Capteurs autour des ondes de Love

Jean-Michel Friedt [1], Lamia El Fissi [1],
Laurent Robert [2], Gilles Martin [2], William Daniau [2], Sylvain Ballandras [2]
[1] *SENSeOR, Sophia Antipolis, email :* jmfriedt@lpmo.edu
[2] *FEMTO-ST/LPMO, Besançon*

Résumé

Nous proposons un rapide tour d'horizon des capteurs basés sur les perturbations des propriétés de propagation des ondes acoustiques de surface de Love. Ces ondes guidées ont été sélectionnées pour leur caractère purement transverse compatible avec une utilisation en milieu liquide et leur excellente sensibilité gravimétrique. Leur utilisation va du capteur biochimique (protéines, polymères) au capteur de gaz (variations gravimétrique et de conductivité) en passant par le capteur de viscosité et de rayonnement par calorimétrie.

Introduction

L'utilisation en milieu liquide des capteurs à ondes de surface (SAW) [1] nécessite une fluidique sur le substrat piézoélectrique compatible avec la propagation des ondes de surface, supportant les traitements aux solvants organiques utilisés lors de la fonctionnalisation des surfaces à des fins de détection d'espèces biochimiques, et étanche lors de l'ensemble de la durée d'une expérience [2]. Nous allons analyser les conditions d'utilisation de cette fluidique et proposerons quelque solutions technologiques mises en œuvre.

D'autre part, l'utilisation de nos capteurs en dehors d'un laboratoire équipé de l'instrumentation nécessaire aux caractérisations radiofréquences implique le développement d'une électronique d'interrogation embarquée sans faire de compromis sur la sensibilité de détection. Nous verrons que la disponibilité des composants commerciaux nécessaires permet aujourd'hui atteindre un tel objectif pour un coût réduit.

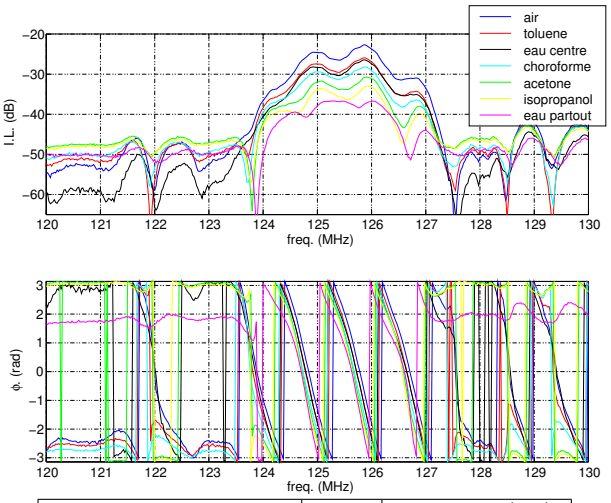
1 Nécessité de l'isolation des transducteurs

La première observation lors de l'utilisation de deux structures interdigitées (IDTs) de part et d'autre d'une cavité représentant la zone sensible est l'effondrement du signal acoustique lorsqu'un solvant aqueux atteint les structures interdigitées (Fig. 1). Notre interprétation de ce phénomène est le suivant :

1. les structures interdigitées forment des condensateurs, les champs électriques se distribuant en partie dans le quartz et en partie dans le milieu au-dessus de la surface de propagation du SAW,
2. plus la permittivité relative du milieu est élevée, plus le condensateur équivalent (à géométrie constante) est élevée et plus l'impédance présentée par ce condensateur est faible. Ainsi, en présence d'air au dessus des IDTs, le champ électrique dans le quartz ($\varepsilon_r(quartz) \simeq 5$) est cinq fois plus élevé que dans l'air ($\varepsilon_r(air) = 1$) et l'onde acoustique est efficacement générée,
3. au contraire, lorsque les IDTs sont couvertes d'eau, les champ électrique dans le quartz est 16 fois plus faibles que dans le milieu environnant du fait de la permittivité exceptionnellement importante de l'eau ($\varepsilon_r(eau) \simeq 80$). L'efficacité de la paire de transducteurs chute donc d'un facteur 80=36 dB lorsque le milieu environnant les IDTs passe de l'air à l'eau. Nous ne tenons compte de l'atténuation que sur le transducteur émetteur car en l'absence d'adaptation d'impédance, le transducteur récepteur se contente de convertir le signal acoustique en signal électrique sans participer à sa ré-émission.

Cette analyse ne tient compte que des effets capacitifs (supposant donc le comportement comme un condensateur idéal des IDTs) et suppose que la conductivité du fluide est négligeable. Le signal transmis devient inexistant si l'expérience présentée sur la Fig. 1 est réitérée en remplaçant l'eau déionisée par une solution tampon telle que utilisée en biologie. Nous négligeons aussi ici les effets de pertes visqueuses lors de la propagation de l'onde en interaction avec le solvant, ce qui peut expliquer l'inversion des courbes de l'acétone et de l'isopropanol tel que attendue si seule la permittivité est prise en compte : l'isopropanol est en effet 6 à 7 fois plus visqueux que l'acétone [3] pour des constantes diélectriques très proches.

Une telle perte d'efficacité de transduction rend les quadripôles de génération et détection d'ondes acoustiques totalement inopérants. Cette analyse nous fournit cependant l'information que cette perte d'efficacité est une propriété particulière des solvants aqueux – notamment utilisés en biologie – mais ne compromet pas nécessairement l'utilisation de telles structures avec des solvants organiques moins polaires et donc de permittivité relative plus faible que l'eau. L'utilisation de solvant organiques ne retire cependant pas la nécessité d'une technologie de fluidique confinant le liquide au dessus du chemin de propagation de l'onde acoustique : en effet, du fait de leur faible tension superficielle, l'absence de confinement résultera irrémédiablement dans l'accès du liquide aux connexions électriques et donc un couplage des informations acoustiques à des couplages diélectriques peu reproductibles.



Solvant	ε_r	viscosité (cP)
air	1	0.02
toluène C_7H_8	2.4	0.59
chloroforme $CHCl_3$	4.8	0.58
isopropanol C_3H_8O	18.3	2.26
acétone C_3H_6O	20.7	0.32
eau déionisée H_2O	79	1

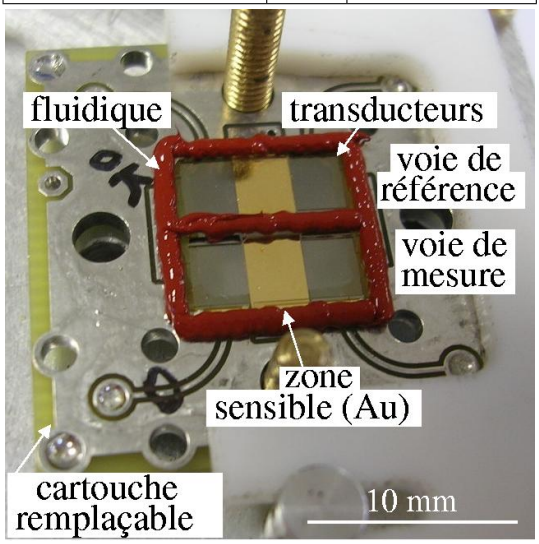


Fig. 1: Haut : réponse acoustique d'une ligne à retard ($\lambda = 40\ \mu$m) influencée par la présence de divers solvants sur la zone sensible *et* les structures interdigitées. Nous constatons que le signal chute d'autant plus que la permittivité relative ε_r du solvant est élevée. Milieu : table des permittivités relatives issues la Ref. [3]. Bas : circuit utilisé lors de la mesure, composé de deux lignes à retard (onde de Love avec couche guidante de SiO_2 de 2.5 μm d'épaisseur) dont les IDTs sont exposés au solvant. Noter que la zone sensible, complètement couverte d'or pour des raisons de chimie de surface et de nécessité d'une zone conductrice pour les applications à l'électrochimie, est ici à potentiel flottant.

2 Solutions technologiques compatibles avec la propagation acoustique

Afin de protéger les IDTs des solvants aqueux les plus communément utilisés, il nous faut répondre à plusieurs contraintes :

1. la solution doit fournir une méthode pour placer un plafond isolant à une altitude de l'ordre de la longueur d'onde acoustique au dessus des IDTs,
2. la solution doit induire de faibles pertes acoustiques puisque deux murs isolant les IDTs du solvant seront placés sur le chemin acoustique,
3. la solution doit permettre un dépôt reproductible de murs avec une largeur aussi faible que possible pour assurer l'étanchéité tout en limitant les pertes acoustiques.

Nous avons identifié deux grands ensembles de technologies compatibles avec ces requis : les résines photosensibles résistantes aux solvants organiques et permettant des rapports d'aspects importants (BCB, SU8), et les méthodes d'électroformage où l'électrodéposition d'un métal est contrainte par la présence d'une couche de résine épaisse.

Ces deux solutions (Fig. 2) – plus complémentaires que concurrentes – seront utilisées selon les applications visées du capteur. Pour des applications en électrochimie, la fluidique conductrice n'est pas appropriée et la solution en résine isolante sera sélectionnée. Pour les applications biochimiques compatibles avec les métaux utilisés (Cu, Ni), la solution d'électroformage sera choisie. En effet, un problème crucial des solutions à base de résines est leur adhérence sur la couche guidante. Dans le cas qui nous intéresse le plus souvent où la couche guidante est une couche de SiO_2 (pour des raisons de compatibilité de célérité acoustique pour le guidage de l'onde et de pertes acoustiques réduites), l'obtention d'un adhérence convenable de murs de résines de quelque dizaines de micromètres de large, plusieurs millimètres de long et de l'ordre de la centaine de micromètres d'épaisseur a été un problème technologique insurmontable. Dans les applications à l'électrochimie où une fluidique électriquement isolante est nécessaire, une couche guidante en polymère SU8 convenablement recuite est sélectionnée, offrant une bonne adhérence de la fluidique elle-même en résine SU8.

3 Passage de la ligne à retard au résonateur

Le résonateur est conceptuellement une ligne à retard avec des transducteurs de longueur infinie. En pratique, cette longueur infinie s'obtient en réfléchissant l'onde acoustique dans la cavité par un miroir de Bragg placé derrière chaque transducteur avec une efficacité aussi importante que possible. Ainsi, alors que la ligne à retard est caractérisée par un sinus cardinal de largeur inversement proportionnelle à la taille des IDTs, le résonateur se caractérise idéalement par un Dirac à la fréquence de résonance de la structure. Cependant, à notre fréquence de travail de 125 MHz ($\lambda = 40\ \mu$m), un miroir de Bragg efficace aurait des dimensions excessives compte tenu de la grande densité de capteurs visée sur chaque wafer. Nous proposons donc d'utiliser la réflexion de l'onde acoustique sur les bords polis du transducteur afin de transformer une ligne à retard en résonateur (Fig. 3). Nous avons pu à ce jour obtenir ainsi des facteurs de qua-

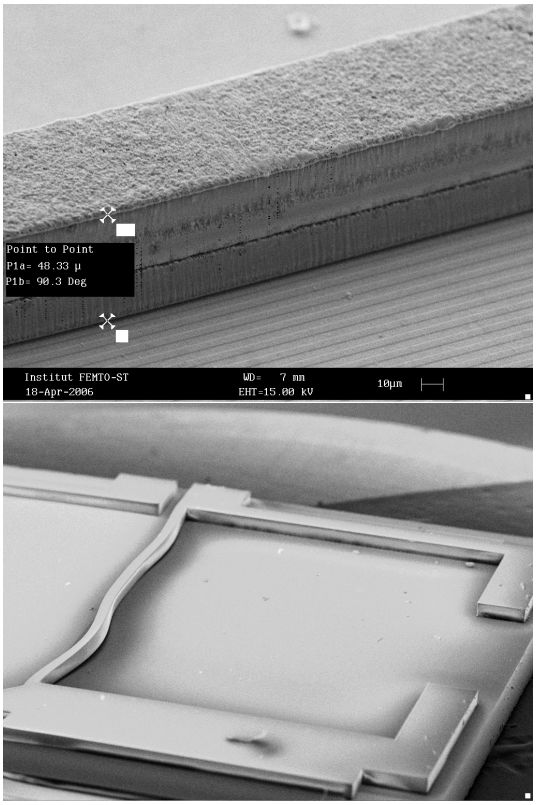


Fig. 2: Haut : exemple de murs de nickel électroformé de 60 μm de hauteurs, 40 μm de largeur, utilisé pour l'isolation fluidique de la zone de mesure (à gauche sur la photo) et les IDTs (à droite). Bas : exemple caricatural des problèmes d'adhérence des murs de SU8 épais sur couche guidante de SiO_2.

lité de l'ordre de 3500 à 125 MHz, mais avec un spectre comprenant une multitude de pics parasites a quelques dB en deçà du pic principal. Nous proposons donc aussi une nouvelle méthode d'interrogation à base de synthèse numérique de fréquence qui suit la fréquence à laquelle la phase du résonateur est égale à une valeur de consigne connue, algorithme *a priori* plus souple que la réalisation d'un oscillateur analogique dont on mesure la fréquence.

4 Mécanismes de la mesure

Les perturbations de la propagation d'une onde acoustique de surface sont de trois natures :

1. les effets gravimétriques qui induisent une variation de la célérité de l'onde acoustique (baisse de la célérité),
2. les effets visqueux qui induisent à la fois une perte de l'efficacité de transduction de l'onde acoustique (augmentation des pertes d'insertion) et de la célérité de l'onde,
3. les effets diéléctriques tel que décrits auparavant (section 1). Cet effet peut être annulé en couvrant la zone de propagation de l'onde acoustique en contact avec le milieu contenant le réactif par une couche conductrice (métallique) reliée à un potentiel fixe.

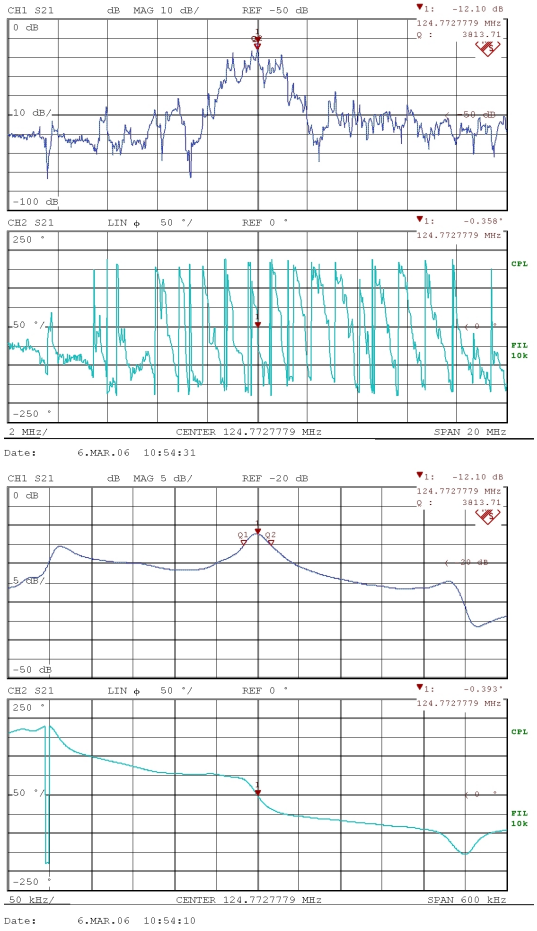


Fig. 3: Exemple de ligne à retard (couche guidante : SiO_2 de 2.5 μm d'épaisseur) à 4 doigts par période utilisant les réflections de l'onde acoustique sur le bord du capteur pour une utilisation en résonateur. Le facteur de qualité ainsi atteint est de l'ordre de 3500 à 4000 à 125 MHz pour donner un produit $QF \simeq 5 \times 10^{11}$ qui, loin de l'état de l'art en terme d'application source, offre la perspective d'un résonateur compact et compatible en terme de microfluidique avec le montage en ligne à retard.

5 Instrumentation d'interrogation

Si les capteurs à ondes de surface sont destinés en dehors des laboratoires équipés de matériel de test radiofréquence (analyseur de réseau et compteurs de fréquence), une électronique dédiée de coût réduit, simple d'utilisation et transportable doit être développée. Le coût réduit est aujourd'hui accessible grâce à la disponibilité de composants performants dans la plage radiofréquence tels que les synthétiseurs de fréquence (DDS), amplificateurs et démodulateurs I/Q à faible coût fonctionnant au moins jusqu'à 180 MHz. La portabilité est fournie par l'essor massif des systèmes embarqués programmables, le faible coût étant là apporté par les logiciels opensource (uClinux). Finalement, l'utilisation d'une interrogation *en boucle ouverte* (excitation du capteur à fréquence connue et interrogation de la réponse en phase et magnitude à cette fréquence) nous affranchit de l'étape fastidieuse de validation des conditions de phase

et de gain sur l'amplificateur destiné à monter le capteur en oscillateur, opération qui nécessite souvent une instrumentation de teste radiofréquence pour être couronnée de succès.

Dans le cas d'une ligne à retard où la réponse s'étend sur une large bande spectrale sur laquelle la phase est linéaire avec la fréquence, nous sélectionnons une fréquence fixe de travail correspondant à un maximum de signal acoustique transmis (minimum des pertes d'insertion) et une plage de linéarité de la phase : en effet, une adsorption de couche se comportant de façon purement rigide se traduira par une simple translation de la réponse fréquentielle du capteur vers les basses fréquences, tandis qu'une interaction viscoélastique se traduira par une translation du signal vers les basses fréquences combinée à une atténuation du signal. L'algorithme de mesure se contente donc de fixer une fréquence de travail et de lire phase et magnitude issus d'un démodulateur. Cet algorithme n'est pas fonctionnel pour un résonateur dont la phase n'est pas linéaire avec la fréquence sur une plage de mesure suffisamment importante : dans ce cas l'algorithme de mesure doit suivre la fréquence pour laquelle la phase est égale à une valeur de consigne, simulant ainsi le comportement d'un oscillateur analogique (respect de la condition de phase dans les conditions de Barkhausen d'oscillation) mais considérablement plus souple d'emploi pour un utilisateur qui n'est pas familier avec les réglages d'un oscillateur.

Nous avons à ces fins assemblés (Fig. 4) un synthétiseur de fréquence dont la stabilité en fréquence est déterminée par la stabilité de l'oscillateur maître (25 Hz mesurés à 125 MHz sur 12 h avec un oscillateur TTL commercial très faible coût), des amplificateurs servant de tampon avant d'exciter les voies de référence et de mesure du capteur, avant une mesure de phase et de magnitude relative par un démodulateur I/Q commercial précédé d'un étage d'amplification approprié. Cette électronique analogique est pilotée par un processeur Coldfire fonctionnant sous uClinux (carte SSV DNP/5280), fournissant la connectivité TCP/IP et le stockage de masse non volatile des informations acquises *via* les convertisseurs analogique-numériques disponibles.

Nous avons validé par ailleurs l'extension en fréquence de ce principe en asservissant un oscillateur contrôlé en tension (VCO) sur la sortie du DDS pour ainsi faire fonctionner ce même circuit jusqu'à 434 MHz : les amplificateurs et démodulateur I/Q étant fonctionnels au-delà du GHz, la disponibilité d'une source de fréquence est simplement contrainte par la disponibilité du VCO et du diviseur de tension approprié dans la gamme de fréquence sélectionnée.

6 Conclusion

Nous avons brièvement présenté quelque développements sur les capteurs à ondes de Love visant à étendre leur utilisation en milieu liquide (application biocapteur) en répondant à un certain nombre de contraintes sur la fluidique et l'électronique d'interrogation pour l'utilisation dans des laboratoires qui ne sont pas dédiés aux tests radiofréquence. Nous n'avons pas ici abordé les aspects d'interprétations des résultats obtenus (pertes d'insertions et variations de phase à fréquence fixe dans la bande passante de la ligne à retard) qui nécessite une étape de modélisation incluant la viscosité du fluide. Une telle étape est nécessaire pour convertir des informations acoustiques en propriétés physiques pertinentes des couches biochimiques adsorbées [4].

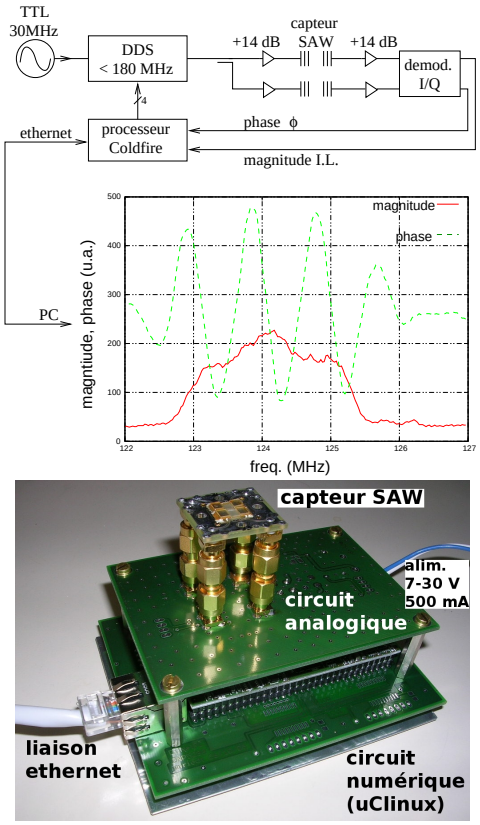


Fig. 4: Schéma de principe de l'électronique d'interrogation des capteurs à onde de Love (plage d'utilisation : 125±4 MHz), et implémentation de ce montage en un circuit embarqué autonome de 11×9×4 cm^3.

Références

[1] E. Gizeli, *Acoustic transducers*, dans *Biomolecular Sensors*, E. Gizeli & C.R. Lowe Eds. ; Taylor & Francis : London (2002)

[2] K. Länge, G. Blaess, A. Voigt, R. Götzen, M. Rapp, *Integration of a surface acoustic wave biosensor in a microfluidic polymer chip*, Biosensors and Bioelectronics (2006) doi :10.1016/j.bios.2005.12.026

[3] *Handbook of physics and chemistry*, 62nd Ed. 1981-1982, CRC Press

[4] M. Rodahl, F. Höök, C. Fredriksson, C. A. Keller, A. Krozer, P. Brzezinski, M. Voinova, B. Kasemo, *Simultaneous frequency and dissipation factor QCM measurements of biomolecular adsorption and cell adhesion*, Faraday Discuss., **107** 229 (1997)