= \varepsilon_i^* {}_xCSR_i^+ \\ \text{et } {}_yC_i &= \left(\frac{\varepsilon_i^* \varepsilon_{i+1}^*}{\varepsilon_{i+1}^* - \varepsilon_i^*} \right) {}_yCSR_i \quad \forall i < N_s \quad (39) \end{aligned} \quad \text{éq-II.35}$$

- en direction y-radiale (montage-série, voir §2.4.1) :

$${}_yY_i \leftarrow \frac{{}_yC_i {}_yY_{i+1}}{{}_yC_i + {}_yY_{i+1}} \quad \text{avec } {}_yC_i \text{ donné par éq-II.35 ci-dessus}$$

- suivant x-transverse :

$${}_xY_i^+ = \frac{1}{2} ({}_{xy}Y_i - {}_yY_i), \text{ toujours vérifié (voir éq-II.8)}$$

de sorte qu'en fin de récursion,

$${}_{xy}Y \equiv {}_{xy}Y_1 \quad {}_xY \equiv {}_xY_1^+ \quad {}_yY \equiv {}_yY_1.$$

En complément des couplages mixtes d'éq-II.34, on notera également l'emploi de permittivités naturelles non préconditionnées dans la composante transverse ${}_xC_i^+$ d'éq-II.35.

4.1.1. Algorithme général (simple-face)

Dans la perspective d'une généralisation à tout type de substrat stratifié, la suppression du préconditionnement des permittivités introduit ci-avant pour ${}_xC_i^+$ (éq-II.35) demande aussi de ré-expliciter la composition des couplages transverses ε^* , initialement intégrée à éq-II.12 & éq-II.13. Celle-ci peut récursivement s'écrire comme :

³⁹ l'initialisation pour $i = N_s$ suppose ${}_yC_{N_s}^+ = \varepsilon_{N_s}^* {}_yCSR_{N_s}$

$${}_xY_i^- \leftarrow ({}_xC_i^- - \varepsilon_{i+1}^* {}_xCSR_i^-) + {}_xY_{i+1} \quad \text{éq-II.36}$$

Cette reformulation ne relève pas seulement d'une préoccupation concernant la cohérence de l'algorithme, dépourvu de préconditionnement. L'éq-II.36 ci-dessus demeure correcte quelque-soit la nature du terme ${}_xY_{i+1}$ de droite, associé à une interface ε_{i+1}^- ou ε_{i+1}^+ , et ouvre la voie au développement d'un algorithme universel, requérant de maintenir toutefois l'identité ordinaire :

$${}_{xy}Y_i^- = 2{}_xY_i^- + {}_yY_i \quad (\text{voir éq-II.8}).$$

L'ensemble des paragraphes qui précèdent permet dès-lors une généralisation concernant tout substrat ε^- , ε^+ ou « mixte » $\varepsilon^\pm$ (c-à-d. alternant permittivités croissantes et décroissantes), par l'arrangement des éq-II.34 et suivantes dans un code itératif tel que :

```

Début-proc { type [ ];  ${}_{xy}C[ ]$ ;  ${}_yC[ ]$ ;  ${}_xC[ ]$ ;  $N_s$  },
  init. :  ${}_{xy}Y[N_s] \leftarrow {}_{xy}C[N_s]$ ,
           ${}_yY[N_s] \leftarrow {}_yC[N_s]$ ,
           ${}_xY[N_s] \leftarrow {}_xC[N_s]$ ,
  si type [ $N_s$ ] ?= '-' alors...
     ${}_{xy}Y[N_s] \leftarrow {}_xC[N_s]$ ,
     ${}_yY[N_s] \leftarrow 0$ ,
  fin-si ;

  pour i de ( $N_s - 1$ ) à 1 faire...
     ${}_yY[i] \leftarrow {}_yC[i] \cdot {}_yY[i+1] / ({}_yC[i] + {}_yY[i+1])$ ,
    select. type [i] ?
      cas '+' :
         ${}_{xy}Y[i] \leftarrow {}_xC[i] + 1/\{1/{}_yC[i] + 1/({}_{xy}Y[i+1] - \varepsilon[i+1] \cdot {}_xCSR[i])\}$ ,
         ${}_xY[i] \leftarrow {}_{xy}Y[i] - {}_yY[i]$ ,
      cas '-' :
         ${}_xY[i] \leftarrow ({}_xC[i] - \varepsilon[i+1] \cdot {}_xCSR[i]) + {}_xY[i+1]$ ,
         ${}_{xy}Y[i] \leftarrow {}_xY[i] + {}_yY[i]$ ,
    fin-select ;
  fin-pour ;

  retourne {  ${}_{xy}Y[1]$ ;  ${}_yY[1]$ ;  $1/2 ({}_{xy}Y[1] - {}_yY[1])$  } ;
Fin-proc.

```

Ceci corrige et généralise la technique des capacités partielles pour les substrats de permittivités croissantes et/ou décroissantes, en y introduisant la gestion de profils non monotones.

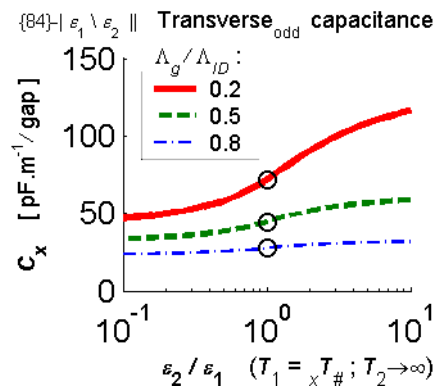


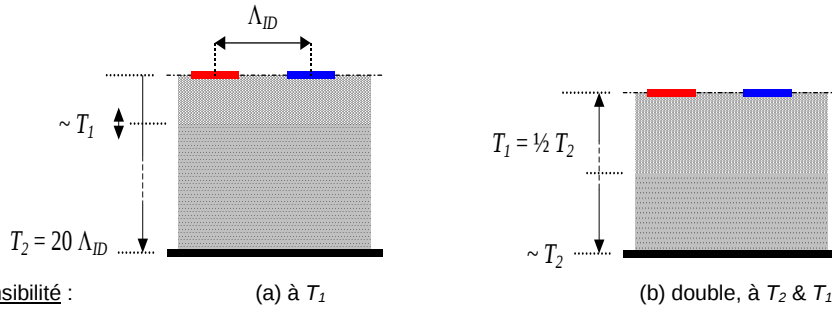
fig-II.4.3 [Math] Rapport diélectrique variable : capacités transverses (x) d'un bicouche
Au premier ordre, l'algorithme général proposé assure une transition continue autour du point $\epsilon_2 = \epsilon_1$.

En outre, l'algorithme développé offre une transition continue autour du cas $\epsilon_i \approx \epsilon_{i+1}$ (fig-II.4.3), ce qui résout également la question relative aux limite d'application des PPC|SPC ou aux hypothétiques corrections à leur apporter, le cas échéant (voir §2.3). Si l'on renonce au préconditionnement par permittivités partielles – séparé du calcul des facteurs de forme monocouches – mais que l'on travaille sur base des permittivités naturelles et de leur produit ordinaire avec leurs facteurs CSR (voir éq-II.10), ce problème devient caduc.

4.1.2. Qualifications numériques :

Deux générations de cas-tests à substrats bicouches {silice ; eau} d'épaisseur intérieure variable $T_1 = [1/20 \dots 20] \Lambda_{ID}$ ont été mis en place, conformément à l'un ou l'autre invariant suivant (fig-II.4.4) :

- épaisseur constante $T_2 = 20 \Lambda_{ID}$ de ruban ϵ^+ (voir fig-II.4.5 et fig-II.4.8) ou mixte ϵ^- contact-arrière (voir fig-II.4.7 et fig-II.4.10) ;
- rapport $\frac{1}{2}$ des épaisseurs en ruban, soit $T_2 = 2 T_1$ (voir fig-II.4.6 et fig-II.4.9).



sensibilité :

fig-II.4.4 [Math] Cas-tests de T -sensibilité sur ruban bicouche

Substrats $\text{SiO}_2 \backslash \text{H}_2\text{O}$ ou $\text{H}_2\text{O} \backslash \text{SiO}_2$ avec contact arrière ($\epsilon_1/\epsilon_2 = 1/20$ ou 20) pour T_2 épais (-a) ou $T_2 = T_1$ (-b).

4.1.2.1. Section simple-espace

S'agissant des couples de lignes coplanaires isolées, et malgré une surestimation de plusieurs ordres de grandeur visible sur la fig-II.4.6 en ruban fin à contact arrière (erreurs limitées à 100%), l'analyse par proto-images partielles sur de larges gammes géométriques se comporte mieux que le dit '*pseudo-formalisme*' [Gev03b] (§2.3), même à rapport Λ_g/Λ_{ID} important. Bien que les équations générales monocouches soit identiques, ce dernier suppose en cas de stratification une projection radiale des lignes coplanaires à chaque interface de couches (voir fig-II.2.4-c) tout en introduisant un facteur de mise à l'échelle des épaisseurs sans justification exacte. Un autre avantage des proto-images se reflète en transverse fig-II.4.6-a, gauche) : bien qu'aussi peu performantes à ruban fin que le *pseudo-*

formalisme (-b), celles-ci améliorent néanmoins l'applicabilité du modèle grâce au cumul partiel des épaisseurs (voir §2.3), qui modère la compression des strates. A noter également que les seuils de calculabilité d'éq-II.19 et éq-II.20 identifient correctement les tendances asymptotiques à ruban fin (fig-II.4.6-a), autrement non supporté par le modèle de base (-b).

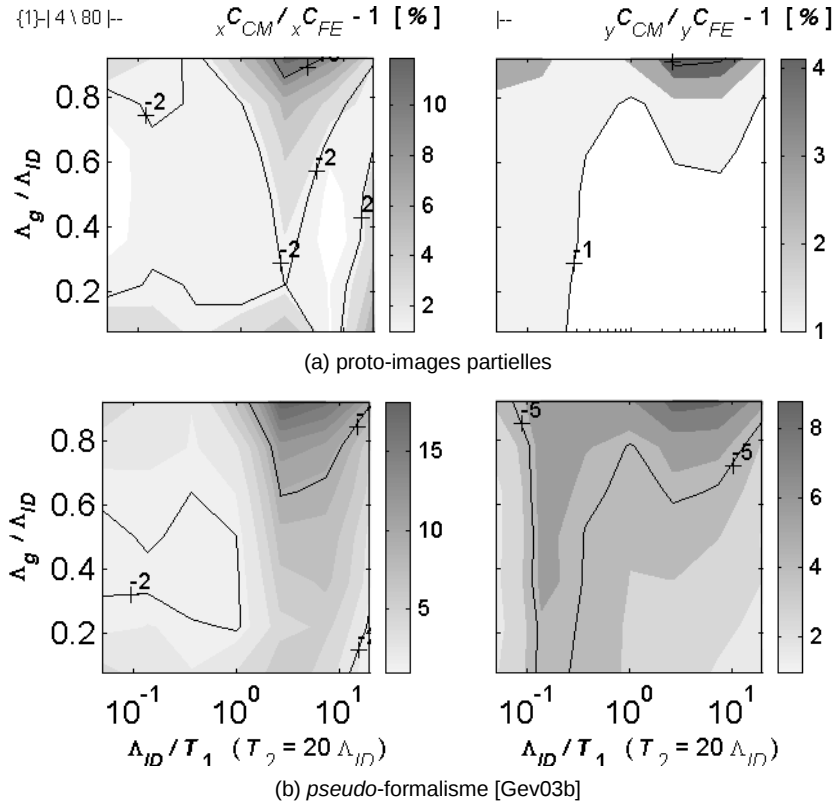


fig-II.4.5 [Math-TCAD] Espace unique \ bi-ruban ϵ^+ : erreurs analytiques en bicouche $\text{SiO}_2/\text{H}_2\text{O}$ épais, par proto- ou *pseudo*-images.

Seconde couche distante à $T_2 = 20 \Lambda_{ID}$. Permittivités : $\epsilon_1/\epsilon_2 \approx 20$.

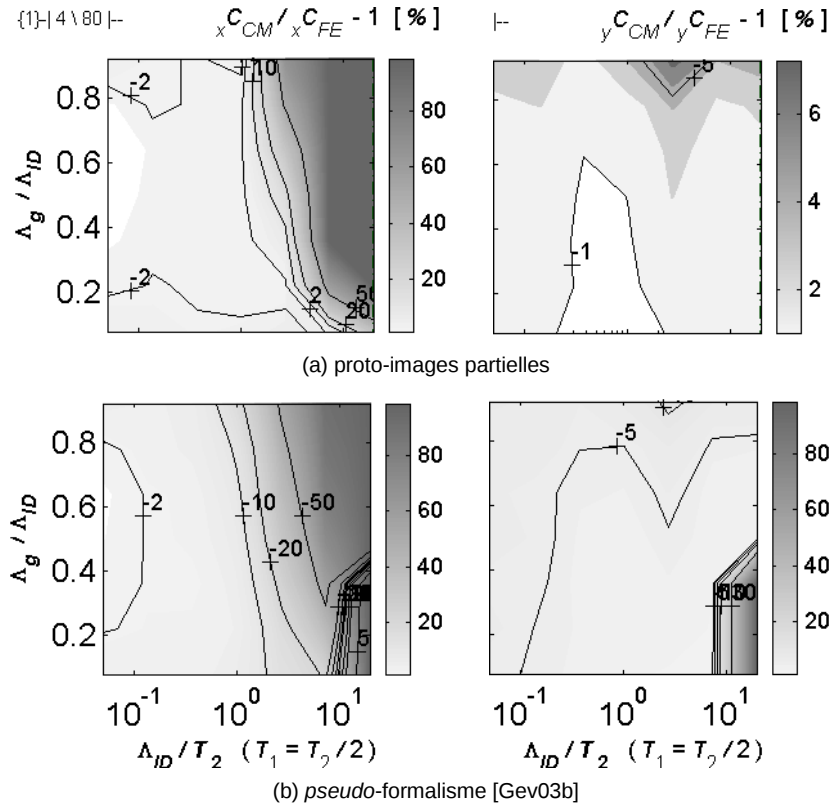


fig-II.4.6 [Math-TCAD] Espace unique \ bi-ruban ϵ^+ : erreurs analytiques en bicouche $\text{SiO}_2/\text{H}_2\text{O}$ à $T_1/T_2 = 1/2$, par proto- ou *pseudo*-images

Permittivités $\epsilon_1/\epsilon_2 \approx 20$. Affichage plafonné à $\pm 100\%$.

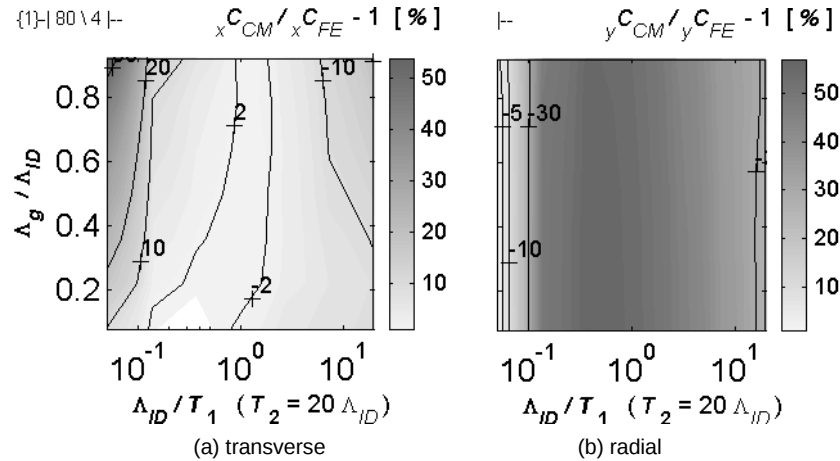


fig-II.4.7 [Math-TCAD] Espace unique \ ruban $\epsilon^\pm$: erreurs analytiques en bicouche mixte, H_2O/SiO_2 épais avec contact arrière

Seconde couche distante à $T_2 = 20 \Lambda_{ID}$. Permittivités : $\epsilon_1/\epsilon_2 \approx 1/20$.

Un premier développement intéressant consisterait ici à profiter de la multiplicité des seuils de calculabilité (deux par couche) afin de mieux anticiper les cas extrêmes – et opter typiquement pour une moyenne des permittivités à ruban mince ou une adaptation plus empirique des épaisseurs telle qu'évoquée ci-avant.

Mais la principale faiblesse de l'algorithme survient en ruban mixte ϵ^- \contact-arrière dans la direction radiale (fig-II.4.7), où l'imprécision surprend d'autant plus que la même combinaison-série des composantes paires fonctionne parfaitement en section multi-espace (voir fig-II.4.10). De telles différences (jusqu'à 55%) se comprennent plus aisément en direction transverse, ordinairement problématique mais n'accusant ici aucun défaut grave (fig-II.4.7-a). En second examen, après acquittement des simulations par éléments finis, il se pourrait que l'évasement prépondérant des flux en bordures du dispositif se traduise par une largeur effective de couplage supérieure entre interfaces successives. C'est peut-être bien là qu'une compression adéquate des épaisseurs pourrait corriger l'évaluation des facteurs de forme, telle qu'avancée quelque-peu arbitrairement par le *pseudo*-formalisme à images projetées [Gev03b] (voir §2.3). Afin toutefois d'éviter l'écueil des corrections intuitives, une telle mise à l'échelle appellera, le cas échéant, de solides justifications.

4.1.2.2. Section multi-espace

Concernant les électrodes inter-digitées en réseau infini (§3.2.3), les cas-tests en rubans bicouches {silice ; eau} des fig-II.4.8 à fig-II.4.10 qualifient l'algorithme à proto-images partielles (-a) mieux que l'arrangement-série de Sytchev (fig-II.4.8-b et fig-II.4.10-b) qui propose un montage en série des couplages transverses aussi bien que radiaux [Syt01] – sans considérer leur nature de quadripôle ou leur arrangement en ligne de transmission. A noter cependant l'équivalence stricte des deux approches pour la composante ligne-à-masse (-a & b, à droite). A l'instar de la section simple-espace (voir fig-II.4.6), les rubans stratifiés très fins appellent manifestement quelques ajustements pour encore améliorer le modèle analytique (fig-II.4.9) tels qu'une prise en compte croisée des seuils de calculabilité propres à chaque couche, dans une perspective d'adaptation plus dynamique de leurs propriétés – typ. épaisseurs empiriques et/ou constantes diélectriques effectives.

On remarquera enfin que les essais sur rubans mixtes ϵ_r -contact-arrière en fig-II.4.10 soutiennent très bien l'algorithme général proposé (§4.1.1), par contraste avec les simulations radiales en section simple-espace (voir fig-II.4.7).

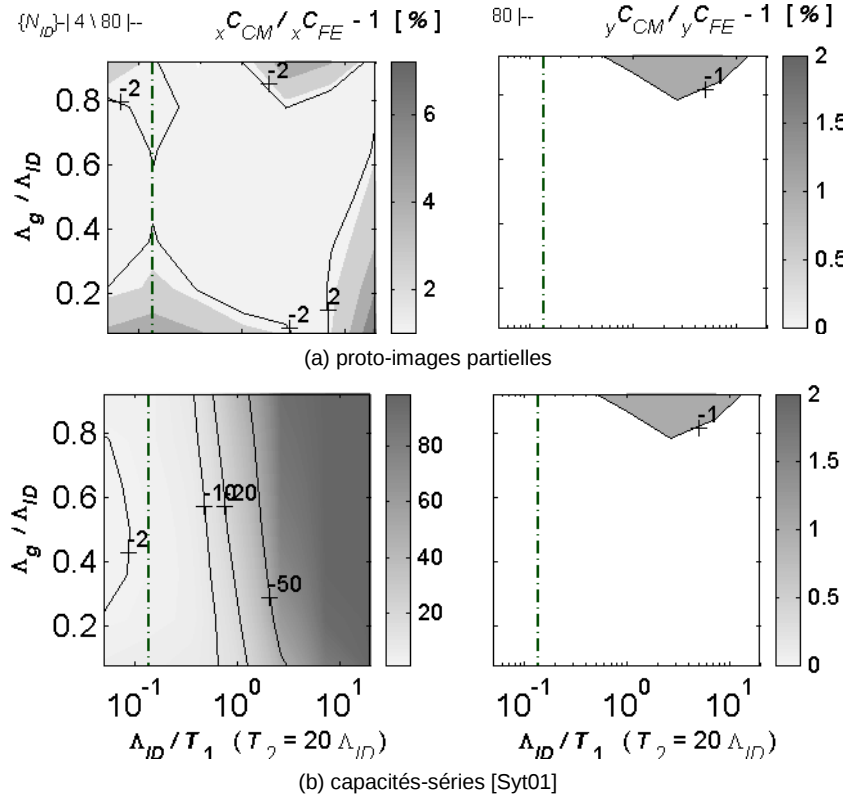


fig-II.4.8 [Math-TCAD] Multi-espace \ biruban $\mathbf{\epsilon}^+$: erreurs analytiques en bicouche $\text{SiO}_2/\text{H}_2\text{O}$ épais, par capacités partielles ou séries

Seconde couche distante à $T_2 = 20 \Lambda_{ID}$. Permittivités : $\epsilon_1/\epsilon_2 \approx 20$. Affichage plafonné à $\pm 100\%$. Des tirets délimitent les cas de couche intérieure fine ou épaisse.

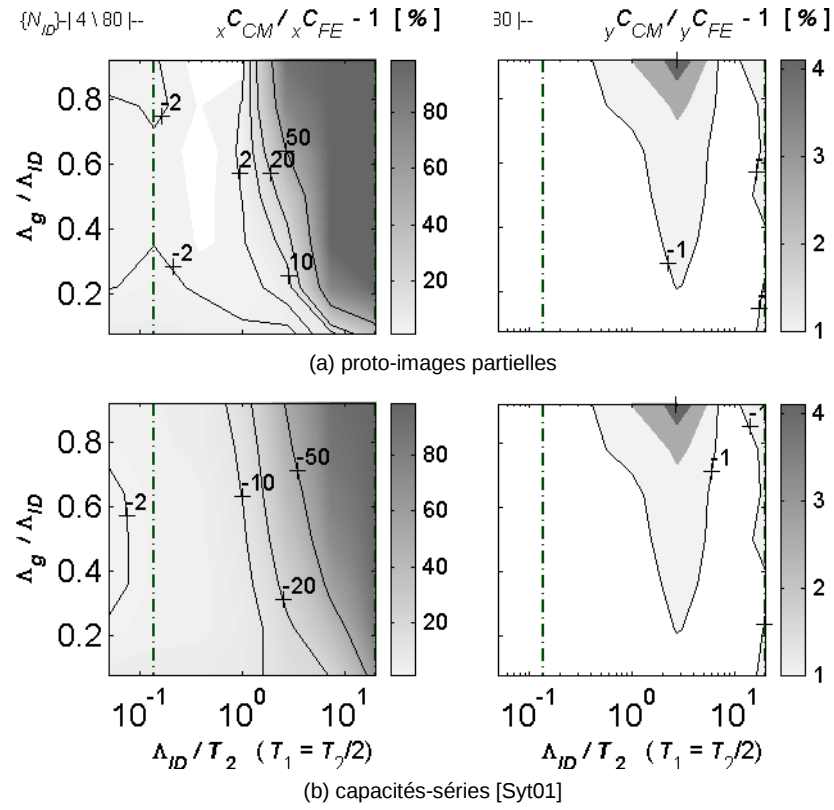


fig-II.4.9 [Math-TCAD] Multi-espace \ bi-ruban $\mathbf{\epsilon}^+$: erreurs analytiques en bicouche $\text{SiO}_2/\text{H}_2\text{O}$ à $T_1/T_2 = 1/2$, par capacités partielles ou séries

Permittivités : $\epsilon_1/\epsilon_2 \approx 20$. Affichage plafonné à $\pm 100\%$. Des tirets délimitent les cas de couche intérieure fine ou épaisse.

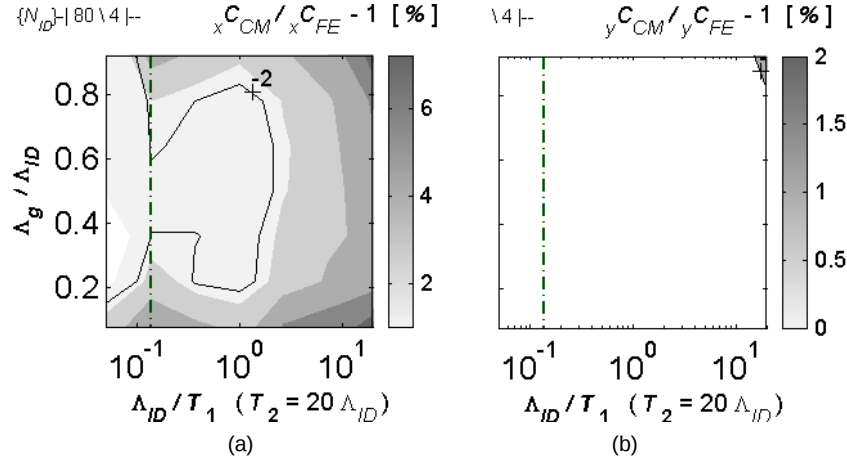


fig-II.4.10 [Math-TCAD] Multi-espace \ ruban $\epsilon^\pm$: erreurs analytiques en bicouche mixte, H_2O/SiO_2 à contact arrière lointain

Seconde couche distante à $T_2 = 20 \Lambda_{ID}$. Permittivités : $\epsilon_1/\epsilon_2 \approx 1/20$. Des tirets délimitent les cas de couche intérieure fine ou épaisse.

Les transformations conformes synthétisées jusqu'ici se limitent à un demi plan – inférieur ou supérieur – en présupposant une parfaite symétrie des champs de part et d'autre de la surface coplanaire. Cette heuristique est cependant inexacte, notamment lorsqu'un côté se trouve doté d'un contact arrière proche (en support fin) et l'autre non (p-ex. en milieu extérieur infini). Dans cette situation particulière, il serait normalement nécessaire d'appliquer une autre transformation conforme, qui tient compte de l'intégralité du domaine [Pes04]. Afin d'alléger néanmoins la bibliothèque d'équations nécessaire pour l'élaboration d'un modèle complet et éviter l'étude approfondie d'une nouvelle transformation conforme, on fait appel à une approche par ligne de transmission, qui met à profit le travail de qualification systématique déjà effectué sur les transformations planaires. A noter qu'en l'absence de contact arrière ou avant, le modèle additif de base reste valable et ne sera pas présenté ici en raison de ses bonnes performances.

4.2. Extension double-face par ligne de transmission

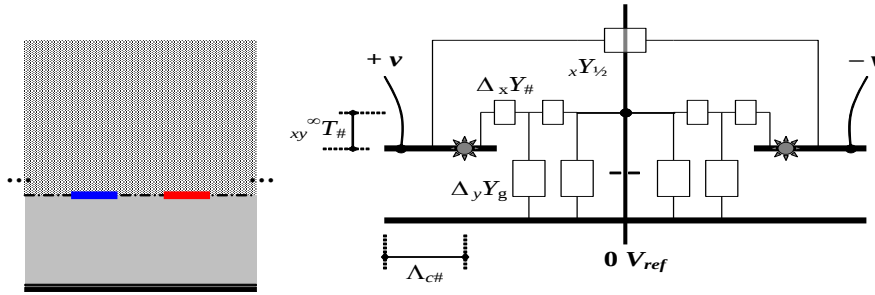


fig-II.4.11 – Modèle biface par ligne de transmission simple

Influence du contact inférieur modélisé par une admittance de rappel 'verticale' ${}_yY_g$. Couplage supérieur ${}_xY$ divisé en parties égales, ${}_xY_{1/2}$ distante et ${}_xY_{\#}$ isotropique, relatives à la profondeur ${}_{xy}T_{\#}$ et l'abscisse de ligne $\Lambda_{c\#}$ (éq-II.56 ou éq-II.62).

Dans le cas d'un dispositif réel tel qu'illustré en fig-II.4.11, le couplage transverse ${}_xY$ en milieu extérieur infini se trouve découpé en deux moitiés ${}_xY_{1/2}$ et ${}_xY_{\#}$, l'une lointaine et l'autre à distance isotropique ${}_{xy}T_{\#}$ (voir éq-II.22 ou éq-II.32). La composante isotropique ${}_xY_{\#}$ du milieu extérieur se trouve couplée au contact arrière du ruban inférieur par une admittance ${}_yY_g$, dans un schéma distribué. Les éléments infinitésimaux $\Delta_x Y_{\#}$ et $\Delta_y Y_g$ par unité de longueur caractérisent la ligne de transmission transverse.

Les coordonnées isotropiques sont alors utilisées comme frontières de références :

- l'isoprofondeur extérieure sert, avec le support, à déterminer $\Delta_y Y_g$;
- l'isolargeur de ligne $\Lambda_{c\#}$ (annexes V.D et VI.D) délimite la longueur de transmission, à laquelle se rapporte $\Delta_x Y_{\#}$.

Les couplages en face supérieure s'écrivent alors (voir annexe VII.A) :

$$\begin{aligned} {}_xY_{up} &= \frac{1}{2} \left\{ {}_xY + Y_c / \sinh \left[\lambda \frac{1}{2} (\Lambda_{ID} - \Lambda_{c\#}) \right] \right\} \\ {}_yY_{up} &= Y_c \tanh \left[\lambda \frac{1}{2} (\Lambda_{ID} - \Lambda_{c\#}) \right] \end{aligned} \quad \text{éq-II.37}$$

$$\text{avec} \quad \lambda = \sqrt{\Delta_x Y_{\#} / \Delta_y Y_g} \quad \text{et} \quad Y_c = \sqrt{\Delta_x Y_{\#} \cdot \Delta_y Y_g}$$

$$\text{où} \quad \Delta_x Y_{\#} = \frac{1}{2} Y (\Lambda_{ID} - 2\Lambda_{c\#})$$

$$\Delta_y Y_g = \left(\frac{\frac{\infty}{xy} T}{\varepsilon_{up}} + \frac{T_{strip}}{\varepsilon_{strip}} \right)^{-1}.$$

Ceux-ci viennent ensuite d'ajouter aux composantes conformes normales du support (angl. 'strip').

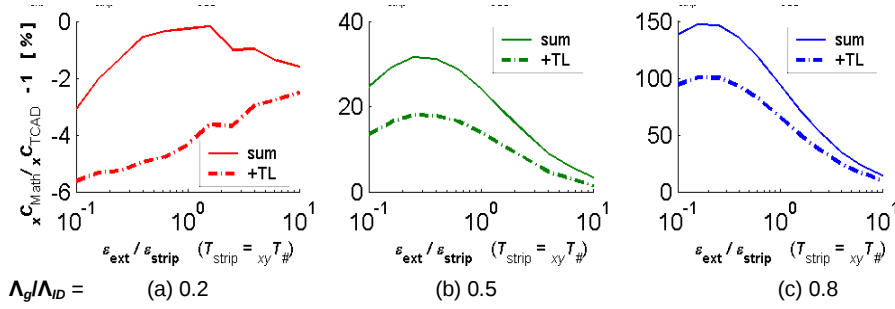


fig-II.4.12 [Math-TCAD] Multi-espace biface {milieu extérieur/ruban monocouches} : erreurs transverses

Comparaison de l'addition simple des couplages extérieur et intérieur ('sum') avec la combinaison par ligne de transmission ('+TL').

L'un des cas les plus critiques fait l'objet de la fig-II.4.12 : il s'agit d'un ruban isotropique en milieu extérieur infini de permittivité variable. La proximité du contact arrière de ruban (à épaisseur isotropique) provoque une erreur importante dans le cas d'une addition simple des couplages extérieur et intérieur, que la combinaison par ligne de transmission réduit d'un tiers. Si l'on tient compte de quelques 10 % de marge d'erreur sur chaque face, les performances obtenues sont acceptables pour un rapport de métallisation suffisant. A fort espacement (-c), l'erreur demeure anormalement haute pour une raison qui reste à étudier plus en détail ; une topologie alternative de ligne de transmission transverse-transverse sera avancée plus loin et pourra alimenter la discussion sur ce point (voir §5.2.2). La capacité globale, quant-à-elle, évolue sur deux ordres de grandeur.

5 Applications & Discussion

Les développements analytiques synthétisés jusqu'ici offrent une gestion heuristique transparente des contraintes de calcul inhérentes aux modèles de lignes coplanaires\ruban. Quantitativement validés par comparaison aux éléments finis, ils épargnent ainsi la problématique particulière du conditionnement numérique affectant autrement les systèmes à résolution discrète. Ainsi facilité, l'examen fondamental de leurs perspectives applicatives passe par l'étude de substrats à une ou deux couches avec ou sans contact arrière, qui renseigne sur les performances envisageables de tels dispositifs en fonction d'épaisseurs ou de permittivités changeantes. Une question essentielle consiste en effet à évaluer la sensibilité de caractères extrinsèques mesurables (typ. résistance ou capacité) à la distance et à la nature de la première interface vue par les électrodes, variable entre conductrice et isolante – ou à faible et haute impédance.

En plus du type de structure coplanaire\ruban (resp. sans ou avec contact arrière), les deux paramètres principaux du modèle sont l'épaisseur de la (des) couche(s) et leur(s) permittivité(s). D'abord par simplicité, on considère les diélectriques purs donnant lieu à des couplages exclusivement capacitifs. Les matériaux sélectionnés {air ; verre} l'ont été en raison de leur importance pratique dans les capteurs sur silicium, et parce que le rapport $\frac{1}{4}$ de leurs constantes diélectriques se trouve significatif tout en restant modéré – donc propice à l'extrapolation de tendances.

En général, les sections simple- et multi-espaces se comportent de façon similaire. En raison cependant de l'approche orientée-épaisseur privilégiée au cours de la modélisation, des artéfacts locaux émergent de certaines caractéristiques pour des espacements ou largeurs extrêmes de lignes.

5.1. Sensibilités principales :

5.1.1. $\{\varepsilon_i^*\}$ – Variations diélectriques

La caractérisation en détection diélectrique s'articule autour d'un substrat bicouche d'épaisseur intérieure T_1 comprise entre $\Lambda_{ID}/100$ et $100\Lambda_{ID}$. Il s'agit ici d'évaluer la sensibilité des capacités transverse et radiale à une variation de $\pm 3\text{dB}$ de la permittivité ε_1 de la première couche par rapport à l'extérieur ε_2 ^[40] (fig-II.5.1). Le dispositif comprend une épaisseur extérieure élevée $T_2 = 110\Lambda_{ID}$, de sorte que la présence d'un contact de masse distant n'aurait qu'une influence négligeable, le cas échéant.

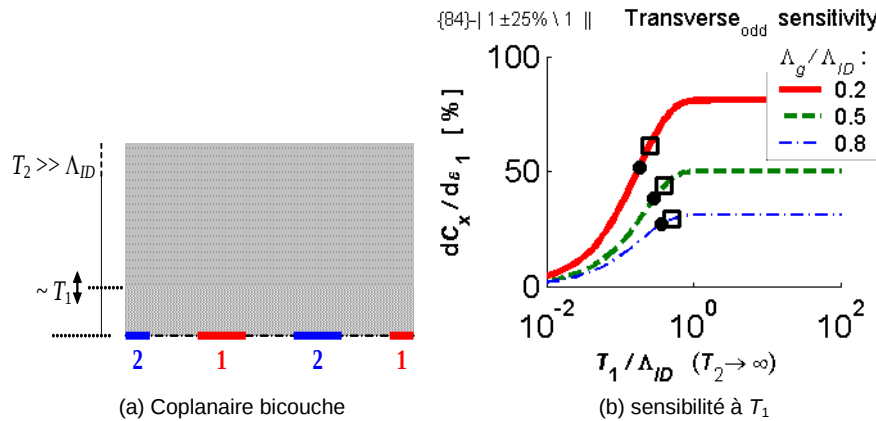


fig-II.5.1 [Math] Test multi-espace \ bicouche dégénéré : sensibilité transverse à la première interface

Bicouche coplanaire quasi-homogène à $\varepsilon_1 = \varepsilon_2 \pm 25\%$ – p-ex. milieu Air–Air $\pm$ humide. Les pointeurs d'isoprofondeurs ${}_x^\infty T_\#$ et d'iso-épaisseurs ${}_{xy}T_\#$ (resp. '●' et '□') correspondent aux *minima* en-dessous desquels la sensibilité diélectrique à la première couche s'éteint. La capacité linéaire C_x a été rapportée en F/m sur un espace moyen équivalent – factorisation par 1/84 couples de lignes longues d'1 mètre.

Comme les champs tendent à se concentrer sous l'espace inter-lignes à faible rapport espace/périodicité, couplages et sensibilités diélectriques transverses augmentent inversement à Λ_g/Λ_{ID} (fig-II.5.1-b). La sensibilité

⁴⁰ c-à-d. $\varepsilon_1 = 0.7 \varepsilon_2$ ou $\varepsilon_1 = 1.4 \varepsilon_2$.

diélectrique à la couche intérieure croît par ailleurs naturellement avec son épaisseur, jusqu'à atteindre une valeur maximale stable au-delà des iso-épaisseurs. La contribution de surface grandit en effet très vite quand la première strate est encore fine mais se stabilise à mesure que son interface extérieure s'éloigne.

En complément de cette étude sur l'influence d'un changement de nature à l'interface de deux strates quasi-identiques, d'autres tests ont été menés sur une gamme élargie de rapports diélectriques $\varepsilon_2 / \varepsilon_1$ (fig-II.5.2). Ceux-ci confirment la concordance des distances isotropiques effectives d'éq-II.38 avec la limite de sensibilité relative en première couche (-b), pour une détection diélectrique dans le cas présent.

En combinant sensibilité absolue et relative (resp. fig-II.5.2-a et -b), on remarque par ailleurs un minimum d' ε_1 -sensibilité (resp. un maximum d' ε_2 -sensibilité) lorsque les deux couches sont identiques, c-à-d. pour $\varepsilon_2 \approx \varepsilon_1$.

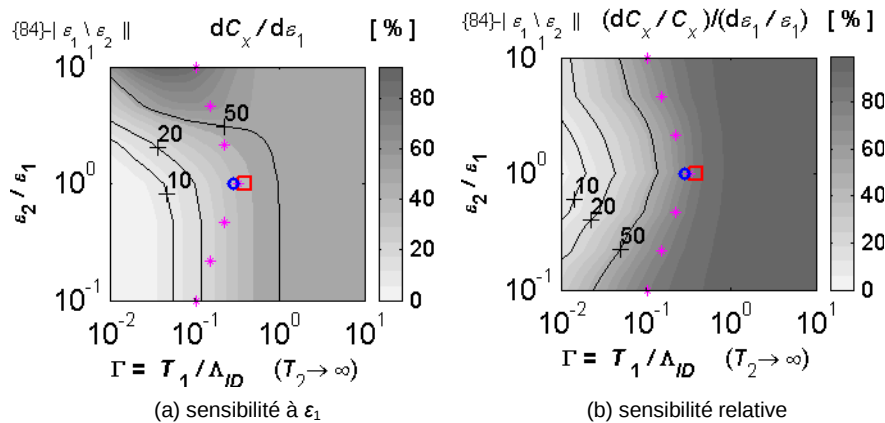


fig-II.5.2 [Math] Coplanaire bicouche ε^- ou ε^+ : ε_1 -sensibilités transverses relatives & ordonnées isotropiques 'effectives'

Substrat bicouche en milieu épais (épaisseur distante $T_2 = 10^2 \Lambda_{ID}$) ; capacité normalisée sur le nombre d'espaces inter-lignes. Les repères isotropiques effectifs d'éq-II.38 (pointeurs '*') soulignent remarquablement la frontière de sensibilité diélectrique relative autour de quelques 70% (b).

Une mesure ciblant la première couche travaillera donc avantageusement en deçà de l'épaisseur isotropique effective pour $\varepsilon_2 \gg \varepsilon_1$ – et réciproquement à $\varepsilon_2 \ll \varepsilon_1$ pour une mesure en couche distante.

5.1.2. $\{T_i\}$ – Détection d'épaisseur

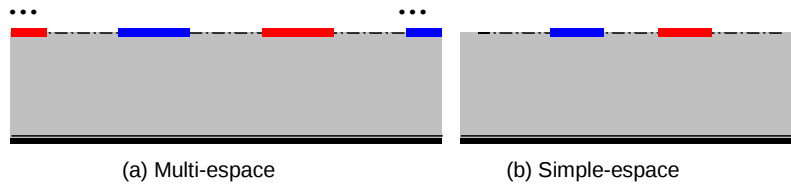


fig-II.5.3 Cas-tests en coplanaires\rubans monocouches.

Les variations transverses ou radiales de capacité selon l'épaisseur d'un substrat (fig-II.5.3) se montrent naturellement croissantes avec la largeur relative des lignes, c-à-d. à moindre Λ_g/Λ_{ID} (fig-II.5.4 et fig-II.5.5, voir aussi annexes VIII/fig-II.5.20 et VIII/fig-II.5.21). Quel que soit le rapport de métallisation néanmoins, ces performances chutent identiquement à couche épaisse car les champs de surface dominants ne sont guère sensibles aux profondeurs distantes.

En ruban fin monocouche, la sensibilité radiale augmente en raison de la proximité du contact arrière tandis que le couplage ligne-à-ligne s'éteint (resp. fig-II.5.4-a & b). Remarquablement, la situation intermédiaire aux iso-épaisseurs localise un régime de sensibilité transverse maximale et un plateau dans la direction radiale. A film fin toujours, la sensibilité relative transverse explose (-c) au prix toutefois de l'effondrement du couplage correspondant. La sensibilité relative radiale présente quant à elle un minimum local aux épaisseurs *isotropiques* (-d).

L'ensemble de ces remarques conduit à considérer le régime isotropique comme optimal pour une mesure inter-lignes, et le plus linéaire dans la direction ligne(s)-à-masse.

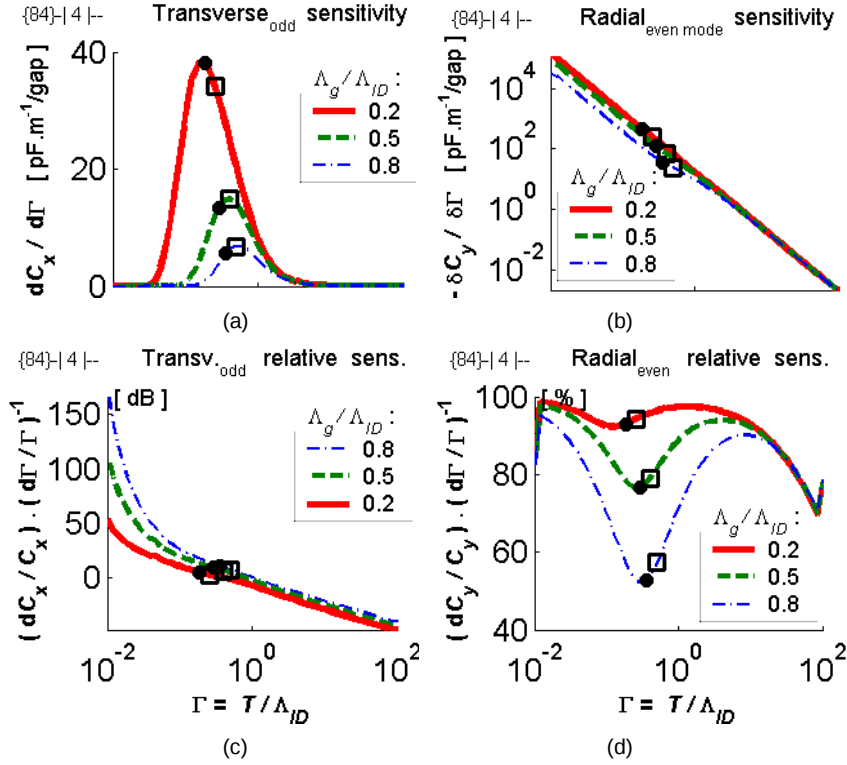


fig-II.5.4 [Math] Multi-espace \ monoruban : sensibilités à l'épaisseur

Monocouche SiO_2 \ contact-arrière (ϵ^+) d'épaisseur variable T . Les pointeurs d'iso-ordonnées (c-à-d. isoprofondeurs $x^*T_\#$ et iso-épaisseurs $xyT_\#$, resp. '•' et '□') distinguent un régime de sensibilité transverse optimal vis-à-vis d'une mesure ligne-à-ligne, et le comportement « le moins non-linéaire » en direction radiale. Les capacités linéaires $C_{x,y}$ ont été rapportées en F/m sur un espace moyen équivalent – factorisation par 1/84 couples de lignes longues d'1 mètre.

En substrat stratifié, les expressions des ordonnées *isotropiques* monocouches ne signalent qu'une limite approximative de la sensibilité à l'épaisseur de la première strate (fig-II.5.5, variable intérieure T_1). Cependant, une observation de la T_1 -sensibilité relative indique qu'il existe un régime d'épaisseur optimal pour ce critère (fig-II.5.6). Au vu de l'intérêt que présentent les ordonnées isotropiques monocouches pour la distinction des régimes champs proche et lointain, on a cherché à identifier leur possible implication dans cet *optimum* de sensibilité relative en substrat bicouche. L'analyse des matériaux anisotropes [Wei77] renseigne à cet égard une

simplification, consistant à prendre la racine carrée du produit des composantes de permittivités (en x et y) en guise de permittivité efficace.

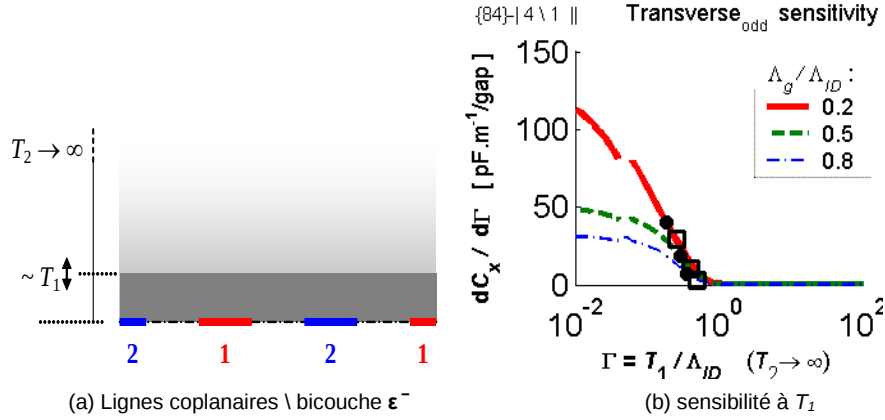


fig-II.5.5 [Math] Test multi-espace \ bicouche ϵ^- : sensibilité transverse à la première épaisseur (intérieure)

Substrat épais SiO_2/Air sans contact arrière ($\epsilon_1/\epsilon_2 \approx 1/4$, $T_2 = 10^3 \Lambda_{ID}$) ; capacité normalisée sur le nombre d'espaces inter-lignes. Les distances isotropiques pointent la gamme de première épaisseur au-delà de laquelle la sensibilité aux variations de T_1 devient négligeable.

Au premier examen d'un bicouche à permittivité extérieure plus faible (fig-II.5.5-b et fig-II.5.6-a), il est clair que le régime de T_1 -sensibilité *optimum* correspond à une épaisseur inférieure aux ordonnées isotropiques. Cette dernière remarque montre que, si une mise à l'échelle des ordonnées isotropiques peut être envisagée, elle ne doit pas faire appel au produit mais bien au rapport des permittivités externe/interne dans le cas présent. Une prise de la racine carrée rend alors compte de la distribution quadratique des champs de surface, et permet de poser une première définition des iso-épaisseur et isoprofondeur effectives, sous la forme :

$$\{\epsilon_{xy} T_{\#}, \epsilon_x T_{\#}\}^{eff} = \{\epsilon_{xy} T_{\#}, \epsilon_x T_{\#}\} \sqrt{|\epsilon_2^* / \epsilon_1^*|} \quad \forall |\epsilon_2^*| \leq |\epsilon_1^*|.$$

Cette factorisation donne de bons résultats en coplanaire bicouche ϵ^- ; mais les courbes de T_1 -sensibilité relative présentent un *extremum* similaire en bicouche ϵ^+ (fig-II.5.6-b), ce qui suggère une modification de la relation précédente dans le sens :

$$\{\epsilon_{xy} T_{\#}, \epsilon_x T_{\#}\}^{eff} = \{\epsilon_{xy} T_{\#}, \epsilon_x T_{\#}\} \sqrt{\frac{\min(|\epsilon_1^*|, |\epsilon_2^*|)}{\max(|\epsilon_1^*|, |\epsilon_2^*|)}} \quad \forall \epsilon_2^*, \epsilon_1^*. \quad \text{éq-II.38}$$

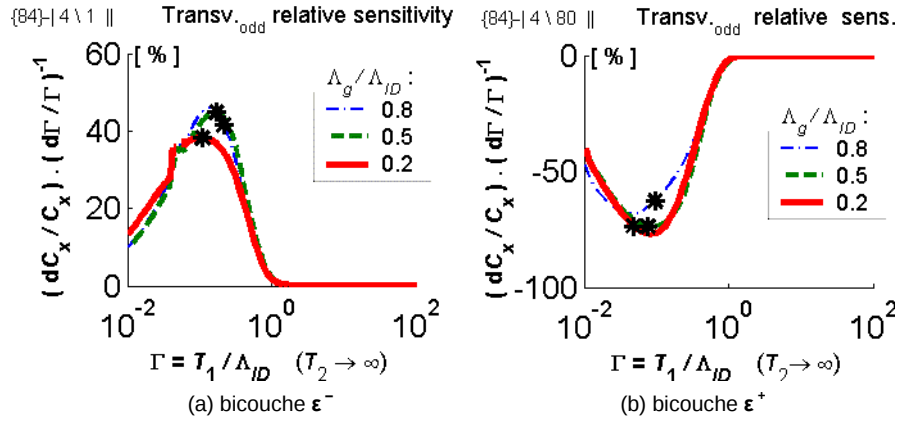


fig-II.5.6 [Math] Multi-espace coplanaire ε^- ou ε^+ : T_1 -sensibilités relatives transverses et ordonnées isotropiques 'effectives'

Substrat SiO_2/Air ou $\text{Air}/\text{H}_2\text{O}$ en milieu épais (resp. $\varepsilon_2/\varepsilon_1 \approx 1/4$ ou 20 ; $T_2 = 10^3 \Lambda_{ID}$), d'épaisseur intérieure T_1 variable. Les distances isotropiques *effectives* d'éq-II.38 (pointeurs '*') localisent notablement les *extrema* de la sensibilité relative à la première épaisseur – iso-épaisseur et isoprofondeur proches ont été ramenées à leur moyenne quadratique par soucis de synthèse.

Bien qu'empirique, cette mise à l'échelle confirme sa remarquable efficacité lorsqu'on explore la T_1 -sensibilité relative sur un domaine diélectrique $\varepsilon_2/\varepsilon_1$ plus vaste. Sur un diagramme fonction à la fois de T_1 et d' ε_2 (fig-II.5.7, resp. axe des abscisses ou des ordonnées), le tracé des isoprofondeurs *effectives* médianes d'éq-II.38 [⁴¹] se montre aligné avec la « ligne de crête » de la T_1 -sensibilité relative, prise en valeur absolue.

La question de son adaptation à un plus grand nombre de couches reste ouvert ; une évaluation des permittivités effectives $(\varepsilon_1^*)^{\text{eff}}$ et $(\varepsilon_2^*)^{\text{eff}}$ respectivement en deçà ou au-delà de l'iso-épaisseur initiale permettrait par exemple de ramener le substrat à un bicouche équivalent où appliquer éq-II.38, le cas échéant, quitte à réitérer la procédure par dichotomie.

⁴¹ illustrées ici : moyennes quadratiques des isoprofondeurs et iso-épaisseurs

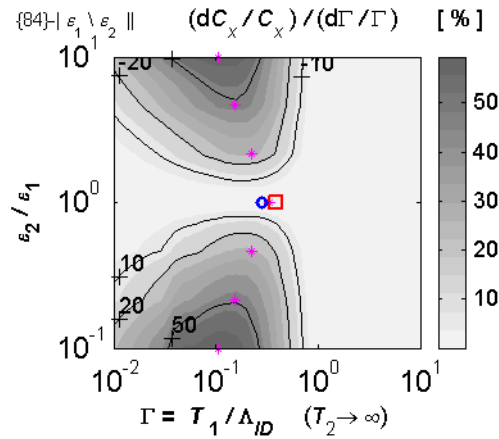


fig-II.5.7 [Math] Coplanaire bicouche ϵ^- ou ϵ^+ : T_1 -sensibilités transverses relatives & ordonnées isotropiques 'effectives'

Substrat bicouche en milieu épais (épaisseur distante $T_2 = 10^2 \Lambda_D$). Les distances isotropiques effectives d'éq-II.38 (pointeurs '*') se trouvent remarquablement alignées avec les demi-droites de crête ou de vallée – resp. gauche ou droite – de la T_1 -sensibilité relative.

Rappelons enfin que tous les résultats évalués sur dispositif coplanaire en milieu infini sont identiques en ruban à contact arrière lointain, en raison de la concentration des champs surfaciques et de la domination consécutive de la composante transverse sur l'ensemble des couplages (voir éq-II.20 ou éq-II.31).

5.1.3. $\{\Lambda_D\}$ – Tomographie planaire, approche directe

Les caractéristiques dynamiques de substrats semiconducteurs de type 'bulk' seront abordées dans le prochain paragraphe 5.2.1, ainsi qu'au Chapitre suivant. On s'intéresse ici à une version « intrinsèque » de substrat SOI, supposé purement diélectrique, et à l'influence de la périodicité spatiale des lignes sur les caractéristiques globales.

Un empilement SOI usuel comporte un film semiconducteur d'une centaine de nanomètres, en surface d'un isolant épais de plusieurs centaines de microns. En présence d'un support également semiconducteur, cet isolant prend la forme d'un oxyde dit « enterré » en direction de la face arrière. Communément, SOI et support se composent de la même base matérielle –

typ. substrat silicium diversement dopé. Si l'on adjoint au dispositif un oxyde frontal fin de quelques nanomètres, supportant une ou plusieurs électrode(s) comme la grille d'un transistor MOS, le dispositif présente quatre couches physiques de couplage.

Ce type de structure permet d'abord de qualifier, sous un angle relativement astreignant, les équations et algorithmes analytiques caractérisés jusqu'ici sur une ou deux couches seulement. Hormis leur nombre plus élevé, les strates qui composent le support ne présentent en effet que deux constantes diélectriques, alternées dans la profondeur et proches l'une de l'autre : $\varepsilon_{\text{Si}} = 12$ pour le silicium, $\varepsilon_{\text{SiO}_2} = 4$ pour son oxyde. Plutôt que de faire varier l'une ou l'autre des épaisseurs comme précédemment, leur fixation globale permet ensuite de reporter l'étude sur les seules dimensions coplanaires. Par opposition aux caractérisations orientées-épaisseurs, cette approche 'par l'extérieur' correspond davantage à la pratique expérimentale du dimensionnement des lignes coplanaires, sur une surface donnée. Par comparaison avec la diversité des motifs coplanaires réalisables en effet, les substrats couramment employés dans l'électronique se présentent en nombre plus restreint : semiconducteur massif, SOI à déplétion partielle, SOI complètement déplété, hétérostructures conventionnelles de trois à cinq couches⁴² [Paj06], supports de circuits imprimés (typ. laminés d'époxy) et rubans hyperfréquences (typ. alumine), par exemple.

Les couplages transverse et radial qui s'établissent entre un couple de lignes coplanaires en ruban SOI diélectrique sont illustrés en fig-II.5.8, ainsi que les erreurs relatives commises par rapport aux simulations sous éléments finis (TCAD). La concordance s'avère excellente sur toute la gamme testée de périodicité coplaire Λ_{ID} . Cinq régimes se distinguent dans la caractéristique transverse en particulier.

A faible Λ_{ID} , la contribution frontale de la première couche d'oxyde domine, et reste stable jusqu'à ce que l'écartement des lignes projette davantage de lignes de champ dans le film de silicium sous-jacent (fig-II.5.8-a, premier pic). Si l'on continue à augmenter Λ_{ID} , les champs profonds atteignent le second oxyde et produisent une inflexion de capacité due à sa moindre permittivité (minimum local). A nouveau, l'écartement croissant des lignes adresse la dernière couche de silicium (dernier pic). Comme un contact arrière est présent néanmoins, le couplage transverse finit par

⁴² couches fonctionnelles, réalisées jusqu'en une dizaine de strates [Mak10]

s'éteindre lorsque la périodicité coplanaire devient très grande, au profit du seul couplage radial (fig-II.5.8-b, à droite).

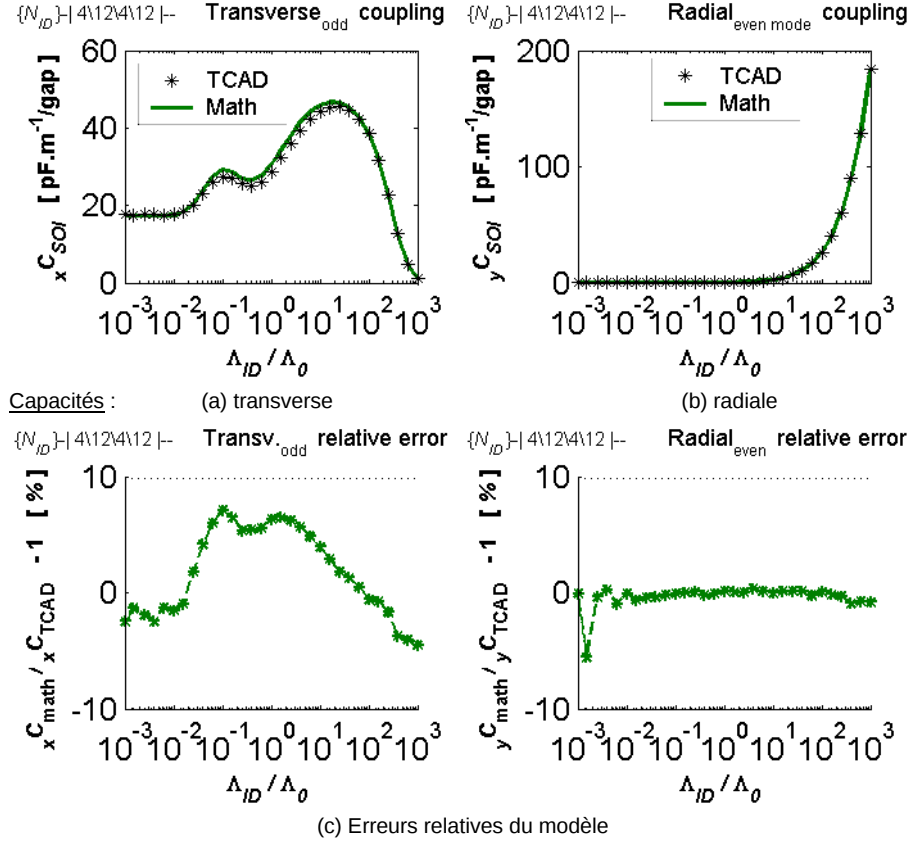


fig-II.5.8 [Math-TCAD] Multi-espace coplanaire \ ruban SOI intrinsèque avec grille arrière

Substrat {SiO₂ \ Si \ SiO₂ \ Si} purement diélectrique (conductivités négligées) d'épaisseurs respectives {31nm ; 80nm ; 0.5μm ; 750μm}. Référence arbitraire de périodicité coplanaire : $\Delta_0 = 4\mu\text{m}$.

Ce type de profils peut servir de base à la reconstruction en aveugle de l'architecture d'un support, usuellement nommée « tomographie » de surface [Dru07, Mam02, Iva00]. Il s'agit d'un problème inverse sortant du cadre de ce Chapitre, mais les équations et algorithmes de résolution directe synthétisés plus haut en autorisent une première appréhension positive. Le cas échéant,

ceux-ci pourront également soutenir des approches inverses de reconstruction itérative, telles qu'une optimisation non-linéaire. De telles méthodes cherchent à évaluer les variables d'entrée d'un système de référence (ici nombre de couches, épaisseurs, permittivités), telles qu'il s'ajuste à un comportement donné (p-ex. profils de couplage). Leur principe consiste à investiguer la sensibilité paramétrique du modèle autour d'un cas-test vraisemblable, à en adapter les variables significatives, afin de rapprocher les projections théoriques des données empiriques. Mis en œuvre dans une boucle récursive, les modèles énoncés dans ce Chapitre offrent en l'état une rapidité et une fiabilité de calcul bénéfiques à cet égard. Dans une perspective ultérieure, leurs formulations asymptotiques aisément dérivables pourront en outre accélérer les procédures d'optimisation par gradients.

5.2. Cas d'études :

5.2.1. Dispositif MOS (Métal\Oxyde\Semiconducteur) :

Les développements présentés jusqu'ici ont été restreints par simplicité aux couches purement diélectriques, de conductivité nulle et permittivité réelle, réciproquement identiques aux conducteurs purement ohmiques – de conductivité non nulle et constante diélectrique négligeable. Dans une large mesure, les modèles mis en œuvre restent valables en présence de matériaux complexes, c'est-à-dire présentant une conductivité ohmique et une constante diélectrique toutes-deux non nulles. Les couplages calculés par transformations conformes et composition multicouche supposent à cet égard l'indépendance des facteurs géométriques et des permittivités associées, considérés séparément à l'intérieur de chaque strate (§2.2). Hors interfaces, la nature diélectrique ou ohmique des matériaux n'influence donc pas l'évaluation des facteurs de forme jusqu'à leur produit terminal (équ-II.10).

En plus d'une constante diélectrique réelle, les permittivités complexes ε^* incluent un terme imaginaire $\sigma/i\omega$ correspondant aux pertes ohmiques à la fréquence f du signal de mesure, où $\omega = 2\pi f$ désigne la pulsation et $i = \sqrt{-1}$ l'unité imaginaire. Cette normalisation fréquentielle préserve l'admittance

capacitive élémentaire égale à $i\omega\varepsilon^*$, par définition⁴³. La permittivité qui résulte, variable en fréquence, présente un intérêt particulier pour les modèles conformes multicouches. Elle peut par exemple changer la nature d'une interface d'indice i dépendant des modules $|\varepsilon_i^*|$ et $|\varepsilon_{i+1}^*|$ (§2.3), mais permet surtout de balayer de façon continue une large gamme de permittivité(s). Les applications à permittivité(s) complexe(s) offrent par conséquent un ensemble de critères supplémentaires de qualification en terme de modélisation spectrale : identification des régimes purement conducteurs, purement diélectriques ou intermédiaires, fréquences de coupure respectives, etc.

En micro-électronique, le cas d'intérêt le plus simple consiste en une structure MOS telle qu'illustrée en fig-II.5.9-a. On considère pour la face arrière un support massif de silicium typiquement dopé à 10^{15} cm^{-3} atomes de bore, de conductivité correspondante $\sigma_{\text{Si}} = 3 \text{ S/m}$. Dans l'éventualité d'une charge positive variable dans l'oxyde frontal par exemple, une désertion de porteurs majoritaires – ici des trous – est susceptible de se produire à l'interface oxyde-silicium. Afin de faciliter la comparaison des modèles analytique et numérique, on évite les régimes d'accumulation et surtout d'inversion, affectés de non-linéarités supplémentaires.

Dans le même souci de simplification, aucune charge n'est adjointe à l'oxyde pour les simulations mais une couche isolante de même constante diélectrique que le silicium se trouve intercalée en guise de désertion. La gamme d'épaisseur donnée à cette zone purement diélectrique a été choisie de façon à respecter la condition de non-inversion préalablement posée. Les principaux éléments discrets responsables des couplages ont été surimposés à la structure générique en fig-II.5.9.

⁴³ toute conductivité σ s'apparente à une admittance réelle.

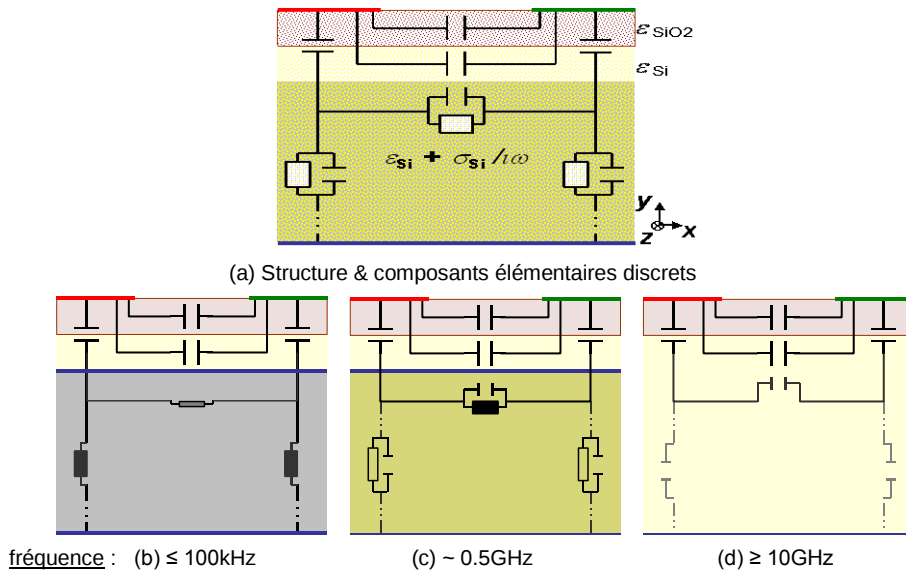


fig-II.5.9 – Coplanaire\ruban : Métal-Oxyde-Semiconducteur

Modèles discrets équivalents selon la fréquence de mesure.

Le tracé des caractéristiques spectrales en fig-II.5.11 révèle trois régimes de couplage particuliers.

En basses fréquences, l'admittance proportionnelle des capacités est très faible, au regard desquelles le silicium *bulk* se comporte comme un conducteur ohmique parfait. Le plan arrière se trouve ainsi ramené au contact de la couche de désertion (fig-II.5.9-b), maximisant la capacité radiale au détriment des couplages transverses, qui se réduisent ainsi aux deux seules contributions de l'oxyde et de la couche désertée.

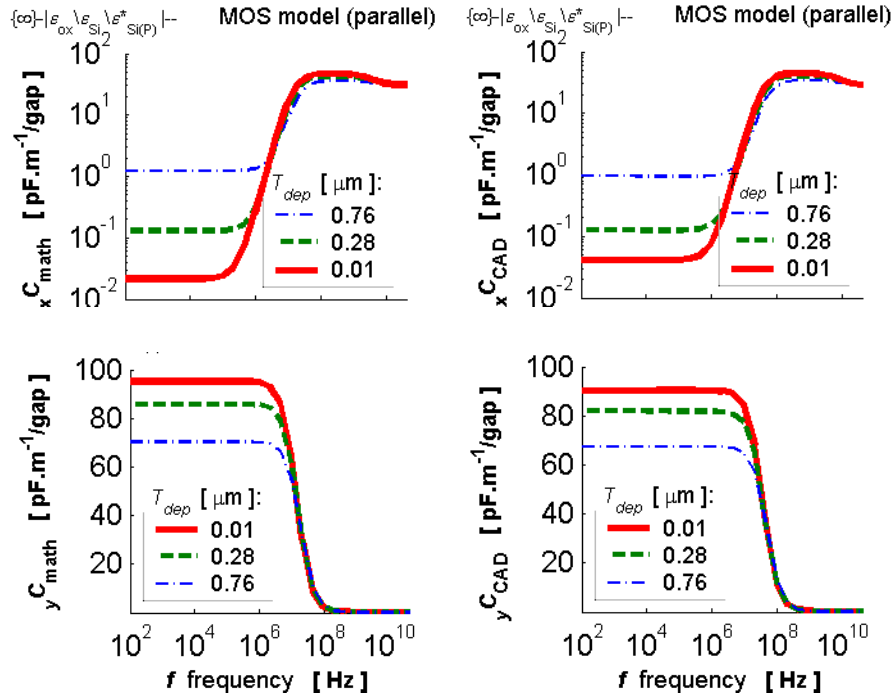
Entre 100MHz et 1GHz, les admittances capacitives restent encore faibles et le *bulk* relativement passant, mais sa très grande épaisseur – synonyme de faible conductance – se traduit par une déconnexion de la face arrière (fig-II.5.9-c). Le couplage radial des deux couches frontales, précédemment absorbé par le contact arrière, se trouve réorienté dans la direction ligne-à-ligne, et vient s'adjoindre aux composantes transverses natives. Au total, la capacité radiale chute et sa complémentaire transverse plafonne.

En hautes fréquences, toutes les capacités deviennent passantes, y compris à l'intérieur du *bulk* qui paraît essentiellement diélectrique (fig-II.5.9-d). En comparaison, le chemin ohmique inter-lignes qu'il procurait

précédemment aux couplages radiaux se tarit. La seule capacité du silicium qui s'y substitue, d'admittance plus faible, amoindrit le couplage transverse.

5.2.1.1. Résultats et observations

Sur l'ensemble de ces régimes, la confrontation du modèle analytique avec les simulations à éléments finis confirme une bonne concordance, au regard notamment des deux ordres de grandeurs de variation considérés. Les différences relevables à basse fréquence (jusqu'à 50% d'erreur transverse) sont dues à l'imperfection de l'approximation asymptotique, déjà soulevée précédemment (voir §4.1.2.2 / fig-II.4.9).



simulations :

(a) analytiques

(b) éléments-finis

fig-II.5.10 [Math-TCAD] Coplanaire\urban MOS : capacité en fréquence

Multi-espace 2+2μm ; épaisseurs : oxyde $T_{\text{SiO}_2} = 400$ nm, silicium $T_{\text{Si}} = 750\mu\text{m}$. Permittivités statiques relatives : $\epsilon_{\text{SiO}_2} = 3.9$ et $\epsilon_{\text{Si}} = 11.7$.

En complément des couplages capacitifs, la présence d'une permittivité complexe dans le silicium offre un second ensemble de caractéristiques, de nature ohmique cette fois (fig-II.5.11 et annexe VIII.C/fig-II.5.24). L'épaisseur désertée n'influe pas sur cette composante car les pertes ohmiques ne proviennent que du semiconducteur dopé composant le substrat massif.

Le modèle parallèle $G_p C_p$ utilisé pour représenter les admittances explique la décroissance monotone de la conductance transverse à basse fréquence. A basses fréquences en effet, le terme de conductivité domine dans l'admittance parallèle alors que la capacité l'emporte dans l'impédance série – et vis-versa en hautes fréquences. Autrement dit, la conductance parallèle transverse affichée à basse fréquence en fig-II.5.11 peut autrement

correspondre à une capacité-série, celle des couplages radiaux court-circuités en direction ligne-à-ligne.

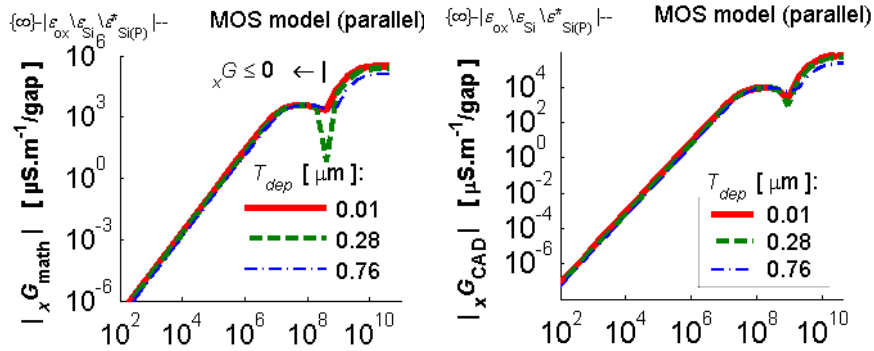


fig-II.5.11 [Math-TCAD] Coplanaire\ruban MOS : conductance

Multi-espace 2+2μm ; épaisseurs : oxyde $T_{\text{SiO}_2} = 400 \text{ nm}$, silicium $T_{\text{Si}} = 750 \mu\text{m}$. Permittivités statiques relatives : $\epsilon_{\text{SiO}_2} = 3.9$ et $\epsilon_{\text{Si}} = 11.7$.

Mais par ailleurs, on peut remarquer un ‘crochet’ dans le profil transverse. Etant donnée l’échelle logarithmique des ordonnées, celui-ci indique un changement de signe de la conductance, qui se trouve être négative en basses fréquences.

5.2.1.2. Pertes ohmiques négatives

En ruban à contact arrière, le calcul des couplages fait appel à deux transformations étoile→triangle successives expliquant notamment cette négativité de la composante ohmique transverse, à certaines fréquences. Pour présenter ces aspects simplement, on considère les composantes partielles de couplages illustrées en fig-II.5.12 pour un dispositif coplanaire\ruban bicouche, à substrat semiconducteur oxydé en surface par exemple.

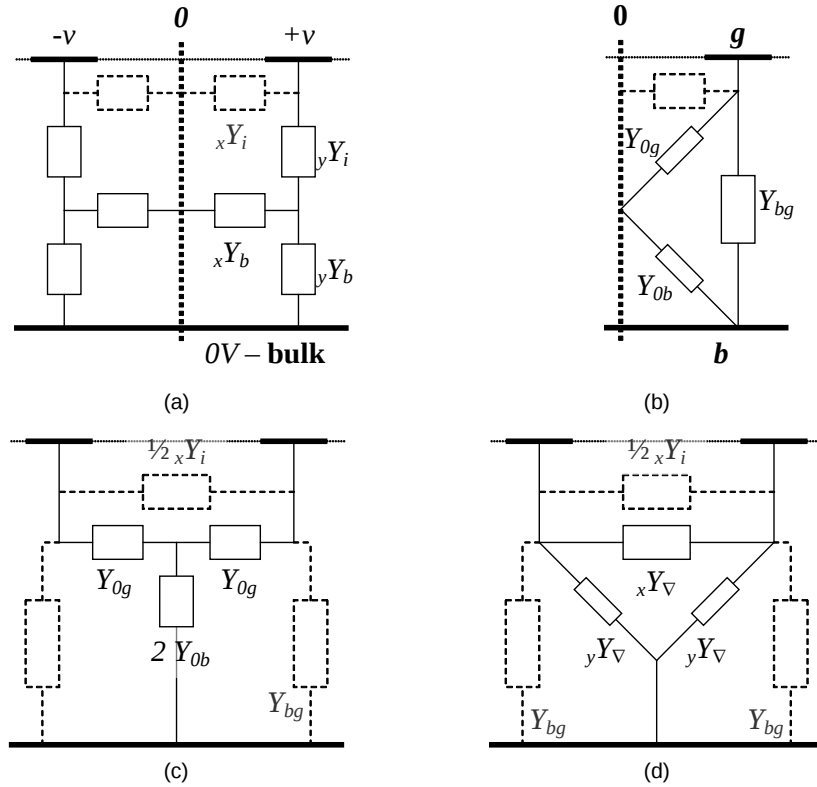


fig-II.5.12 – Couples de transformations étoiles→triangles successives

Une transformation étoile→triangle s'opère sur les admittances Y selon l'équation suivante :

$$Y_{bg} = \frac{y Y_i y Y_b}{y Y_i + y Y_b + x Y_b},$$

donnée ici pour le paramètre grille-substrat issu de la première transformation. Un travail sur les impédances Z suivant la même formule décrit la transformation triangle→étoile réciproque. Pour un système comportant résistance(s) et capacité(s), le produit du numérateur se caractérise par une phase comprise dans $[0 ; \pi]$. En fonction du dénominateur (resp. $[0 ; \frac{1}{2} \pi]$), une admittance transformée peut ainsi présenter une partie réelle et/ou imaginaire négative(s).

Dans un cas symétrique tel qu'en fig-II.5.12-c notamment, l'expression précédente se réduit à :

$${}_xY_V = \frac{1}{2} \frac{Y_{0g}^2}{Y_{0g} + Y_{0b}},$$

qui présente une conductance dynamique négative (c-à-d. de phase supérieure à $\frac{1}{2} \pi$) dans une certaine gamme de fréquences. Ceci se produit aux conditions suivantes :

$Y_{0g} \cong i\omega C_{0g}$	essentiellement diélectrique ;
$Y_{0b} \cong G_{0b}$	essentiellement ohmique ;
$ Y_{0g} \leq Y_{0b} $,	c'est-à-dire aux pulsations inférieures à la pulsation de coupure $\omega \leq G_{0b} / C_{0g} = \omega_{gb}$.

En fig-II.5.11, la conductance transverse la plus négative se produit entre 10 et 100 MHz et croise le zéro autour du giga-Hertz, lorsque le substrat commence à se comporter que comme un diélectrique parfait (voir fig-II.5.9-c).

5.2.2. Billes conductrices sur dispositif passif :

Pour clore ce Chapitre, un cas expérimental a été examiné. Il s'agit d'un dépôt de biomarqueurs d'argent sur électrodes inter-digitées, isolées sur un substrat de silicium oxydé en surface (voir fig-II.2.1 \ INTRODUCTION). Les lignes en aluminium de $2+2\mu\text{m}$ et d'épaisseur faible (300 nm) sont couvertes d'une fine couche d'alumine (70 nm), puis mesurées à l'air en présence de biomarqueurs d'environ $0.7 \mu\text{m}$ de diamètre. Une épaisseur de 400 nm d'oxyde de silicium (type humide) isole l'ensemble par rapport au support en silicium à dopage standard (typ. 10^{15} atomes de bore/cm³), épais de quelques 0.7 mm et pourvu d'un contact arrière. Les résultats dont on dispose concernent des dispositifs de $400 \times 400 \mu\text{m}^2$ (c-à-d. 100 espaces inter-digitaux), et l'on se concentre sur les mesures transverses interélectrodes.

Tel qu'illustré en fig-II.5.13, l'ensemble des équations synthétisées dans ce Chapitre a été mis à contribution dans un modèle intégré, à savoir :

- couche effective locale de marqueurs (éq-II.3) et combinaison globale moyenne (éq-II.2) ou probabiliste (éq-II.5) ;
- planarisation de Wheeler (éq-II.6), tenant compte de la permittivité effective du milieu extérieur {air & billes} ;

- transformations conformes multi-espaces multicouches (§3.2.1), indépendantes pour l'intérieur et l'extérieur du dispositif – resp. support et milieu réactif ;
- association biface des couplages précédents par ligne de transmission extérieure-intérieure (éq-II.37).

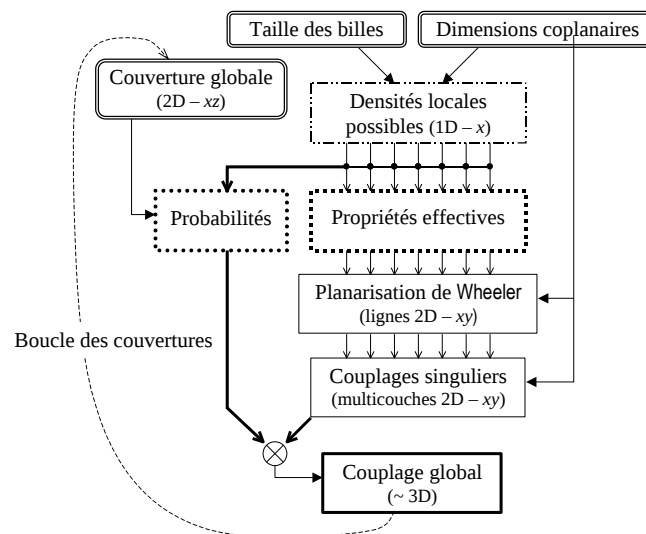


fig-II.5.13 – Billes/coplanaire : algorithme total

5.2.2.1. Compléments | alternatives de modélisation

Avec une variation maximale évaluée en-deçà du pico-Farad, ce modèle s'est en l'état avéré loin de correspondre aux trente mesurés expérimentalement à plus forte densité de marqueurs [Lob03, Pam02]. On a donc cherché à expliquer d'où pouvait provenir une telle variation de capacité transverse, approximativement linéaire en fonction de la couverture d'argent (voir plus loin : fig-II.5.15). Parmi les premières pistes suivantes, aucune n'a d'abord apporté satisfaction :

- altération du modèle de couche effective –

Craignant qu'un fort couplage inter-billes dans le substrat n'ait été correctement pris en compte, une estimation complémentaire a été

menée par lignes coplanaires au lieu de billes, mais sans effet significatif.

- modification de la planarisation de Wheeler –

L'influence de la hauteur des électrodes s'est révélée significative à forte densité de billes, sans toutefois être jamais décisive.

- altération de la permittivité extérieure et/ou de la taille des marqueurs –

Un facteur 3 appliqué à la fois sur la permittivité et sur le diamètre des marqueurs serait nécessaire pour adapter le modèle global aux résultats expérimentaux.

Un début de réponse est finalement venu d'une modification du modèle de ligne de transmission biface, initialement introduit en §4.2 pour intégrer l'influence d'un contact arrière de ruban sur le couplage extérieur-intérieur.

De façon similaire, le modèle de couche effective des billes ne tient compte que du milieu extérieur, alors que les champs issus des billes s'étendent aussi à l'intérieur du support – même en l'absence de contact arrière. Ce phénomène s'accroît d'autant plus que les billes sont proches de la surface coplanaire, de sorte qu'en réalité, l'influence du marquage se porte autant à l'extérieur qu'à l'intérieur du dispositif. A la couche extérieure dite « active », dans laquelle se déposent les billes, peut ainsi être accolée un « marquage-image » sous la surface du support. Ces considérations justifient donc mais interrogent aussi l'évaluation de l'admittance interfaciale ${}_yY_g$ (fig-II.5.15 et fig-II.4.11).

Ici, on envisage moins un couplage des billes vers le contact arrière – qui réduit plutôt la composante transverse – qu'une interaction additive des deux couplages ligne-à-ligne de part et d'autre de l'interface coplanaire. Sur le schéma proposé en fig-II.5.14 en remplacement de la fig-II.4.11, les équations précédemment synthétisées au §4.2 restent valables avec des constante de propagation et admittance caractéristique cependant modifiées telles que :

$$\begin{cases} \lambda = \sqrt{\Delta_y Y_g (1 + \chi) / \Delta_x Y_{up}} \\ Y_c = \sqrt{\Delta_x Y_{up} \cdot \Delta_y Y_g (1 + \chi)} \end{cases} \quad \text{où} \quad \chi = \frac{\Delta_x Y_{up}}{\Delta_x Y_{lo}} \quad (\text{voir éq-II.37})$$

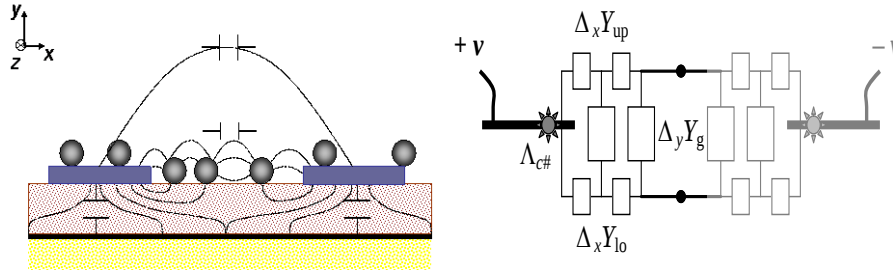


fig-II.5.14 – Ligne de transmission transverse-transverse

Influence des billes supérieures sur le couplage inférieur modélisée par une admittance d'interface ${}_yY_g$. Couplage supérieur de dépôt et inférieur de substrat représenté par les admittances ${}_xY_{up}$ et ${}_xY_{lo}$, respectivement. Longueur de transmission relatives à l'abscisse isotropique de ligne $\Lambda_{c\#}$ (éq-II.56 ou éq-II.62).

La fig-II.5.15 permet de comparer aux mesures les modèles avec couche effective moyenne ou statistique, intégrant ou non l'effet d'une ligne de transmission transverse-transverse. On note que l'adjonction de cette ligne de transmission aux seules contributions simples-faces améliore significativement la correspondance expérimentale des profils simulés, quel que soit le modèle de couche effective choisi – approche statistique ou moyenne.

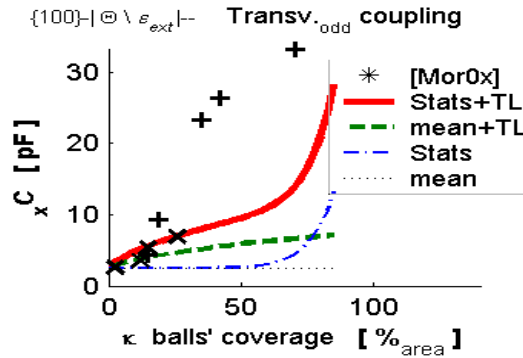


fig-II.5.15 [Math-Expe] Confrontation modèles / mesures

Les croix 'x' et '+' désignent les mesures de [Mor07] et [Mor04], respectivement. Modèles à couche effective moyenne ('mean') ou statistique ('stats'), conforme ou avec ligne de transmission transverse ('+TL').

Le modèle à distribution statistique de billes améliore elle-même le résultat. Le changement de courbure qui la caractérise à partir des deux-tiers de couverture correspond à l'établissement de ponts de connexion inter-lignes, lorsque davantage de billes commencent à rentrer en contact. Tel qu'introduit en paragraphes 0 et 1, ce mécanisme de percolation est connu pour se manifester à partir d'un seuil à 50% de couverture dans le plan ou 30% dans un espace tridimensionnel. Les 67% obtenus ici s'avèrent donc trop élevés, mais il faut noter que la topologie étudiée comprend une direction privilégiée de couplage perpendiculaire aux lignes coplanaires. Considérant qu'un seuil de percolation unidimensionnel atteint 100% [⁴⁴], les deux-tiers obtenus se présentent comme une médiane acceptable dans une topologie à deux dimensions réduites (xz), le long d'un axe principal (x). L'amélioration du modèle statistique, qui sort du cadre de ce Chapitre, reste ouverte à cet égard.

L'expérience montre que le couplage résultant présente une grande sensibilité aux composantes de support par le biais de $\Delta_x Y_{lo}$ et $\Delta_y Y_g$. Sa composition est donc décisive à ce stade.

5.2.2.2. Discussion

Si l'interaction intérieur-extérieur joue un rôle prépondérant, reste ensuite à préciser quelle forme elle prend, soit par association des schémas de transmission 'biface' des fig-II.4.11 et fig-II.5.14, soit par synthèse de transformations conformes différentes. D'un point de vue théorique, la première option présente l'avantage de valoriser les travaux déjà effectués sur les transformations en demi-plans des paragraphes 3 à 4.1, et de contourner la complexité de nouvelles analyses conformes multicouches.

La mise en contradiction des deux schémas biface permet en outre d'avancer une explication au-moins qualitative aux caractéristiques mesurées en détection de biomarqueurs.

En simulation, la seule condition susceptible de rencontrer les résultats expérimentaux consiste à supposer l'existence d'un plan conducteur flottant à l'interface. Cette remarque s'applique non seulement au modèle de variation capacitive en présence de grains mais aussi à la valeur de capacité

⁴⁴ par définition, l'établissement d'un pont nécessite une couverture linéique totale

mesurée à vide, qui s'avère quatre fois plus élevée que les évaluations théoriques. L'existence d'un plan fortement inversé peut se justifier par la fonction de travail de l'aluminium et la charge positive de l'oxyde de silicium, qui toutes-deux concourent à l'inversion.

Dans les deux articles où les résultats expérimentaux ont été publiés [Mor07, Mor04], l'interface silicium-oxyde est d'ailleurs présentée comme désertée et les marqueurs d'argent supposés augmenter l'épaisseur de cette zone. Si cette dernière assertion reste discutable, la première semble proche de la réalité avec un profil électrostatique porté même au-delà de la déplétion – vers l'inversion.

La question principale consiste à résoudre la profondeur qui doit être prise en compte dans le couplage intérieur-extérieur. Le modèle de transmission simple du paragraphe 4.2 se base sur l'isoprofondeur extérieure et l'épaisseur du substrat. Mais ici d'une part, le milieu extérieur n'est pas homogène et, d'autre part, un couplage interfacial persiste vraisemblablement en substrat infini ou privé de contact arrière, en raison du « marquage-image » évoqué ci-dessus. Accessoirement, il pourra en outre s'avérer nécessaire d'affiner le modèle de couche effective de billes disposées à proximité d'un contact arrière de ruban.

La résolution de cette question s'annonce essentielle car il s'agit d'inférer, à partir d'un cas d'application particulier (la détection de marqueurs), un modèle générique de couplage biface parachevant l'analyse globale de dispositifs coplanaires. Pour ce faire, des qualifications plus systématiques par éléments finis devraient être menées ainsi que de nouvelles mesures. Afin d'éliminer le maximum d'inconnues, un support passif épais et homogène sera préférable (typ. verre ou polymère), muni d'électrodes aussi plates que possible (p-ex. 20 nm d'or ou 100 nm d'aluminium) dessinées en minimisant tout effet de bord aux extrémités de lignes.

Conclusion

La juste compréhension de mécanismes sujets à observation nécessite une activité de modélisation, et l'approche analytique s'avère même indispensable lorsque de nombreux paramètres interdépendants conditionnent un comportement non linéaire. Concernant les dispositifs électroniques à électrodes de mesure en particulier, intégrés jusqu'aux échelles sub-microniques et conçus pour la détection sensible de cibles microscopiques dispersées, près de cinq techniques distinctes ont dû être mises en œuvre pour synthétiser un ensemble cohérent de méthodes explicatives et d'aide à la conception.

Il s'agit des modèles de couche effective de billes et des probabilités de percolation, des transformations conformes monocouches de lignes coplanaires, des combinaisons en demi-plans multicouches, et associations par ligne(s) de transmission. En complément de ces aspects électrostatiques, statistiques et algorithmiques, la modélisation dynamique fera l'objet du prochain Chapitre III.

En parallèle à l'évaluation fonctionnelle de cas-type simplifiés pour l'étude de dispositifs coplanaires néanmoins réalistes, ces analyses explicitent quelques propriétés physiques remarquables utilisables pour l'optimisation de simulations numériques plus précises, telles que la répartition des champs dans un substrat. Ces données permettent une meilleure définition du domaine et du maillage nécessaires pour exploiter au mieux la puissance de logiciels de calcul intensif tels qu'à éléments finis. De la même manière que l'imagerie reste nécessaire à la caractérisation de capteurs intégrés sensés s'y substituer (voir Chapitre I), les simulations numériques massives restent en effet nécessaires pour qualifier les modèles mathématiques avec davantage de certitude et explorer d'éventuelles voies de développement dans un cadre plus restreint.

La substitution d'un dépôt de cylindres par une couche effective et un premier examen de leur distribution statistique a ouvert la voie à une modélisation complète de dispositifs expérimentaux réels, mesurés par ailleurs. En s'inspirant des principaux courants théoriques recensés dans une littérature scientifique remontant aux années 1970, les paragraphes

concernés offrent une méthode simplificatrice pour le calcul des épaisseur et permittivité effectives d'une monocouche de cylindres, déposée en surface d'électrodes aux dimensions similaires. Il a ainsi pu être montré que l'épaisseur effective d'un dépôt évolue comme le triple du rapport entre rayon et densité linéique des cylindres, pour une permittivité elle-aussi inverse de cette densité. Outre l'inscription et la justification de cette synthèse dans un cadre bibliographique étendu, des travaux ultérieurs pourront se focaliser sur une caractérisation plus exhaustive de ces propriétés. En particulier, des confrontations aux éléments finis restent encore nécessaires pour qualifier les approximations évoquées sur une plus large gamme de dimensions coplanaires et de distance cylindres/surface. Ensuite, la topologie même qui a été étudiée devra être modifiée : plutôt qu'une seule paire de cylindres dans un milieu homogène infini, il serait préférable d'en évaluer une série infinie – typ. à intervalle régulier – en présence d'un contact de masse sous-jacent plus ou moins éloigné. Cette configuration serait vraisemblablement plus proche de la réalité.

Le modèle de distribution statistique basé sur une loi de probabilité binomiale ou normale, dans un cadre essentiellement unidimensionnel, pourra également être approfondi. En l'état, il ne comptabilise que les chemins de couplage perpendiculaires aux lignes coplanaires et améliore déjà la correspondance entre simulations et mesures – par rapport au modèle basique de couverture moyenne. Si l'heuristique de perpendicularité peut se justifier lorsque les lignes sont proches, elle pourrait devoir être abandonnée à plus grand nombre de sites inter-électrodes en raison de la superposition d'une multitude de chemins latéraux potentiels. Parmi les solutions envisageables, la théorie des graphes autorise à cet égard un comptage du nombre de chemins entre deux sites, avec l'inconvénient de nécessiter une matrice de connectivités inter-sites construite spécifiquement [Har68]. Une loi de probabilité multinomiale, plus générique, pourrait sinon être investiguée sur base d'un tirage aléatoire des positions bidimensionnelles successives de billes formant un chemin de couplage.

La mise à disposition d'un modèle simplifié de couche effective, amélioré par l'introduction d'aspects statistiques élémentaires, a dès lors permis de reformuler la détection surfacique de particules sur électrodes coplanaires, en termes d'analyse conforme multicouche. Le passage en revue des approches les plus courantes dans la littérature et de leurs limitations se traduit par une synthèse des équations et algorithmes valides, et la clarification de leurs conditions d'applicabilité. Initialement porté sur la

calculabilité et la fiabilité des modèles conformes, ce Chapitre répond plus largement aux objectifs qu'il s'était fixé par l'introduction d'un paramètre-clef d'épaisseur qualifiée d'« *isotropique* ». La formulation similaire des iso-épaisseurs et isoprofondeurs, ainsi que la bonne concordance de ces ordonnées de référence comme indices de transition entre couplages transverse et radial, suggère de définir un paramètre commun d'inflexion délimitant champs proche et lointain – entre milieu infini et substrat fin, tel que (éq-II.21 et éq-II.22, éq-II.32) :

$${}_{xy}T_{iso} \cong 0.5 \Lambda_{ID} \sqrt{\Lambda_g / \Lambda_{ID}} .$$

Les qualifications systématiques entreprises mettent en avant le rôle pivot du régime isotropique entre, d'une part, le cas film-fin essentiellement sensible à l'épaisseur selon la direction radiale et, d'autre part, le cas strate-épaisse sensible à l'épaisseur autant qu'à la nature du matériau et de son interface extérieure. La détection de ces deux propriétés entre électrodes coplanaires sera donc préférablement mise en œuvre en situation *isotropique* intermédiaire, à moins qu'on ne souhaite l'éviter pour minimiser l'un ou l'autre couplage considéré comme parasite – sur un support passif.

Typiquement, le régime de 'surface' s'adressera à la caractérisation d'effets de substrats tels que dans une capacité Métal/Oxyde/semiconducteur ; celui de 'support' visera à minimiser les couplages vers le contact arrière, voire à en faciliter l'extraction (p-ex. par calibrage) si les propriétés des matériaux utilisés sont stables et entièrement déterminés par la fabrication. De façon intermédiaire, le régime '*isotropique*' s'annonce particulièrement adapté à la détection de *stimuli* externes si la couche sensible se trouve contenue aux environs de ${}_{xy}T_{iso}$, par l'intercalation d'une couche tampon ou de passivation typiquement.

Le traitement détaillé des sections simple- ou multi-espace suggère une moindre complexité de calcul mais aussi une plus grande variété de développements ouverts pour la première. La diaphonie entre dispositifs adjacents ainsi que l'influence d'une stratification du substrat sur la répartition des potentiels – notamment latérale – constituent des pistes d'étude intéressantes à cet égard. De façon complémentaire, le cas multi-espace offre une meilleure focalisation des champs sous la surface coplanaire et présente un caractère quelque-peu plus intuitif. L'occurrence dans les équations de base de difficultés de convergence pour des problèmes courants peut être aisément contournée grâce aux asymptotes-limites et seuils de calculabilité développés ici en formes réduites, qui offrent une

transition presque continue sur une large gamme de dimensions de lignes et d'épaisseurs de substrat. La combinaison de ces asymptotes à substrat mince ou infini dans une perspective d'approximation du cas général – typ. quadratique – représente une autre piste intéressante de développement.

L'association des modèles à espacement(s) simple ou multiples ouvre également des perspectives pour la description d'électrodes coplanaires comportant un nombre fini de lignes, en remarquant que les caractéristiques globales d'un tel dispositif incorporent une partie multi-espace au sein du réseau inter-digité et deux demi-portions simple-espaces aux bords extérieurs. Le guide d'ondes standard composé d'un conducteur central encadré par deux plans de masse mériterait d'examiner la possibilité d'une telle approche, moyennant l'identification préalable d'un point de référence inter-lignes portant le potentiel zéro en mode impair – c-à-d. pour un voltage antisymétrique appliqué entre l'électrode de signal et les plans de masse latéraux.

Le régime d'épaisseur isotropique pourra faire l'objet de recherches plus fines, visant d'une part à appréhender son évolution en substrat fortement stratifié et d'autre part à formuler sa relation avec une épaisseur de substrat finie – c-à-d. modérément épaisse.

Annexes

III. Marqueurs sphériques / dispositif coplanaire :

A. Polygones circulaires (dessin)

En raison des limites fonctionnelles du logiciel de simulation 2D par éléments finis (TCAD⁴⁵), le dessin d'une section cylindrique de rayon R_o se réduit à celui d'un polygone d'aire identique, typiquement carré, octogone ou dodécagone de dimensions caractéristiques données en table-II.5.1 suivante :

[R_o]	Rectangle	Octogone	Dodécagone
<i>Côté</i>	$\sqrt{\pi}$	$\sqrt{[\frac{1}{2}\pi \tan(\pi/8)]}$	$\sqrt{[\frac{1}{3}\pi \tan(\pi/12)]}$
<i>Centrage</i>	$\frac{1}{2}$ Côté	$\frac{1}{2} (1 + \sqrt{2})$ Côté	$\frac{1}{2} \cdot \sqrt{[\frac{1}{3} \pi / \tan(\pi/12)]}$

table-II.5.1 – Dimensions équivalentes de polygones circulaires

B. Couplage cylindrique & couche effective

Par inversion complexe autour d'une abscisse particulière x_{inv} , l'un des domaines géométriques bordés par l'axe médian se transforme en section coaxiale de rayon intérieur r_{int} et extérieur r_{ext} (voir fig-II.1.2) définis par :

$$r_{ext} = \left\| \frac{1}{2x_{inv}} \right\| \quad r_{int} = \frac{R_o}{(x_{inv} - \delta_{ol})^2 - R_o^2}$$

avec $x_{inv} = -\sqrt{\delta_{ol}^2 - R_o^2}$

et $\delta_{ol} = \frac{1}{2} x \Lambda_o = R_o / x \kappa$,

⁴⁵ Synopsys/SE®

telle que la capacité unitaire cylindre|plan-médian s'écrit [Bin63, Sil68] :

$$C_{ol} \equiv C_{coax} = \varepsilon_{ext} \frac{2\pi}{\ln(r_{ext}/r_{int})}.$$

En développant les expressions précédentes avec l'abscisse x_{inv} , autour de laquelle s'articule l'ensemble des champs, selon :

$$x_{inv} = \mp R_o \sqrt{\frac{1}{x\kappa^2} - 1}$$

telle que

$$r_{ext} = \frac{x\kappa}{2R_o \sqrt{1-x\kappa^2}}$$

et

$$r_{int} = \frac{1}{\frac{2R_o}{x\kappa^2} \left[(1-x\kappa^2) \pm \sqrt{1-x\kappa^2} \right]},$$

on obtient

$$\frac{r_{ext}}{r_{int}} = \frac{(1-x\kappa^2) \pm \sqrt{1-x\kappa^2}}{x\kappa \sqrt{1-x\kappa^2}} \equiv \frac{\sqrt{1-x\kappa^2} \pm 1}{x\kappa}$$

dont il résulte

$$C_{ol} \equiv \varepsilon_{ext} \frac{2\pi}{\ln(\sqrt{1-x\kappa^2} \pm 1) - \ln(x\kappa)}.$$

Les épaisseur et permittivité effectives (T_{eff} , ε_{eff}) d'une couche équivalente au dépôt de billes en 2D doivent vérifier

$$\varepsilon_{eff} = \frac{\delta_{ol}}{T_{eff}} C_{ol} \Leftrightarrow T_{eff} = \frac{\delta_{ol}}{\varepsilon_{eff}} C_{ol} \quad \text{éq-II.39}$$

de sorte que la condition asymptotique de faible densité s'écrit :

$$\kappa \rightarrow 0 \Rightarrow \varepsilon_{eff} \rightarrow 1 \Leftrightarrow T_{eff} \rightarrow \delta_{ol} C_{ol}.$$

Or lorsque l'espacement des billes augmente, la capacité rejoint asymptotiquement,

$$\begin{aligned} \text{pour } \delta_{ol} \rightarrow \infty : \quad & \frac{r_{ext}}{r_{int}} \cong 2 \frac{\delta_{ol}}{R_o} \equiv \frac{2}{x\kappa} : \\ & \frac{C_{ol}}{\varepsilon_{ext}} \cong \frac{2\pi}{\ln(2) - \ln(x\kappa)}. \end{aligned}$$

En réécrivant le logarithme et après son développement au premier ordre comme

$$\begin{aligned}\frac{C_{o-1}}{\varepsilon_{ext}} &\cong \frac{2\pi}{\ln(2) - 4\ln(\sqrt[4]{x\kappa})} = \frac{2\pi}{\ln(2) - 4\ln[1 + (\sqrt[4]{x\kappa} - 1)]} \\ &\approx \frac{2\pi}{\ln(2) - 4(\sqrt[4]{x\kappa} - 1)},\end{aligned}$$

l'estimation asymptotique des paramètres effectifs d'éq-II.39 peut alors s'écrire :

$$\begin{aligned}T_{eff} &\approx \frac{\delta_{o1} \pi}{\frac{1}{2}\ln(2) + 2 - 2\sqrt[4]{x\kappa}} \quad \text{à faible densité } x\kappa, \\ \text{soit} \quad T_{eff} &\propto 3\delta_{o1} \cong \frac{3}{2} x\Delta_o \\ \text{et} \quad \varepsilon_{eff} &\cong \frac{1}{3} C_{o1}.\end{aligned}$$

Bien que l'on ait encore pu expliciter δ_{o1} dans l'expression ci-dessus, l'arrêt des développements à ce stade permet d'obtenir une moindre sensibilité à la densité, car la racine quatrième présente une gamme de variation moindre que les puissances inférieures de la densité (typ. $[0.3 - 1]$ pour $x\kappa \in]0.005 - 1]$). Il en résulte la possibilité de substituer à l'expression asymptotique un simple facteur multiplicatif relativement stable en densité ($T_{eff}/x\Delta_o < 5$).

En explicitant $T_{eff} \cong 3R_o/x\kappa$, on remarque que l'asymptote ainsi dérivée pour des cylindres très éloignés tend par ailleurs vers $3R_o$ si on la prolonge à forte densité, estimation tout à fait acceptable sur le plan physique et mathématique. Ces observations justifient son adoption comme épaisseur effective de couche équivalente T_{eff} .

C. Statistiques binomiale et normale

La loi binomiale $B(N_o, p_\kappa)$ résultant d'une série d'épreuves de Bernoulli se caractérise comme suit :

probabilité	$p_B(n_o \mid N_o, p_\kappa) = C_{N_o}^{n_o} p_\kappa^{n_o} (1 - p_\kappa)^{N_o - n_o}$
moyenne	$\mu\{n_o\} = N_o p_\kappa$
variance	$\sigma^2\{n_o\} = N_o p_\kappa (1 - p_\kappa)$

pour n_o à valeurs entières dans $[0 \dots N_o]$.

Il s'agit d'une distribution discrète, mais qui peut être autrement vue comme l'échantillonnage d'une gaussienne continue, associée à une loi normale $N(\mu, \sigma)$ de mêmes moyenne et variance, telle que :

$$p_N(n_o \mid \mu, \sigma) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{(n_o - \mu)^2}{2\sigma^2}\right].$$

Même si l'identification $p_B \cong p_N$ n'est mathématiquement justifiée que lorsque N_o tend vers l'infini, cette interpolation revêt un intérêt physique lorsque le nombre de sites inter-lignes n'est pas entier ou⁴⁶ que le diamètre des marqueurs présente une dispersion⁴⁶, particulièrement.

⁴⁶ voir au Chapitre I la distribution en taille des grains d'argent

IV. Transformations conformes – Généralités :

A. Contradiction de modèles publics par éléments finis

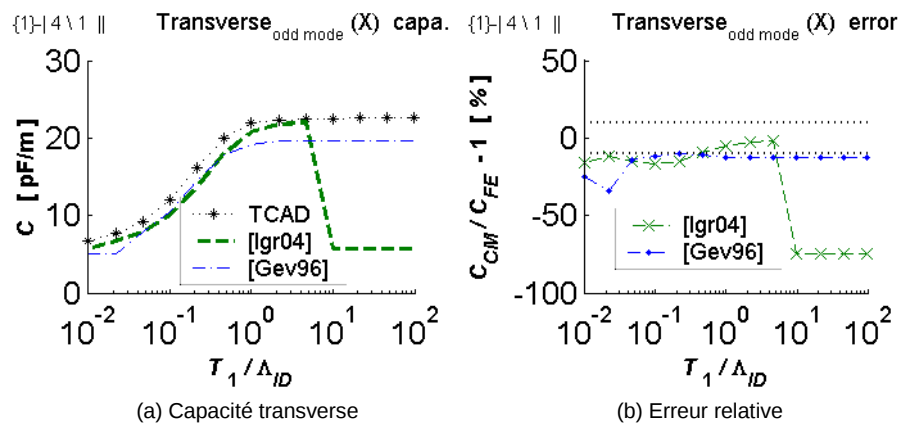


fig-II.5.16 – [Math-TCAD] Mono-espace coplanaire sur bicouche ϵ^- : confrontation de modèles usuels aux simulations par éléments finis.

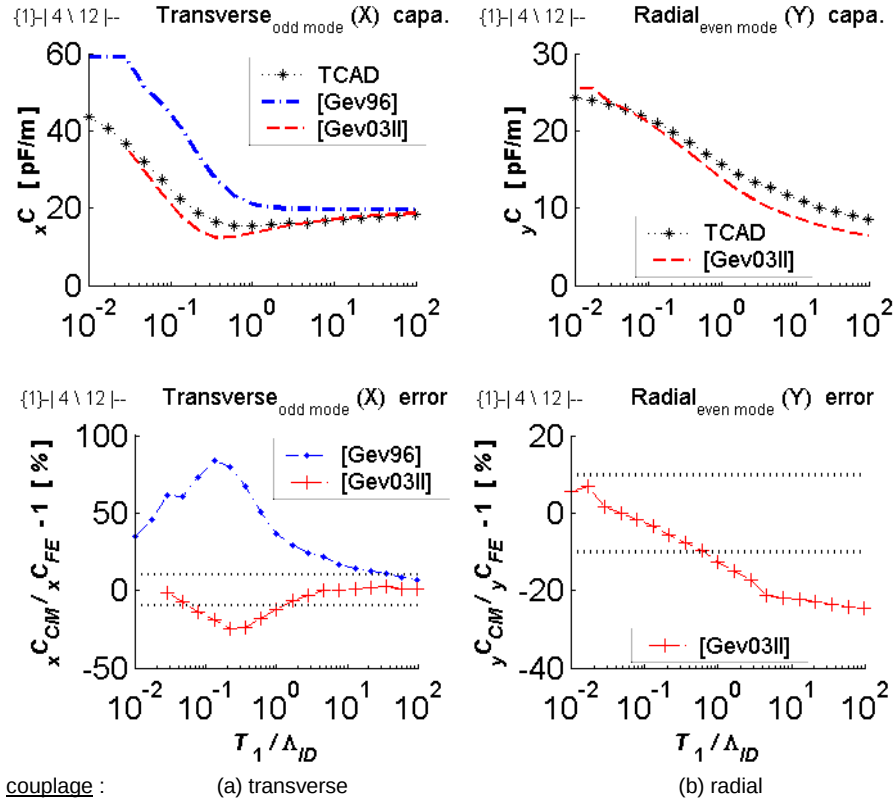


fig-II.5.17 – [Math-TCAD] Mono-espace coplanaires sur bicouche ϵ^+ : confrontation de modèles usuels aux simulations à éléments finis.

B. Approximations

$$o_k < 0.5 \% : \frac{K(k)}{K(k')} \cong \begin{cases} \frac{1}{\pi} \ln \left(4 \frac{1+k}{1-k} \right) (1 - o_k) & 0.62 \leq k < 1 \\ \frac{\pi}{2 \ln(4/k)} (1 + o_k) & 0 < k \leq 0.23 \end{cases} \quad \begin{matrix} \text{éq-II.40} \\ \text{éq-II.41} \end{matrix}$$

A noter également que $\ln\left(\frac{1+\alpha}{1-\alpha}\right) \equiv 2 \arg \tanh(\alpha)$. éq-II.42

Ces approximations ou équivalence indiquent que la réduction d'un rapport d'intégrales elliptiques profite idéalement de termes exponentiels ou tangente hyperbolique dans l'expression de leur module k (ou k').

	$\eta_t \leq \frac{1}{4}$ ($\leq 95\%$)	$\frac{3}{4} < \eta_t$	
$\cosh(\frac{\pi}{2} \eta_T)$	$\approx 1(+\frac{\pi^2}{8} \eta_T^2)$	$\rightarrow \exp(\frac{\pi}{2} \eta_T)/2$	éq-II.43
$\sinh(\frac{\pi}{2} \eta_T)$	$\approx \frac{\pi}{2} \eta_T$		
$1-\tanh^2(\frac{\pi}{2} \eta_T)$	$\equiv 1/\cosh^2(\frac{\pi}{2} \eta_T)$		
	$0 \leftarrow k$	$k \rightarrow 1$	
$sn(z, k)$	$\rightarrow \sin(z)$	$\rightarrow \tanh(z)$	éq-II.44
$sn(\frac{1}{2} K(k), k)$	$\equiv 1/\sqrt{1+k'}$		éq-II.45
$sn(a \pm jK(k'), k)$	$\equiv 1/[k \cdot sn(a, k)]$		éq-II.46
$sn(K(k) \pm jb, k)$	$\equiv 1/dn(b, k')$		éq-II.47
$\mathcal{G}_3(e^{-\pi/\eta_T})$	$\equiv \sqrt{1/\eta_t} \mathcal{G}_3(e^{-\pi \eta_T})$		éq-II.48

table-II.5.2 – Identités et approximations de fonctions usuelles.

C. Conditions de calculabilité des modules

Selon l'approche la plus simple, l'évaluation d'un seuil de calculabilité démarre soit du module elliptique k ou de son complémentaire $k' = \sqrt{1-k^2}$. A petit k néanmoins, une condition de non-nullité devrait plus sûrement être vérifiée au travers d'un critère de non-unité sur k' , comme l'indique l'équivalence suivante :

$$(k' < 1 - \xi) \Leftrightarrow (k > \sqrt{2\xi} \quad (> \xi)). \quad \text{éq-II.49}$$

V. Section simple-espace :

A. Modèle monocouche de base :

Etant donnés les pôles particuliers $w_1 = 0$, $w_2 = 1$ et $w_4 = \cosh(\frac{1}{4}\pi \Lambda_{ID}/T)$ dans éq-II.15, la transformation des plans ($w \leftrightarrow p$, fig-II.3.1) s'écrit :

$$\begin{aligned} {}_{xy,y}p &= \sqrt{\frac{w_4^2 - w_{2,1}^2}{w_4^2 - w^2}} \quad \text{ou} \quad w = \sqrt{w_4^2 - \frac{w_4^2 - w_{2,1}^2}{{}_{xy,y}p^2}} \\ {}_xp &= w^2 \sqrt{\frac{w_4^2 - w_{2,1}^2}{w_4^2 - w^2}} \quad (\text{réciproque non étudiée}). \end{aligned} \quad \text{éq-II.50}$$

La transformation usuelle de Schwarz-Christoffel des plans ($p \leftrightarrow s$) s'applique au moyen de l'intégrale elliptique du premier type telle que

$${}_{\otimes}s = F[\text{arcsin}({}_{\otimes}p), {}_{\otimes}k] \quad \text{ou} \quad {}_{\otimes}p = \text{sn}({}_{\otimes}s, {}_{\otimes}k), \quad \text{éq-II.51}$$

où le symbole ' $\otimes$ ' tient lieu d'indice xy , y , ou x et dont les modules elliptiques ${}_{\otimes}k = 1/{}_{\otimes}p_3$ revêtent des formes plus simples lorsque réécrits en fonction de leurs complémentaires, à savoir :

$$\begin{aligned} {}_{xy}k &= \sqrt{1 - \frac{w_3^2 - 1}{w_4^2 - 1}}, \quad {}_yk = \sqrt{1 - \left(\frac{w_3}{w_4}\right)^2} \\ \text{et } {}_xk &= \sqrt{1 - \frac{w_4^2(w_3^2 - 1)}{w_3^2(w_4^2 - 1)}}, \end{aligned} \quad \text{éq-II.52}$$

ce que synthétise l'éq-II.18.

B. Équations-limites :

La formulation réduite des facteurs de formes cellulaires à film fin ou milieu épais, par le biais d'asymptotes logarithmiques des rapports d'intégrales elliptiques (éq-II.40–éq-II.42\table-II.5.2), bénéficie d'une simplification préalable de leurs modules en termes exponentiels, hyperboliques ou harmoniques.

En dehors de ${}_x k'$ dont l'expression film-fin n'est pas réductible, le développement des dénominateurs de ${}_{xy,y} k'$ dans éq-II.18 et l'utilisation d'approximations hyperboliques (éq-II.43\table-II.5.2) ramènent aux modules mieux exploitables selon :

$$T \rightarrow 0 : \begin{cases} {}^0_{xy} k' \cong \frac{2 \exp(-\frac{1}{2} \pi \Lambda_c / T)}{\coth(\frac{1}{4} \pi \Lambda_g / T) + 1} \rightarrow 0 \\ {}^0_y k' \cong \frac{2 \exp(-\frac{1}{2} \pi \Lambda_c / T)}{1 + \tanh(\frac{1}{4} \pi \Lambda_g / T)} \rightarrow 0 \\ {}^0_x k' \equiv {}_x k' = \frac{\tanh(\frac{1}{4} \pi \Lambda_g / T)}{\tanh(\frac{1}{4} \pi \Lambda_{ID} / T)} \rightarrow 1 \end{cases} \quad \text{éq-II.53}$$

Ceux-ci s'insèrent dans les rapports inversés ${}_{xy,y,x} CSR = [K({}_{xy,y,x} k') / K({}_{xy,y,x} k)]^{-1}$ valables en section simple-espace, à savoir respectivement éq-II.41 ou éq-II.40 pour ${}_{xy,y} k'$ unitaires ou ${}_x k'$ nul. S'agissant de ce dernier, une simplification indirecte reste possible en développant, pour $\eta = \pi / (4T)$:

$$\begin{aligned} \frac{1 + {}_x k'}{1 - {}_x k'} &= \frac{\tanh(\eta \Lambda_c) + 2 \tanh(\eta \Lambda_g) + \tanh(\eta \Lambda_c) \tanh^2(\eta \Lambda_g)}{\tanh(\eta \Lambda_c) - \tanh(\eta \Lambda_c) \tanh^2(\eta \Lambda_g)} \\ &= \left[1 + 2 \frac{\tanh(\eta \Lambda_g)}{\tanh(\eta \Lambda_c)} + \tanh^2(\eta \Lambda_g) \right] \cosh^2(\eta \Lambda_g) \\ &\xrightarrow{T \rightarrow 0} \exp(2\eta \Lambda_g). \end{aligned}$$

On en déduit l'éq-II.19 :

$T \rightarrow 0 :$	$\begin{aligned} {}^0_x CSR^- &\approx \frac{\pi}{\ln(8) + \frac{1}{2} \pi \Lambda_g / T} \\ {}^0_y CSR &\approx \frac{\Lambda_c}{T} + \frac{2}{\pi} \left(\ln(2) + \ln \left[1 + \tanh \left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{\frac{1}{2} \Lambda_g}{T} \right) \right] \right) \\ {}^0_{xy} CSR^+ &\approx \frac{\Lambda_c}{T} + \frac{2}{\pi} \left(\ln(2) + \ln \left[1 + \coth \left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{\frac{1}{2} \Lambda_g}{T} \right) \right] \right) \end{aligned}$	éq-II.54
---------------------	---	----------

$${}^0_x CSR^+ = {}^0_{xy} CSR^+ - {}^0_y CSR \approx \frac{2}{\pi} \ln \left[\coth \left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{\frac{1}{2} \Lambda_g}{T} \right) \right]$$

tels que ${}^0_x CSR^- \rightarrow 0$, ${}^0_y CSR^- \rightarrow \frac{\Lambda_c + 0.88T}{T}$ et ${}^0_x CSR^+ \rightarrow 0$.

A couche-épaisse, le développement des cosinus et sinus hyperboliques (éq-II.43/table-II.5.2) renvoie les modules et rapports de formes approchant la limite champ-libre suivant :

$$T \rightarrow \infty : \begin{cases} {}^\infty_y k' \approx \frac{1}{1 + \left(\pi/2T\right)^2 \Lambda_c \cdot \frac{1}{2} \Lambda_g} \rightarrow 1 \\ {}^\infty_{xy} k' \equiv {}^\infty_x k' \approx \frac{\Lambda_g}{\Lambda_{ID}} \end{cases} \quad \text{éq-II.55}$$

Dans la mesure où le module auto-couplage d'entrée de ligne ${}^\infty_{xy} k'$ s'identifie à l'expression transverse connue pour ${}^\infty_x k'$ en champ libre [Gev96, Olt99, Igr04], aucune autre approximation ne tient *a priori* lorsque la périodicité des électrodes reste comparable avec leur espacement – comme présumé. On peut dès-lors conclure sur l'éq-II.20 :

$$T \rightarrow \infty : \begin{cases} {}^\infty_y CSR \approx \frac{\pi}{2 \ln(8/\pi) - \ln(\Lambda_c \cdot \Lambda_g / T^2)} \rightarrow 0 \\ {}^\infty_{xy} CSR^+ \equiv {}^\infty_x CSR^- \cong K({}_{x,xy} {}^\infty k) / K({}_{x,xy} {}^\infty k') \end{cases}$$

C. Seuils de calculabilité des modules :

Comme le couplage transverse de mode impair s'évanouit en limite film-fin provoquant aussi ${}^0_{xy} CSR^+ \rightarrow {}^0_y CSR$ (éq-II.53), le seuil de calcul haut pour ${}_{xy} k' \leq {}_y k'$ a été déterminé en minimisant arbitrairement $\Lambda_g = T$ et en fixant au pire $\Lambda_c \approx \Lambda_{ID}$, tel que (éq-II.19) :

$$T \rightarrow 0 : \left({}^0_{xy} k' \leq \sqrt{2\xi} \right) \Rightarrow \left(\frac{\Lambda_{ID}}{T} \geq -\frac{2}{\pi} \ln(2\xi) \right).$$

Un résultat similaire peut ressortir de la formule de ${}^0_x k'$ après développement de son dénominateur, en maximisant cette fois $\Lambda_g \rightarrow \Lambda_{ID}$ de sorte à obtenir par éq-II.42 environ :

$$\left({}_x^0 k' \geq 1 - \xi\right) \underset{\approx}{\Leftrightarrow} \left(\frac{\Lambda_{ID}}{T} \geq -\frac{2}{\pi} \ln(\xi/2)\right).$$

Au contraire, la limitation couche-épaisse concerne le mode pair quand la forme du dispositif s'aligne le long de la direction radiale, pour laquelle une moyenne des rapports $\Lambda_{c|g} / \Lambda_{ID}$ possibles dans éq-II.55 rapporte à peu près (éq-II.20) :

$$T \rightarrow \infty : \left({}_y^\infty k' \geq 1 - \xi\right) \underset{\approx}{\Leftrightarrow} \left(\frac{\sqrt{\Lambda_c \cdot \Lambda_g}}{T} \leq \frac{2}{\pi} \sqrt{2\xi}\right).$$

D. Propriétés du mode impair :

En poursuivant un objectif de cartographie pour trouver les points du domaine t correspondant à des *lieux* particuliers du plan s , les transformations éq-II.16 et éq-II.18 de base peuvent être réécrite plus simplement, pour le mode impair en particulier :

$$\text{on pose } p \equiv 1/\sqrt{1-p'^2}$$

$$\text{tel que } {}_{xy}p' = \sinh\left(\frac{\pi}{2T}t\right) / \sinh\left(\frac{\pi}{2T}\frac{1}{2}\Lambda_{ID}\right).$$

L'approximation ${}_{xy}^\infty p \cong \Lambda_{ID} / \sqrt{\Lambda_{ID}^2 - 4t^2}$ en milieu infini achève la démarche, par éq-II.51 réciproque :

$$\boxed{{}_{xy}^\infty t = \frac{1}{2} \Lambda_{ID} \sqrt{1 - sn^{-2}({}_{xy}^\infty s, {}_{xy}^\infty k)}} \quad (\text{éq-II.24})$$

$$\text{avec } {}_{xy}^\infty k \approx \sqrt{1 - (\Lambda_g / \Lambda_{ID})^2}. \quad (\text{éq-II.55})$$

Les situations *isotropiques* pour lesquelles couplages transverse et radial s'égalisent – tels que les deux composantes s'affectent l'une-l'autre – se produisent en mode impair lorsque le coin $t_1 = -j_{{}_{xy}}T_\#$ se projette au milieu du segment de masse en ${}_{xy}s_1 = \frac{1}{2} K({}_{xy}k)$, où la transformation réciproque se simplifie (voir table-II.5.2). La résolution générale de éq-II.50 & éq-II.51 en $w_1 = 0$ en y injectant le module fourni par éq-II.18 renvoie alors l'iso-épaisseur ${}_{xy}T_\#$ après développements et factorisation selon :

$$\begin{aligned}
{}_{xy}w_1 &= \sqrt{w_4^2 - (w_4^2 - w_2^2)/sn^2\left(\frac{1}{2}K({}_{xy}k), {}_{xy}k\right)} \\
&\equiv \sqrt{w_4^2 - (w_4^2 - 1)(1 + {}_{xy}k')} \\
\text{ou } {}_{xy}w_1^2 &\equiv 1 - \frac{1}{2} \left[\cosh\left(\frac{\pi}{2}(\Lambda_c + \Lambda_g)/{}_{xy}T_\# \right) - \cosh\left(\frac{\pi}{2}\Lambda_c/{}_{xy}T_\# \right) \right] = 0 \\
\text{soit au 2}^{\text{ème}} \text{ ordre, } &\boxed{{}_{xy}T_\# \approx \frac{\pi}{4}\Lambda_{ID}\sqrt{\Lambda_g/\Lambda_{ID}}} \quad (\text{éq-II.21}).
\end{aligned}$$

Les développements limités, qui supposent ici une couche modérément épaisse en dépit d'un résultat plutôt 'fin', offrent malgré tout une relation directe d'intérêt pour identifier rapidement les régimes *isotropiques*, atteignant respectivement $\{-43; -16; -14\}\%$ d'erreurs à $\Lambda_g/\Lambda_{ID} = \{0.1; 0.5; 0.9\}$ – par rapport au modèle de base d'éq-II.50 à éq-II.52 réciproques.

On dérive de même l'isoprofondeur ${}^\infty T_\#$ à partir de la transformation asymptotique en milieu infini – avec une précision meilleure que le pour-cent – telle que :

$$\begin{aligned}
-j_{{}_{xy}}{}^\infty T_\# &= \frac{1}{2}\Lambda_{ID}\sqrt{1 - sn^{-2}\left(\frac{1}{2}K({}_{xy}^\infty k), {}_{xy}^\infty k\right)} \\
&\equiv \frac{1}{2}\Lambda_{ID}\sqrt{1 - (1 + {}_{xy}^\infty k')} \\
\text{ou } {}_{xy}^\infty k' &= \Lambda_g/\Lambda_{ID} \quad (\text{éq-II.55})
\end{aligned}$$

$$\text{soit } \boxed{{}_{xy}^\infty T_\# = \frac{1}{2}\Lambda_{ID}\sqrt{\Lambda_g/\Lambda_{ID}}} \quad (\text{éq-II.22}).$$

Pour finir, l'abscisse isotropique $\Lambda_{c\#}$ qui divisent chaque ligne coplanaire en deux « moitiés » d'égale contribution au flux s'écrit, en milieu infini :

$$\boxed{\Lambda_{c\#} = \frac{\Lambda_{ID}}{2} - \frac{\Lambda_{ID}}{\sqrt{2}} \sqrt{\frac{\Lambda_g/\Lambda_{ID}}{1 + \Lambda_g/\Lambda_{ID}}}} \quad \text{éq-II.56}$$

VI. Section multi-espace :

A. Modèle de base monocouche

La première mise à l'échelle des t , notée $d = t \cdot K(k)/\frac{1}{2}\Lambda_{ID}$, autorisant une transformation conforme doit préserver la forme du domaine physique

[Igr04] conformément au rapport de demi-périodes $\tau = K(k')/K(k) = T/\frac{1}{2}\Lambda_{ID}$.

La théorie des intégrales elliptiques y relie en outre le module k aux fonctions de Jacobi $\mathcal{G}_2$ et $\mathcal{G}_3$ (thêta) par l'intermédiaire du *nome* $q \equiv e^{-\pi\tau}$ tel qu'exprimé dans l'éq-II.27. Par souci d'efficacité d'implémentation, l'identité $4K(k) \equiv 2\pi\mathcal{G}_3(q)$ permet de réécrire avantageusement la normalisation ($t \leftrightarrow d$) précédente en fonction de $\mathcal{G}_3$ dans l'éq-II.25 – avant sa réutilisation par éq-II.27.

En principe, les transformations éq-II.26 et éq-II.29 de Schwarz-Christoffel s'articulent respectivement autour des pôles

$$\begin{aligned} w_3 &= 1 & w_4 &= 1/t k \\ \text{et} \quad p_3 &\equiv 1/p_{xy,x} k & p_4 &\equiv 1/y k \end{aligned} \quad \text{éq-II.57}$$

ce qui considérant éq-II.28 justifie l'expression des modules en éq-II.29.

B. Équations-limites

A mesure que l'épaisseur de film tend vers zéro, le *nome* 0q presque unitaire produit des ${}^0\mathcal{G}_2 \equiv {}^0\mathcal{G}_3$ infinis dont le rapport sature à ${}^0k \rightarrow 1$. L'approximation ${}^0\mathcal{G}_3 \equiv \sqrt{\frac{1}{2}\Lambda_{ID}/T}$ (éq-II.48\table-II.5.2) conduit en définitive à :

$${}^0d \equiv \frac{1}{2}\pi t/T \text{ injecté en sens direct dans } {}^0w \equiv \tanh({}^0d) \text{ (éq-II.44, id.)}$$

$$\text{tel que } {}^0w_2 \equiv \tanh(\frac{1}{4}\pi\Lambda_c/T) \text{ et } {}^0w_4 \equiv \coth(\frac{1}{4}\pi\Lambda_{ID}/T). \quad \text{éq-II.58}$$

L'introduction de ces pôles dans éq-II.57\éq-II.29 conduit en outre, étant posé $\eta = \pi/(4T)$, au développement du module

$$\begin{aligned}
{}_x^0k &\cong \tanh(\eta\Lambda_c) \sqrt{\frac{1 - \tanh^2(\eta\Lambda_{ID})}{1 - [\tanh(\eta\Lambda_{ID}) \tanh(\eta\Lambda_c)]^2}} \\
&\cong \tanh(\eta\Lambda_c) \sqrt{\frac{1}{\cosh^2(\eta\Lambda_{ID}) - [\sinh(\eta\Lambda_{ID}) \tanh(\eta\Lambda_c)]^2}} \\
&\cong \tanh(\eta\Lambda_c) \left\{ 1 + \sinh^2(\eta\Lambda_{ID}) [1 - \tanh^2(\eta\Lambda_c)] \right\}^{-\frac{1}{2}} \\
&\cong \tanh(\eta\Lambda_c) \left\{ 1 + \sinh^2(\eta\Lambda_{ID}) / \cosh^2(\eta\Lambda_c) \right\}^{-\frac{1}{2}} \\
&\cong \tanh(\eta\Lambda_c) \left\{ 1 + [\tanh(\eta\Lambda_c) \cosh(\eta\Lambda_g) + \sinh(\eta\Lambda_g)]^2 \right\}^{-\frac{1}{2}} \\
&\xrightarrow{T \rightarrow 0} \exp(-\eta\Lambda_g)
\end{aligned}$$

D'où les asymptotes modulaires suivantes :

$$T \rightarrow 0 : \begin{cases} {}_t^0k \cong \tanh\left(\frac{\pi}{2T} \frac{1}{2} \Lambda_{ID}\right) & \rightarrow 1 \\ {}_{xy}^0k \cong \tanh\left(\frac{\pi}{2T} \frac{1}{2} \Lambda_c\right) & \rightarrow 1 \\ {}_y^0k \cong \tanh\left(\frac{\pi}{2T} \frac{1}{2} \Lambda_c\right) \tanh\left(\frac{\pi}{2T} \frac{1}{2} \Lambda_{ID}\right) & \rightarrow 1 \\ {}_x^0k \approx \exp\left(-\frac{\pi}{2T} \frac{1}{2} \Lambda_g\right) & \rightarrow 0 \end{cases} \quad \text{éq-II.59}$$

Les facteurs ${}_{xy}CSR^+$, ${}_yCSR$ et ${}_xCSR^-$ se simplifient alors respectivement à éq-II.42, éq-II.40 et éq-II.41. En particulier, le module radial approximatif (voir éq-II.43\table-II.5.2)

$${}_y^0k \cong 1 + [\tanh(\eta\Lambda_c) - \tanh(\eta\Lambda_{ID})] / \tanh(\eta\Lambda_g) \quad \text{où } \eta = \pi / (4T)$$

permet de construire le rapport-limite suivant,

$$\begin{aligned}
\frac{1 + {}_y^0k}{1 - {}_y^0k} &\cong -1 + 2 \tanh(\eta\Lambda_g) / [\tanh(\eta\Lambda_{ID}) - \tanh(\eta\Lambda_c)] \\
&\cong 2 \cosh^2(\eta\Lambda_c) [1 + \tanh(\eta\Lambda_c) \tanh(\eta\Lambda_g)] - 1 \\
&\xrightarrow{T \rightarrow 0} \frac{1}{2} \exp(2\eta\Lambda_c) [1 + \tanh(\eta\Lambda_g)]
\end{aligned}$$

avant de conclure sur l'éq-II.30 :

$$T \rightarrow 0 : \left\{ \begin{array}{l} {}^0_{xy}CSR^+ \approx \frac{\ln(4)}{\pi} + \frac{\frac{1}{2}\Lambda_c}{T} \\ {}^0_yCSR \approx \frac{\frac{1}{2}\Lambda_c}{T} + \frac{1}{\pi} \left(\ln(2) + \ln \left[1 + \tanh \left(\frac{\pi}{2T} \frac{1}{2}\Lambda_g \right) \right] \right) \\ {}^0_xCSR^- \approx \frac{\pi}{\ln(8) + \frac{1}{2}\pi\Lambda_g/T} \end{array} \right. \quad \text{éq-II.60}$$

Accessoirement, la soustraction de la première à la seconde équation (éq-II.34) permet de dériver plus-avant :

$$\begin{aligned} {}^0_xCSR^+ &\approx \frac{1}{\pi} \left(\ln(2) - \ln \left[1 + \tanh \left(\frac{1}{4}\pi \cdot \Lambda_g / T \right) \right] \right) \\ &\rightarrow \frac{1}{\pi} \ln \left[1 + \exp \left(-\frac{1}{2}\pi \cdot \Lambda_g / T \right) \right] \end{aligned}$$

soit $\boxed{{}^0_xCSR^+ \propto \frac{1}{\pi} \exp \left(-\frac{1}{2}\pi \cdot \Lambda_g / T \right)}.$

En limite couche-épaisse par ailleurs, les développements au 1^{er} ordre ${}^\infty\mathcal{G}_2 \approx 2q^{\frac{1}{4}}$ et ${}^\infty\mathcal{G}_3 \approx 1$ donnent approximativement par éq-II.44\table-II.5.2 :

$$T \rightarrow \infty : \left\{ \begin{array}{l} {}^\infty_t k \cong 4 \exp(-\pi T / \Lambda_{ID}) \rightarrow 0 \\ {}^\infty_{xy} k \cong {}^\infty_x k \rightarrow \sin \left(\frac{\pi}{2} \frac{\Lambda_c}{\Lambda_{ID}} \right) \\ {}^\infty_y k = {}^\infty_t k \cdot {}^\infty_{xy} k \rightarrow 0 \end{array} \right. \quad \text{éq-II.61}$$

Les modules impairs en champ libre réduits à la seule contribution transverse ne requièrent ou même tolèrent davantage d'approximation (liée à l'épaisseur) pour une périodicité d'électrodes comparable à leur espacement – comme préalablement supposé.

On conclut donc sur l'éq-II.31 :

$$T \rightarrow \infty : \begin{cases} {}_{xy}^{\infty} CSR^+ \equiv {}_x^{\infty} CSR^- \cong K({}_x^{\infty} k) / K({}_x^{\infty} k') \\ {}_y^{\infty} CSR \approx \frac{\pi/2}{\pi T / \Lambda_{ID} - \ln[\sin(\frac{\pi}{2} \Lambda_c / \Lambda_{ID})]} \end{cases} \rightarrow 0$$

C. Calculabilité des modules

En limite film-fin, tous les modules tendent vers l'unité (eq-II.59) mais la difficulté du calcul concerne d'abord le module transverse : ${}_x^0 k' \geq {}_t^0 k \geq {}_{xy}^0 k \geq {}_y^0 k$. Dans le pire cas où $\Lambda_g \rightarrow \Lambda_{ID}$, ceci se produit aux environs du seuil suivant :

$$T \rightarrow 0 : \left({}_x^0 k \leq \sqrt{2\xi} \right) \Rightarrow \frac{T}{\Lambda_{ID}} \leq \frac{-\pi}{2 \ln(2\xi)}. \quad (\text{eq-II.30})$$

Une condition similaire peut être dérivée du module ${}_t k$, à savoir, avec eq-II.42 :

$$\left({}_t^0 k \geq 1 - \xi \right) \Leftrightarrow \frac{T}{\Lambda_{ID}} \leq \frac{\pi}{2 \ln(2/\xi)}.$$

En substrat épais sinon, pour ${}_y^{\infty} k \leq {}_t^{\infty} k \leq {}_{xy,x}^{\infty} k$ tendant vers zéro, le choix d'une borne de sûreté inférieure comme ${}_y^{\inf} k = 4 \exp(-\pi T / \Lambda_{ID}) \Lambda_c / \Lambda_{ID}$ permet de ramener l'inégalité d'eq-II.49 au critère complet de calculabilité suivant :

$$\left({}_y^{\inf} k \leq \sqrt{2\xi} \right) \Leftrightarrow \frac{T}{\Lambda_{ID}} > \frac{1}{\pi} \left[\ln(4 \Lambda_c / \Lambda_{ID}) - \frac{1}{2} \ln(2\xi) \right].$$

Un développement au 1^{er} ordre en $(\pi T + \Lambda_g) / \Lambda_{ID} > -\frac{1}{2} \ln(8\xi)$ permet accessoirement de négliger le premier logarithme afin d'obtenir une condition au pire cas, telle que :

$$T \rightarrow \infty : \left({}_y^{\infty} k \leq \sqrt{2\xi} \right) \Rightarrow \frac{T}{\Lambda_{ID}} > -\frac{1}{2\pi} \ln(8\xi). \quad (\text{eq-II.31})$$

D. Propriétés du mode impair

L'approximation film-fin facilite une évaluation de l'iso-épaisseur ${}_{xy}T_{\#}$ pour laquelle le coin de masse $t_4 = [\frac{1}{2}\Lambda_{ID} - j({}_{xy}T_{\#})]$ se projette au milieu du segment inférieur ${}_{xy}s_3$ - ${}_{xy}s_0$, par identification du pôle $(w_{\#})^2 \equiv (w_4)^2$ vérifiant :

$${}^0w_4^2 \cong 1 + 1/\sinh^2(\frac{1}{4}\pi\Lambda_{ID}/T) \quad \text{en sens direct (éq-II.58)}$$

$${}^0w_{\#}^2 = ({}^0p_{\#} \cdot {}^0k)^2 \quad \text{en réciproque (éq-II.28).}$$

Cette seconde égalité se développe successivement suivant éq-II.29 réciproque, avec éq-II.46 et éq-II.45 (table-II.5.2), selon :

$${}_{xy}p_{\#} = sn[\frac{1}{2}K({}_{xy}k) - jK({}_{xy}k'), {}_{xy}k] \equiv \sqrt{1 + {}_{xy}k' / {}_{xy}k}$$

$$\text{où } {}_{xy}k' = \sqrt{(1 - {}_{xy}k^2) = cn(d_2, {}_tk)},$$

$$\text{soit } {}_{xy}p_{\#} = \sqrt{1 + cn(d_2, {}_tk)} / {}_{xy}k$$

tel que

$${}_{xy}w_{\#} = \sqrt{1 + cn(d_2, {}_tk)}$$

$$\text{avec } {}^0d_2 \cong [\frac{1}{4}\pi\Lambda_c / {}_{xy}T_{\#}] \quad \text{et } {}^0k \rightarrow 1,$$

$$\text{soit } {}^0w_{\#} \cong \sqrt{1 + \sec h(\frac{1}{4}\pi\Lambda_c / {}_{xy}T_{\#})}.$$

Finalement, l'égalisation du carré des images $w_4 = w_{\#}$ se résout après développement comme :

$$({}^0w_4^2 = {}^0w_{\#}^2) \Leftrightarrow \sinh^2(\frac{1}{4}\pi\Lambda_{ID} / {}_{xy}T_{\#}) = \cosh(\frac{1}{4}\pi\Lambda_c / {}_{xy}T_{\#})$$

$$\text{soit } {}_{xy}T_{\#} \propto \frac{\pi}{4\sqrt{2}} \Lambda_{ID} \sqrt{\Lambda_g / \Lambda_{ID}} \quad \text{au 2}^{\text{ème}} \text{ ordre} \quad (\text{éq-II.32}).$$

Cette iso-épaisseur diffère de celle du simple-espace par un facteur de quelques -3dB dû à la coupure à mi-électrode du secteur transformé-conforme.

En champ libre par ailleurs, la transformation réciproque de mode impair dérive du modèle général au travers du couple d'équations :

$${}_{xy}^{\infty}w \cong \sin({}_{xy}^{\infty}d) \quad \text{en sens direct} \quad (\text{éq-II.26})$$

$${}_{xy}w = sn({}_{xy}s, {}_{xy}k) {}_{xy}k \quad \text{en réciproque} \quad (\text{éq-II.28, éq-II.29})$$

vérifié par

$${}_{xy}^{\infty}t \cong \Lambda_{ID} \arcsin[sn({}_{xy}^{\infty}s, {}_{xy}^{\infty}k) {}_{xy}^{\infty}k] \frac{1}{\pi} \quad (\text{éq-II.33})$$

avec ${}_{xy}^{\infty}k \cong \cos(\frac{1}{2}\pi \Lambda_g / \Lambda_{ID})$. (éq-II.61)

L'isoprofondeur spécifique s'identifie de la même façon suivant :

$$({}_{xy}^{\infty}w)_{\#} \cong \sin\left[\pi\left(\frac{1}{2} + j \frac{{}_{xy}^{\infty}T_{\#}}{\Lambda_{ID}}\right)\right] \text{ en sens direct}$$

$${}_{xy}^{\infty}w_{\#} \cong \sqrt{1 + \cos(\frac{1}{2}\pi \Lambda_c / \Lambda_{ID})} \text{ en réciproque (éq-II.44, éq-II.46)}$$

vérifié par ${}_{xy}^{\infty}T_{\#} \cong \arg \cosh({}_{xy}^{\infty}w_{\#}) \Lambda_{ID} / \pi$ après développement du sinus (sens direct). Parmi les approximations possibles, l'identification

$${}_{xy}^{\infty}w_{\#} \cong \sqrt{2} \cos(\pi/4 \Lambda_c / \Lambda_{ID}) \equiv \cos(\pi/4 \Lambda_g / \Lambda_{ID}) + \sin(\pi/4 \Lambda_g / \Lambda_{ID})$$

rend finalement
$${}_{xy}^{\infty}T_{\#} \approx \frac{1}{\sqrt{2}\pi} \Lambda_{ID} \sqrt{\Lambda_g / \Lambda_{ID}} \quad (\text{éq-II.32})$$

après développements successifs au premier ordre – approximation validée jusqu'à 5% de rapport espace/périodicité à +40% d'erreur au pire.

L'abscisse isotropique associée $\Lambda_{c\#}$ marque le milieu « électrostatique » d'une ligne en milieu infini ; son expression se dérive identiquement par :

$$\Lambda_{c\#} = \frac{\Lambda_{ID}}{\pi} \arcsin \left[\frac{\cos(\frac{1}{2}\pi \Lambda_g / \Lambda_{ID})}{\sqrt{1 + \sin(\frac{1}{2}\pi \Lambda_g / \Lambda_{ID})}} \right]$$

Parmi les approximations envisageables, les développements au premier ordre de l'arcsinus et de la racine-carrée inverse donnent :

$$\begin{aligned} \Lambda_{c\#} &\approx \frac{\Lambda_{ID}}{\pi} \cos(\frac{1}{2}\pi \Lambda_g / \Lambda_{ID}) \left[1 - \frac{1}{2} \sin(\frac{1}{2}\pi \Lambda_g / \Lambda_{ID}) \right] \\ &\cong \frac{\Lambda_{ID}}{\pi} \left[\cos(\frac{1}{2}\pi \Lambda_g / \Lambda_{ID}) - \frac{1}{4} \sin(\pi \Lambda_g / \Lambda_{ID}) \right] \end{aligned}$$

L'erreur moyenne alors comprise entre -17 et -31 % pour un rapport de métallisation de 1 à 99% suggère une correction empirique par un facteur d'environ 1.3, soit finalement :

$$\Lambda_{c\#} \approx 1.31 \frac{\Lambda_{ID}}{\pi} \left[\cos(\frac{1}{2}\pi \Lambda_g / \Lambda_{ID}) - \frac{1}{4} \sin(\pi \Lambda_g / \Lambda_{ID}) \right]. \quad \text{éq-II.62}$$

Cette approximation empirique recadre l'erreur à $\pm 10\%$ sur la gamme de métallisation évoquée.

E. Caractéristique accessoire – dispersion radiale libre

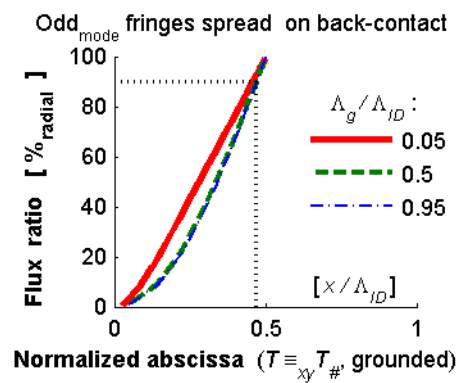


fig-II.5.18 [Math] Multi-espace \ milieu infini : extension radiale (en y) des franges électrostatiques de mode impair.

(a-) En épaisseur *isotropique*, la zone sensible à 90% s'étend latéralement sur moins de $\frac{1}{2} \Lambda_{ID}$.
(b- éq-II.33)

VII. Modèles généraux à éléments discrets :

A. Ligne de transmission élémentaire

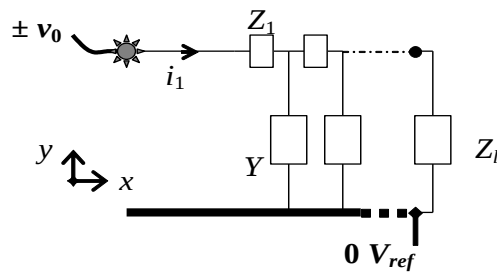


fig-II.5.19 – Ligne de transmission simple

Considérant la ligne de transmission illustrée en fig-II.5.19, on écrit les équations des tension $v(x)$ et courant $i(x)$ en fonction de l'impédance linéique Z_1 et admittance d'isolement Y , supposées constantes sur tout intervalle de longueur dx , comme [Ang57] :

$$\begin{cases} \frac{dv}{dx} = -Z_1 i \\ \frac{di}{dx} = -Yv \end{cases} \quad \text{soit} \quad \begin{cases} \frac{d^2 v}{dx^2} - \lambda^2 v = 0 \\ \frac{d^2 i}{dx^2} - \lambda^2 i = 0 \end{cases} \quad \text{avec} \quad \lambda = \sqrt{Z_1 Y},$$

dont les solutions s'écrivent

$$\begin{cases} v(x) = V_+ e^{-\lambda x} + V_- e^{\lambda x} \\ i(x) = \frac{1}{Z_c} (V_+ e^{-\lambda x} - V_- e^{\lambda x}) \end{cases} \quad \text{avec} \quad Z_c = \sqrt{Z_1/Y}.$$

Considérant les conditions aux limites suivantes :

$$\begin{cases} v(0) = V_+ + V_- \\ i(l) = v(l)/Z_l \end{cases}$$

$$\text{on a} \quad \begin{cases} V_+ + V_- = v(0) \\ V_+ (\gamma - 1) e^{-\lambda l} = V_- (\gamma + 1) e^{\lambda l} \end{cases} \quad \text{avec} \quad \gamma = \frac{Z_l}{Z_c}$$

$$\text{et} \quad \begin{cases} v(x) = v_0 \frac{\gamma \cosh[\lambda(l-x)] + \sinh[\lambda(l-x)]}{\gamma \cosh(\lambda l) + \sinh(\lambda l)} \\ i(x) = \frac{v_0}{Z_c} \frac{\gamma \sinh[\lambda(l-x)] + \cosh[\lambda(l-x)]}{\gamma \cosh(\lambda l) + \sinh(\lambda l)} \end{cases}$$

En couplage radial de mode pair, $Z_l = \infty = \gamma$ et :

$${}_y Y_{TL} = \frac{i(0)}{v(0)} = \frac{1}{Z_c} \tanh(\lambda l)$$

De même en couplage mixte de mode impair, $Z_l = 0 = \gamma$ tel que :

$${}_{xy} Y_{TL} = \coth(\lambda l) / Z_c$$

$$\text{et finalement} \quad {}_x Y_{TL} = ({}_{xy} Y_{TL} - {}_y Y_{TL}) = \frac{1}{Z_c \sinh(\lambda l)}.$$

VIII. Autres caractéristiques applicatives :

A. Détection d'épaisseur

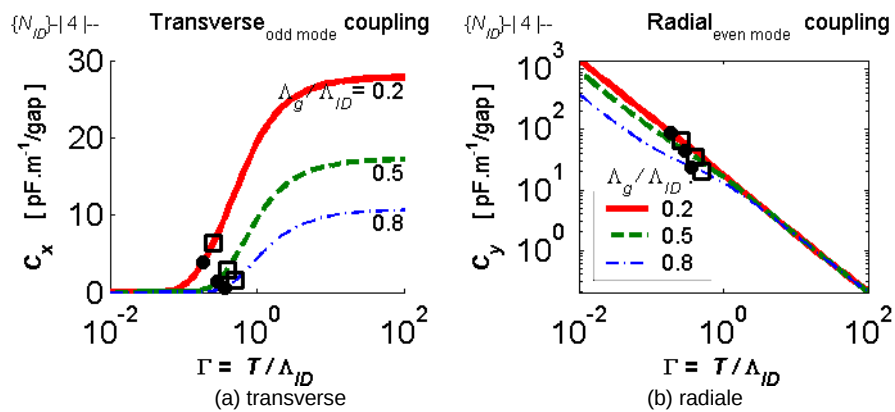


fig-II.5.20 – [Math] Multi-espace \ monoruban : capacités selon l'épaisseur
Substrat monocouche SiO₂ (ϵ^+) ; $\Lambda_{ID} = 4\mu\text{m}$. Mode impair (a) ou pair (b).

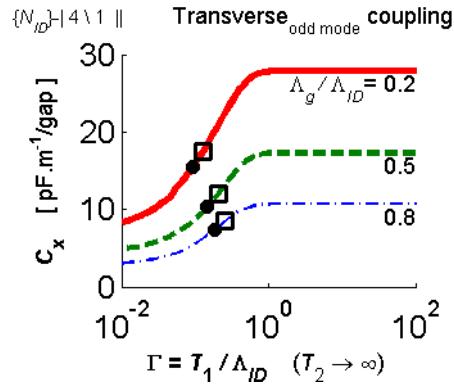


fig-II.5.21 – [Math] Multi-espace \ coplanaire ϵ^- : capacité transverse en fonction de la première épaisseur intérieure T_1 .

Substrat bicouche SiO₂/Air ($\epsilon_1/\epsilon_2 \approx 1/4$) sans contact arrière, de seconde épaisseur quasi-infinie $T_2 = 10^3\Lambda_{ID}$; $\Lambda_{ID} = 4\mu\text{m}$. Mode impair.

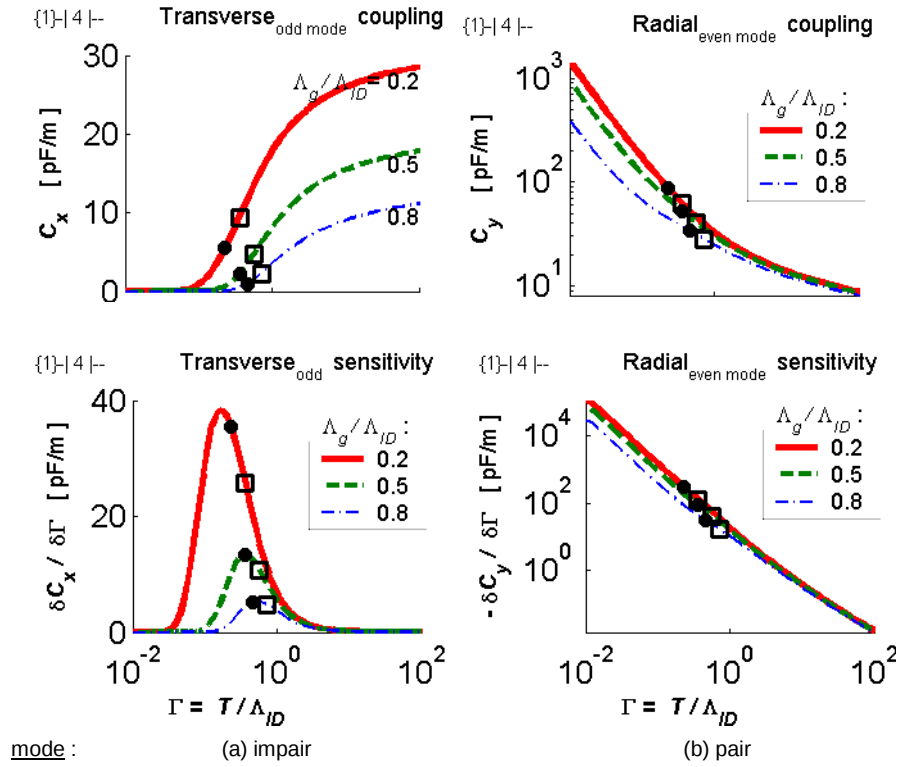
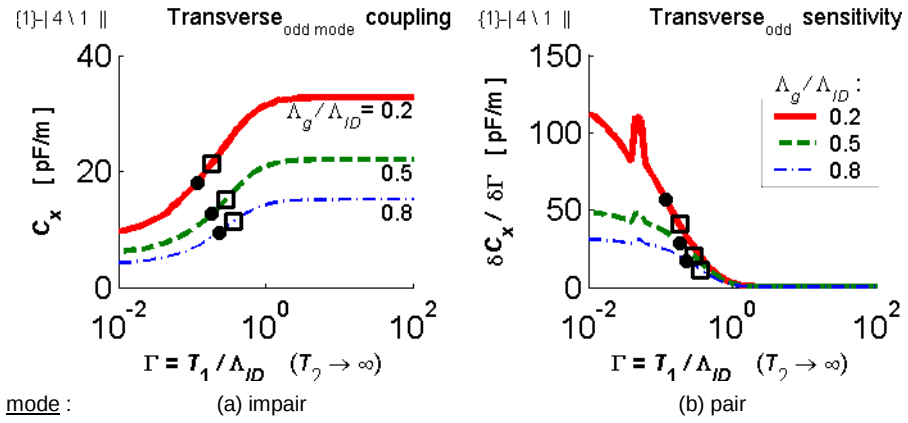


fig-II.5.22 – [Math] Simple-espace \ monoruban : capacités et sensibilités selon l'épaisseur

Substrat monocouche SiO_2 (ϵ^+) ; $\Lambda_{ID} = 4\mu\text{m}$.



mode :

(a) impair

(b) pair

fig-II.5.23 – [Math] Simple-espace \ monoruban : capacité transverse et sensibilité selon la première épaisseur (intérieure)

Substrat SiO_2/Air sans contact 'arrière' ($\epsilon_1/\epsilon_2 \approx 1/4$) en milieu épais : seconde épaisseur distante $T_2 = 10^3 \Lambda_{ID}$.

B. Tomographie planaire simple-espace

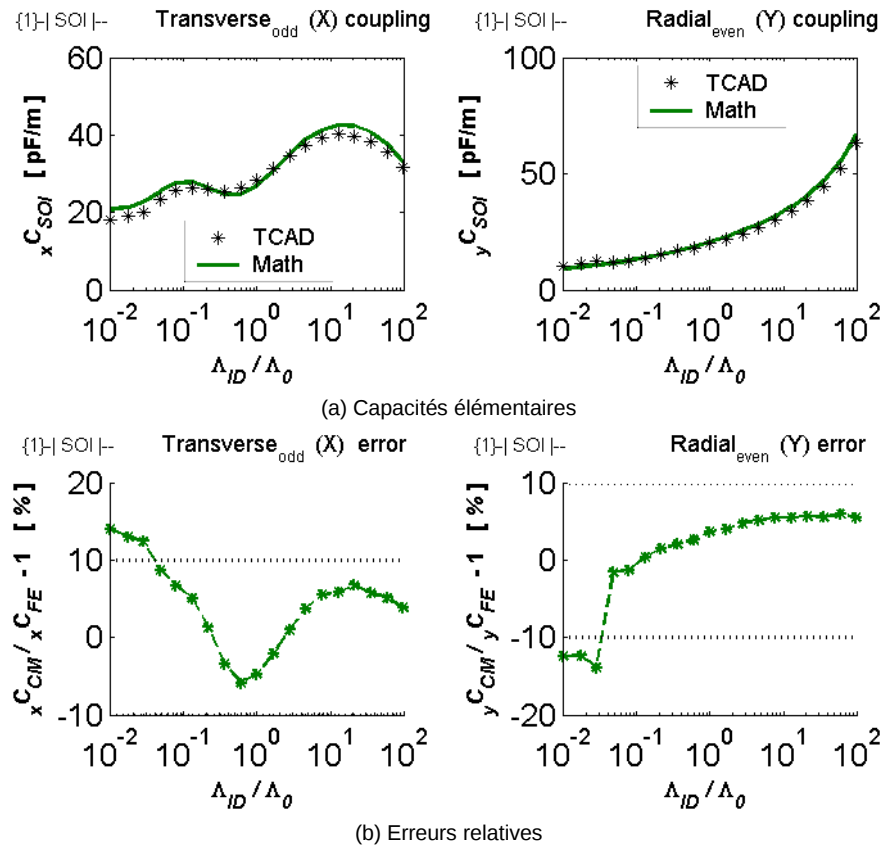


fig-II.5.24 [Math-TCAD] Simple-espace \ SOI $\epsilon^\pm$: couplages diélectriques et erreurs analytiques

C. Dispositif MOS – conductance radiale

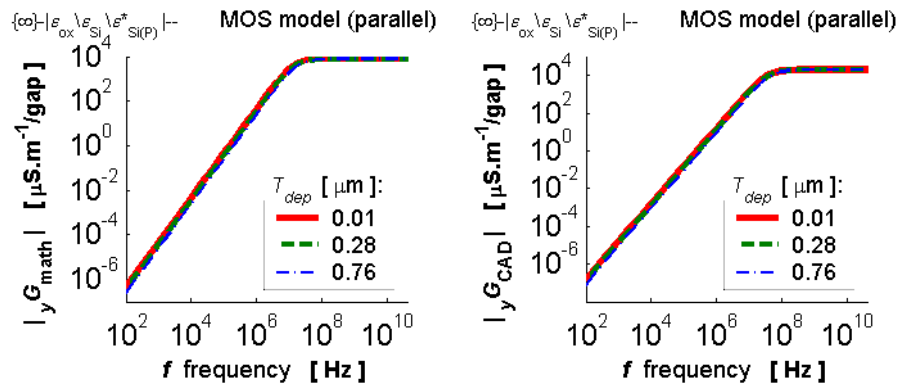


fig-II.5.25 [Math-TCAD] Coplanaire/ruban MOS : conductance

Multi-espace $2+2\mu\text{m}$; épaisseurs : oxyde $T_{\text{SiO}_2} = 400 \text{ nm}$, silicium $T_{\text{Si}} = 750\mu\text{m}$. Permittivités statiques relatives : $\epsilon_{\text{SiO}_2} = 3.9$ et $\epsilon_{\text{Si}} = 11.7$.

Références Bibliographiques

- [Abe97] J.Abel *et al.*, J.Electrochem.Soc. 144(12) pp.4253–59 (1997)
- [Abr92] M.Abramowitz & I.Stegun, “Handbook of Mathematical Functions with formulas, graphs, and mathematical tables”; New York: Dover Publications Inc., 1992 reprint of the 1972 edition
- [Ale78] N.Alexopoulos *et al.*, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. MTT-26, no. 6, pp.387-393, June 1978
- [Alf01] F.Alfonzetti *et al.*, IEEE Transactions on Magnetics, vol. 37, no. 5, September 2001
- [Amm07] H.Ammari & H.Kang, Applied Mathematical Sciences, 2007, volume 162, 195-210, DOI: 10.1007/978-0-387-71566-7_8
- [And08] N.André *et al.*, IEEE Sensors Journal Special issue on Sensors for Breath Analysis, November 2008
- [Ang57] A.Angot “Compléments de mathématiques”, 3^{ème} édition de la Revue d’Optique, Collection Technique et Scientifique du CNET (1957)
- [Ave01] S.Averine *et al.*, Solid-State Electronics 45 (2001) 441-446
- [Bal84] I.Balberg *et al.*, Physical Review B 30 (7) pp.3933–43 (1984)
- [Bas01] S.Basu *et al.*, Sensors and Actuators B 79 (2001) 182-186
- [Bau84] H.Baudrand *et al.*, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. MTT.32, no. 11, November 1984
- [Ber72] H.H.Berger, Solid-State Electronics 15 (2) pp.145–158 (1972)
- [Ber76] Bernasconi & Wiesmann, Physical Review B 13 (3) pp.1131–39 (1976)
- [Bin63] K.Binns & P.Lawrenson, “Analysis and Computation of Electric and Magnetic Field Problems”; Pergamon press – 1963
- [Car99] E.Carlsso *et al.*, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 47, no. 8, August 1999
- [Cav02] B.Cavic *et al.*, Analytica Chimica Acta 469 (2002) 101–113
- [Chi07] J.Chien *et al.*, APPLIED PHYSICS LETTERS 91, 143901 (2007)
- [Cho02] E.Chor *et al.*, IEEE Transactions on Electron Devices, vol. 49, no. 1, January 2002
- [Cra78] R.Crampagne *et al.*, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. MTT-26, no. 2, February 1978
- [Dav76] A.Davidson & M.Tinkham, Physical Review B 13(8) pp.3261–67 (1976)
- [Do04] J.Do *et al.*, IEEE Transactions on Magnetics, vol. 40, no. 4, July 2004
- [Dru07] S.Druart, mémoire de fin de master, Université catholique de Louvain – TFE 2007.
- [Fou84] V. Fouad Hanna *et al.*, ANN. Télécommun., 39, n° 7-8, 1984
- [Ger98] P. Van Gerwen *et al.*, Sensors and Actuators B 49 (1998) 73–80

- [Gev95] S.Gevorgian *et al.*, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 43, no. 4, April 1995
- [Gev96] S.Gevorgian *et al.*, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 44, no. 6, June 1996
- [Gev03a] S.Gevorgian *et al.*, IEEE microwave magazine pp.60–70, June 2003
- [Gev03b] S.Gevorgian *et al.*, IEEE microwave magazine pp.59–78, September 2003
- [Gev01] S.Gevorgian, Berg, H. – GAAS 2001, 24-28 September 2001, London
- [Ghi87] G.Ghione *et al.*, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. MTT-35, no 3, March 1987
- [Ghi03] G.Ghione *et al.*, IEEE Transactions On Microwave Theory And Techniques, vol. 51, no. 9, September 2003
- [Gly87] E.Glytsis *et al.*, Journal of Lightwave Technology, vol LT-5, no 5, May 1987
- [Gre71] C.A.A.J.Greebe *et al.*, Physics Report (Section C of Physics Letters) 1, no.5 (1971) 235-268
- [Gre82] J.Green *et al.*, IEEE Electron Device Letters, vol. EDL-3, no. 10, October 1982
- [Ham80] E.Hammerstad *et al.*, IEEE MTT-S, International Symposium Digest, Washington D.C., pp. 407-409, May 1980
- [Har68] F.Harary, D.Cartwright *et al.*, trad. A.Gibert, “Introduction à la théorie des graphes orientés : modèles structuraux”, Dunod 1968
- [Höl03] R.Hölzel *et al.*, Biosensors and Bioelectronics 18 (2003) 555–564
- [Hor90] M.Horno *et al.*, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 38, no. 8, August 1990
- [Hor00] M.Horenstein *et al.*, Sensors and Actuators 80 (2000) 53–61
- [Igr04] R.Igreja *et al.*, Sensors and Actuators A 112 (2004) 291–301
- [Ios99] A.Ioselevich *et al.*, Solid State Ionics 124 (1999) 221–237
- [Iva00] R.Ivanic *et al.* ASDAM 2000 Third International EuroConference on Advanced Semiconductor Devices and microsystems 16-18 octobre 2000
- [Kin73] G.Kino *et al.*, Electronics Letters 8th February 1973 vol. 9 no. 3
- [Kir73] S.Kirkpatrick, Reviews of Modern Physics 45 (4) pp.574–588 (1973)
- [Kur00] R.Kurita *et al.*, Sensors and Actuators B 71 (2000) 82–89
- [Lan78] R.Landauer, American Institute of Physics : ISSN-0094-243X/78/002/\$1.50 (1978)
- [Law89] D.Lawden, “Elliptic Functions and Applications, Applied Mathematical Sciences”; New York: Springer-Verlag, 1989
- [Lim68] Y. Chin Lim *et al.*, IEEE Transactions on Electron Devices, vol. ed-15, no. 3, March 1968
- [Lob03] P.-E.Lobert *et al.* Sensors and Actuators B 92:90–97 (2003)
- [Mak10] Thèse d'Ikram El Makoudi, Lille 1, 2010
- [Mam02] A.V.Mamishhev *et al.*, Journal of Electrostatics 56 (2002) 465–492
- [Mat99] M.Matsumoto & Y.Miyata, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation Vol. 6 No. 1, February 1999

- [Mor04] L.Moreno-Hagelsieb *et al.*, Sensors and Actuators B 98 (2004) 269–274
- [Mor07] L.Moreno-Hagelsieb *et al.*, Biosensors and Bioelectronics 22 (2007) 2199–2207
- [Muk07] S.Mukhopadhyay *et al.*, Sensors & Transducers Journal, Vol.79, Issue 5, May 2007, pp. 1202-1216
- [Nis99] M.Nishizawa *et al.*, Electrochimica Acta 44 (1999) 3629-3637
- [Olt99] W.Olthuis *et al.*, Sensors and Actuators B 24-25 (1995) 252-256
- [Orl92] S.Orlowska, Thèse de l'Ecole Centrale de Lyon (2003)
- [Owy58] G.H.Owyang *et al.*, IRE Transactions on Antennas and Propagation pp.49-55, January 1958
- [Paj06] O.Pajona, Thèse de doctorat n°2006-20, Université de Limoge, Laboratoire XLIM/CNRS6172 (2006)
- [Pam02] R.Pampin « Capteur Electronique Intégré à ADN ou Biopuce - Mesure capacitive par électrodes interdigitées » ; Mémoire de Master, Université catholique de Louvain (2002)
- [Pam06] R.Pampin *et al.*, Encyclopedia of Sensors, ed. C. A. Grimes, E. C. Dickey, and M. V. Pishko, vol. X: 1–18
- [Pel01] Y.P.Pellegrini, Physical Review B, volume 64, 134211 (2001)
- [Pes04] N.Pesonen *et al.* IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, Vol. 53, No. 3, June 2004
- [Ram99] A.Ramos *et al.*, Journal of Colloid and Interface Science 217, 420–422 (1999)
- [Sch04] M.Schienle *et al.*, IEEE International Solid-State Circuits Conference ISSCC sess. 12.2, 2004
- [Sil68] P.Silvester, “Modern Electromagnetic Fields”, ed. W.L.Everitt, Prentice-Hall EE-series; Englewood Cliffs, NJ – ISBN 978-0135931110 (1968)
- [Son00] G.Song, Cement and Concrete Research 30 (2000) 1723–30
- [Str98] D.Stroud, Superlattices and Microstructures, vol.23, no.3/4 (1998)
- [Swa73] T.Swanenburg *et al.*, IEEE Transactions On Electron Devices, vol. ED-20, no. 7, July 1973
- [Syt98] A.Sytchev & A.Y.Shevtsov, IEEE Microwave and Millimeter Wave Technology international conference, ICMMT'98, 1998
- [Syt01] A.N.Sytchev, IEEE Microwave Electronics Measurements, Identification, Application conference. MEMIA'01, 18-20 Sept. 2001
- [Tan09] X.Tang *et al.*, Biosensors and Bioelectronics 24 (2009) 3531–3537
- [Tet03] A.Tetelin *et al.*, IMTC2003 Instrumentation and Measurement Technology conference, May 2003
- [Wan03] Y.Wang *et al.*, Microelectronic Engineering 66 (2003) 880–886
- [Wan05] Y.Wang, Ph.D. thesis Chap 4, University of Birmingham / February 2005
- [Wan07] K.Wang *et al.*, Microwave and Optical Technology Letters / vol. 49, no. 6, June 2007
- [Whe77] H. A. Wheeler, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. MTT-25, no. 8, pp.631-647, August 1977

- [Wei77] J.Wei, IEEE Journal of Quantum Electronics April 1977 pp. 152-158
- [Yam68] E.Yamashita, IEEE Transactions On Microwave Theory And Techniques, vol. MTT-16, no. 8, August 1968
- [Yme01] H.Ymeri *et al.*, Active and Passive Elec. Comp., 2001, vol. 24, pp. 87-114
- [Yao08] L.Yao *et al.*, Proc. of CCECE/CCGEI (21st Canadian Conference on Electrical and Computer Engineering) pp. 877-880 May 5-7 2008 Niagara Falls
- [Zhe08] Q.Zheng *et al.*, Progress in Electromagnetics Research Letters, vol. 2, 29–36, 2008

= CHAPITRE III =

TRANSDUCTEUR D'IMPEDANCE A SUBSTRAT ISOLE (angl. I.S.I.T)

INDEX DES FIGURES	246
INDEX DES TABLEAUX	247
INTRODUCTION	248
1 CONCEPTS ET FONCTIONNEMENT DE L'ISIT	250
1.1. DISPOSITIFS À EFFET DE CHAMPS :	251
1.1.1. <i>Le transistor MOS</i>	251
1.1.2. <i>Dans un électrolyte – dispositifs EIS et ISFET</i>	253
1.1.3. <i>De l'ISFET à l'ISIT</i>	257
1.2. BILLES ISOLÉES SUR SEMICONDUCTEUR :	259
1.2.1. <i>Equation de Poisson dans le substrat</i>	263
1.2.2. <i>Franges électrostatiques externes</i>	265
1.2.3. <i>Résultantes</i> :	267
1.3. ENTRE TRANSISTOR ET CAPACITOR – L'ISIT :	273
1.3.1. <i>Approche numérique en biodétection d'argent</i>	275
1.3.2. <i>Modèle analytique petit signal d'un ISIT</i>	280
2 CAS PRATIQUES	283
2.1. IMPLANTATION DES ZONES ACTIVES & LIGNES D'ACCÈS	283
2.2. DÉTECTION AG–AU/ADN SUR ISIT <i>BULK</i> :	285
2.2.1. <i>Prototypage</i>	285
2.2.2. <i>Influence d'une polarisation de substrat</i>	288
2.3. INSTRUMENTATION SUR PUCE – PROTOTYPAGE :	290
2.3.1. <i>Oscillateur à relaxation intégré</i> :	293
2.3.2. <i>Perspectives</i>	299
CONCLUSION	303
ANNEXES	305
IX. MODÉLISATION THÉORIQUE :	305
A. <i>Charges-images</i>	305
B. <i>SOI/Si ou membrane/air – caractéristique accessoire</i>	306

III – Transducteur d'Impédance à Substrat Isolé	245
<i>C. Modèle d'ISIT à éléments discrets</i>	306
X. CAS PRATIQUES :	308
<i>A. Implantation Phosphore</i>	308
<i>B. Procédés "bulk" et SOI</i>	309
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	312

Index des figures

fig-III.1.1 [Nis99] Chimiorésistor à film mince.....	251
fig-III.1.2 – Transistor et capacité MOS [Pam06]	252
fig-III.1.3 – Effet de champs et iono-sensibilité	254
fig-III.1.4 – Concepts d'ISFET à grille incomplète	258
fig-III.1.5 – Canal SOI de type 'N' pour la détection d'argent.....	260
fig-III.1.6 [TCAD] Effet de champ dans un film SOI _{N'} avec/sans Ag	261
fig-III.1.7 [TCAD] Désertion des électrons par Ag sur ISIT-SOI _{N'}	261
fig-III.1.8 – Modélisation analytique bille/substrat	262
fig-III.1.9 – Illustration de l'inversion complexe bille-film.....	266
fig-III.1.10 [Math] Profils verticaux de désertion-Ag dans un film SOI _{N'} ..	269
fig-III.1.11 [Math-TCAD] ISIT de type { 'N' <i>bulk</i> \ Ag } : erreurs en potentiel	270
fig-III.1.12 [Math-TCAD] ISIT de type { 'N'-SOI \ Ag } : erreurs en potentiel	271
fig-III.1.13 – Projection des biomarqueurs-Ag dans un film Si _{N'}	272
fig-III.1.14 – Synoptique minimale de l'ISIT en surface.....	273
fig-III.1.15 – Perspective symbolique de l'ISIT	274
fig-III.1.16 – Bivalence interne\externe d'un ISIT <i>bulk</i> en détection	275
fig-III.1.17 [TCAD] Coupe d'ISIT/SOI-Si pour la simulation numérique...	276
fig-III.1.18 [TCAD] Capteur ISIT/SOI-Si : influence du dopage de canal ..	278
fig-III.1.19 [TCAD] ISIT/SOI-Si : réaction à la couverture d'Ag	278
fig-III.1.20 [TCAD] Comparaison de substrats "COI" et SOI.....	279
fig-III.1.21 [Math] Détection d'un cylindre Ag sur ISIT-SOI/Si _{P'} : influence du dopage de canal 'N'	282
fig-III.2.1 – Détecteurs ISIT réalisés sur <i>bulk</i>	283
fig-III.2.2 [TCAD] Concentrations finales de dopants à l'interface SiO ₂ -Si.	285
fig-III.2.3 – 1 ^{ers} résultats d'impédance d'ISIT <i>bulk</i> à surface de type 'N' en détection d'ADN marqué-Ag	286
fig-III.2.4 – Seconds résultats ADN\Ag sur ISIT <i>bulk</i> à surface type 'N' ...	287
fig-III.2.5 [TCAD] Simulations ADN\Ag sur ISIT <i>bulk</i> à surface type 'N' ..	287
fig-III.2.6 – Polarisation électrode-substrat V_{EB} sur film 'N'	288
fig-III.2.7 – Mesures 5RP15 sous polarisation Electrodes/ <i>Bulk</i>	289
fig-III.2.8 – Circuits publics de mesure capacitive	291
fig-III.2.9 [Nih01] Oscillateur « RelOsc » à relaxation RC.....	292

fig-III.2.10 [Cadence®] Synoptique globale et source de courant bidirectionnelle commutable	294
fig-III.2.11 [Cadence®] OTA de type Miller-RC.....	295
fig-III.2.12 [Cadence®] Comparateur à double seuil	297
fig-III.2.13 – Performances mesurées de l'oscillateur à relaxation	298
fig-III.2.14 [CAD] Mesure d'ISIT-"COI" coplanaire/ruban par RelOsc	299
fig-III.2.15 [TCAD] Comparaison de substrats SOI/Si et SOI/air	306
fig-III.2.16 – Circuit équivalent d'ISIT à éléments discrets	307

Index des tableaux

table-III.1.1 [Math-TCAD] Erreurs relatives du couplage bille-film.....	267
table-III.1.2 – Géométrie standard d'un capteur ISIT en substrat SOI.	277
table-III.1.3 [TCAD] Conductivités-tests de film en COI	279
table-III.2.1 [Nih01] Configurations caractéristiques du RelOsc	292
table-III.2.2 – Spécifications des amplificateur et comparateur	296
table-III.2.3 – Paramètres-types des implantations de Phosphore	308
table-III.2.4 – Procédé de fabrication ISIT / <i>bulk</i> (tech. UCL-2 μ m)	309
table-III.2.5 – Tranche 5RP15 (correction) : isolation des contacts	310

Introduction

Accessoirement baptisé « diélector » dans la lignée des résistor, capacitor et transistor dont il dérive, le concept de transducteur d'impédance à substrat isolé ou ISIT^[47] relève d'un changement de paradigme dans la conception de senseurs électroniques, c'est-à-dire d'interfaces entre milieux physicochimiques tangibles et environnement informatique virtuel. L'objectif fonctionnel initial consiste à rendre plus « intelligente » la détection de biomarqueurs métalliques hors solution. Par comparaison avec les approches essentiellement électrostatiques, l'amélioration recherchée ici ne se base pas sur une mise à l'échelle des électrodes par rapport aux dimensions des cibles de détection (voir Chapitre I) ou à l'épaisseur d'une couche sensible (Chapitre II), mais sur une modification de l'interaction électrique mesurée. Il s'agit en effet d'observer l'impédance complexe⁴⁸ d'un film de silicium influencé par des biomarqueurs métalliques, sans se limiter au seul changement de capacité produit sur la surface exposée. Par extension, l'ISIT doit être capable de convertir sous forme de caractéristiques spectrales électriques tout *stimulus* physicochimique capable d'influencer son substrat semiconducteur, tel qu'un champ électromagnétique, une température, une contrainte mécanique, etc.

Au contraire des dispositifs électroniques usuels opérant une conversion essentiellement scalaire sur un stimulus global (p-ex. gain multiplicatif), on recherche en outre une modulation de la réponse spectrale de ce spécimen par les propriétés locales de stimulation (typ. densité, intensité). Ce conditionnement vise à alimenter et profiter de façon optimale d'éventuels algorithmes de spectroscopie par relaxation diélectrique traités dans la littérature depuis plusieurs années, dans la perspective d'une transduction de type statistique.

Après passage en revue des principes fondateurs de l'ISIT, la première partie de ce chapitre propose un modèle petit-signal semi-analytique et dérive en particulier les équations d'effet de champ électrostatique produit

⁴⁷ angl. "Insulated Substrate Impedance Transducer"

⁴⁸ c-à-d. ses parties réelle dispersive et imaginaire réactive, variables en fonction de la fréquence harmonique du signal de mesure

par une bille d'argent à sa surface. Ce travail s'accompagne de comparaisons avec des simulations numériques TCAD par éléments finis [⁴⁹] et d'une introduction aux circuits et algorithmes de mesure envisageables. La seconde partie s'applique aux réalisations partiellement intégrées en technologie CMOS *bulk* ou SOI, dans le cadre pratique des puces à ADN.

⁴⁹ suite logicielle Synopsys/ISE-TCAD[®]

1 Concepts et fonctionnement de l'ISIT

Les micro-électrodes classiques (IDAE) isolées sous alumine sur un support passif ont montré leur maturité technologique pour la détection d'agglomérats métalliques au demi-micron [Pam06]. Le Chapitre I a néanmoins montré que les puces à biomarqueurs Au/Ag pouvaient souffrir des dispersions inhérentes aux cycles biochimiques et technologiques métastables et interdépendants qui leurs sont appliqués. Par ailleurs, le Chapitre II indique que la détection d'un biomarquage d'épaisseur sub-micronique ($\varnothing_{Ag} \leq 700$ nm) par le biais d'électrodes planaires appelle des dimensions du même ordre de grandeur. Si l'on considère en outre une contrainte de réalisation technique de 4 microns pour la périodicité caractéristique des lignes Λ_{ID} (Chapitre II), le nombre moyen de biomarqueurs à 25 % de couverture entre électrodes s'avère particulièrement ténu. Une alternative partant des IDAE passives consiste alors à détecter non pas le marquage lui-même mais indirectement son couplage avec le support, élément stable fabriqué tôt dans la chaîne de production.

Dans un ISIT, le signal de mesure ne circule plus exclusivement à l'extérieur mais aussi dans un substrat semiconducteur dont l'état de conduction dépend de la présence en surface de substances capables d'un effet de champ, telle qu'un métal ou un isolant chargé électriquement, ou d'autres *stimuli* énergétiques (p-ex. thermique). Des mécanismes semblables se retrouvent dans les résistors ou les transistors à effet de champs dénués de grille « dure » mais sensibles aux solutions ioniques déposées à la place (fig-III.1.1).

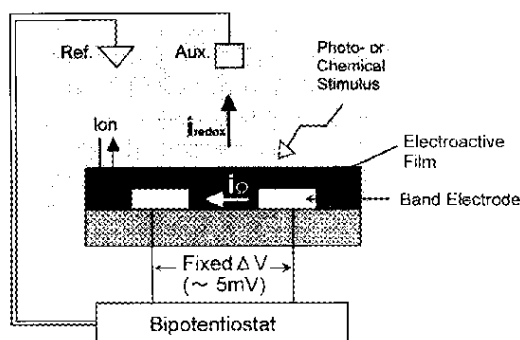


fig-III.1.1 [Nis99] Chimiorésistor à film mince

La contre-électrode "Aux." collecte le courant électrochimique i_{RedOx} .

Depuis les années 1970 en définitive, les MOSFET se sont mués en senseurs électrochimiques ISFET ou CHEMFET ^[50] exploitant l'alignement du niveau de Fermi d'un semiconducteur sur la fonction de travail des espèces étrangères substituées à l'électrode de grille. Plongé dans un électrolyte, la conduction de canal d'un tel dispositif mesurée au travers de contacts ohmiques se trouve modulée par les espèces électro-actives adsorbées sur la zone découverte de grille, autour du potentiel imposé par une électrode de référence immergée. Plus de 600 publications s'y rapportaient au début des années 2000 ; hors solution, ce principe s'applique remarquablement à la détection de particules métalliques.

1.1. Dispositifs à effet de champs :

1.1.1. Le transistor MOS

Capacitors et transistors MOS constituent les pierres angulaires de tout circuit intégré. Dans un MOSFET à base de silicium par exemple, le potentiel électrique appliqué au contact de grille G contrôle au travers d'un oxyde ou autre isolant fin (p-ex. SiO_2) le courant circulant dans le canal semiconducteur sous-jacent. Deux régions dopées à saturation reçoivent les

⁵⁰ angl. "CHEMically-Sensitive" Field-Effect Transistor

contacts ohmiques sur le canal – dénommées « Source » et « Drain » (fig-III.1.2-a).

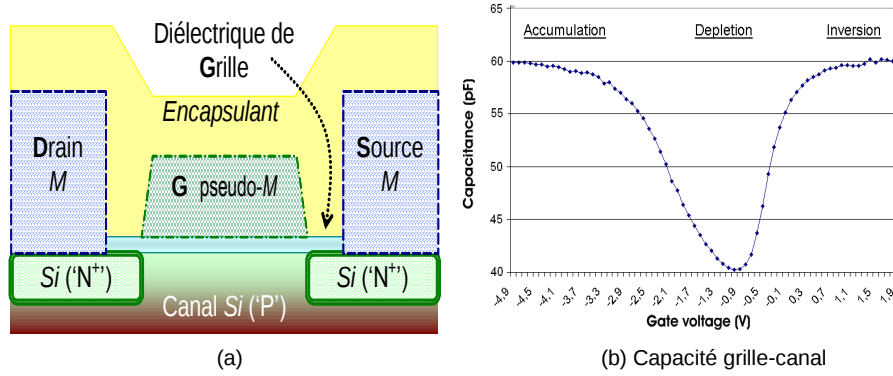


fig-III.1.2 – Transistor et capacité MOS [Pam06]

[M ≡ métal ; G ≡ grille]

Dans le simple capacitor MOS de type 'P' constitué du seul empilement Grille/SiO₂-Si-P, le potentiel V_G référencé au substrat semiconducteur module la concentration des porteurs de charges sous l'interface SiO₂-Si. Les altérations de cette zone de charge d'espace réduit partiellement la capacité diélectrique entre grille et substrat, dont le plafond C_{gOx} correspond à l'oxyde de grille. Le profil $C(V)$ quasistatique ou à basse fréquence des capacités MOS comprend 3 régimes (fig-III.1.2-b), articulés autour des tensions particulières de bandes-plates V_{FB} et de seuil V_{th} dépendant des paramètres physiques du dispositif selon :

$$\begin{cases} (V_{FB})_{MOS} = \frac{\Phi_M - \Phi_F}{q} - \frac{Q_{Ox} + Q_{ss}}{C_{gOx}} \\ (V_{th})_{MOS} = 2\Phi_F + (V_{FB})_{MOS} - \frac{Q_d}{C_{gOx}} \\ (V_{th})_{MOS} = 2\Phi_F + \frac{\Phi_M - \Phi_{Si}}{q} - \frac{Q_{Ox} + Q_{ss} + Q_d}{C_{gOx}} \end{cases} \quad \text{éq-III.1}$$

où Φ_M et Φ_{Si} représentent les fonctions de travail de grille et du silicium, Φ_F le niveau de Fermi du même semiconducteur dopé, $Q_{ox}|Q_{ss}$ les charges de

volume ou de surface respectivement emprisonnées dans l'oxyde de grille ou à son interface avec le silicium, et Q_d la charge de désertion du canal.

A différence de potentiel V_{DS} suffisante entre drain et source, la polarisation relative de grille V_{GS} contrôle le courant de saturation définit en forte inversion par :

$$I_{DS} = \mu C_{ox} \frac{W}{L} (V_{GS} - V_{th})^2 \quad \text{pour } V_{GS} > V_{th} \quad \text{éq-III.2}$$

où la constante μ identifie la mobilité des porteurs, W la largeur du canal et L sa longueur.

En dessous, le transistor passe en régime triode puis linéaire ($V_{DS} < 10$ mV) avec un courant drain-source également fonction de leur différence de potentiel :

$$I_{DS} = \mu C_{ox} \frac{W}{L} \left[(V_{GS} - V_{th}) V_{DS} - \frac{1}{2} V_{DS}^2 \right] \quad \text{éq-III.3}$$

La tension de seuil V_{th} des transducteurs dérivés varie par couplages électrochimiques, ainsi que la capacité de la structure MOS et la caractéristique courant/tension ou « transconductance » du transistor qui en dépendent.

1.1.2. Dans un électrolyte – dispositifs EIS et ISFET

Les transducteurs sensibles aux ions par effet de champs reposent sur l'interaction électrostatique des porteurs de charges du semiconducteur avec les charges extérieures, comme celle portées en solution par les « double-couches » ioniques sur quelques nanomètres. Leur principe de mesure se trouve exemplifié par la structure EIS^[51], dans laquelle l'analyte recouvre un support de silicium finement oxydé où des sondes biomoléculaires reposent immobilisées (fig-III.1.3). En raison de la charge ou la polarité présentée par la plupart des espèces biochimiques, ces couches dites « fonctionnelles » modulent la concentration des porteurs en dessous de l'interface-Si autour d'un niveau moyen fixé par le potentiel de polarisation statique appliqué à la solution. La zone de charge d'espace maintient ainsi l'équilibre électrostatique de part et d'autre de la structure ; sur un diagramme des

⁵¹ Electrolyte/Isolant–Semiconducteur

bandes d'énergie, les niveaux de Fermi s'alignent sur le niveau équivalent de l'électrolyte [⁵²] à proximité de la surface.

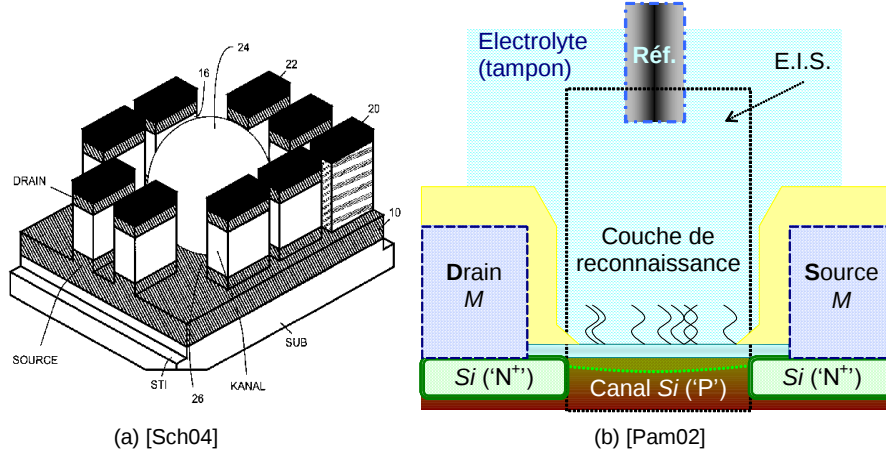


fig-III.1.3 – Effet de champs et iono-sensibilité

(a-) Colonnes d'ISFET pour la mesure de cellules vivantes

(b-) Coupe de l'ISFET et sa partie EIS [$M \equiv$ métal]

L'étude approfondie des dispositifs à effet de champs démarra effectivement dans les années 1970 avec le transistor iono-sensible, ou ISFET. Il s'agit d'une structure MOS dont la grille serait déportée en solution sous la forme d'une électrode de référence. Par comparaison avec le MOSFET (éq-III.1), sa tension de seuil exprime une dépendance vis-à-vis des charges surfaciques de l'oxyde :

$$(V_{th})_{EIS} = E_{ref} - \psi + X_{sol} + \left(2\Phi_F - \frac{\Phi_{Si}}{q} - \frac{Q_{Ox} + Q_{ss} + Q_d}{C_{fOx}} \right) \quad \text{éq-III.4}$$

$$= (V_{th})_{MOS} \mid \Phi_M \equiv \Phi_M' = q(E_{ref} - \psi + X_{sol})$$

avec $C_{fOx} = C_{gOx} \parallel C_{DL} = \frac{C_{gOx} C_{DL}}{C_{gOx} + C_{DL}} \leq C_{gOx}$

où E_{ref} est le potentiel de l'électrode de référence et $(\psi - X_{sol})$ la différence à l'interface solution/oxyde, avec ψ la tension

⁵² autrement défini comme son potentiel RedOx [Sou97]

électrostatique et X_{sol} la contribution dipolaire du solvant en fonction du pH [Hal95, Ber03].

L'interface électrolytique constitue ainsi une pseudo-grille de fonction de travail Φ_M . À noter cependant que le paramètre C_{fOx} change ici avec le profil diélectrique des composés-cibles, ce qui signifie que les événements de biorecognition à la surface sensible produisent deux effets distincts sur $(V_{th})_{EIS}$ – accumulation de charge par Q_{Ox} et couplage capacitif par C_{fOx} .

Plus d'un demi-millier d'études ont été consacrées à ce sujet depuis 1970, au nombre desquelles figure le cas initiateur de Bergveld [Ber03, Ber70]. De nombreux travaux et brevets postérieurs préférèrent la structure EIS, plus simple à fabriquer que l'ISFET en raison de l'absence des accès drain/source [Clo99, Clo02, Mar02, Mar00].

Les transducteurs à effet de champs en cellule électrochimique souffrent cependant de plusieurs inconvénients :

- dérive à long terme des signaux de sortie ;
- besoin d'une électrode de référence Ag|AgCl non standard en micro-électronique CMOS, à défaut de quoi la polarisation flottante cause l'instabilité des signaux et y ajoute du bruit ;
- mise en boîtier contraignante.

À noter également que les fortes concentrations ioniques affaiblissent le rapport signal/bruit de détection en solution en raison du mouvement de charges libres et du masquage ionique, de sorte qu'un milieu réactif faiblement astringent est nécessaire [Usl04, Pou04]. L'avantage majeur des structures à effet de champ – comparées aux électrodes conventionnelles – tient à l'absence de contact ohmique direct sur l'échantillon, prévenant ainsi l'adjonction de bruit chimique et la détérioration de l'interface transducteur/analyte par courants faradiques. Ceci s'avère particulièrement critique aux petites échelles, où l'amplitude du champ électrique tend à s'accroître à mesure que les électrodes se rapprochent. Les recherches concernent les alternatives aux diélectriques de grille, le montage en boîtier et la modélisation du dispositif [Hal95, Bou83].

La détection par effet de champ peut s'appliquer à l'analyse génétique grâce à l'électronégativité de l'ADN (fig-III.1.3). La première parution de cette approche sur ISFET profita des 2 moyens possibles de détection par les mesures de transconductance du transistor et de sa capacité EIS. Les analyses d'impédances complexes par potentiostat-galvanostat à sondes

triples avec contre-électrode en platine et amplificateur “*lock-in*” [⁵³] mirent en exergue la contribution capacitive de l'EIS, extraite de sa réactance [Sou97]. Dans la mesure où la profondeur de déplétion suit la chute de potentiel produite par une hybridation d'ADN en surface, un décalage voltamétrique se déduisait d'une mesure de capacité – à potentiel de référence constant. Les investigations autour de la transconductance de l'ISFET associé confirmaient ces résultats, avec l'avantage d'un suivi direct plutôt que l'extraction d'impédances complexes. Le protocole expérimental consistait à injecter dans le canal de silicium un courant constant de drain tout en adaptant le potentiel de l'électrode de référence de façon à compenser le changement de tension à la surface du SiO₂. La partie réelle de l'impédance montre en outre que les couches de reconnaissance témoignent aussi de l'hybridation d'ADN [Cai03], en raison vraisemblable de la substitution de cibles monocaténaire fixes aux ions solubles véhiculant le courant. Un tel changement de résistance pourrait constituer un moyen de détection complémentaire, requérant toutefois une profonde compréhension préalable des phénomènes électrochimiques animant la double-couche ionique [Hal95, Usl04].

Une autre publication reporta l'augmentation significative de sensibilité obtenue en combinant effets électrostatiques et changements de capacité de grille par l'intermédiaire d'un canal 'N' variablement dopé [Per00, Cai03]. Dans le cas d'un N-MOS à accumulation par exemple, tandis que les charges négatives de l'ADN monocaténaire complémentaire augmentent la tension de seuil (éq-III.4), l'occultation diélectrique de l'ADN bicaténaire diminue aussi directement le courant drain-source résultant à-travers la capacité de double-couche (C_{ox} ou C_{fOx} , voir éq-III.2 à éq-III.4). L'acide nucléique peptidique PNA de synthèse a ensuite progressivement attiré l'attention par sa neutralité électrique favorisant l'hybridation à moindre astringence – efficace à faible concentration en sels ou/et température – et constituant par exemple des sondes compatibles avec la fonctionnalisation par silanes [Mac04].

En matière de micro-gravure, une paire de dispositifs nativement oxydés et couverts de poly(L)lysine sur $t_{gOx} \approx 2$ nm fut montée sur des poutres de 500 μ m de long par 3 μ m d'épaisseur en vue de leur insertion à l'intérieur de micro-canaux fluidiques [Coo01, Fri02]. Ce procédé original a démontré une réduction significative de la limite de détection d'ADN, par discrimination

⁵³ boucle de suivi en tension

différentielle des accroches non spécifiques. Quelques auteurs décrivent aussi des dispositifs EIS à interfaces mécaniquement ou chimiquement altérées, dévoilant quelque-peu l'influence dynamique de la rugosité des surfaces sur l'effet de champ électrochimique [Gal00, Ber00, Lil02].

Enfin, des ISFET en nanofils de silicium furent construits pour tirer parti de leur proximité de taille avec les segments d'ADN tels que des cibles de 30 bases, annonçant 10 fM en limite de détection après seulement 10 secondes d'hybridation [Cui01, Hah04]. En dépit d'une compatibilité imparfaite du procédé de fabrication avec les normes CMOS, cette technologie pourrait fonder une prochaine génération de nano-biocapteurs.

1.1.3. De l'ISFET à l'ISIT

Le travail rapporté dans ce Chapitre a cherché à exploiter les propriétés d'un canal semiconducteur tel qu'on le trouve dans l'ISFET, pour la détection de biomarqueurs. Le concept le plus immédiat dans ce cadre dérive d'une architecture de transistor à grille incomplète, telle qu'illustrée en fig-III.1.4. En présence de grains d'argent notamment dans l'espace découvert de grille à la surface du canal, on retrouve les deux mécanismes de mesure évoqués plus haut, à savoir la modulation du couplage diélectrique grille-canal d'une part (capacité C_{ox} ou C_{fOx} , voir éq-III.2–éq-III.4) et l'effet de champ électrostatique marqueurs/canal d'autre part. Le montage cascode d'un ISFET et d'un MOSFET ordinaires peut être vu comme un modèle élémentaire pour ce dispositif, la grille du premier faisant office d'électrode de référence pour le second (fig-III.1.4-a).

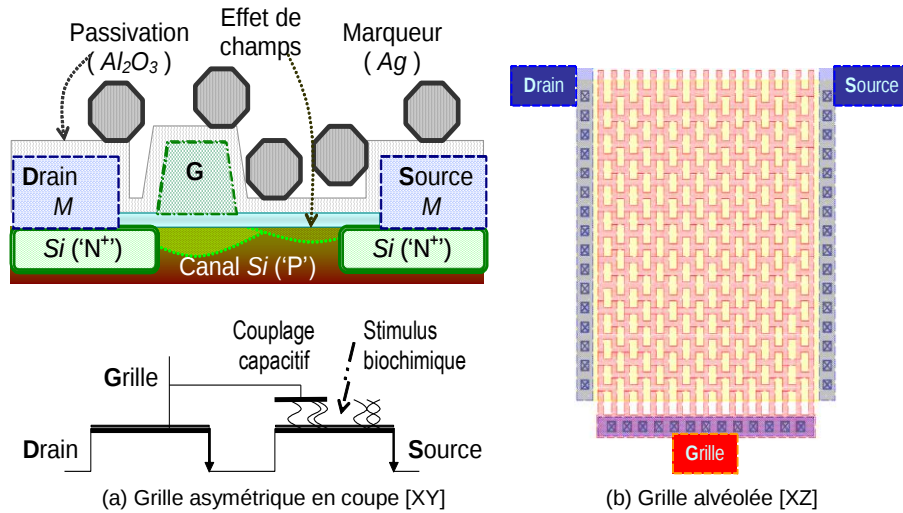


fig-III.1.4 – Concepts d'ISFET à grille incomplète

(a-) Vue par la tranche et modèle élémentaire. (b-) Vue du dessus : les alvéoles en quinconce allongent le parcours du courant sous la grille – canal effectif – tout en augmentant la surface de couplage avec les marqueurs.

Bien que l'étude de cette topologie n'ait pas été poursuivie en l'état, une forme similaire à nano-électrodes inter-digitées de grille a été développée avec succès par une équipe partenaire en marge de cette thèse, pour la détection directe de protéines [Tan09]. On notera que les ordres de grandeur nanométriques impliqués dans cette réalisation⁵⁴ s'approchaient des rapports d'échelle conceptualisés en fig-III.1.4-a pour la détection de micromarqueurs. La miniaturisation de ce type de dispositifs ouvre ainsi des perspectives d'applications à d'autres cibles biochimiques, fondées sur des principes de fonctionnement similaires et supportant ainsi le développement de méthodes de conception génériques.

En termes d'avancement, ces dispositifs souffrent surtout de contraintes de fabrication telles que la nécessité d'aligner grille et dopage Drain|Source ou d'ajouter une étape particulière pour réaliser la grille – p-ex. lithographie électronique ou nano-impression [Tan09]. Par ailleurs, les effets de champ combinés de la grille et des cibles à détecter – eux-mêmes électriquement couplés – compliquent les interprétations expérimentales et modélisations

⁵⁴ espèces biologiques de 10 nm / électrodes de 50+50 nm hautes de 20 nm / oxyde de grille de 10 nm [Tan09]

théoriques de l'ISFET. Dans le concept illustré en fig-III.1.4-a par exemple, le nœud flottant situé au milieu du canal en bord de grille échappe à la mesure tout en faisant l'objet d'effets localisés – essentiels à évaluer.

Les transistors à grilles inter-digitées, par ailleurs connus dans la littérature pour leurs applications au térahertz sur hétérostructures à base de GaAs⁵⁵ [Mus10, Has07, Ots05] et en tant que capteurs de gaz à l'oxyde d'étain [Vel09, Dal02], offrent ainsi des opportunités de développement liées à l'évolution des techniques de fabrication et logiciels de simulations. Mais on remarquera que ces architectures intègrent deux dispositifs en un, à savoir : un transistor et un réseau d'électrodes inter-digitées isolées de son canal. En s'attardant essentiellement sur la partie transistor, les développements évoqués ci-avant poursuivent une approche relativement classique sur le plan fonctionnel, qu'il est toutefois possible de compléter par une étude ouverte sur le seul réseau inter-digité de grille.

En supprimant les contacts ohmiques de canal et leurs dopages de source et drain, ce Chapitre simplifie donc la structure d'un transistor MOS pour se ramener à une topologie d'électrodes inter-digitées isolées sur semiconducteur. Il s'agit accessoirement d'exploiter les équations réduites de lignes coplanaires à substrats multicouches synthétisées au précédent Chapitre II, mais surtout d'explorer les fonctionnalités de transduction innovantes qui en ressortent – appliquées à la détection de cibles granulaires.

1.2. Billes isolées sur semiconducteur :

Lorsqu'un matériau conducteur et/ou électriquement chargé rencontre la surface d'un semiconducteur finement isolé (fig-III.1.5-a), la redistribution des porteurs de charge provoquée par effet de champ dans le film sous-jacent engendre une région de conductivité très variable. En présence d'or ou d'argent sur silicium, un dopage de type 'N' écarte le niveau d'énergie E_{Si} propre au canal de la fonction de travail équivalente Φ dans le métal, celle-ci étant plus proche de la bande de valence conformément à :

$$E_{Si} = 4.61 \text{ eV} < \Phi_{Au} = 5 \text{ eV} \\ < \Phi_{Ag} = 5.1 \text{ eV}$$

– où E_{Si} désigne le niveau de Fermi du silicium intrinsèque.

⁵⁵ angl. "Gallium Arsenide" – arséniure de gallium (semiconducteur)

La courbure des bandes dans le semiconducteur s'en trouve maximisée lors de l'alignement des niveaux d'énergie (fig-III.1.5-b) –un dopage 'P' modéré l'amenuiserait au contraire.

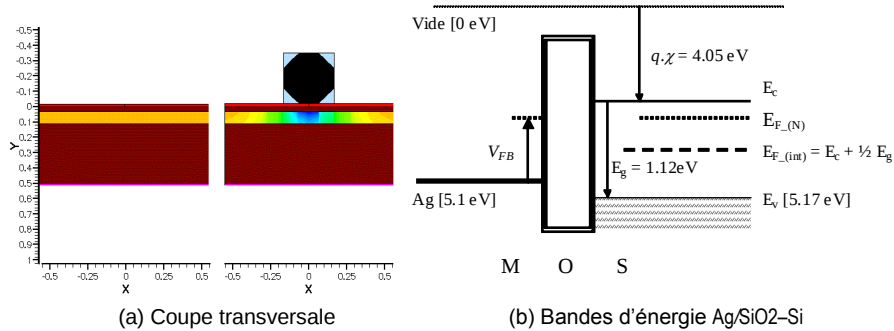
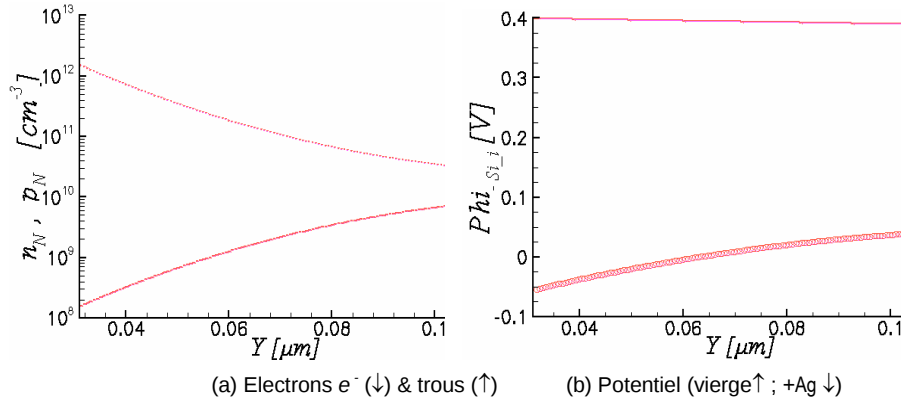


fig-III.1.5 – Canal SOI de type 'N' pour la détection d'argent

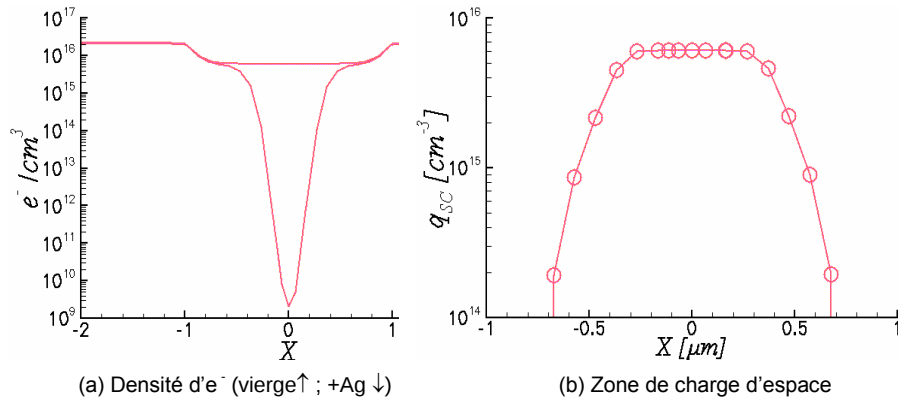
(a-) Structure en coupe : $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2\text{-Si}_N\text{-SiO}_2$ {resp. 30/31–80–400 nm} vierge ou avec un marqueur Ag_{750} . Les nuances de couleur localisent la désertion d'électrons. (b-) Un dopage 'N' maximise l'effet de champ des marqueurs, quantifié par V_{FB} .

Les simulations numériques⁵⁶ en fig-III.1.6 et fig-III.1.7 d'un film SOI dopé au phosphore P, oxydé et passivé par une fine couche d'alumine (voir fig-III.1.5-a), montre ainsi que la densité des électrons majoritaires y chute drastiquement en présence d'un grain isolé – grille flottante – en argent tandis que les trous minoritaires tendent à s'accumuler à l'interface.

⁵⁶ par éléments finis – suite logicielle Synopsys/ISE-TCAD®

fig-III.1.6 [TCAD] Effet de champ dans un film $\text{SOI}_{N'}$ avec/sans Ag

Coupes radiales au centre d'un marqueur-Ag, le cas échéant – dopage de canal uniforme à $6 \cdot 10^{15} \text{ P/cm}^3$. La présence d'un marqueur provoque une chute de 7 ordres de grandeur dans la densité d'électrons (a- en dessous), associée à l'émergence des trous (a- au dessus) et une faible inversion d'interface (b- dessous). Potentiel de référence pris au niveau du silicium intrinsèque.

fig-III.1.7 [TCAD] Désertion des électrons par Ag sur ISIT- $\text{SOI}_{N'}$

Coupes transverses à mi-profondeur du film $\text{SOI} @ 6 \cdot 10^{15} \text{ P/cm}^3$. (a-) Dispositif vierge (au-dessus) ou avec 1 marqueur-Ag (en-dessous) – l'accumulation légère en $X = \pm [1, 2] \mu\text{m}$ est due à des électrodes en Al. (b-) Charge nette résultante.

Analyser plus exactement la conductivité du canal ou son caractère diélectrique revient donc à résoudre la densité des porteurs notamment majoritaires sous effet de champ – soit des électrons influencés par une bille d'argent. La méthode adoptée consiste à résoudre les équations

unidimensionnelles classiques des semiconducteurs, avant de les évaluer sur la géométrie circulaire des billes en coupe par le biais d'une transformation conforme.

L'interface frontale, qui comporte une couche de passivation par dessus l'oxyde de grille (fig-III.1.8, voir aussi fig-III.1.5-a), se trouve avantageusement rapporté à un seul diélectrique homogène de capacité surfacique équivalente donnée par :

$$C_{fOx} = \frac{\epsilon_{gOx}}{t_{gOx} + t_{pass} \epsilon_{gOx} / \epsilon_{pass}}, \quad \text{éq-III.5}$$

dans laquelle ϵ_{gOx} et t_{gOx} désignent respectivement la permittivité et l'épaisseur de l'oxyde de grille, $\epsilon_{pa\beta}$ et $t_{pa\beta}$ celles du matériau de passivation. On notera par ailleurs $t_{fOx} = t_{pa\beta} + t_{gOx}$ l'épaisseur totale de l'oxyde frontal.

L'ordonnée du centre de la bille correspondant au rayon $h_0 = R_0 + t_{fOx}$ définit le repère orthonormé suivant (voir fig-III.1.8) :

- abscisses $y = 0$ à la surface du canal ;
- ordonnées $x = 0$ au milieu du domaine géométrique.

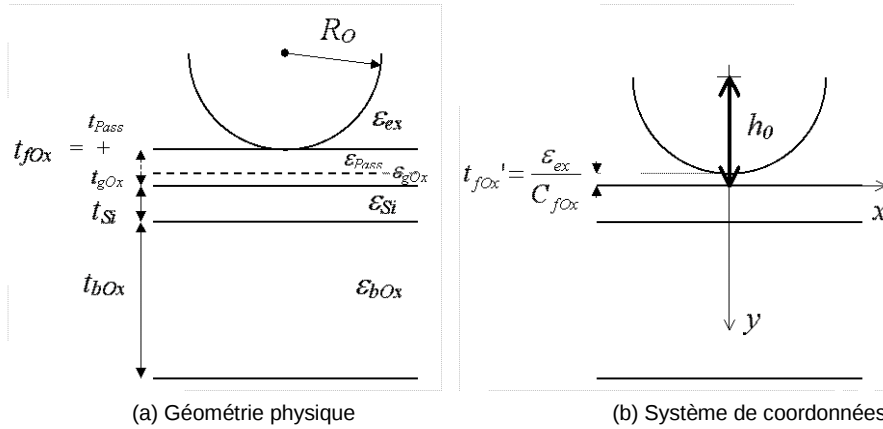


fig-III.1.8 – Modélisation analytique bille/substrat
ici : film SOI passivé.

1.2.1. Equation de Poisson dans le substrat

Au sein d'une structure MOS, l'équation de Poisson décrivant la densité n d'électrons ou p de trous dans l'épaisseur d'un canal dopé aux concentrations N_d d'atomes donneurs et N_a d'accepteurs s'écrit :

$$\frac{\partial^2 \Phi_y}{\partial y^2} = -\frac{q}{\epsilon_{SC}} (p - n + N_d - N_a)$$

où ϵ_{SC} donne la permittivité du semiconducteur et q la charge de l'électron. En désertion, cette expression simplifiée sous la forme d'éq-III.6 admet les solutions triviales éq-III.7 et éq-III.9 d'après [Col97, Col96] :

$$\frac{\partial^2 \Phi_y}{\partial y^2} = -\frac{q}{\epsilon_{SC}} N_{cni} \left[\exp\left(-\frac{q \|\Phi_y\|}{k T}\right) - 1 \right] \quad (\|\Phi_y\| > 0) \quad \text{éq-III.6}$$

$$\approx \frac{q N_{cni}}{\epsilon_{SC}}$$

avec $N_{cni} \cong N_d$: dopage du canal, le cas échéant diminué (resp. augmenté) par l'accumulation (resp. désertion) des majoritaires sous les électrodes

k, T : constante de Boltzmann et température

$$\checkmark \quad \Phi_{y_{Bulk}} = \frac{q N_{cni}}{\epsilon_{SC}} (y - Y_d)^2 \quad \text{éq-III.7}$$

sur silicium massif (*bulk*) ou SOI partiellement déserté

$$\text{avec} \quad Y_d = -\frac{\epsilon_{SC}}{C_{fOx}} + \sqrt{\left(\frac{\epsilon_{SC}}{C_{fOx}}\right)^2 + 2 \frac{\epsilon_{SC}}{q N_{cni}} U_G} \quad \text{éq-III.8}$$

la profondeur désertée dans laquelle $U_G = V_G - \phi_{MS}$ incorpore une éventuelle tension extérieure V_G appliquée à la bille (comme pseudo-grille) et la différence de fonction de travail ϕ_{MS} entre métal et semiconducteur.

$$\checkmark \quad \Phi_{y_{fSOI\#}} = \frac{q N_{cni}}{\epsilon_{SC}} \frac{y^2}{2} + \left(\frac{\phi_{s2} - \phi_{s1}}{t_{cni}} - \frac{Q_{dep}}{2 \epsilon_{SC}} \right) y + \phi_{s1} \quad \text{éq-III.9}$$

sur SOI complètement déserté (*fd-SOI*⁵⁷)

avec ε_{SC} , t_{cni} : permittivité et épaisseur du canal semiconducteur

$Q_{dep} \cong q N_{cni} t_{cni}$: densité de charge désertée totale

Les potentiels de surface ϕ_{s1} et ϕ_{s2} doivent expliciter la superposition des champs électriques provenant des faces avant et arrière de la membrane SOI. Deux conditions-limites supplémentaires de continuité des flux aux interfaces oxyde-semiconducteur relient alors les potentiels internes aux tensions appliquées, à savoir [Ima99] :

$$\left. \frac{\partial \Phi}{\partial y} \right|_{y=0} = \frac{\varepsilon_{gOx}}{\varepsilon_{SC}} \frac{\phi_{s1} - U_{G1}}{t_{gOx}} \quad \text{et} \quad \left. \frac{\partial \Phi}{\partial y} \right|_{y=t_{cni}} = \frac{\varepsilon_{bOx}}{\varepsilon_{SC}} \frac{U_{G2} - \phi_{s2}}{t_{bOx}},$$

où $U_{G\{1;2\}} = V_{G\{1;2\}} - \phi_{MS\{1;2\}}$,

tels que

$$\phi_{s1} = \frac{C_{bOx} C_{cni}}{C_{bOx} C_{cni} + C_{fOx} (C_{bOx} + C_{cni})} \left(U_{G1} \frac{C_{fOx}}{C_{bs}} + U_{G2} - \frac{Q_{dep}}{C_{bs}} \right),$$

$$\phi_{s2} = \frac{C_{fOx} C_{cni}}{C_{bOx} C_{cni} + C_{fOx} (C_{bOx} + C_{cni})} \left(U_{G1} + U_{G2} \frac{C_{bOx}}{C_{fs}} - \frac{Q_{dep}}{2C_{fs}} \right)$$

$$\text{avec} \quad C_{bs} = \frac{C_{bOx} C_{cni}}{C_{bOx} + C_{cni}} \quad \text{et} \quad C_{fs} = \frac{C_{fOx} C_{cni}}{C_{fOx} + C_{cni}}$$

où C_{bOx} désigne la capacité de l'oxyde enterré, C_{cni} celle du canal de silicium.

Une fois le potentiel résolu, les densités complémentaires n et p d'électron et de trous s'écrivent respectivement [Col96] :

$$n = \|N_{cni}\| \exp \left[- \text{sign}(N_{cni}) \frac{q \phi(x, y)}{kT} \right] \quad \text{et} \quad p = \frac{n_i^2}{N_e} \quad \text{éq-III.10}$$

où N_{cni} est ici compté négativement en cas de dopage de type 'N' et positivement sinon.

⁵⁷ angl. "fully-depleted SOI"

Dans une application de détection de billes dispersées en surface d'un dispositif SOI, les potentiels d'interfaces décroissent à mesure que l'on s'éloigne du marqueur suivant l'abscisse x , ce qui signifie qu'éq-III.7 et éq-III.9 s'appliquent dans les zones partiellement et complètement désertées, respectivement *bulk* et *fd*-SOI. L'algorithme de calcul global procède alors comme suit :

- résolution-*bulk* de l'épaisseur de désertion Y_d (éq-III.8) ;
- sélection des abscisses en désertion complète x_{fd} ,

$$x_{fd} : Y_d(x_{fd}) \geq t_{cni}|_{eff}$$
 où $t_{cni}|_{eff}$ désigne l'épaisseur du canal diminuée par la désertion arrière éventuelle ;
- résolution-*fdSOI* du potentiel en x_{fd} (éq-III.9) ou évaluation-*bulk* ailleurs (éq-III.7).

1.2.2. Franges électrostatiques externes

L'effet d'un marqueur circulaire présente des effets de bords ou de franges prépondérants. Comme illustré en fig-II.1.2-a, on évalue par la méthode des images [Bin63] le flux électrostatique circulant depuis une bille vers la surface du canal semiconducteur – perpendiculairement à son interface. En raison du dopage et de la charge susceptible de s'y établir par effet de champ, la surface du substrat peut être abordée comme un contact parfaitement conducteur et le problème se ramener au cas simplifié d'un couplage bille/plan-d'interface (voir annexe IX.A).

Le profil extérieur de capacité dC_{ex} par unité de longueur sur le film découle ainsi d'une résolution des potentiels complexes entre la bille et la surface du semiconducteur. Comme introduit au Chapitre II et schématisé en fig-II.1.2, l'inversion conforme autour du centre de charge d_{inv} transforme le demi-plan géométrique supérieur contenant la bille en section coaxiale de rayon intérieur r_{int} et extérieur r_{ext} définis par [Bin63] :

$$r_{ext} = \frac{1}{2d_{inv}} \quad r_{int} = \frac{R_o}{(d_{inv} - h_0)^2 - R_o^2}$$

avec $d_{inv} = -\sqrt{h_0^2 - R_o^2}$,

où R_o et h_0 désignent respectivement le rayon de la bille et la distance de son centre géométrique à l'interface semiconductrice,

sous condition $h_0 > R_o$, exclusivement.

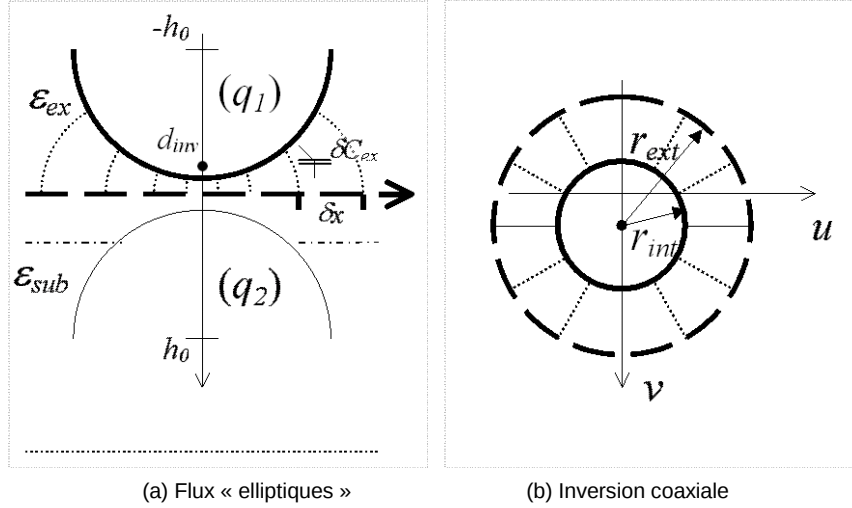


fig-III.1.9 – Illustration de l'inversion complexe bille-film

Grain d'Ag sous vide ou à l'air, sur film SOI passivé. L'ordonnée d_{inv} correspond au barycentre des charges distribuées en surface de la bille, par rapport auquel l'ensemble des champs s'articule.

La capacité bille-canal en coupe bidimensionnelle s'écrit alors [Bin63, Sil68] :

$$C_{ex} \equiv C_{coax} = \varepsilon_{ex} 2\pi / \ln(r_{ext}/r_{int}) \quad \text{au total}$$

soit

$$\frac{dC_{ex}}{dx} \cong \varepsilon_{ext} \frac{d\theta/dx}{\ln(r_{ext}/r_{int})}$$

sur un secteur

$$\frac{d\theta}{dx} = 2 \frac{d_{inv}}{d_{inv}^2 + dx^2}.$$

éq-III.11

Ce couplage infinitésimal – par unité de longueur transverse – vaut pour le couplage bille-film sans couche intermédiaire, pourvu que la condition $h_0 > R_o$ soit respectée.

Dans la réalité, les billes se trouvent normalement en contact avec un isolant tel qu'oxyde de grille ou autre(s) couche(s) de passivation, qui les isole du film. On calcule dans ce cas autant de capacités de franges qu'il y a d'interfaces, à l'exception de la couche supérieure pour laquelle on ne

considère qu'une simple contribution en ε/T . Ces capacités partielles sont alors prises en série (voir Chapitre II, schéma SPC).

Par éléments finis⁵⁸, en y remplaçant la surface du film par un contact parfait, l'erreur absolue commise sur l'équation globale de C_{ex} a été évaluée à moins de 10 % pour différentes épaisseurs de passivation, dans l'air et dans l'eau (table-III.1.1).

ΔC_{ex} [%]		$\varepsilon_{ext} / \varepsilon_0$	
		1	80
t_{fox} [nm]	70 + 31	-4	-4
	25 + 6	-9	-9

table-III.1.1 [Math-TCAD] Erreurs relatives du couplage bille-film

Milieu homogène, avec deux contacts parfaits sur la bille d'une part et à la surface du film semiconducteur de l'autre. Epaisseurs de passivation données pour Al_2O_3 + SiO_2 , respectivement. $\varnothing_{Ag} = 500$ nm.

1.2.3. Résultantes :

1.2.3.1. Profil de potentiel

L'introduction de $C_{fox} \equiv dC_{ex}/dx$ dans éq-III.7 et suivantes achève de résoudre le profil de désertion et le potentiel du canal (fig-III.1.10), ainsi que ses densités de charges par éq-III.10. Cette résolution unidimensionnelle s'effectue numériquement, le long d'un échantillon de lignes droites rayonnant depuis le centre géométrique de la bille (voir en annexe IX.A la méthode des images appliquée coté-substrat).

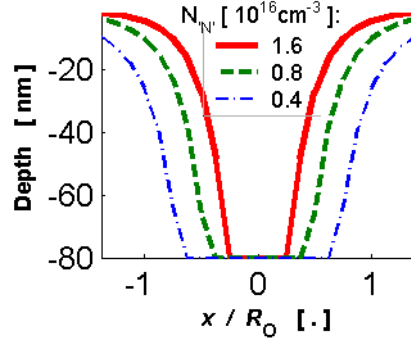
En l'état actuel des développements, le modèle SOI n'est géré qu'en direction verticale – dans la profondeur. Il nécessite par conséquent une projection des potentiels et profondeur de désertion vers le référentiel orthogonal du dispositif avant application des éq-III.9 et suivantes. L'amélioration de cette ébauche, par une prise en compte de flux

⁵⁸ suite logicielle Synopsys/ISE-TCAD®

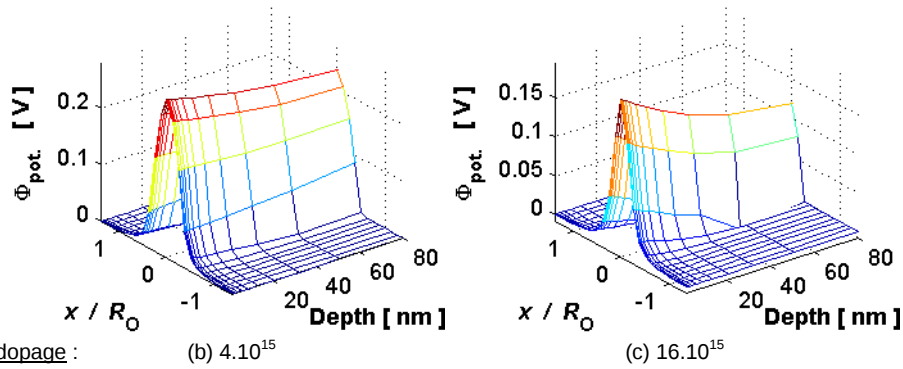
ellipsoïdaux dans l'oxyde enterré par exemple, pourrait constituer une piste intéressante d'analyse ultérieure.

L'analyse présentée en fig-III.1.10 pour une membrane SOI se porte également sur silicium *bulk*, le cas échéant. Même imparfait, le modèle SOI présente l'avantage de disposer de frontières fixes délimitant les zones semi-conductrices et isolantes, autour desquelles s'articule la résolution. Le *bulk* homogène est certes plus simple à appréhender en situation monocouche mais, pratiquement, un dopage de surface différent du dopage natif de substrat doit être implanté pour adapter le niveau de Fermi de l'interface à la fonction de travail des cibles extérieures – des grains d'argent ici. En cas d'implantation de type 'N' dans un substrat initialement dopé 'P' (typ. 10^{15} atomes de Bore /cm³), ce procédé produit par exemple une zone désertée de quelques centaines de nanomètres en dessous du canal 'N', qui se trouve aussi modulée par le milieu extérieur. Pour contourner cette complication, on pourra en première approximation négliger l'effet du champ extérieur sur la zone de désertion elle-même, alors considérée comme fixe et émulant ainsi le rôle joué par l'oxyde enterré dans un substrat SOI équivalent.

Ball/SOI channel depletion profile (2D cut)



(a) Frontière de désertion

Ball/SOI chan._{2D} potential (4.10^{15} P/cm^3) Ball/SOI chan._{2D} potential ($16.10^{15} \text{ P/cm}^3$)

dopage :

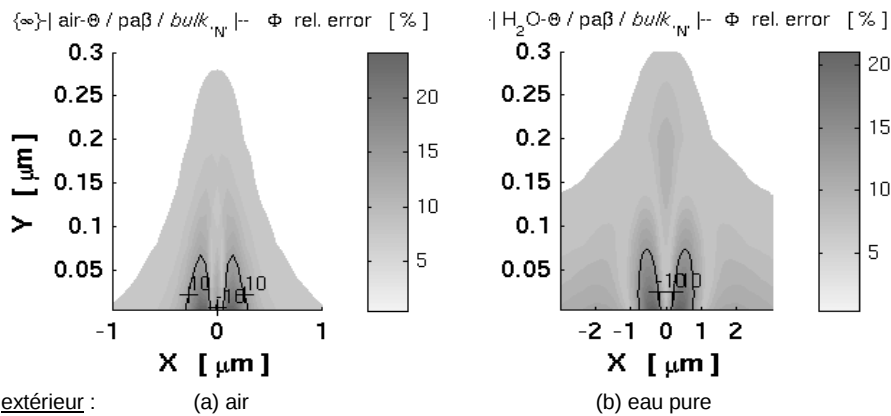
fig-III.1.10 [Math] Profils verticaux de désertion-Ag dans un film $\text{SOI}_{N'}$

Substrat SOI passivé, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2\text{-Si-SiO}_2$ {resp. 70/31–80–500 nm}, uniformément dopé 'N' [unités en P/cm^3] ; bille Ag de diamètre $D_o = 500 \text{ nm}$ centrée en $x = 0$ en surface extérieure dans l'air.

Les qualifications par éléments finis TCAD, sous milieu extérieur d'air ou d'eau pure en substrat de type 'N', montrent au pire des erreurs relatives sur le potentiel de -25 % en *bulk* homogène et -90 % en SOI (resp. fig-III.1.11 et fig-III.1.12). Dans les quelques dizaines de nanomètres en surface du semiconducteur, celles-ci se traduisent par des erreurs moyennes sur les densités de porteurs à ± 1 et $\pm 5 \text{ dB}$ respectivement – décibels en tension. Le choix d'une échelle logarithmique se justifie par la moindre déviation standard qu'elle offre dans l'estimation d'erreur. Les différences observées sur le potentiel se répercutent en effet de façon exponentielle sur les densités de porteurs (voir éq-III.10), et les plus fortes se localisent notamment de part

et d'autre de la bille. Il en résulte une forte dispersion de l'erreur en linéaire sur les densités de porteurs.

A décharge du modèle analytique, on rappellera que le dessin d'un disque sous environnement TCAD⁵⁹ se fait par le biais d'un polygone (typ. dodécagone), dont le rayonnement électrostatique peut localement présenter des irrégularités altérant l'effet de champ dans le substrat.

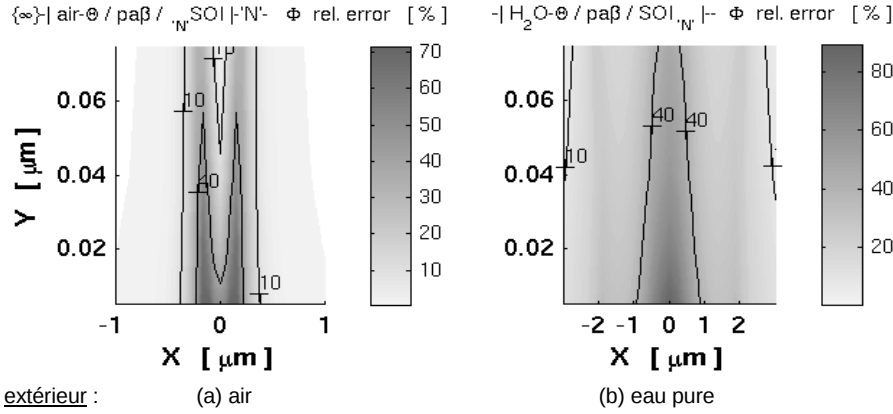


extérieur :

fig-III.1.11 [Math-TCAD] ISIT de type { 'N' bulk \ Ag } : erreurs en potentiel

Substrat MOS, Al₂O₃/SiO₂-Si {resp. 70/31–300 nm} ; silicium massif standard (dopage natif à 10¹⁵ atomes de Bore/cm³) implanté uniformément de 8.10¹⁶ Phosphore/cm³. Disque d'argent de diamètre D₀ = 0.5 μm centré en x = 0.

⁵⁹ logiciel Synopsys/ISE-MDraw®



extérieur :

fig-III.1.12 [Math-TCAD] ISIT de type {'N'-SOI \ Ag} : erreurs en potentiel

Substrat SOI/Si passivé, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2\text{-Si-SiO}_2/\text{Si}_p$ {resp. 70/31–80–500/7.10³ nm}; film silicium implanté uniformément de 8.10¹⁶ atomes de Phosphore/cm³ et support natif à 10¹⁵ Bore/cm³. Disque d'argent de diamètre $D_o = 0.5 \mu\text{m}$ centré en $x = 0$.

Suite au tracé du profil de désertion des porteurs majoritaires et la résolution du potentiel dans les deux dimensions, la cartographie des densités d'électrons et de trous permet finalement celle des conductivités associées, ainsi que l'intégration du film semiconducteur dans un modèle petit signal de dispositif coplanaire.

1.2.3.2. Conductivité du canal

La conductivité ordinaire d'un semiconducteur présentant les densités d'électrons $n(x,y)$ et de trous $p(x,y)$ découle des expressions locales suivantes :

$$\sigma_{n,p}(x,y) \equiv \begin{bmatrix} \sigma_n \\ \sigma_p \end{bmatrix} (x,y) = q \begin{bmatrix} \mu_n \cdot n(x,y) \\ \mu_p \cdot p(x,y) \end{bmatrix}$$

où $\mu_{n,p}$ désigne les mobilités des porteurs, intégrables suivant l'épaisseur t_{cni} du film en y supposant les lignes de courant parallèles aux interfaces comme

$$\sigma_{n,p}(x) = \int_{t_{cni}} \sigma_{n,p}(x,y) dy. \quad \text{éq-III.12}$$

En l'absence de recombinaison des porteurs majoritaires et minoritaires en zone désertée, les relations duales d'éq-III.12 se ramènent à :

$$\sigma_{n,p}(x)|_{N'} \cong \sigma_n(x) = q\mu_n N_{cni} \int_0^{t_{cni}} e^{\frac{q\phi(x,y)}{kT}} dy \quad \text{éq-III.13}$$

dans le cas d'un dopage de type 'N' (voir éq-III.10).

Couplées à cette expression de conductivité, les méthodes d'imagerie de biomarqueurs introduites au Chapitre I offrent en outre la possibilité de visualiser la projection électrostatique dans le canal des nanoparticules métalliques dispersées à sa surface (fig-III.1.13). Cette approche suggère l'une des propriétés fondamentales des dispositifs à substrat isolé fonctionnant par effet de champ (ISIT), qui revêt ici une dimension géométrique : dans des conditions définies lors de sa conception et par fabrication, le canal semiconducteur peut agir comme élément grossissant ou rétrécissant sur des sources de *stimulus* ponctuelles. La faculté d'amplification connue au transistor se décline donc différemment en 3D sur l'ISIT. On notera que l'entrée en contact⁶⁰ de zones de résistivité très faible – inférieure à celle du silicium intrinsèque – se produit dans ce cas aisément à faibles densités de marqueurs.

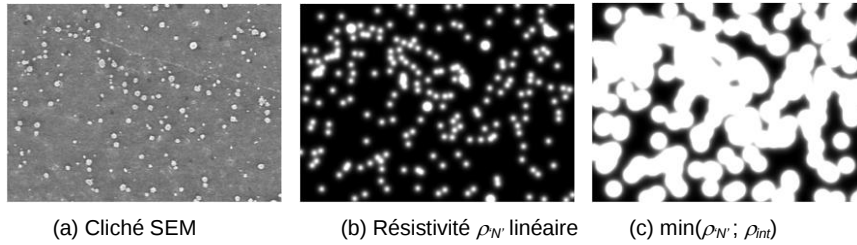


fig-III.1.13 – Projection des biomarqueurs-Ag dans un film Si-N'

Calcul après observation réelle sur $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2\text{-Si}_P$ {resp. 100/31- ∞ nm} : (a-) cristaux d'Ag, $\varnothing$ ~650 nm ; (b-) projection résistive, pleine échelle linéaire ; (c-) plafonnement de l'affichage à la conductivité du Si intrinsèque – une échelle logarithmique affiche un résultat similaire.

⁶⁰ percolation, voir Chapitre II

1.3. Entre transistor et capacitor – l'ISIT :

Le prototype MOS d'un transducteur à effet de champ couple un canal semiconducteur à une ou plusieurs paire(s) d'électrodes au travers d'un isolant relativement fin (fig-III.1.14). A l'instar des dispositifs non galvaniques, l'ISIT se démarque des électrodes classiques par la délocalisation d'une partie substantielle de flux électrique vers le substrat, en épargnant au milieu réactif extérieur d'éventuels courants faradiques.

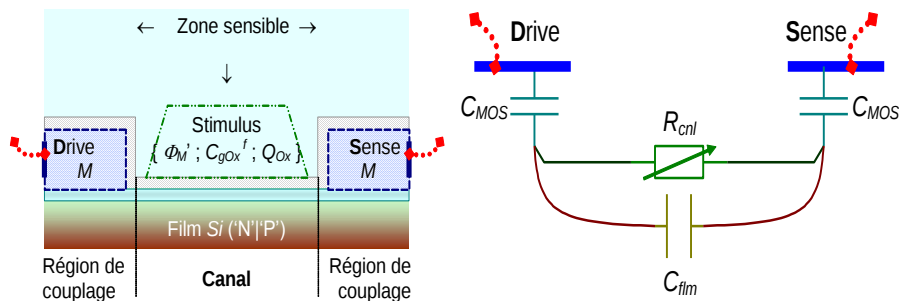


fig-III.1.14 – Synoptique minimale de l'ISIT en surface

Coupe transversale XY d'une surface-type d'ISIT (a) et son modèle élémentaire (b) ; R_{cnl} et C_{flm} désignent la résistance et la capacité parallèle du film, et C_{MOS} la capacité de couplage électrode/film au-travers de l'isolant frontal.

La distinction principale entre l'ISIT et le transistor repose sur l'absence d'accès drain/source essentiellement associés aux mesures statiques de conduction. Mais comme le transistor, l'ISIT connaît les modes d'accumulation, désertion et inversion (§1.1.1) impliquant ici 2 tensions de seuil avant :

- $V_{th|MOS}$ à l'interface électrode/film (voir éq-III.1) ;
- $V_{th|EIS}$ en zone sensible du canal (voir éq-III.4).

A l'instar d'une grille flottante, le stimulus apporté par les variations du potentiel d'interface Φ_M' , du couplage diélectrique frontal C_{fox} , ou de la charge surfacique Q_{ox} pilote $V_{th|EIS}$ ainsi que l'état de conduction du canal. Le symbole choisi pour l'ISIT s'inspirant du transistor MOS (fig-III.1.15) figure ainsi la possibilité d'adjoindre au concept minimal de base un terminal de grille solide.

La polarisation du film en désertion sous les électrodes (par le biais d'un contact de "body" en SOI p-ex.), permet en outre d'émuler un modèle

d'IDAE en amenuisant leur couplage vers le film (voir fig-III.1.2). En pratique également, la présence sous le film proprement dit d'un support généralement semiconducteur offre la possibilité d'y accoler un contact supplémentaire dit « de grille arrière » portant jusqu'à 5 le nombre de ses terminaux, à savoir :

"**Drive**", "**Sense**", "**Gate**", "**Back-contact**" – et "**body**" en SOI.

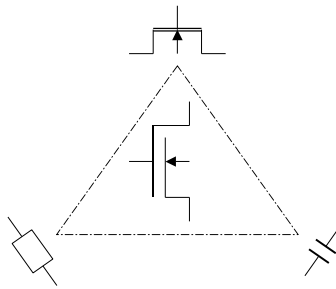
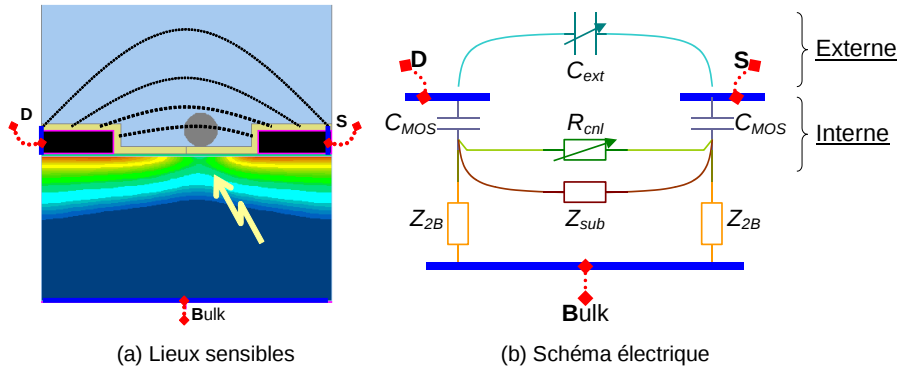


fig-III.1.15 – Perspective symbolique de l'ISIT

« Historique horaire » : '**capacitor**' de von Kleist & van Musschenbroek (1745), '**résistor**' de Ohm (1827), et '**trans-conductance resistor**' de Bardeen, Shockley & Brattain (1947).

La désertion de porteurs induite par des électrodes en aluminium⁶¹ sur un substrat de type 'P' provoque leur isolation alors qu'un dopage 'N' favorise au contraire leur couplage en accumulation. La polarisation du substrat par la grille arrière permet en outre de piloter en tension le modèle de fonctionnement du dispositif, afin par exemple de réduire le couplage MOS vers le film et intensifier la proportion de courant circulant dans le milieu extérieur et ses éventuels biomarqueurs.

⁶¹ $\Phi_{Al} = 4.1 \text{ eV} \in] E_{C_{Si}} .. E_{i_{Si}} [$ avec $E_{C_{Si}}$ la bande de conduction du silicium (§1.2)

fig-III.1.16 – Bivalence interne\externe d'un ISIT *bulk* en détection

(a-) Illustration des composantes de détection passive à l'extérieur et « semi-active » à l'intérieur d'un ISIT avec contact arrière ; (b-) circuit équivalent étendu où C_{ext} démarque le couplage sensible externe et $\{Z_{sub}, Z_{2B}\}$ les impédances de substrat respectivement transverse ou radiale.

Parallèlement à l'alignement du niveau de Fermi du semiconducteur par rapport à des marqueurs d'argent, conduisant à une désertion des porteurs dans le silicium dopé 'N' (resp. accumulation en type 'P') le cas échéant, une couverture métallique interagit avec la structure par augmentation du couplage inter-électrodes et électrodes/film (fig-III.1.16). A densité d'argent trop faible pour interconnecter les lignes par l'extérieur, la capacité globale de la structure se restreint à la contribution fixe de l'isolant frontal du film mais la conductance du canal change par effet de champ. Par rapport aux IDAE, l'absence de détection capacitive aux faibles densités de biomarqueurs se voit ainsi compensée par une mesure résistive dans le film.

1.3.1. Approche numérique en biodétection d'argent

En bloquant tout signal continu entre *Drive* et *Sense*, l'isolant de film implique une identification par spectroscopie d'impédance des composantes indépendantes de capacité C et conductance G ou résistance R complexes – variables en fréquence. L'outil TCAD⁶² calcule ainsi l'admittance-parallèle et l'impédance-série génériques définies selon, respectivement :

⁶² logiciel Synopsys/ISE-DESSIS®

$$Y = G + j\omega C_p \quad \text{et} \quad Z = \frac{1}{Y} = R_s + \frac{1}{j\omega C_s}$$

où $j\omega = (\sqrt{-1}) 2\pi f$
 dans la gamme spectrale $f \in [10^2 - 10^8]$ Hz, typiquement.

Concernant la détection de marqueurs d'argent, on choisit de porter l'étude sur un dispositif ISIT en SOI pour bénéficier de sa géométrie bien définie – épaisseur des couches notamment. En simulation, l'exclusion de la couche extérieure avec son maillage permet de focaliser l'évaluation sur la partie interne du dispositif (fig-III.1.17). Le flux électrique nul alors imposé aux frontières⁶³ n'altère la densité des porteurs qu'un ordre de grandeur en deçà des effets dus aux électrodes et aux marqueurs.

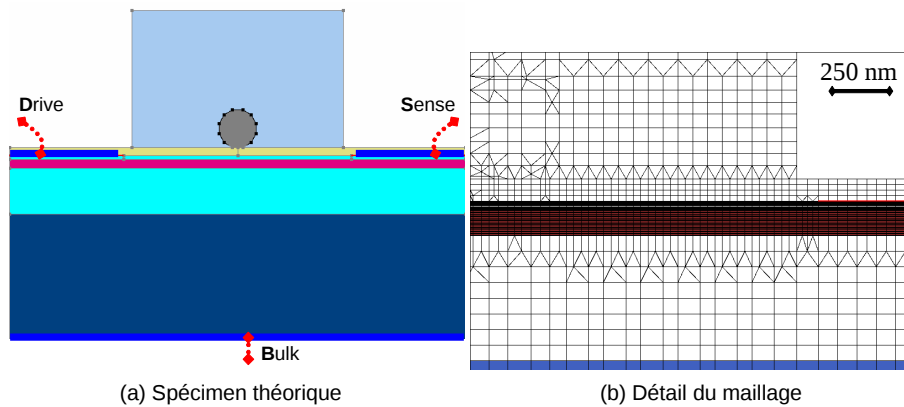


fig-III.1.17 [TCAD] Coupe d'ISIT/SOI-Si pour la simulation numérique

Dispositif ISIT / SOI sur substrat silicium avec 1 marqueur d'argent au centre dans un milieu extérieur d'air ou d'eau, typiquement. L'éviction du milieu au-dessus des électrodes permet d'exclure leur couplage vers l'extérieur et ainsi concentrer l'étude sur les caractéristiques internes du canal.

⁶³ conditions de Neumann

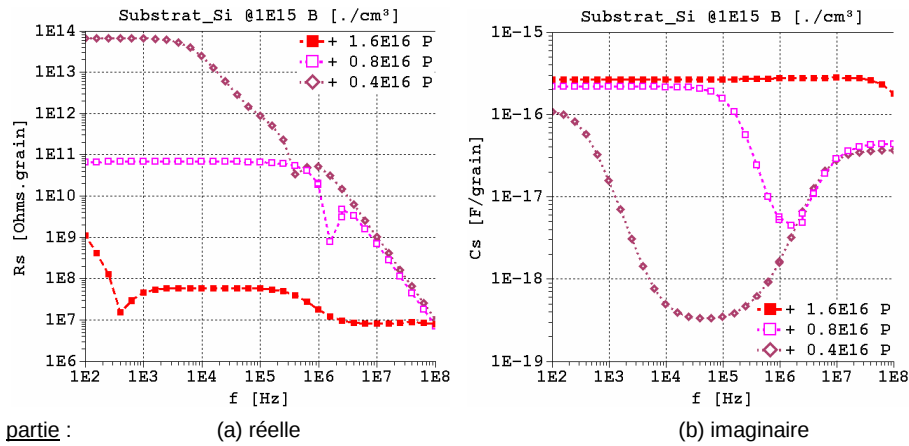
Pile SOI [nm]		Couches de surface	
$t_{p\alpha\beta}$	100	D_O	$0.67 \mu\text{m}$
t_{qOx}	31	h_{elc}	0
t_{cni}	80	N_{sub}	$10^{15} B/\text{cm}^3$
t_{bOx}	500	Λ_{ID}	$4 \mu\text{m}$
t_{Bulk}	750 [μm]	Λ_q / Λ_{ID}	$1/2$

table-III.1.2 – Géométrie standard d'un capteur ISIT en substrat SOI.

La table-III.1.2 reprend les caractéristiques conventionnelles d'un tel capteur. Bien qu'un canal natif seulement dopé à N_{sub} permette de limiter le mésappariement systématique des dispositifs dû à la fabrication, l'inadéquation du dopage 'P' se confirme pour la détection de particules d'argent par effet de champ. En revanche, le type 'N' révèle trois régimes possibles :

- l'impédance à basse fréquence se montre sensible aux propriétés de canal essentiellement (fig-III.1.18) ;
- à résistivité de canal croissante due à un appauvrissement du dopage et/ou une augmentation de la densité d'argent, son profil glisse vers les basses fréquences (fig-III.1.18 et fig-III.1.19) ;
- les composantes du support dominant systématiquement à partir de 100 MHz (voir annexe IX.B / fig-III.2.15).

On note ainsi un plafond et un plancher capacitifs associés à un couple {pôle ; zéro} en simulation numérique bidimensionnelle, sans oublier toutefois que le dispositif réel comportera l'équivalent d'une juxtaposition de coupes à densité d'argent variable le long des électrodes (voir Chapitre II).



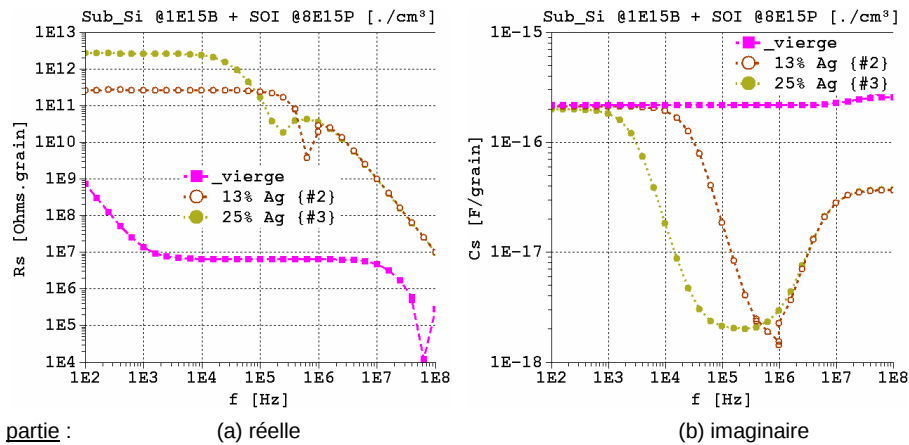
partie :

(a) réelle

(b) imaginaire

fig-III.1.18 [TCAD] Capteur ISIT/SOI-Si : influence du dopage de canal

Impédance-série d'un ISIT à canal 'N' en SOI-SiP-, avec marqueur d'Ag au centre de l'espace interélectrode dans l'air. Dopages au Phosphore [en atomes/cm³] sur substrat à 10^{15} Bore/cm³. (a-) R_s affichée en valeur absolue.



partie :

(a) réelle

(b) imaginaire

fig-III.1.19 [TCAD] ISIT/SOI-Si : réaction à la couverture d'Ag

Impédance-série à dopage de canal uniforme de 8×10^{15} P/cm³. (a-) R_s affichée en valeur absolue.

En complément de ce qui précède, il a paru utile de simplifier la structure du dispositif sous la forme d'une membrane conducteur-sur-isolant « COI », dans lequel on substitue une couche essentiellement résistive au film SOI d'origine. Dans cette perspective, la table-III.1.3 recense les

résistivités moyennes d'un film SOI évaluées sous éléments finis TCAD avec ou sans marqueur d'argent en surface extérieure. S'agissant d'une membrane, les contributions hautes-fréquences du support disparaissent (fig-III.1.20). En outre, les profils obtenus en COI approchent de près ceux du dispositif SOI, à la valeur de capacité près. Cette dernière différence correspond à la constante diélectrique relative du métal employé, qui ne peut pas être différente de l'unité dans l'environnement TCAD utilisé⁶⁴ – au lieu de 12 pour le silicium.

Dopage [10 ¹⁶ P/cm ³]	0.4	0.6	0.8	1.6
Résistivité brute du film ρ_{TCAD}^0 [$\Omega.cm$]	1.5	3.7	0.7	0.3
Moyenne-canal en présence d'un grain ρ_{TCAD}^{+1Ag} [$\Omega.cm$]	4 10 ⁶	5.7 10 ⁶	1.8 10 ³	1.1

table-III.1.3 [TCAD] Conductivités-tests de film en COI

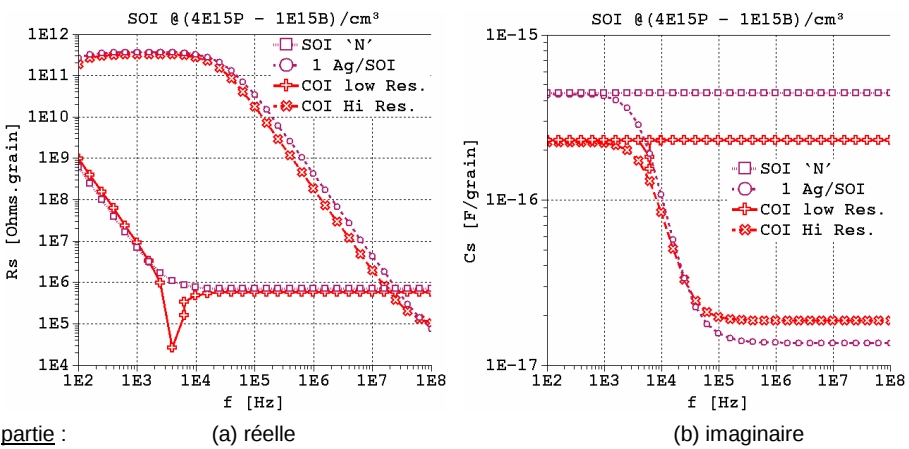


fig-III.1.20 [TCAD] Comparaison de substrats "COI" et SOI

Dopage du canal SOI à 4.10¹⁵ P/cm³ uniforme ; résistivités moyennes du canal « COI » à 1.5 ou 4.10⁶ Ωcm (resp. 'low' ou 'Hi Resistivity', correspondant à l'absence ou la présence d'un marqueur-Ag en SOI). R_s affichée en valeur absolue.

⁶⁴ suite logicielle Synopsys/ISE[®]

Ceci permet enfin de rappeler une particularité concernant les composantes réelles de Y ou Z : en dehors de l'augmentation de résistivité propre au canal, la résistance-série semble basculer en négatif à basse fréquence (discontinuités visibles sur les figures précédentes, confirmées en mesure). Ce phénomène rappelle celui des amplificateurs à ondes de porteurs – lignes coplanaires aux radiofréquences – mais l'absence ici de polarisation interélectrode appelle une autre explication [Swa73]. Par ailleurs, les tentatives de modélisation par lignes de transmission RC semblent écarter l'hypothèse d'une telle propagation aux fréquences considérées. Sans exclure totalement ces aspects, évoqués pour mémoire à l'attention d'éventuels développements futurs, l'explication fondamentale se trouve rapportée au Chapitre II (cas d'étude sur dispositif MOS) : la négativité d'un profil résistif en modèle série révèle en réalité la nature plutôt capacitive du dispositif dans un modèle parallèle. Les approches série|parallèle offrent donc des points de vue complémentaires par rapport auxquels une interprétation peut être construite, mais demeurent partiels dans le cas général. A ce stade, le choix d'une méthode de modélisation est donc décisif.

1.3.2. Modèle analytique petit signal d'un ISIT

Les mesures expérimentales, simulations TCAD et modèles à éléments discrets fournissent des informations globales sur les caractéristiques qu'un dispositif-test présente à ses bornes. Ces approches supportent notamment des méthodes d'optimisation permettant d'ajuster les paramètres présumés du modèle au comportement observé en pratique. Si elles s'avèrent particulièrement adaptées à la caractérisation et apportent une première compréhension des phénomènes, elles souffrent toutefois d'une rigidité relative au temps d'expérimentation et à la fixité du schéma choisi pour représenter le dispositif *a priori*. En complément, les analyses développées jusqu'ici aux Chapitre II et paragraphe 1.2 autorisent la synthèse d'un modèle intégré, fondé sur un schéma générique de dispositif coplanaire qualifié.

Parmi les éléments principaux d'un modèle petit-signal d'ISIT (voir annexe IX.C), la résistivité du canal occupe une place prépondérante puisqu'elle reflète la présence du *stimulus* à détecter – des grains d'argent ici. La conductance G_{cni} d'un canal portant la densité locale d'électrons $n(x,y)$ et de trous $p(x,y)$ découle respectivement des composantes résistives R_n et R_p , associées d'après :

$$G_{cni} = \frac{1}{R_n} + \frac{1}{R_p} \quad \text{où} \quad R_{n,p} \approx \int_x \int_{t_{cni}} \frac{1}{\sigma_{n,p}(x,y)} dy dx$$

avec $\sigma_{n,p}$ conductivités locales du canal (éq-III.12) d'épaisseur t_{cni} . Cette dernière expression suppose les lignes de flux électriques grossièrement parallèles aux interfaces oxyde(s)|semiconducteur. Le choix d'une première intégration de la conductivité suivant l'épaisseur du canal – plutôt que d'abord dans sa longueur – se justifie par les rapports d'échelle impliqués (t_{cni} très fin) ainsi que par le caractère relativement abrupte de la frontière latérale de désertion.

En l'absence de recombinaison des porteurs⁶⁵ et au regard de la conduction négligeable des minoritaires en zones quasi-neutres, l'étude restreinte aux majoritaires donne finalement l'estimation de résistance du canal suivante (ici en cas de dopage 'N', voir aussi éq-III.13) :

$$R_{cni} \approx 2 \int_0^{\frac{1}{2}\Lambda_g} \int_{t_{cni}} \frac{1}{\sigma_n(x,y)} dy dx \quad \text{éq-III.14}$$

où Λ_g mesure la longueur du canal (espace interélectrode).

Sur les quatre cas d'étude introduits plus haut en fig-III.1.11 et fig-III.1.12, l'erreur sur la résistance du canal se porte autour de 50% dans l'air et 90% dans l'eau pure, autant en SOI que dans les cent premiers nanomètres en surface d'un *bulk* homogène. Ces performances relativement médiocres tirent leur origine d'erreurs locales importantes commises sur le potentiel, dont on rappelle qu'elles se répercutent exponentiellement sur les densités de porteurs et la conductivité associée. A noter que le calcul des conductivités locales et de la résistance globale à partir des densités de porteurs a été appliqué à l'identique dans le modèle analytique et en simulation TCAD : à ce stade, la méthode sous-jacente à l'éq-III.14 se trouve par conséquent hors de cause.

D'un point de vue dynamique, les premiers tests de validation fréquentielle du modèle complet ont été restreints au SOI, en support Si₃N₄ standard et à film variablement dopé 'N'. Par comparaison avec les simulations TCAD en fig-III.1.18, les résultats analytiques rapportés en fig-III.1.21 montrent des profils comparables mais accusent des différences

⁶⁵ le régime petit signal considéré justifie l'état d'équilibre : $(pn = ni^2) \Rightarrow (U = 0)$

significatives au niveau des fréquences de coupure. Les erreurs de 50 à 100 % sur la résistance du canal et de 20 à 40% sur les facteurs de forme en couche mince (voir Chapitre II, transformations conformes multicouches) peuvent contribuer à quelques deux octaves de décalage. La troncature du couplage bille/canal au seul espace inter-ligne (ici : $\Lambda_g = 2\mu\text{m}$) ajoute une erreur, non évaluée, susceptible de porter le décalage à une décade pleine – s'agissant du profil à 8.10^{15} P/cm^3 notamment.

Le principal problème concerne le profil à 4.10^{15} P/cm^3 , décalé par trois ordres de grandeur au-dessus de la référence TCAD. Deux explications supplémentaires demeurent à explorer : d'une part, un couplage des demi-plans intérieur et extérieur tel qu'évoqué au Chapitre II mais restant à définir et, d'autre part, la gestion d'une inversion du canal. Concernant ce dernier point, il a été remarqué que l'outil TCAD utilisé⁶⁶ ne reproduit pas correctement les caractéristiques C-V classiques d'une simple structure MOS verticale (voir fig-III.1.2), en particulier dans le régime d'inversion. L'outil semble considérer une désertion profonde dans tous les cas, qu'il n'a pas été possible de corriger.

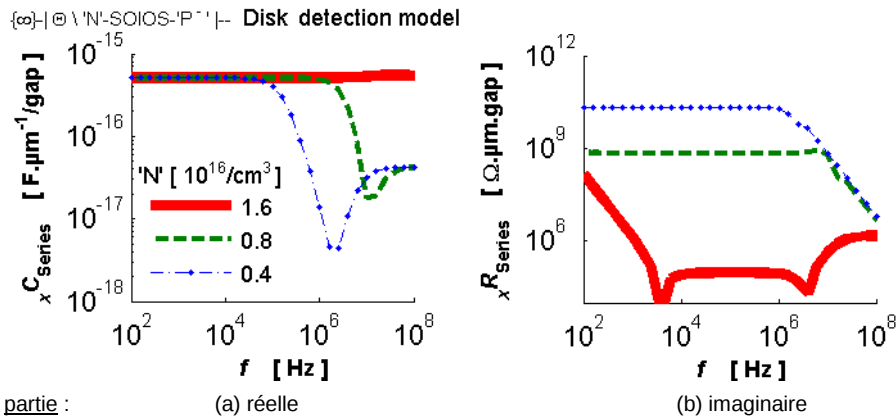


fig-III.1.21 [Math] Détection d'un cylindre Ag sur ISIT-SOI/Si_P : influence du dopage de canal 'N'

Substrat SOI/Si passivé, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2\text{-Si}_N\text{-SiO}_2/\text{Si}_P$ {resp. 70/31–80–500/7.10³ nm}. Film uniformément dopé 'N' (unités en P/cm^3) sur substrat natif 'P' (typ. 10¹⁵ Bore/cm³). Electrodes coplanaires de 2+2 μm , de même fonction de travail que le film et d'épaisseur nulle, avec un disque Ag d'un diamètre $D_o = 500 \text{ nm}$ en surface dans l'air. Modèle série R_s en valeur absolue.

⁶⁶ Synopsys/ISE®

2 Cas Pratiques

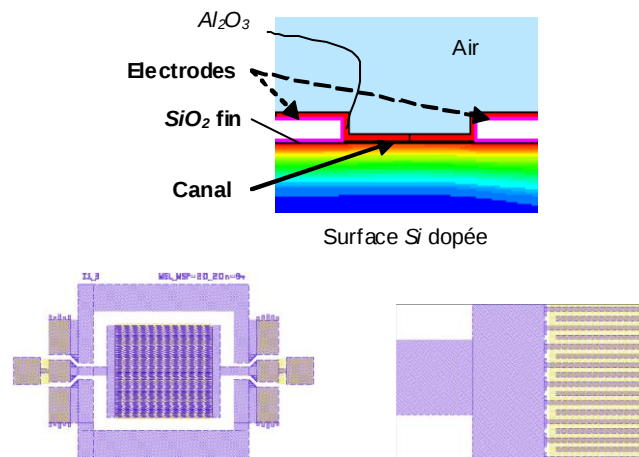


fig-III.2.1 – Détecteurs ISIT réalisés sur *bulk*

- ✓ Substrat Si $_{p,}$ massif ou SOI nativement dopé à 10^{15} B/cm³ ;
- ✓ canal : $t_{cni} \sim 100$ nm Si dopé
- ✓ isolant fin : $t_{gOx} = 31$ nm SiO₂ sec (55' à 950°C sous O₂)
- ✓ lignes : $t_{dgt} = 0.3$ μm Al
- ✓ couverture $t_{Pa\beta} \sim 100$ nm Al₂O₃ anodique

2.1. Implantation des zones actives & lignes d'accès

Technologies *bulk* et SOI se distinguent principalement par les méthodes de délimitation des dispositifs et leurs conditions de dopage. En *bulk*, on choisit de circonscrire les zones actives par 80 nm de SiO₂ grossier, obtenu sous croissance thermique humide pendant 2h44' à 950°C en présence de C₃₃, complétés à 100 nm environ par une oxydation dense de grille. Cet oxyde de champ permet de masquer le substrat pendant l'implantation

pleine-plaque du canal et d'isoler les lignes d'accès. Le choix d'aluminium sur substrat Si-P, conventionnel améliore encore cette isolation en repoussant les trous majoritaires de l'interface avant.

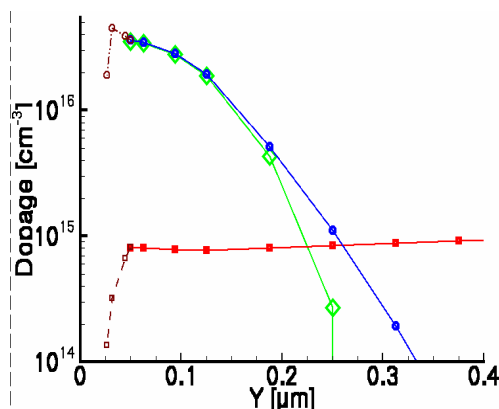
Outre les mesures de couplage radial vers la grille arrière, cette précaution intéresse les mesures transversales à substrat flottant. Rapportée à la capacité planaire d'IDAE sur 31 nm de SiO₂ frontal par exemple, la contribution des connexions se trouve ainsi réduite plus que de moitié. Avec contact arrière à la masse (contact de « garde », angl. "guard"), l'erreur de mesure imputable de ce côté devient marginale car les flux parasites s'y perdent.

La concentration en dopants d'un semiconducteur détermine le niveau d'énergie des porteurs de charge qu'il contient, c'est-à-dire son niveau de Fermi et la conductivité correspondante. La littérature technique fournit à cet égard des équations simples décrivant les profils verticaux d'impuretés en fonction de leurs dose et énergie d'implantation, tels que celui du phosphore dans la profondeur d'un substrat de silicium cristallin (voir annexe X.A). Typiquement néanmoins, la présence d'un oxyde tampon et la diffusion due aux recuits d'activation affecte la répartition finale des dopants sous la surface, de sorte que le seul profil d'implantation ne suffit pas à déterminer précisément le niveau de Fermi, surtout à faibles doses. Certains éléments tels que le bore tendent par ailleurs à migrer dans l'oxyde de silicium à haute température, abaissant encore davantage la densité effective des porteurs de charge à l'interface SiO₂-Si. D'où la nécessité de simuler par éléments finis les étapes-clés d'oxydation, d'implantation et de diffusion, couplées au paramétrage électrique. Des logiciels commerciaux proposent à cet égard un panel riche de modèles physiques avancés, éventuellement mis en œuvre par programmation Tcl modulaire⁶⁷.

La dose et l'énergie optimale d'implantation visent une concentration d'environ 10¹⁶ P/cm³ à l'interface. En fabrication simulée⁶⁸, la croissance de l'oxyde de grille confirme une inflexion mineure du profil de bore en surface, un à deux ordres de grandeur en-deçà du dopage total résultant. Les profils de dopants se montrent par contre assez différents, surtout après recuit (fig-III.2.2).

⁶⁷ suite logicielle Synopsys/ISE-TCAD® pilotable par script Tcl – angl. "Tool Command Language"

⁶⁸ outil DIOS®

fig-III.2.2 [TCAD] Concentrations finales de dopants à l'interface SiO₂-Si

Densités de Phosphore en cercles bleus (au-dessus), Bore en carrés rouges (en dessous) et dopage net en losanges verts (intermédiaire). Dose de 5.10^{11} P/cm² implantée à-travers 31nm de SiO₂, suivi d'un recuit à 950°C pendant 10mn. sous atmosphère O₂ + N₂.

2.2. Détection Ag-Au/ADN sur ISIT *bulk* :

2.2.1. Prototypage

Les premiers tests de détection par effet de champ ont été menés avec des cibles d'ADN référencées Cy2b2⁶⁹ sur dispositifs *bulk* implantés à 5 ou $5.5.10^{11}$ P/cm², portant des IDAE de 2+2 microns sur une surface de 400x400 microns-carrés (voir table-III.2.4 en annexe X.B et protocoles biochimiques au Chapitre I). En raison d'une erreur dans l'exploitation des masques et malgré un oxyde de champ thermique sec de cent nanomètres, les senseurs des tranches identifiées 5RP04 et 5RP07 ne présentaient sous leurs plots de contacts que l'oxyde très fin des zones sensibles. Cette erreur a ensuite été partiellement rattrapée sur la 5RP15 (voir table-III.2.5).

La correspondance notable des profils mesurés en fig-III.2.3 (tranches 5RP04-07) et des simulations numériques en fig-III.2.5 autorise à valider le concept de détection et sa robustesse relative au regard du prototypage réalisé. Les glissements conjugués de capacité et de conductance atteignent respectivement des facteurs trois et six pour une concentration à 1

⁶⁹ longueurs en nombre de bases : cibles-534 / sondes-25 / spacer-95

nanomolaire de cibles d'ADN. On ne peut néanmoins pas tirer de conclusion significative sur l'influence du dopage pour ces puces.

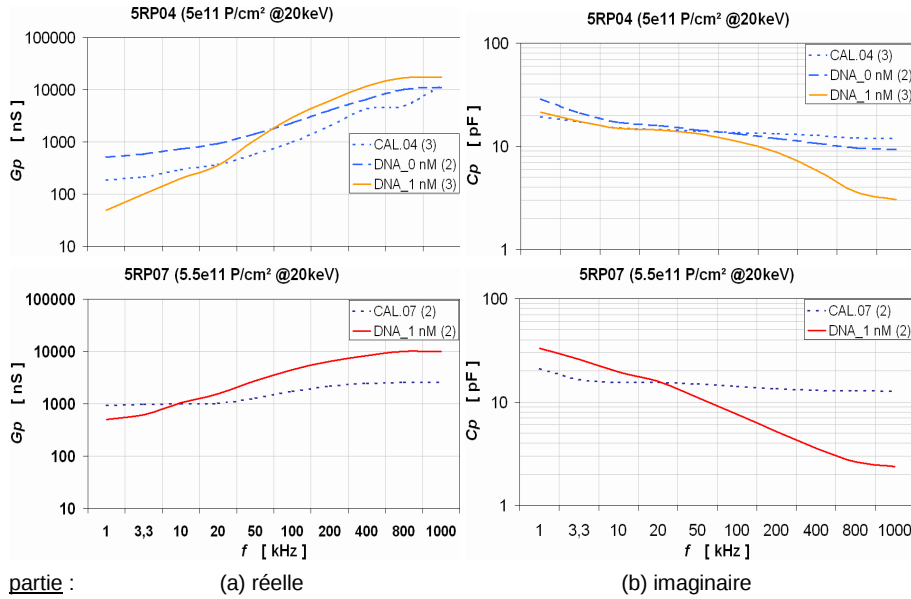
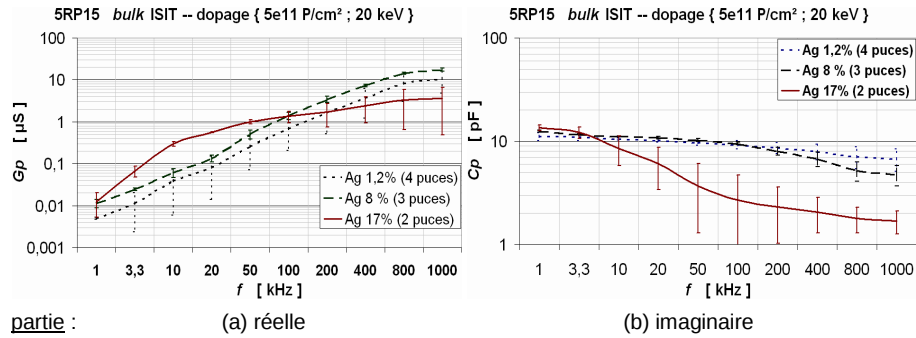


fig-III.2.3 – 1^{ers} résultats d'impédance d'ISIT *bulk* à surface de type 'N' en détection d'ADN marqué-Ag

Modèle parallèle. Tranches dopées-phosphore sous 20 keV : 5RP04 dosée à $5 \cdot 10^{11}$ P/cm² (au-dessus) et 5RP07 à $5.5 \cdot 10^{11}$ P/cm² (en dessous).

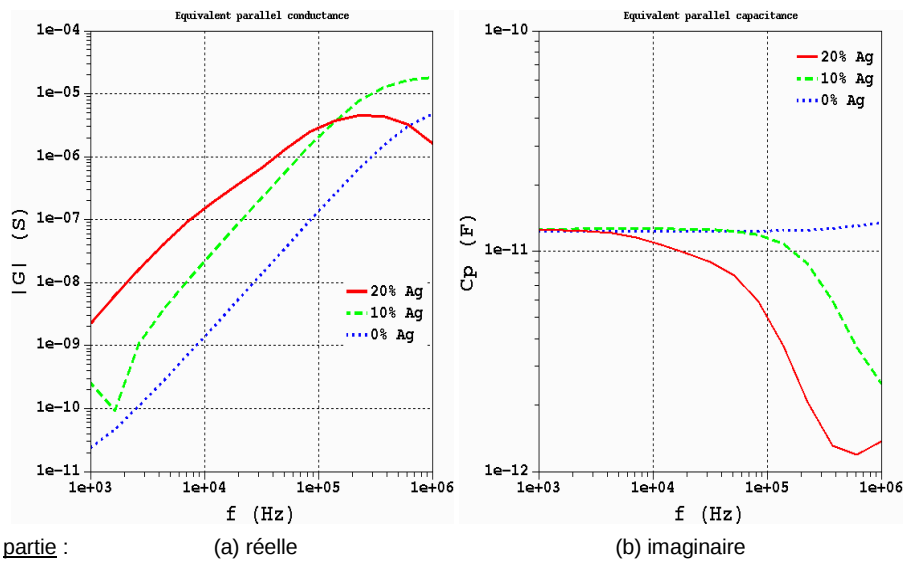
La couverture d'argent a été grossièrement estimée par comptage des biomarqueurs le long de trois lignes inter-digitées en microscopie optique plutôt qu'électronique, de façon à ne pas altérer le fonctionnement des dispositifs. Associées à cette estimation de couverture, les mesures en fig-III.2.4 (tranche 5RP15) confirment un comportement semblable aux évaluations numériques – fig-III.2.5.



partie :

fig-III.2.4 – Seconds résultats ADN\Ag sur ISIT *bulk* à surface type 'N'

Modèle parallèle. Tranche 5RP15 implantée à $5 \cdot 10^{11} \text{ P/cm}^2$ sous 20 keV : densité-Ag estimée à {1.2 ; 8 ; 17} % pour {0 ; 0.05 ; 1} nM de cibles ADN, respectivement.



partie :

fig-III.2.5 [TCAD] Simulations ADN\Ag sur ISIT *bulk* à surface type 'N'

Implantation simulée à $5 \cdot 10^{11} \text{ P/cm}^2$ sous 20 keV. Modèle parallèle.

2.2.2. Influence d'une polarisation de substrat

L'ISIT *bulk* comprend un contact arrière Schottky qui autorise le contrôle en tension de la polarisation électrodes-substrat. Ce dernier peut soit attirer les électrons majoritaires sous les électrodes (fig-III.2.6-a) soit les repousser plus profondément (-b), faisant ainsi varier la conductance de canal et le potentiel d'interface. En dehors d'une compensation des variations technologiques du dopage ou autre modulation de tension de seuil connue chez le transistor, la polarisation de l'ISIT permet le découpler de son canal pour focaliser la sensibilité des mesures dans le milieu extérieur. Le pilotage en tension statique peut par conséquent être utilisé pour émuler une structure à électrodes quasi-passives par l'isolement du canal.

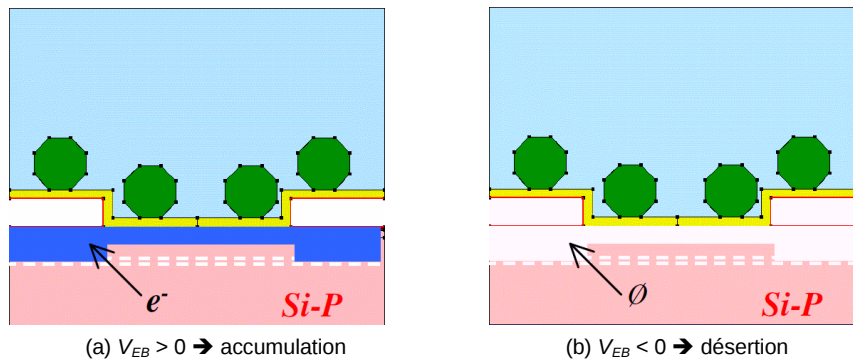


fig-III.2.6 – Polarisation électrode-substrat V_{EB} sur film 'N'

ISIT *bulk* à canal 'N' sur substrat standard 'P'.

La fig-III.2.7 montre les courbes de mesures obtenues lors de tests additionnels sur capteurs 5RP15 soumis à une telle polarisation. En dépit de quelques irrégularités (p-ex. profil basse-fréquence à 1 nanomolaire d'ADN-cible), les parties réelle et imaginaire d'impédance illustrent toutes-deux des réponses cohérentes d'ISIT. Une polarisation positive des électrodes aplanit les courbes de capacité mais préserve néanmoins leurs différences moyennes, tout en ramenant celles de conductance vers les valeurs de calibration, traduisant ainsi une réduction de l'effet des biomarqueurs. Au contraire, une polarisation négative sépare drastiquement les courbes et augmente en particulier les différences entre 0 et 50 picomolaires. Les possibles altérations ou l'humidité de l'oxyde frontal pourraient avoir affecté

quantitativement les mesures mais ne devraient vraisemblablement pas compromettre les interprétations précédentes.

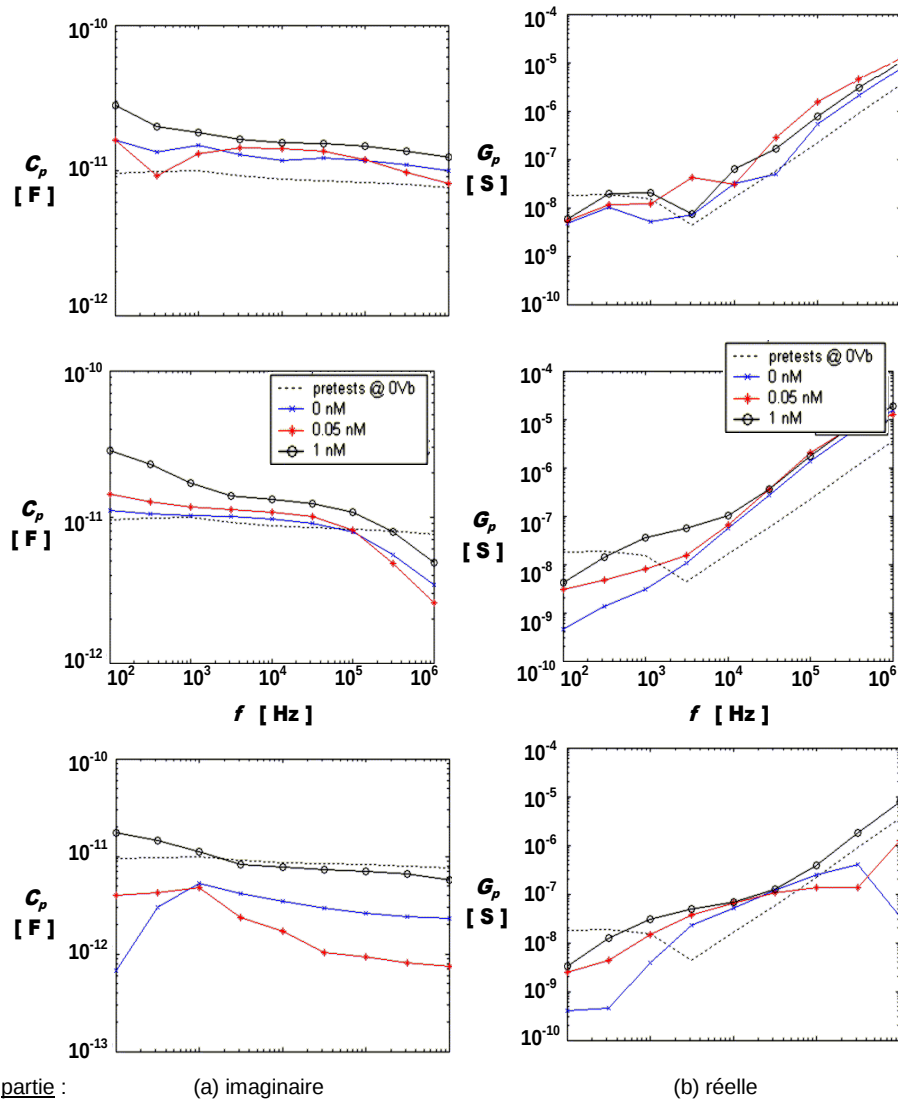


fig-III.2.7 – Mesures 5RP15 sous polarisation Electrodes/*Bulk*

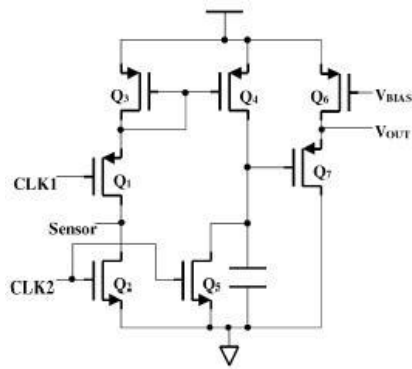
De bas en haut : $V_{EB} = \{+ 1.0 ; 0.0 ; - 1.0\}$ V. Modèle parallèle.

2.3. Instrumentation sur puce – prototypage :

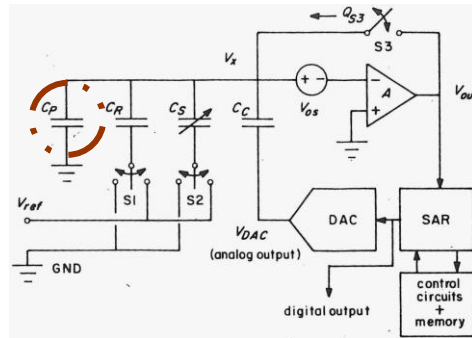
Les interfaces de mesure capacitive ou impédimétriques se distinguent en quatre catégories (fig-III.2.8) :

- architectures à quelques transistors qui recopient le courant de charge du capteur dans une capacité de référence (-a) ;
- circuits à capacités commutées construites autour d'un étage amplificateur, qui échantillonnent également la charge stockée au niveau du capteur (-b) ;
- oscillateurs à relaxation qui génèrent un train d'impulsions dont la période T est multiple du temps de charge du capteur à courant I constant (-c) ;
- oscillateurs sinusoïdaux couplés à une conversion Analogique-Digitale adaptée au système d'acquisition aval (-d).

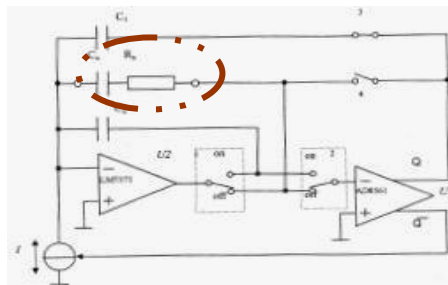
La détection harmonique, basée sur une variation continue d'énergie réactive dans un dispositif, présente typiquement un bruit de mesure inversement proportionnel à la fréquence de fonctionnement [Lee00]. Au contraire, les systèmes à temps discret intègrent un courant transitoire – ou la charge correspondante – et présentent un bruit d'échantillonnage à fréquence plus élevée [Bri04]. Cette caractéristique les destine donc particulièrement aux circuits d'instrumentation basse-fréquence [Str06], et leur compatibilité avec les interfaces digitales favorise leur intégration à proximité de réseaux de capteurs multiplexés.



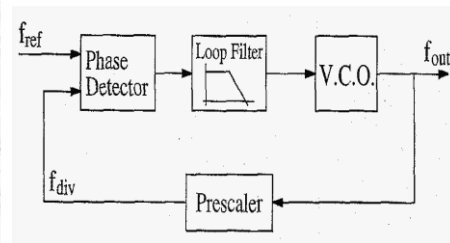
(a) [Eva04] Miroir de courant



(b) [Kun88] Echantillonneur



(c) [Nih01] Oscillateur à relaxation



(d) [Cra95] "Phase-Locked Loop"

fig-III.2.8 – Circuits publics de mesure capacitive

L'oscillateur à relaxation présenté en fig-III.2.8-c constitue à cet égard une plate-forme de développement intéressante, qui autorise notamment des mesures de type R-C par configuration commutable [Nih01]. Repris en fig-III.2.9, cet oscillateur versatile – ici dénommé « RelOsc » – comprend un amplificateur-intégrateur, suivi d'un comparateur à seuil dont la tension de sortie $U1$ pilote les cycles de charge/décharge d'un dispositif-test C_x - R_x à courant I constant. Les interrupteurs '1' à '4' permettent de configurer le circuit dans les différents modes regroupés en table-III.2.1, de façon à caractériser les capacité C_x et résistance R_x d'un modèle-série équivalent au dispositif, en fonction des périodes d'oscillation du circuit.

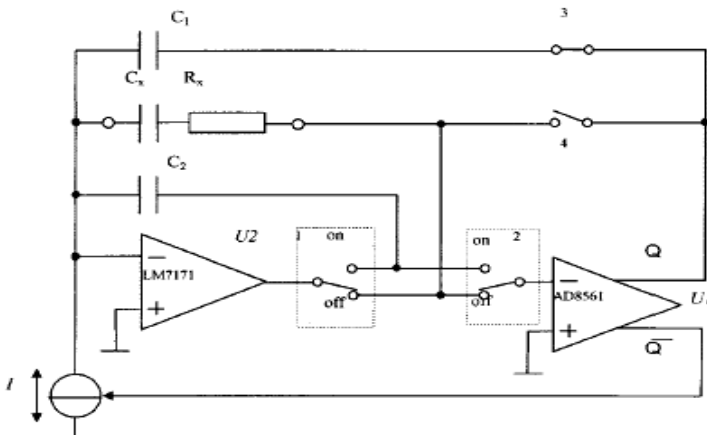


fig-III.2.9 [Nih01] Oscillateur « RelOsc » à relaxation RC
Configuration illustrée pour une mesure $R_x\text{-}C_x$, connaissant C_1 .

Interrupteurs				Mode de mesure	Période d'oscillation
1	2	3	4		
on	on	off	off	calibrage-circuit	$T_0 = 4 T_d$
on	on	on	off	référence C_1	$T_1 = 2 \frac{C_1 U_1}{I} + T_0$
on	on	off	on	C_x	$2 \frac{C_x U_1}{I} + T_0$
off	off	on	off	R_x	$T_1 - 2 R_x C_x$

table-III.2.1 [Nih01] Configurations caractéristiques du RelOsc
 T_d : délai de commutation en boucle ouverte

Dans le cadre d’une étude de faisabilité en technologie CMOS-SOI (UCL 2μm), l’objectif consiste à réduire les capacités parasites d’interconnexions et à disposer d’un circuit de lecture intégrable à proximité de transducteurs éventuellement multiplexés.

2.3.1. Oscillateur à relaxation intégré :

Le schéma général introduit en fig-III.2.9 ne détaille pas la structure de la source de courant bidirectionnelle et suppose l'application des tensions d'alimentation sur les composants discrets à mesurer. Par comparaison, on doit ici adjoindre au système les commutateurs nécessaires au pilotage effectif de la source de courant et des sources basses-tensions dédiées au capteur. La version SOI conçue autour d'une source de courant bidirectionnelle commutable, de deux OTA⁷⁰, de commutateurs et d'interrupteurs de configuration constitue une ébauche d'ASIC⁷¹ orientée vers la mesure R-C couplée et non seulement capacitive – pour laquelle il existe des circuits plus simples. Le cahier des charges pour une application de détection d'ADN sur microcapteurs se décline comme suit :

- taille des capteurs $100 \times 100 \mu\text{m}^2$
- capacité statique $C_x = 0.03 \rightarrow 3 \text{ pF}$
- gamme de fréquence $f_{osc} \leq 1 \text{ MHz}$
- résistance équivalente $R_x = 10 \text{ k}\Omega \rightarrow 10 \text{ G}\Omega$
- tension de travail $V_{sens} \leq 100 \text{ mV} (E < 100 \text{ kV.m}^{-1})$

On cherche à atteindre des fréquences de travail dans la gamme utile [10 Hz .. 100 kHz] – en technologie SOI à 2 μm de finesse de gravure. Plus la fréquence de fonctionnement est élevée, plus la mesure est rapide et/ou complète (bande élargie) et moins elle présente de dépendance vis-à-vis des aléas de fabrication des capteurs – susceptibles de décaler leur gamme de fonctionnement.

⁷⁰ angl. “One-stage amplifier”

⁷¹ angl. “Application-Specific Integrated Circuit”

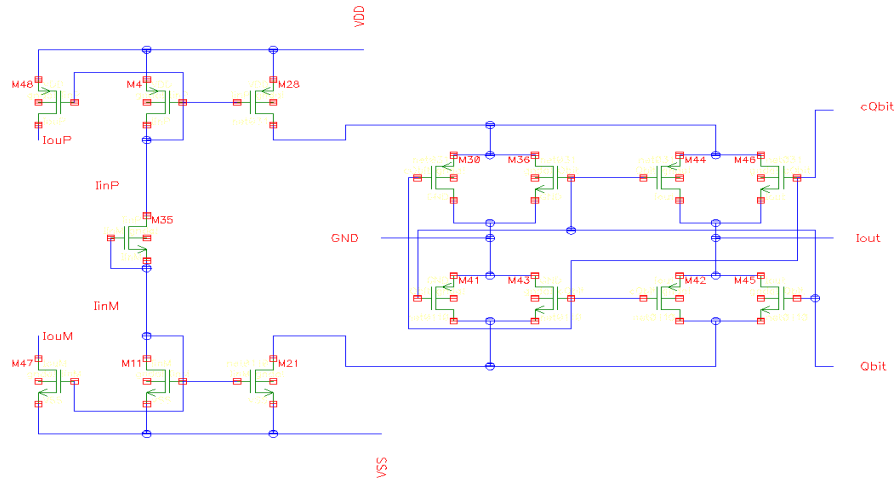


fig-III.2.10 [Cadence®] Synoptique globale et source de courant bidirectionnelle commutable

Source minimale de courant embarquée (à gauche) et commutateurs (droite).

Bien qu'une source de courant d'environ 30 nano-ampères à transistors intrinsèques ait été intégrée, on prévoit également la possibilité d'y injecter un courant externe par deux broches de connexions additionnelles (fig-III.2.10). Les tensions de mesures $\pm V_{sens}$ destinées au capteur sont également appliquées par deux accès extérieurs supplémentaires.

2.3.1.1. Intégrateur & comparateur

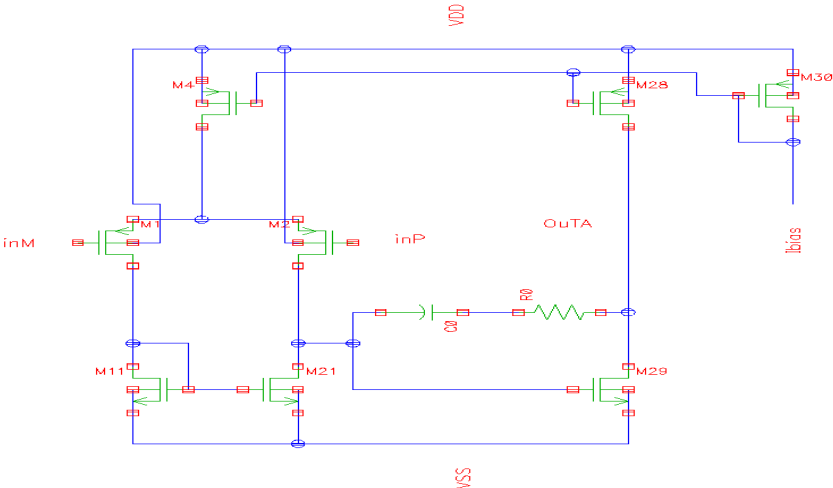


fig-III.2.11 [Cadence®] OTA de type Miller-RC.

Partant du cahier des charges précédent, on a cherché à développer un intégrateur suffisamment rapide sur une base d’un OTA Miller à compensation RC (fig-III.2.11). L’architecture Miller-RC a été préférée *a priori* en raison de son impédance de sortie réduite par rapport au cascode, moins susceptible d’altérer l’impédance du capteur effectivement mesurée et permettant un démarrage précoce de sa mise en charge lors des phases transitoires de basculement du système.

Paramètre	Expression	Valeur cible	Simulations
tension de mesure	V_{sens}	$\pm 50 \text{ mV}$	<i>idem</i>
tension d’alimentation	V_{alim}	$\pm 1.5 \text{ V}$	<i>idem</i>
tension de saturation	V_{sat}	$\pm 1.0 \text{ V}$	<i>idem</i>
Hystérésis (max.) du comparateur	V_{hys}	25 mV	<i>idem</i>
Gain, boucle ouverte	$G_0 \geq V_{sat} / (10 \% \cdot V_{sens})$	2000 (66 dB)	1500
Gain, boucle fermée	$K^{\min} = 10 \cdot V_{hys} / V_{sens}$ $K^{\max} = V_{sat} / V_{sens}$	5 20	<i>idem</i>

capacité d'intégration	$C_2^{\min} = C_x^{\min} / K^{\min}$ $C_2^{\max} = C_x^{\max} / K^{\max}$	6 fF 150 fF	-
capacité de charge	C_L	10 pF	-
pôle dominant à gain $K^{\max}$	$f_{p0} = 3*4* f_{osc}^{\max}$	12 MHz	3 MHz
fréquence de transition	$f_T^{\max} = K.(f_{osc}^{\max} * 12)$	240 MHz	60 MHz

table-III.2.2 – Spécifications des amplificateur et comparateur

Les caractéristiques de l'intégrateur sont reprises en table-III.2.2. La capacité C_2 définit la gamme de fonctionnement de l'intégrateur en quasistatique, telle que sa sortie soit comprise entre V_{sat} et V_{hys} (seuil de basculement du comparateur). Le pôle dominant f_{p0} détermine au premier ordre le temps de montée de l'intégrateur à gain fermé K . La fréquence de transition maximale $f_T^{\max} = 60$ MHz obtenue pour le prototypage de cet intégrateur correspond à un temps de montée $t_{5\%}$ d'une microseconde à gain $K^{\max}$ (capacité minimale) ce qui ne permet pas de reproduire correctement un signal oscillant à 1 MHz – la gamme des 100 kHz restant envisageable.

2.3.1.2. Comparateur & source de courant

Une architecture simple de comparateurs de tension (inspirée de [Gat95]) a été réalisée, comprenant un amplificateur symétrique, 2 commutateurs de rétroaction polarisés par une source de courant auxiliaire commune et une cascade d'inverseurs pour reformer les flancs du signal. Les commutateurs permettent de déséquilibrer l'une ou l'autre branche de la paire différentielle par l'entremise du courant associé. Ce biais introduit une hystérèse assurant la (bi)stabilité du comparateur. L'architecture différentielle de sortie, quant à elle, produit le signal Q ainsi que son complémentaire $\bar{Q}$ nécessaires à l'intervention des sources de courant et tensions de mesure bidirectionnelles.

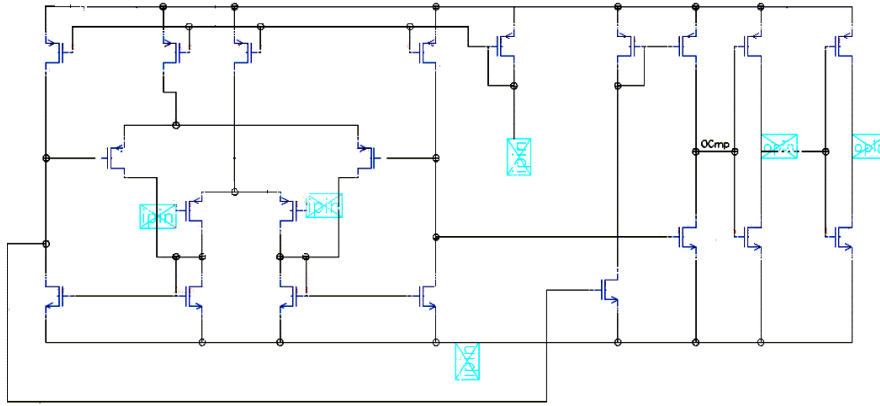


fig-III.2.12 [Cadence®] Comparateur à double seuil

L'hystérèse est assurée par déséquilibre de la paire différentielle d'entrée au moyen d'une petite source de courant et de commutateurs différentiels connectés en sortie. Une série d'inverseurs redresse les flancs du signal et produit 2 sorties complémentaires destinées aux commutateurs de sources.

Dans sa version de prototypage incluant des nœuds de tests intermédiaires, ce comparateur est prévu pour consommer quelques 400 microwatts sous 3 Volts d'alimentation pour un temps de réponse à 5% de l'ordre de 0.5 microseconde – simulé. Malgré un délai de comparaison relativement court (typ. 100 ns), la durée minimale de commutation du RelOsc en boucle ouverte – en l'absence de capteur à mesurer – peut difficilement descendre en dessous de $T_d \approx 1 \mu\text{s}$, ce qui impose à vide une fréquence d'oscillation maximale $f_d = 1/(4.T_d) \approx 250 \text{ kHz}$. Après examen, il semble que cette limitation soit due au délai de basculement du comparateur, pendant lequel l'intégrateur et la source de courant continuent de fonctionner. En résulte un accroissement de la charge stockée dans la capacité d'intégration C_2 et un allongement consécutif des demi-périodes de charge/décharge.

2.3.1.3. Qualification pratique

En pratique, l'oscillateur réalisé s'est montré capable de fonctionner jusqu'à quelques 200 kHz à vide, respectant ainsi la plage de mesure minimale requise (fig-III.2.13). Le système décroche toutefois à faible $\|V_{\text{sens}}\|$ et s'écarte des performances attendues à faible courant d'intégration. Ceci

peut être provoqué par des problèmes de commutation et/ou de latence entre comparateur et source de courant.

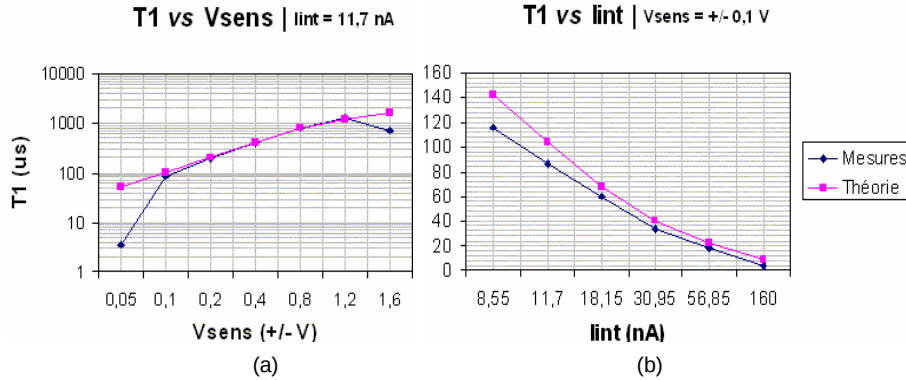


fig-III.2.13 – Performances mesurées de l'oscillateur à relaxation

Période d'oscillation sur capacité-test interne $C_1 = 3\text{pF}$: selon la tension-capteur à courant d'intégration de 12nA (a) ou en fonction de celui-ci à $||V_{\text{sens}}|| = 0,1\text{ V}$ (b). Courbes théoriques relatives aux équations données en table-III.2.1.

Ces premières mesures de référence sur la capacité intégrée C_1 appuient la faisabilité d'un RelOsc en technologie UCL/CMOS-SOI $2\mu\text{m}$. Etant donnée la largesse du dimensionnement choisie pour le prototypage, en vue initialement d'autoriser la connexion d'un composant externe en place de C_1 (tentative échouée pour cause probable de décharge électrostatique), l'optimisation du circuit devrait permettre une gamme de fonctionnement plus proche du mégahertz. Une étude plus poussée pourra donc être menée afin d'optimiser la consommation et les performances globales, ce système représentant une excellente base de développement dans une perspective d'instrumentation sur puce.

En dehors des possibilités de configuration évoquées en début de paragraphe 2.3, on notera que le mode de mesure expérimenté ci-avant sur la capacité de référence C_1 permet déjà – à lui-seul – d'envisager une méthode de caractérisation par spectroscopie d'impédance.

2.3.2. Perspectives

En pilotant la cadence de l'oscillateur, le courant de décharge I du RelOsc ouvre ainsi la possibilité de mesurer la capacité *apparente* d'une impédance complexe en fonction de la fréquence. La configuration en mesure- R_x autorise indépendamment une approche résistive, mais les deux composantes complexes contiennent en fait une même information sur les constantes de temps propres au dispositif [And01, Pau00]. En spectroscopie, la composante résistive apporte une meilleure finesse de résolution spectrale mais un bruit plus important que la capacité – intégrative par essence. Les profils donnés en fig-III.2.14 résultent par exemple de simulations numériques ELDO® du RelOsc en mode R_x ou C_x , connecté à un modèle discret simplifié du dispositif « COI » introduit plus haut (§1.3.1 et annexe IX.C).

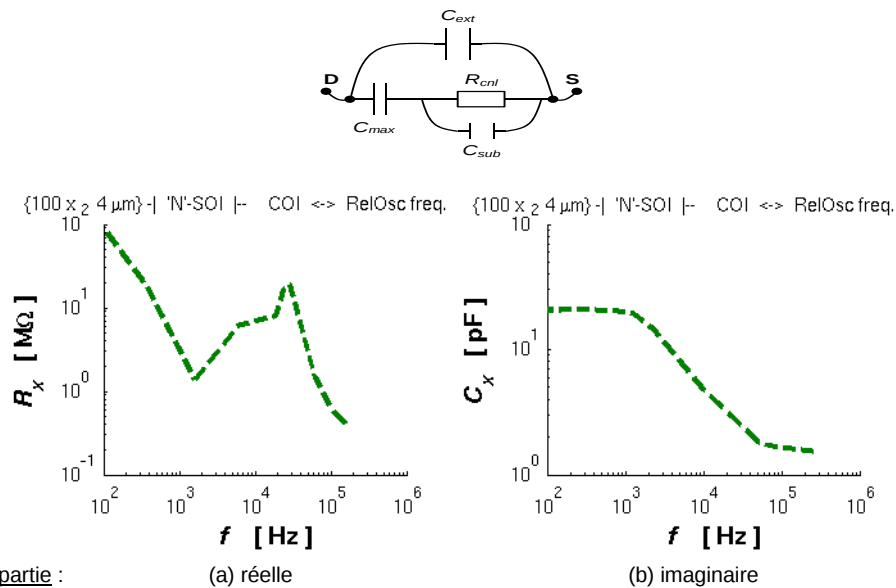


fig-III.2.14 [CAD] Mesure d'ISIT-"COI" coplanaire/ruban par RelOsc

Simulation ELDO® du RelOsc connecté à un modèle RC simplifié d'ISIT (en haut, voir fig-III.2.16) : électrodes en peignes coplanaires inter-digités de $2 \times 2 \mu\text{m}$ en réseau de $400 \times 400 \mu\text{m}^2$ sur substrat « COI » haute résistivité (voir fig-III.1.20). Valeurs des paramètres : $\{R_{cnl}; C_{ext}, C_{max}, C_{sub}\} = \{7.5 \text{ M}\Omega; 1, 10, 1 \text{ [pF]}\}$. Composantes R_x et C_x évaluées d'après table-III.2.1.

Le profil de capacité obtenu approche la caractéristique correspondante du dispositif en fig-III.1.20 mais la partie résistive présente une nette différence, dans la région haute du spectre fréquentiel notamment. Si certaines contributions parasites peuvent provenir du circuit environnant (interrupteurs commandés, en particulier), les équations de la table-III.2.1 utilisées pour le calcul des composantes se trouvent aussi vraisemblablement en cause. Celles-ci correspondent en effet à un modèle RC-série simple différent de celui employé pour représenter l'ISIT-COI. Cette observation illustre cependant un point fondamental de l'approche générale par spectroscopie d'impédance, qui nécessite la connaissance préalable d'une topologie de modélisation suffisamment réaliste pour le dispositif – avant mesure et/ou application des algorithmes d'extraction paramétriques.

Combinée à la sensibilité au bruit évoquée ci-avant, cette contrainte justifie l'importance d'une modélisation rigoureuse telle que celle rapportée en Chapitre II. En terme de perspective, la mesure spectroscopique d'un ISIT ou autre capteur intégré tirera ainsi profit d'une première identification en modèle idéal et non bruité, sur lequel tout algorithme de calcul pourra s'appliquer de manière optimale.

A cet égard, l'extraction des constantes de temps d'un dispositif fait l'objet d'un champ de recherche appelé « spectroscopie à temps de relaxation »⁷² [And01, Pau00]. Ce type de spectroscopie innovante nécessite l'implémentation d'algorithmes robustes pour reconstituer, à partir du(des) profil(s) réel et/ou imaginaire d'une impédance, la répartition des constantes de temps RC dans un système électrique, électrochimique ou électromécanique [And01]. S'agissant d'un problème inverse non-linéaire, des mesures à faible bruit sont toutefois nécessaires. En supportant deux configurations de mesure R-C complémentaires basées sur le même circuit, le RelOsc offre potentiellement un moyen d'identifier le facteur de bruit propre au système et d'optimiser la gamme spectrale de mesure en fonction du paramètre ciblé. En détection d'ADN marqué-argent sur ISIT telle que décrite dans ce Chapitre, la configuration C_x s'annonce notamment plus adaptée à faible densité de marqueurs et/ou fort dopage de canal, où l'impédance se ramène à un plafond de capacité (voir fig-III.1.18 et fig-III.1.19). Réciproquement, la configuration R_x conviendra mieux à forte

⁷² angl. “(dielectric) relaxation time spectroscopy”

densité d'argent et/ou faible dopage de canal, où le plafond de résistance domine.

En terme de développements ouverts concernant le RelOsc, une alternative de type cascode à l'étage intégrateur, éventuellement couplée à un tampon de sortie à faible impédance, mérite notamment un examen plus poussé. Une modélisation analytique du système devrait à cet égard permettre d'évaluer précisément l'erreur de mesure résultant du temps de monté fini de l'intégrateur, de son impédance de sortie ainsi que de sa capacité d'entrée [Liu00]. En alternative, il pourrait aussi être envisagé d'y substituer un convoyeur de courant, disposant d'un amplificateur en tension de son entrée (Y) vers sa première sortie X et d'un miroir de courant depuis X vers une seconde sortie (Z). L'absence de rétroaction offre des avantages théoriques tels qu'une fréquence de transition et une compacité plus élevées que les systèmes bouclés [Cal03, Ism99, Sur91].

Conclusion

Sans totalement rompre la ligne de développement qui présidait aux électrodes passives, ce Chapitre a présenté l'étude de capteurs à effet de champ où les mesures d'impédance incluent des phénomènes propres aux semiconducteurs. En s'inspirant du transistor mais restreignant l'analyse hors accès drain/source aux grilles passives inter-digitées, une série de propriétés exclusives a pu être mis à jour dans ces dispositifs nommés "*Insulated Substrate Impedance Transducer*". Celles-ci incluent en particulier la transduction d'une excitation physico-chimique extérieure en composantes fréquentielles de couplage interélectrode. Par conception et fabrication, l'ISIT offre un large panel d'applications potentielles par son adaptabilité à des contraintes telles que les fréquences, capacité et résistance mesurables, les géométries réalisables, ainsi qu'à la nature du *stimulus* ciblé – pourvu qu'un semiconducteur puisse y réagir : potentiel, fonction de travail et charge électrique notamment, mais aussi température, flux lumineux, contrainte mécanique *etc.* Dans une application de détection à biomarqueurs métalliques, ce travail ouvre la voie d'une modélisation analytique modulaire et rassemble les principales méthodes pour y parvenir, à savoir : électrostatique bi- voire tridimensionnelle, physique du semiconducteur unidimensionnelle, et calcul d'impédances complexes.

Afin d'exploiter les régimes spectraux qui caractérisent l'ISIT, pour distinguer par exemple les réponses des différentes parties de sa structure telles que milieu externe et substrat, l'extraction des temps de relaxation diélectrique pourra être développée. A cet égard, le modèle semi-analytique et l'oscillateur intégrés dans ce Chapitre posent une base essentielle pour l'identification formelle et l'optimisation pratique des paramètres fonctionnels.

Annexes

IX. Modélisation théorique :

A. Charges-images

L'influence électrostatique d'un substrat de permittivité ϵ_{sub} sur les potentiels issus d'une charge q_1 dans le demi-plan extérieur de constante diélectrique ϵ_{ext} s'apparente à un contre-champ. En domaine homogène ϵ_{ext} étendu à l'infini selon la méthode des images, celui-ci s'identifie comme l'effet d'une charge virtuelle q_2 symétrique de q_1 par rapport à l'interface médiane, et définie par [Bin63] :

$$q_2 = q_1 \frac{\epsilon_{ext} - \epsilon_{sub}}{\epsilon_{sub} + \epsilon_{ext}}$$

Dans le demi-plan inférieur de substrat, les flux réels en provenance cette fois du milieu extérieur s'additionnent à ceux d'une seconde charge virtuelle q_3 superposée à q_1 , dont résulte une charge nette $q_1' = q_1 + q_3$ d'après :

$$q_3 = q_1 \frac{\epsilon_{ext} - \epsilon_{sub}}{\epsilon_{sub} + \epsilon_{ext}} \quad \text{soit} \quad q_1' = q_1 \frac{2\epsilon_{ext}}{\epsilon_{sub} + \epsilon_{ext}}.$$

Si les potentiels dans le demi-plan extérieur se déploient ainsi entre la bille et son image suivant des trajectoires ellipsoïdales, leur distribution dans le substrat rayonne en lignes droites à partir du seul centre géométrique de la bille. En cas de substrat conducteur ou à permittivité élevée pour finir, $q_2 \rightarrow -q_1$ et $q_1' \rightarrow 0$, le système se réduit essentiellement au couplage bille-interface dans le demi-plan extérieur.

B. SOI/Si ou membrane/air – caractéristique accessoire

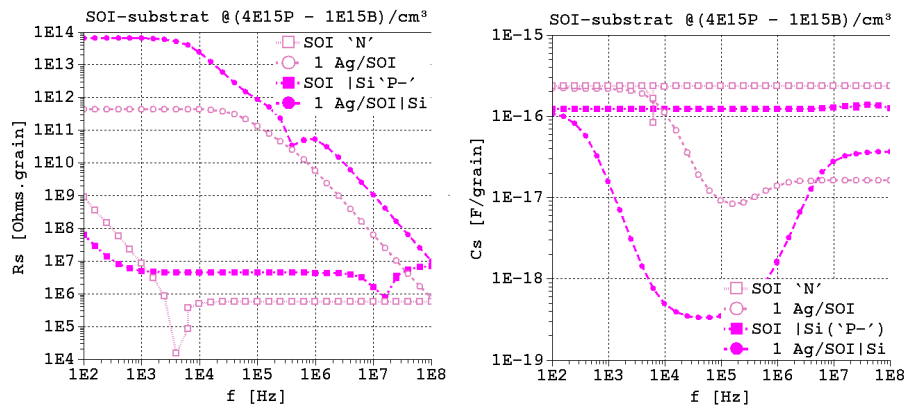


fig-III.2.15 [TCAD] Comparaison de substrats SOI/Si et SOI/air

Dopage-canal @ 4.1015 P/cm^3 uniforme, en présence ou non d'un marqueur-Ag ; R_s affichée en valeur absolue.

C. Modèle d'ISIT à éléments discrets

Parmi les méthodes d'interprétation applicables aux mesures électroniques, les approches par modèle discret équivalent offrent un aperçu simplifié du fonctionnement interne d'un dispositif, aisément exploitable et ajustable au besoin par optimisation paramétrique. La fig-III.2.16 illustre ainsi la déclinaison minimale d'un modèle petit signal d'ISIT, en fonctionnement quasistatique.

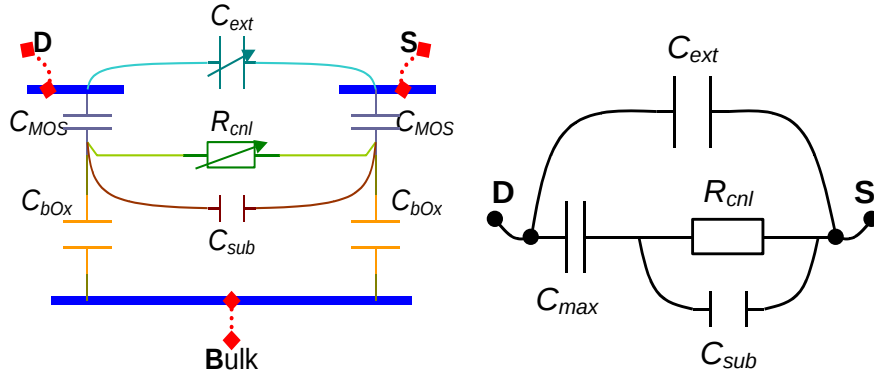


fig-III.2.16 – Circuit équivalent d'ISIT à éléments discrets

Modèle en coupe et schéma simplifié.

Outre la résistance-série du canal R_{cni} (éq-III.14), l'autre paramètre essentiel du modèle réside dans la capacité de l'isolant frontal de film. Etant donné les rapports de couplage capacitif entre électrodes, film et support, on corrige cette capacité en s'inspirant du facteur n traditionnel du transistor MOS pour poser :

$$C_{MOS} = \frac{\varepsilon_{gOx}}{t_{gOx}} \left(\frac{t_{bOx}}{t_{gOx} + t_{bOx}} \right)$$

avec t_{gOx} et t_{bOx} les épaisseurs respectives de l'oxyde frontal ou enterré et ε_{gOx} la permittivité du premier.

Après calcul de la contribution elliptique C_{sub} du support (voir Chapitre II : transformations conformes), résistance et capacité équivalentes du modèle-série se déduisent respectivement comme [Pam02] :

$$Rs = R_{cni} \frac{1}{(\omega/\omega_2)^2 + 1} \quad Cs = C_{max} \frac{(\omega/\omega_2)^2 + 1}{(\omega/\omega_1)^2 + 1}$$

avec $C_{max} = \frac{1}{2} (C_{MOS} \frac{1}{2} \Lambda_c)$

$$\omega_1 = \frac{1}{R_{cni} (C_{max} + C_{sub})} \quad \omega_2 = \frac{1}{R_{cni} C_{sub}} ;$$

et $\omega_0 = \sqrt{\omega_1 \omega_2}$

où Λ_c mesure la largeur d'une ligne inter-digitée et C_{sub} évalue la capacité parasite transversale du support (transformations conformes multicouches, voir Chapitre II).

X. Cas pratiques :

A. Implantation Phosphore

La concentration implantée de phosphore c_P suit avant recuit un profil gaussien tel que [Rus89] :

$$c_P(x) = \frac{d_P}{\sqrt{2\pi} \sigma_R} e^{-\frac{(x-R_p)^2}{2\sigma_R^2}} \quad \text{éq-III.15}$$

où d_P identifie la dose de phosphore, x l'abscisse en profondeur et $\{R_p, \sigma_R\}$ respectivement la distance du pic de densité et sa dispersion à mi-hauteur, données en table-III.2.3 par l'énergie d'implantation E_{implant} .

E_{implant} [keV]	20	30	40	50	60	70	80	100
R_p [nm]	24	36	48	60	73	85	98	124
σ_R [nm]	13	18	23	28	33	37	42	50

table-III.2.3 – Paramètres-types des implantations de Phosphore

B. Procédés "bulk" et SOI

Etape	Description	Conditions	Epaisseur [nm]
« Locos »	Nettoyage standard		
	Oxydation C ³³	2h44' @ 950°C	80
Zones actives	Lithographie Inverse		
	Gravure du SiO ₂ thermique	Tampon HF	80
	Elimination photorésine		
Dopage de canal	Nettoyage sans HF		
	Oxydation MOS classique	45' @ 950°C	27
	Implantation Phosphore	20 keV ; 5,0.10 ¹¹	
		20 keV ; 5,5.10 ¹¹	
	Nettoyage sans HF ?*		
	Oxydation MOS classique	10' @ 950°C	4
IDAE	Dépôt photorésine		
	Lithographie "lift-off"		
	Métallisation anisotrope	Evaporation Al verticale	210, 600
	Elimination photorésine / Al	HNO ₃ > 95 %	
Passivation d'alumine galvanique	Rinçage fin, séchage	4000 RPM + 90°C	
	Métallisation isotrope	Evaporation Al en rotation	50
	Recuit Al ?*	15–30' @ 432°C	
	Lithographie standard ?*	6600 RPM	
	Couverture photorésine arrière	4000 RPM	
	Anodisation	3 mA/cm ²	100
	Elimination photorésine / Al	HNO ₃ > 95 %	
Contact arrière	Gravure du SiO ₂ arrière	Tampon HF	
	Rinçage fin, séchage ?*		
	Métallisation isotrope arrière	Evaporation Al	300
	Recuit Al ?*	15' @ 432°C	

table-III.2.4 – Procédé de fabrication ISIT / *bulk* (tech. UCL-2µm)

Tranches référencées 5RP04 et 5RP07

Etape	Description	Conditions	Epaisseur [nm]
Zones actives	Dépôt Si_3N_4 LPCVD		100
	Lithographie standard	6600 RPM	
	Gravure du Si_3N_4 LPCVD	CHF_3 -RIE	
	Elimination photorésine		
	Zones actives		

table-III.2.5 – Tranche 5RP15 (correction) : isolation des contacts

Ces suppléments ont permis de mieux isoler les plots de contacts par *locos* de 100nm, précédemment réduit par erreur aux seuls 31nm de SiO_2 (oxyde de grille).

Références Bibliographiques

- [And01] Anderssen & Davis, J. Rheol. vol. 45 n°1 (2001)
- [Ber70] P.Bergveld, IEEE Trans. Biomed. Eng. BME-17, 70–71 (1970)
- [Ber03] P.Bergveld, Sens. Actuators B 88:1–20 (2003)
- [Ber00] H.Berney *et al.* Sens. Actuators B 68:100–108 (2000)
- [Bin63] K.Binns & P.Lawrenson, “Analysis and Computation of Electric and Magnetic Field Problems”; Pergamon press (1963)
- [Bou83] L.J.Bousse, N.F. de Rooij & P.Bergveld, IEEE Transactions on Electron Devices ED-30:1263–1270 (1983)
- [Bri04] S.Brigati *et al.* IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 53, no. 2, April 2004
- [Cai03] W.Cai *et al.* Biosensors and Bioelectronics (2003)
- [Cal03] B.Calvo *et al.* Microelectronics Reliability 43 (2003) 955–961
- [Clo99] J.P.Cloarec *et al.* Sens. Actuators B 58:394–398 (1999)
- [Clo02] J.P.Cloarec *et al.* Biosensors and Bioelectronics 17:405–412 (2002)
- [Col96] J.P.Colinge & F. Van De Wiele, “Physique des dispositifs semi-conducteurs”; De Boeck Université – ISBN 2-8041-2107-0 (1996)
- [Col97] J.P.Colinge, “Silicon-On-Insulator Technology – Materials to VLSI” 2nd edition; Kluwer Academic Publishers – ISBN 0-7923-8007-X (1997)
- [Coo01] E.B.Cooper, J.Fritz *et al.* Applied Physics Letters 79 n°23:3875–3877 (2001)
- [Cra95] J.Craninckx & M.S.J.Steyaert, IEEE Journal of Solid-State Circuits vol. 30 no. 12, December 1995
- [Cui01] Y.Cui, Q.Wei & H.Park, Science 293:1289–1292 (2001)
- [Dal02] J.Dalin, Final thesis at Linköpings Institute of Technology; reference number LITH-ISY-EX-3184, 2002-06-05
- [Eva04] I.Evans & T.York, IEEE Sensors Journal vol. 4 no. 3, June 2004
- [Fri02] J. Fritz *et al.* “Electronic detection of DNA by its intrinsic molecular charge”; Proc. National Academy of Science 99 n°22:14142–14146 (2002)
- [Gal00] S.Galvin, J.West, H.Berney *et al.* 1st annual conf. Microtechnologies in Medicine and Biology pp. 400–401 (2000)
- [Gat95] U.Gatti & G.Torelli, Microelectronics Journal 26 pp.17-21 (1995)
- [Hah04] J-I.Hahn & C.M.Lieber, Nano Letters 4 n°1:51–54 (2004)
- [Hal95] R.E.G. van Hal, J.C.T. Eijkel & P.Bergveld, Sens. Actuators B 24–25, 201–205 (1995)
- [Has07] A.M.Hashim *et al.* Microelectronics Journal 38 (2007) 1268–1272
- [Ima99] M.A.Imam *et al.* Microelectronics Reliability 39 (1999) 487-495
- [Ism99] A.M.Ismail & A.M.Soliman, Microelectronics Journal 30 (1999) 1231–1239

- [Kir73] Scott Kirkpatrick, Review of Modern Physics vol.45 n°4 (1973)
- [Kun88] J.T.Kung *et al.* IEEE Journal of Solid-State Circuits vol. 23 no. 4, August 1988
- [Lee00] T.H.Lee & A.Hajimiri, IEEE Journal of Solid-State Circuits, vol. 35, no. 3, March 2000
- [Lil02] B.Lillis *et al.* The 16th Europ. Conf. on Solid-State Transducers EURO XVI (2002)
- [Liu00] Y.Liu, K.Watanabe *et al.* IEEE Trans. Instrumentation & Measurement vol.49 n°5 pp.980-983 (2000)
- [Mac04] A.Macanovic, C.Marquette *et al.* Nucleic Acids Res. 32 (2) e20 online publication (2004)
- [Mar02] C.A.Marquette, I.Lawrence *et al.* Talanta 56:763–768 (2002)
- [Mar00] J.R.Martin, E.Souteyrand *et al.* US patent 6,150,106 (2000)
- [Mus10] F.Mustafa & A.M.Hashim, J. Applied Sci., 10 (14): 1352-1368, 2010
- [Nih01] N.Nihtianov *et al.* IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement vol.50 n°6 pp.1563-1567 (2001)
- [Nis99] M.Nishizawa & I. Uchida, Electrochimica Acta 44 (1999) 3629-3637
- [Ots05] T.Otsuji *et al.* OPTICS EXPRESS / Vol. 14, No. 11 / 29 May 2006
- [Pam02] Rémi Pampin, mémoire de Master, Université catholique de Louvain (2002)
- [Pam06] Rémi Pampin, Denis Flandre *et al.*; Encyclopedia of Sensors vol. X, C.A.Grimes, E.C.Dickey & M.V.Pishko, American Scientific Publishers – ISBN 1-58883-056-X (2006)
- [Pau00] K.S.Paulson *et al.* IEEE Transactions on Biomedical Engineering vol.47 n°11 pp.1510-1517 (2000)
- [Per00] F.K.Perkins *et al.* Proc. Electron Device Meeting IEDM pp. 407–410 (2000)
- [Pou04] F.Pouthas *et al.* Applied Physics Letters 84 n°9:1594–1596 (2004)
- [Rus89] G.Russell & I.L.Sayers, “Advanced Simulation and Test Methodologies for Vlsi Design”; Kluwer Academic Publishers – ISBN 978-0747600015 (1989)
- [Sch04] T. Schulz *et al.* (Infineon) patent, DE 102 54 158 A1 2004.06.09
- [Sil68] P.Silvester “Modern Electromagnetic Fields”, ed. W.L.Everitt, Prentice-Hall EE-series; Englewood Cliffs, NJ – ISBN 978-0135931110 (1968)
- [Sou97] E.Souteyrand *et al.* J. Physical Chemistry B 101 n°15:2980–2985 (1997)
- [Str06] W.Strunz *et al.* Electrochimica Acta 51 (2006) 1437–14
- [Sur91] W.Surakampontorn *et al.* IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol.40, no.4, August 1991
- [Swa73] T.J.B. Swanenburg, IEEE Trans. Electron Dev. vol. ED20 n°7 (1973)
- [Tan09] X.Tang *et al.* Biosensors and Bioelectronics 24 (2009) 3531–3537
- [Usl04] F.Uslu, S.Ingebrandt, D.Mayer *et al.* Biosensors and Bioelectronics 19:1723–1731 (2004)
- [Vel09] J.J.Velasco-Vélez *et al.* SENSOR+TEST Conference 2009 - SENSOR 2009 Proceedings II

CONCLUSION GENERALE

L'application de technologies micro-électronique à la détection sur puce de produits biochimiques résulte de la construction d'une chaîne thématique liant la chimie des surfaces aux théories dites « de l'information et de la communication ». Dans un tel ensemble de prospection, cette thèse propose d'abord un recadrage des maillons fondamentaux requérant les compétences partagées de différents domaines d'ingénierie.

Le Chapitre I passe ainsi en revue la portabilité d'opérations biochimiques sur puces électroniques compatible-CMOS. La faisabilité d'un dépôt de nanoparticules métalliques y est étudiée sur alumine galvanique, dans le cas d'une adsorption sur polyélectrolytes ou d'un marquage d'ADN hybridé, ainsi que la culture de cellules vivantes. Le contexte technologique retenu se ramène à l'utilisation de métaux standards tels que l'aluminium, à la condition de sa protection intégrale sous un oxyde non poreux – ici l'alumine amorphe. La fragilité résiduelle de cette surface, vis-à-vis des acides et des bases en particulier, exclut l'emploi d'acides forts tels que sulfurique pour son nettoyage et de bases fortes telles que la soude pour son hydroxylation. Toutefois, les nettoyages ultrasoniques en détergents dilués non-ioniques et/ou faiblement alcalins, les dégraissages à l'acétone et/ou à l'alcool, et la stérilisation ultraviolette ainsi que l'activation de surface en plasma d'oxygène peuvent être conservés. Enfin, l'encapsulation de dispositifs en boîtier *électronique* standard (p-ex. DIL en céramique) par colle-silicone, formant une cuve étroite au dixième de millimètre, s'est montrée propice à la culture cellulaire après les nettoyages précédents. En perspective, une poursuite des essais demeure nécessaire pour maîtriser la densité d'adsorption de colloïdes sur polyélectrolytes et le niveau exact de biocompatibilité des surfaces alumine/aluminium et oxyde/silicium (en culture cellulaire ou hybridation d'ADN par exemple). A cet égard et en complément de ce chapitre, des méthodes avancées de caractérisation photographique ont été présentées.

Au vu de l'insuffisance quantitative des méthodes optiques pour l'observation ciblée de biomarqueurs, la microscopie à balayage électronique a été exploitée pour accéder à des détails nanométriques localisés à l'intérieur de sites réactifs étendus sur près d'un millimètre-carré. Le choix

de cette approche appelle en retour un examen des limites d'imagerie applicables. Conformément au théorème de Shannon-Nyquist, le Chapitre I rappelle ainsi que la visualisation de marqueurs circulaires exposés à illumination nécessite un échantillonnage surfacique comportant deux pixels par diamètre minimal de bille. Appliquée à l'imagerie SEM de particules or\argent sub-micrométriques, cette contrainte se traduit par la nécessité d'un grossissement de mille à dix-mille ou la limitation de l'observation sur une zone de quelques cent microns de côté. Sur cette base, le traitement algorithmique de clichés se décline en trois parties : conditionnement et préfiltrage de l'image, extraction éventuelle des électrodes, seuillage-binarisation et statistique des grains. On montre notamment la complémentarité des approches fréquentielles et géométriques pour l'identification des propriétés globales de l'image d'une part (biais d'illumination, orientation des électrodes éventuelles) et la sélection d'objets représentatifs d'autre part (grains de tailles valides, électrodes). En perspective, ces méthodes pourront être étendues à la différenciation de l'influence d'électrodes structurées et/ou d'un support semiconducteur sur les processus biochimiques, tels que l'hybridation d'ADN et son marquage or\argent ou la croissance de cellules vivantes. L'une des questions posées concerne en particulier la proportion de produits réactifs se déposant dans un espace interélectrodes où s'effectue préférentiellement la détection électrique.

Sur ce dernier point concernant la mesure électrique de biomarqueurs, le Chapitre II propose ensuite une synthèse des modèles, équations et algorithmes de calcul qualifiés pour la conception de capteurs à substrat stratifié pourvus d'électrodes planaires – interdigitées. Le passage en revue des modèles publics permet une remise à plat des présupposés théoriques qui les fondent et aboutit à une reformulation logicielle compacte, qualifiée sur une gamme élargie de dimensions coplanaires et variétés de substrats. Parmi ses contributions principales, ce chapitre dérive les équations asymptotiques des couplages interélectrodes sur film fin ainsi que leurs seuils de calculabilité par transformations conformes, et propose un algorithme de combinaison multicouche générique – fonctionnant quel que soit l'ordonnement des couches en substrat stratifié. Ces développements s'accompagnent en outre de l'identification d'épaisseurs ou profondeurs de substrat particulières, qualifiées d'« isotropiques », qui délimitent les champs proche et lointain. De formulation très simple, ces coordonnées se retrouvent comme points d'inflexion ou *extrema* locaux dans la plupart des

caractéristiques étudiées et se présentent ainsi comme des points de référence exploitables par l'analyste. En termes de conception et qualification des modèles, ce chapitre présente aussi les paramètres de maillage nécessaires aux simulations par éléments finis, servant de base à la validation systématique des modèles analytiques. A ce stade, les perspectives ouvertes concernent l'extension des modèles par inclusion des effets propres aux lignes de transmission. Les équations à film fin et/ou en substrat multicouche pourraient bénéficier d'une telle approche, mais le principal sujet de discussion concerne la combinaison des couplages intérieurs et extérieurs dans un dispositif réel – c-à-d. des contributions du support et du milieu extérieur.

La fiabilité des modèles coplanaires synthétisés autorise parallèlement d'aborder leur association avec une couche de marqueurs circulaires. Le Chapitre II développe à cet égard l'analyse électrostatique et statistique d'un dépôt de cylindres sur électrodes interdigitées, en le ramenant à une couche homogène *effective*. Partiellement validés par éléments finis en coupe, les résultats obtenus se présentent sous des formes relativement simples d'épaisseurs et permittivités équivalentes. Parmi les enseignements de cette approche, on notera qu'un dépôt à faible densité de billes se comporte comme une couche trois fois plus épaisse que la distance qui les sépare. Autrement dit, un dépôt granulaire sur électrodes coplanaires ne peut pas être considéré comme une couche d'épaisseur fixe car son influence effective s'étend au-delà du dépôt réel. En terme de perspectives, le modèle électrostatique de couplage inter-billes actuellement restreint à un seul couple de cylindres pourra d'abord être amélioré par prise en compte d'une plus grande série de billes. Ensuite, le modèle statistique de distribution des grains pourra différencier la contribution d'un marqueur placé entre les électrodes ou bien à leur surface.

Plus globalement, ce chapitre ouvre la voie à l'étude intensive et au prototypage rapide de dispositifs électroniques à électrodes planaires, auparavant soumis aux contraintes de calcul intensif propres aux outils de simulation numérique spécialisés. En particulier, les algorithmes d'analyse proposés ici permettent d'aborder la modélisation et la compréhension de dispositifs coplanaires à substrat semiconducteur.

Le Chapitre III clôture ainsi cette thèse sur un transducteur innovant nommé « ISIT », appliqué à la détection de marqueurs or\argent sur ADN hybridé. A l'intersection des transistor, capacité et résistance, l'ISIT comporte un canal semiconducteur complètement isolé dont l'impédance

complexe, essentiellement capacitive, évolue néanmoins par effet de champ entre des régimes diélectriques et ohmiques. Ce chapitre décrit notamment l'empreinte électrostatique de marqueurs métalliques et/ou chargés à l'intérieur d'un canal semiconducteur adéquatement dopé : profils de potentiel, de densité des porteurs de charge, et de résistivité. Le double intérêt de ce dispositif réside dans ses caractéristiques électriques, variables en fonction de la fréquence de mesure, et dans ses aspects géométriques dès lors que l'effet de champ de billes localisées à sa surface s'étend sur une zone plus large que les billes elles-mêmes. De ce dernier point de vue, le film semiconducteur se présente comme une loupe électrostatique susceptible de profiter de phénomènes de percolation – formation de ponts isolants interconnectés – à faible densité de biomarqueurs. Du point de vue de ses caractéristiques électriques, l'ISIT présente dans son impédance complexe des régimes de fonctionnement correspondant chacun à une partie différente de sa structure : isolant de 'grille' à basse fréquence, canal variablement résistif en régime intermédiaire, et composantes du support en hautes fréquences. Bien que sa structure et les modalités de mesures applicables soient connues dans la littérature, l'ISIT n'est pas identique aux capteurs qui lui ressemblent. En premier lieu, c'est le dopage de canal qui détermine son mode de fonctionnement, et une erreur sur celui-ci ramène le dispositif à une simple structure d'électrodes coplanaires à support passif. En corollaire, la possibilité de moduler son fonctionnement en polarisant ses électrodes autorise une optimisation et une caractérisation paramétriques, liées à un modèle déterminé lors de sa fabrication. Etant donné la nature fortement non linéaire de l'ISIT, ce dernier point est décisif car un modèle et un procédé de fabrication non concordants peuvent conduire à une perte de maîtrise de ses fonctionnalités. En dernier lieu, l'ISIT offre des propriétés intéressantes sur le plan géométrique, en détection de cibles granulaires notamment. L'intercalation d'un oxyde de 'grille' entre le film et les électrodes crée un dipôle R-C distribué sur la longueur des lignes coplanaires. Si les gammes de résistance et de capacité sont bien déterminées à la fabrication et ajustables par polarisation des lignes, la dispersion de ces propriétés distribuées dépend en revanche essentiellement de la répartition surfacique des cibles à détecter – ou excitations extérieures. Les éventuels développements futurs devront en priorité améliorer le calcul du profil résistif du canal sous effet de champ, dans le cadre d'une technologie SOI notamment. Les perspectives ouvertes plus haut pour le Chapitre II pourront en outre directement profiter au modèle analytique de l'ISIT. Enfin, la

mesure d'un tel dispositif appelle des méthodes avancées de traitement de signal.

A cet égard, le Chapitre III présente l'implémentation d'un oscillateur à relaxation publique, totalement intégré ici en micro-électronique CMOS. Ce type de plate-forme s'annonce prometteur pour la mesure R-C combinée, et ce chapitre montre sa faisabilité pour un fonctionnement proche du mégahertz en technologie UCL-2 μ m. Grâce aux commutateurs prévus pour sa configuration et au courant contrôlant sa fréquence d'oscillation, ce circuit ouvre la voie vers une méthode de spectroscopie d'impédance par relaxation diélectrique susceptible d'exploiter au mieux les caractéristiques *capacito-résistives* propres à l'ISIT, dans une perspective ultérieure de complète co-intégration.

Les évolutions applicatives envisageables pour les 'Biocapteurs à réseaux d'électrodes isolées sur semiconducteur actif' sortent par leur nombre du contexte strict de cette thèse. On pourra toutefois penser aux microcapteurs de bactéries et autres nano-électrodes à protéines non marquées, mais aussi capteurs d'humidité, de pluie, d'acidité, de température ou de pression, voire aux MEMS tels que les détecteurs de proximité micrométrique et les microphones à dispositif coplanaire placés sous membrane conductrice.