



HAL
open science

Conception de microsystemes à base d'actionneurs en SU8 pour la manipulation de micro-objets en milieu liquide et transfert vers milieu quasi-sec

Matthieu Lagouge

► **To cite this version:**

Matthieu Lagouge. Conception de microsystemes à base d'actionneurs en SU8 pour la manipulation de micro-objets en milieu liquide et transfert vers milieu quasi-sec. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université des Sciences et Technologie de Lille - Lille I, 2006. Français. NNT: . tel-00084755

HAL Id: tel-00084755

<https://theses.hal.science/tel-00084755>

Submitted on 10 Jul 2006

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

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

THESE

n° d'ordre: 3786

présentée à

**L'Université des Sciences et Technologies
de Lille**

en vue de l'obtention du grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ

Spécialité: **Micro-ondes et Microtechnologies**

Conception de microsystèmes à base d'actionneurs en SU8
pour la manipulation de micro-objets en milieu liquide et
transfert vers milieu quasi-sec

par **Matthieu LAGOUGE**

soutenue le 30 janvier 2006

Président
du Jury

Mr. Alain CAPPY,

Professeur à l'Université de Lille I – I.E.M.N.

Rapporteurs

Mr Alain BOSSEBOEUF,
Mr Tijani GHARBI,

*Directeur de Recherche CNRS – I.E.F.
Professeur à l'Université de Franche-Comté*

Directeur
de Thèse

Mr Dominique COLLARD,

Directeur de Recherche CNRS - I.E.M.N.

Membres
du Jury

Mr Lionel BUCHAILLOT,
Mr Bernard VANDENBUNDER,
Mr Eric LECLERC,

*Chargé de Recherche CNRS - I.E.M.N.
Directeur de Recherche CNRS – I.R.I., I.B.L.
Chargé de Recherche CNRS – U.T.C.*

Remerciements

Une thèse ne pouvant se faire seul, l'auteur souhaite adresser ses remerciements aux personnes suivantes :

- Mr. Dominique COLLARD, directeur de thèse, qui aura également fait découvrir la discipline à l'auteur
- Mr. Lionel BUCHAILLOT, responsable de groupe énergétique et correcteur de chapitres à grande vitesse
- L'auteur de ce mémoire tient à remercier particulièrement le Pr. Beom-joon KIM pour avoir largement contribué à sa formation à la microfabrication et lui avoir fait profiter de sa grande expérience des manipulations en salle blanche, tout comme sa toujours bienveillante collaboration.
- Remerciements tout particuliers également à Mrs Philippe MULLER et Bernard LEGRAND, pour avoir partagé le fruit de leurs développements en termes de gravure profonde. Merci de plus à ce dernier pour ses corrections durant la rédaction.
- Merci également à Mr. Karim SEGUENI-«mouai», qui aura mis un point d'honneur à apporter des suggestions constructives durant la rédaction du mémoire et avec qui l'auteur a souvent eu l'occasion de discuter de points techniques.
- Merci à Melle Élodie PAILLART, assistante-turbo!!
- Remerciements également à Mr. Jean-Baptiste BUREAU, expert MEB officiel de l'équipe.
- Merci aussi à tous les membres du groupe non cités ci-dessus, passés et présents, pour avoir contribué à maintenir une ambiance agréable au travail : Mr Emmanuel QUÉVY, Mr Philippe BASSET, Mr François CONSEIL,

Mr Olivier MILLET, Mr Manabu ATAKA, Melle Anne-Sophie ROLLIER-«hein ? mais c'est taré ?!», Melle Quynh-Huong DUONG (qui je l'espère me pardonnera toute éventuelle faute d'orthographe dans son prénom), Mr Matthieu GAUDET, Mr Cédric DESCATOIRE, Sir Steve ARSCOTT (non, il n'a pas le titre mais je n'ai que peu souvent l'occasion de le dire de toute façon...), Mr Tristan PICHONAT, qui nous fera une démonstration de danse africaine pour célébrer la soutenance de ces travaux (si si, mais il ne le sait pas encore), Mr Vincent SENEZ, Mr Marc FAUCHER, Melle Hala GHANDOUR (et cette fois je pense ne pas m'être trompé dans l'orthographe!!), Melle Ai KAMITANI, et enfin Mr Abdel Kader AYAD.

- Grand merci au personnel des centrales technologie, dont certains, qui se reconnaîtront, m'auront plus d'une fois dépanné là où rien ne les y obligeait.

En plus de ces personnes présentes au travail, l'auteur souhaite également remercier ses parents, tant pour leur soutien moral que matériel, sans qui l'aboutissement de cette thèse aurait été compromis !

Enfin, l'auteur tourne ses pensées vers Melle Dixin ZHANG "Tu finiras quand ? ! Je te donne le pression ! !", qui semblait plus que toute autre pressée que ces travaux se terminent...

Table des matières

Table des matières	5
1 Manipulation de micro-objets en milieu liquide	15
1.1 Introduction	15
1.2 Problématique du milieu liquide	17
1.3 La voie hydrodynamique	18
1.4 Micropinces optiques : manipulation directe et indirecte	24
1.4.1 Fondements de la manipulation optique	24
1.4.2 Développements du procédé	26
1.4.3 Performances et limitations	31
1.5 Pincés magnétiques	33
1.5.1 Évolution de la technologie	33
1.5.2 Pincés magnétiques modernes	33
1.5.3 Conclusion sur les pincés magnétiques	41
1.6 Manipulation d'objets par contact	41
1.6.1 Le contact mécanique	41
1.6.2 Les manipulateurs par contact dédiés	43
1.7 Bilan des techniques de manipulation en milieu liquide	56
2 Manipulation de micro-objets par champs électromagnétiques	59
2.1 Introduction	59
2.2 Théorie : De la charge électrique à la polarisation	60
2.2.1 Charges et dipôles électrostatiques	60
2.2.2 Polarisabilité	61
2.2.3 Effet de la polarisation sur le champ électrique	63

TABLE DES MATIÈRES

2.3	Cas d'une sphère diélectrique soumise à un champ électrique extérieur	64
2.3.1	Hypothèses	64
2.3.2	Champ électrique dépolarisant	64
2.3.3	Cas d'une sphère de permittivité complexe dans un milieu environnant de permittivité complexe	66
2.3.4	Moment dipolaire de la sphère	67
2.4	La diélectrophorèse	70
2.4.1	Introduction	70
2.4.2	Force générée dans un gradient de champ électrique	71
2.4.3	Applications de la diélectrophorèse	74
2.4.4	Diélectrophorèse à ondes progressives	95
2.5	Conclusion sur la diélectrophorèse	101
	Bilan sur la manipulation automatisée de micro-objets	103
3	Microsondes	107
3.1	Introduction	107
3.2	Modélisation de la flexion spontanée	109
3.2.1	Contraintes résiduelles d'un matériau	109
3.2.2	Matériau en flexion	112
3.2.3	Bicouche polysilicium-SU8	116
3.2.4	Calculs numériques	122
3.3	Modélisation de l'actionnement thermique	124
3.3.1	Sur l'actionnement thermique	124
3.3.2	Fonctionnement du bilame	125
3.3.3	Effet Joule et propagation de la chaleur	130
3.3.4	Simulations sous Ansys TM	135
3.4	Procédé technologique	139
3.4.1	Fabrication du canal	140
3.4.2	Passivation et formation de l'électrode de mesure	141
3.4.3	Couche sacrificielle	143
3.4.4	Partie structurelle	146

3.4.5	Métallisation	149
3.5	Caractérisation et tests	152
3.6	Bilan du travail sur les microsondes	155
4	Conception d'un système d'extraction d'objets d'un milieu liquide vers un milieu sec	157
4.1	Introduction et concept	157
4.2	Le convoyeur diélectrophorétique	159
4.2.1	Topographie des électrodes	159
4.2.2	Simulations par éléments finis des champs électriques	160
4.3	Modélisation de l'actionneur SU8-or	165
4.3.1	Géométrie de l'actionneur	165
4.3.2	Modélisation de la géométrie de la structure sous contraintes résiduelles arbitraires	167
4.3.3	Étude de la SU8	169
4.3.4	Géométrie initiale	173
4.3.5	Actionnement thermique	180
4.3.6	Actionnement électrostatique	184
4.4	Bilan de la phase de conception	187
5	Réalisation technologique du système d'extraction de cel- lules	189
5.1	Du modèle à la réalisation	189
5.2	Quelques mots sur la fabrication en microtechnologie	190
5.3	Description du procédé technologique	191
5.3.1	Procédé technologique étape par étape	191
5.3.2	Au-delà de la description...	195
5.4	La gravure du canal	196
5.4.1	Problématique et faces cristallines	196
5.4.2	Agents de gravure chimique	197
5.4.3	Résultats des tests	200
5.4.4	Paramètres retenus	203
5.5	Électrodes dans le canal	204

TABLE DES MATIÈRES

5.5.1	Géométrie de surface	204
5.5.2	Lithographie	204
5.5.3	Gravure du polysilicium	208
5.6	Réalisation de l'actionneur	219
5.6.1	La résine SU8	219
5.6.2	Essais préliminaires pour $2\mu\text{m}$ d'épaisseur	219
5.6.3	Réalisation à $5\mu\text{m}$ d'épaisseur	221
5.6.4	Métallisation	221
5.7	Libération	225
5.7.1	La libération, une étape hautement critique...	225
5.7.2	Les agents de gravure de la couche sacrificielle	227
5.7.3	Expérimentations et résultats	228
5.8	Bilan des réalisations technologiques	230
6	Tests et caractérisation du micro-extracteur	233
6.1	Problématique des tests	233
6.1.1	L'actionneur	233
6.1.2	Le convoyeur diélectrophorétique	234
6.2	De la précision sur les mesures	234
6.3	Outils de caractérisation	235
6.4	Déformation initiale de la structure	236
6.5	Caractérisation de l'actionnement électro-thermique	238
6.5.1	Excitation électrique	238
6.6	Caractérisation de l'actionnement électrostatique	243
6.6.1	Géométrie et contrôle des déformations	244
6.6.2	Forces des modes d'actionnement	247
6.6.3	Fiabilité de l'actionnement	248
6.6.4	Conclusion sur l'actionneur	248
6.7	Test de la diélectrophorèse	248
6.8	Test combinant l'actionneur et la diélectrophorèse	250
6.9	Conclusion sur la caractérisation	250
	Bibliographie	255

A	Procédé de fabrication des microsondes	267
B	Banc de test	273
B.1	La station sous pointes	273
B.2	Carte à pointes	274
B.3	Plans et schémas de l'ensemble carte+boîtier	275
B.3.1	Géométrie des contacts	275
B.3.2	Schémas de connexion du boîtier et de la carte	275

TABLE DES MATIÈRES

Introduction générale

Un Microsystème est un composant intégré, dont la taille varie de la centaine de nanomètres jusqu'à quelques millimètres. Leur technologie est issue de celle de la micro-électronique, et on peut en dire qu'il s'agit d'une discipline dérivée.

Là où la micro-électronique tend à réduire la taille de composants capables de traiter un signal électrique, l'enjeu des microsystèmes est de permettre, sur la même échelle, d'intégrer des fonctions de détection, de mesure, mais aussi d'action sur leur environnement.

Ainsi, la première application phare à avoir émergé dans le milieu industriel et dans la vie courante, est le micro-accéléromètre, capable de détecter les chocs et déclencher les coussins gonflables de sécurité pour automobile¹. Son évolution l'amène maintenant à être utilisé comme instrument de navigation pour des applications militaires et bientôt pour les systèmes de navigation destinés au grand public.

Le deuxième domaine dans lequel les microsystèmes ont percé est l'optique. Une matrice de micromiroirs peut servir d'interrupteur pour éclairer ou non un écran. Ainsi, le *Digital Light ProcessorTM* de *Texas Instrument* équipe déjà des téléviseurs hauts de gamme et les vidéoprojecteurs. Des routeurs optiques peuvent, en un volume restreint, proposer un système d'adressage de fibres optiques (la lumière arrivant dans les fibres optiques d'entrée peut être dirigée vers une des fibres optiques de sortie au choix de l'utilisateur et dynamiquement). Des implants existent pour donner la vue, sous certaines conditions, aux non-voyants.

¹ou *airbags*

TABLE DES MATIÈRES

Un autre débouché sur lequel l'industrie espère beaucoup des microsystèmes est le domaine des radio-fréquences. Des interrupteurs micromécaniques seront plus robustes et plus sûrs que les traditionnels interrupteurs électroniques, et des microrésonateurs pourront, à terme, éviter les coûteux composants électroniques non-intégrables encore nécessaires aux télécommunications. Les filtres microsystèmes pourraient bien devenir incontournables dans les téléphones portables comme sélecteurs de fréquences, ou dans les radars.

Pourtant, le plus vaste sujet d'exploration est encore à venir. De part leur taille, leur aptitude à mesurer et agir sur des objets microscopiques est des plus prometteuses, notamment pour les applications biologiques. La manipulation de brins d'A.D.N. nécessite des instruments d'une précision extrême, qui commence à devenir possible grâce à des actionneurs de taille microscopique. La biologie cellulaire est une science dans laquelle il reste encore beaucoup à faire pour comprendre les mécanismes internes d'une cellule, et probablement plus encore pour l'interaction entre cellules.

Pour répondre à ce nouveau type d'applications, et permettre d'étendre encore les potentialités des microsystèmes à agir sur des objets microscopiques, des outils sont développés pour appréhender, trier, mesurer, voire modifier des micro-objets –le plus souvent des cellules biologiques–. Ces outils doivent fournir aux biologistes le moyen de récupérer des informations toujours plus précises, dans des conditions très variées, sur les constituants et les mécanismes de fonctionnement des cellules.

Les applications orientées recherche représentent un marché toujours très restreint par rapport aux grandes tendances industrielles. C'est pourquoi les systèmes développés se doivent d'être aussi peu coûteux à fabriquer que possible. De plus, une analyse de cellules nécessitant beaucoup de mesures pour être pertinente d'un point de vue statistique, l'automatisation et la parallélisation d'un procédé de mesure est essentielle, aucun opérateur ne pouvant effectuer des milliers de fois la même expérience dans un délai raisonnable.

L'objet de cette étude est de proposer des systèmes à bas coût de fabrication, capables d'effectuer des traitements originaux sur des micro-objets, et le tout avec une perspective d'automatisation de l'ensemble réaliste.

Dans un premier temps, les différents outils de manipulation de micro-objets présentés au moins en temps que prototypes seront passés en revue. Ensuite, un premier microsysteme sera exposé. Il s'agit d'un jeu de micro-sondes pour l'analyse de cellules dans un microcanal. Ce composant servira de base, tant au niveau technologique qu'architectural, au développement d'un autre systeme, dont la fonction serait d'extraire un micro-objet d'un milieu liquide vers un milieu sec, avec une fonction de convoyage, et un actionneur capable d'appréhender et sortir le micro-objet du canal. Après une étude sur la conception, le procédé de fabrication utilisé sera détaillé, puis la caractérisation du systeme sera présentée.

TABLE DES MATIÈRES

Chapitre 1

Manipulation de micro-objets en milieu liquide

1.1 Introduction

L'engouement pour les microsystèmes a permis de démontrer leur formidable potentiel pour les applications en milieux liquides. Les liquides eux-mêmes sont directement concernés, par le développement de la branche *microfluidique*. De nombreux systèmes ont été présentés : des pompes, des mélangeurs... Les applications sont nombreuses : analyses chimiques, biologiques, synthèse de produits. Ces applications se retrouvent dans des microsystèmes dits *Microsystèmes d'Analyse Totale*, (soit μTAS pour Micro Total Analysis System).

L'accroissement du savoir-faire accumulé en termes de contrôle des liquides, micro-objets, et systèmes de mesure, combiné à la maturité des technologies de traitement de l'information devrait permettre, à terme, d'imaginer des systèmes tout-en-un, dits *lab-on-chip* par exemple dans le cas d'applications médicales. Le lab-on-chip doit pouvoir embarquer des outils de prélèvement de tissus vivants, d'identification et triage du composé ciblé, d'analyse de ce composé, et d'administration de médicaments en doses infinitésimales, mais très concentrées, le tout en temps réel. Les microtechnologies permettant une production à grande échelle pour un coût relativement bas,

on peut imaginer une petite flotte évoluant dans un corps humain et permettant un soin très localisé. Dans le même ordre d'idées, on peut également concevoir une nuée de microrobots capables d'éliminer la pollution dans un milieu choisi. Les avantages de tels systèmes seraient multiples :

la quantité de réactifs nécessaire, de l'ordre du nanolitre, voire du picolitre, en s'appliquant de manière locale, au contraire des doses de médicaments moins concentrées mais qui ne peuvent généralement pas être injectées directement au niveau local et doivent donc l'être en plus grandes quantités, allant même jusqu'à entraîner des effets secondaires non désirables ;

le temps de réponse à l'apparition des symptômes, les systèmes étant en permanence dans l'organisme, ils peuvent détecter, identifier et injecter le médicament approprié bien plus vite qu'un cycle classique symptôme – consultation médicale – traitement, ce qui peut parfois être déterminant dans des cas d'urgence ;

l'autonomie d'un tel système permettrait à certains patients sous observation d'avoir la possibilité de rentrer chez eux, avec un équipement électronique relais entre les biopuces embarquées dans l'organisme, qui joueraient alors le rôle de premier secours et une centrale téléphonique capable d'alerter les services de secours ou simplement faire un rapport au médecin.

L'objectif principal étant les applications médicales, on trouve donc une grande tendance vers le développement d'outils pour la manipulation d'objets biologiques : cellules, brins d'ADN, protéines, etc. Par la suite les connaissances acquises dans ce domaine pourront être réutilisées pour d'autres domaines d'applications. On peut imaginer par exemple des microsystèmes embarqués dans des moteurs surveillant l'état de contamination d'un fluide par des débris microscopiques et pouvant diagnostiquer un début de défaillance dans son fonctionnement.

Les systèmes destinés à ces utilisations répondent à des contraintes très différentes de celles rencontrées dans la manipulation d'objets en milieu sec. La présence de l'environnement liquide complique substantiellement la tâche,

tout en offrant des possibilités non envisageables dans un environnement gazeux, voire simplement dans l'air ambiant. De plus, selon l'application ciblée pour laquelle la manipulation est requise, on distingue deux sortes de pratiques :

le piégeage, qui consiste à immobiliser l'objet visé en un point précis, pour, par exemple, effectuer des analyses ;

le pilotage, dont le but est de déplacer l'objet dans une direction choisie, ce qui peut entrer, entre autre, dans le cadre d'un tri.

Nous allons donc dans un premier temps nous intéresser aux conditions particulières imposées par le milieu liquide, avant d'aborder ensuite les différentes techniques employées pour contourner les difficultés et/ou exploiter l'environnement dans lequel évoluent les objets ciblés.

1.2 Problématique du milieu liquide

Les systèmes dédiés au fonctionnement en milieu liquide doivent répondre à des problèmes particuliers, en plus de ceux inhérents à la manipulation d'objets. Dans le cadre des microsystemes, on considèrera toujours que le liquide est confiné dans un volume restreint, que ce soit un microcanal ou un réservoir. La manipulation en milieu liquide n'implique pas que la totalité du système soit immergée. Au plus une partie de la structure sera au contact du liquide. Cependant, on devra considérer les aspects suivants du milieu environnant : sa densité, sa viscosité, s'il est statique ou s'il s'écoule (éventuellement capable d'endommager les structures solides par la seule pression qu'il exerce ou par ses turbulences!), son opacité aux techniques de mesures employées, son adhérence aux parois, son adhérence au matériau qui constitue l'éventuel actionneur, etc. Il convient également de prendre en compte la nature de l'objet à manipuler, sa taille, sa masse devant la densité du liquide, si ses propriétés surfaciques faciliteront sa manipulation ou, au contraire, le rendront quasiment insaisissable. À cela, il faut ajouter certains problèmes très spécifiques tels que, par exemple, la durée de vie des cellules biologiques dans un environnement sec. Pour chaque application visée particulière, le

système {liquide + objet} présentera des problèmes différents, posera des contraintes différentes, mais suggérera peut-être aussi des solutions particulières. Dans certains cas, il sera plus intéressant d'obtenir un flux du liquide qui entraînera les objets, pour finalement les piéger ou au moins les orienter, dans d'autres, garder le milieu liquide dans un état relativement statique et déplacer directement les objets visés. À travers les solutions présentées ici, nous verrons l'éventail des possibilités actuelles qui sont proposées.

1.3 La voie hydrodynamique

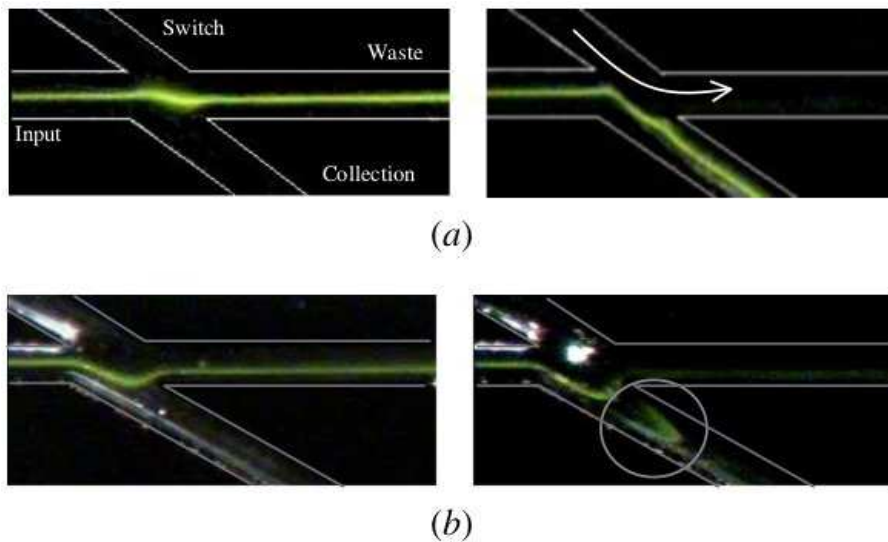


FIG. 1.1 – Image au microscope optique de liquides au croisement des canaux[1]. (a) - Un liquide témoin met en évidence le fonctionnement du système (b) - Un liquide contenant des cellules est soumis à l'expérience

La *microfluidique* a pour objectif de maîtriser les flux et pressions dans des microcanaux fabriqués en technologie microsystèmes. L'utilisation de ces techniques hydrodynamiques a donné lieu à la conception de diverses architectures permettant de placer ou déplacer des objets, le plus souvent biologiques, selon des schémas prédéfinis.

Beaucoup de systèmes existent pour effectuer du *tri cellulaire*. Cependant, le tri cellulaire est, pour simplifier, la combinaison d'un outil de mesure ou de détection et un outil de déplacement/séparation. Ne seront donc présentées ici que des techniques de manipulations proprement dites. Une exception est toutefois faite concernant les travaux de Krüger[1]. Ceux-ci présentent un système de tri de cellules, dont la fluorescence est détectée par un système optique relié à un ordinateur. Les cellules sont amenées dans un canal, formant un «X» incliné (figure 1.1). L'injection d'un autre liquide sous pression par l'autre canal incident permet de dévier le flux, ce qui en fait un cas tout-à-fait intéressant.

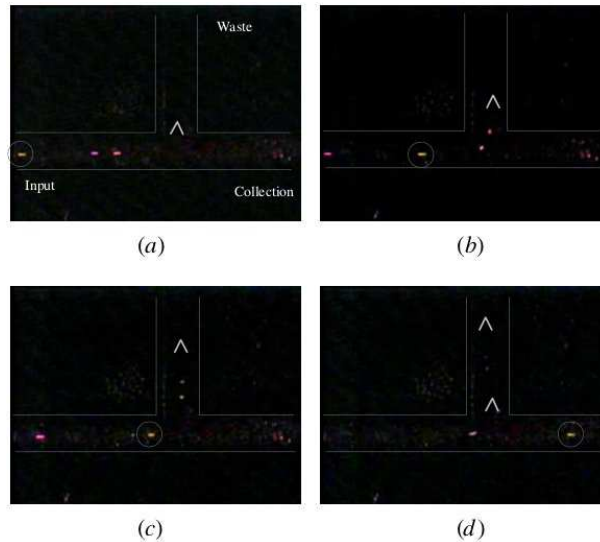


FIG. 1.2 – Image au microscope optique de microbilles au croisement du canal en T[1]. Les images (a), (b), (c), (d) montrent un cycle respectif de : soupape ouverte, soupape fermée, soupape réouverte et soupape refermée rapidement. Les billes mesurent $0.8\mu\text{m}$

L'inconvénient de cette technique est que le flux dévié est légèrement contaminé par le liquide servant de barrage. Un autre système a donc été développé, utilisant cette fois une soupape et un croisement en «T» (figure 1.2). Les jeux de pression entre les deux canaux de sortie permettent de diriger efficacement et rapidement le flux. L'auteur estime pouvoir traiter 200 billes/min.

Ceci concerne un flux d'objets continu, c'est à dire une densité de micro-objets statistiquement constante dans un liquide s'écoulant. Bien qu'il puisse orienter un flux de micro-objets (microbilles ou cellules biologiques), le tri de flux ne permet pas une manipulation fine. Au contraire, le micropositionnement est une discipline impliquant une quantité plus faible de cellules, quoi qu'effectué en parallèle, mais nécessite une bien plus grande précision.

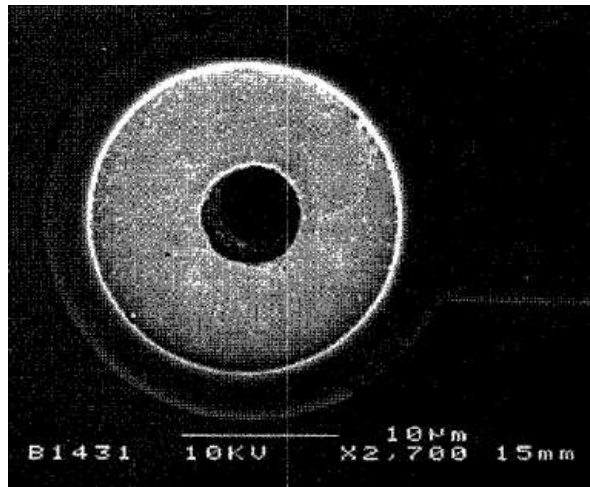


FIG. 1.3 – Image au microscope électronique d'une électrode circulaire en anneau autour d'un trou[2]

Les travaux de Thielecke[2] en 1998 montrent la possibilité de placer des cellules nerveuses sur des trous par aspiration. Une électrode circulaire en or encadre chaque trou (figure 1.3) réalisé par gravure sèche en face avant et gravure au KOH en face arrière (figure 1.4).

L'aspiration de cellules biologiques sur des trous n'est pas anodine. Les cellules sont fragiles, et une trop forte pression exercée sur leur membrane peut les endommager, voire les faire éclater.

Il convient donc de prendre quelques précautions. Une aspiration d'eau préalable sous -40kPa est d'abord effectuée, afin d'humidifier les parois du trou, permettant ainsi de s'affranchir des problèmes de tension de surface. Une fois assuré de l'uniformité du milieu, un soluté contenant les cellules est déposé sur le système. La dépression est alors augmentée progressivement

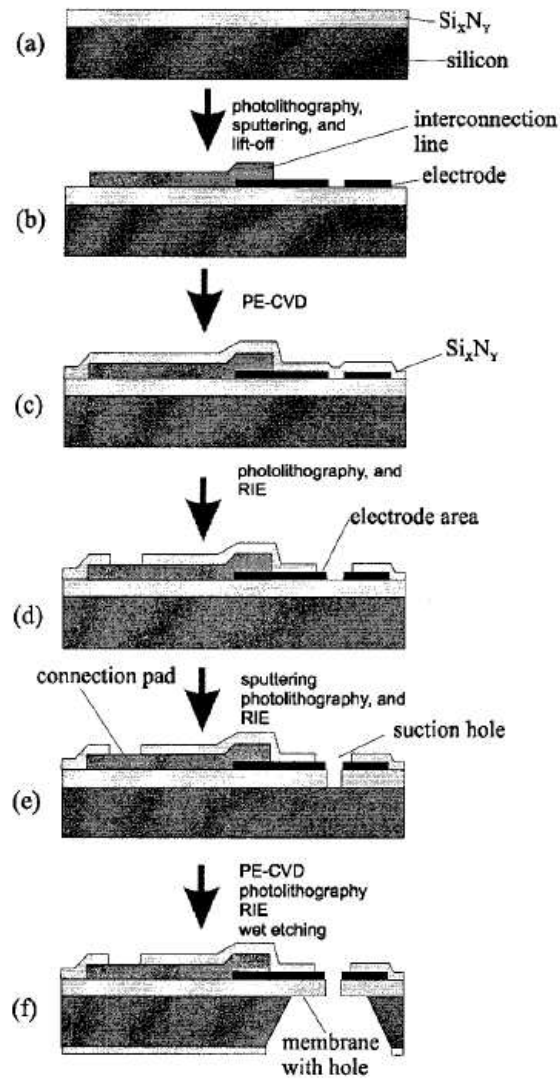


FIG. 1.4 – Schéma du procédé de fabrication des trous d'aspiration pour le positionnement de cellules[2]

jusqu'à l'observation d'un déplacement des cellules vers les trous. Au bout de 30 secondes, le pompage est arrêté. Les éventuelles cellules non en place sont rincées via un flux de soluté injecté par pipette à la surface du substrat.

Des cellules nerveuses ont pu être déposées sur les trous, suivant la taille de ceux-ci (typiquement 4 à 6 μm). A partir d'une taille trop réduite, les cellules sont endommagées (pression sur la membrane localisée), pour des tailles encore inférieures, on n'observe pas de dépôt. L'efficacité de la dépression dépend aussi de la cellule, celles-ci nécessitant de 150 à 350mbars, pour les cellules testées. Une trop forte dépression les endommage effectivement.

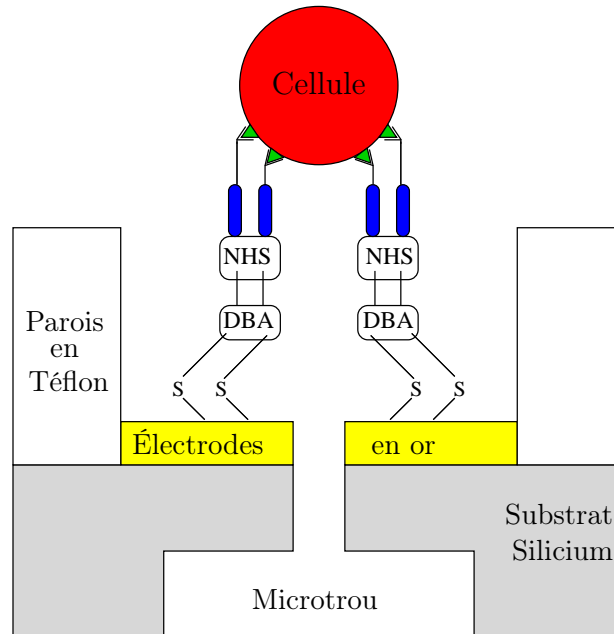


FIG. 1.5 – Schéma du trou tapissé d'anticorps dans lequel est accroché une cellule(d'après [3])

Le procédé de Thielecke a pu être amélioré au niveau de l'accroche des cellules sur les trous. C'est ainsi que Tixier[3] présente également une structure à base de trous par lesquels les cellules sont aussi aspirées pour se déposer suivant un motif précis, mais cette fois en s'accrochant à des anticorps (figure 1.5). Lors d'un premier essai, sans trou, les cellules étaient censées glisser sur la surface hydrophobe du substrat et se déposer dans des puits

garnis d'or. Le problème avéré a été que les cellules s'agrégeaient par paquets au niveau des puits.

Pour remédier à ce problème, des anticorps ont été utilisés pour accrocher effectivement les cellules, ces anticorps sont déposés au-dessus d'une série de composés chimiques, eux-même adhérant à de l'or déposé par la technique dite «*shadow mask*», qui consiste à utiliser un support opaque percé pour masquer le substrat pendant le dépôt du matériau (figure 1.6), procédé initié en microtechnologie par Döhler en 1986[4].

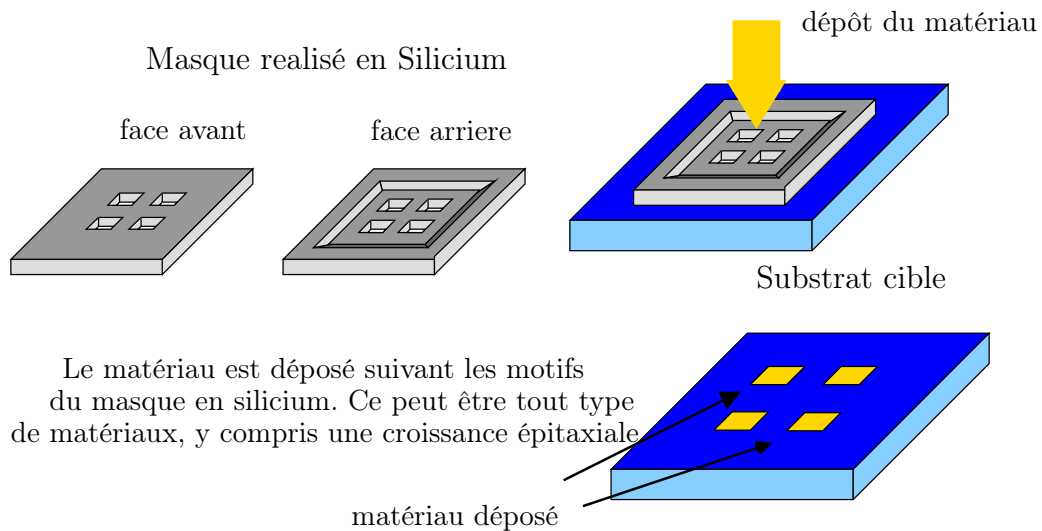


FIG. 1.6 – Schéma de principe de la technique «shadow mask»

Une réduction de la pression au niveau des trous permet de créer un effet d'aspiration. Avec des trous de $6\mu\text{m}$ de diamètre pour positionner des cellules de l'ordre de 10 à $15\mu\text{m}$ de diamètre, au positionnement, le trou est bouché. La difficulté consiste alors à doser la sous-pression au niveau des trous pour attirer efficacement les cellules, mais ne pas les endommager lorsqu'elles sont en place (leur membrane doit résister à la pression).

L'utilisation de trous et leur fonctionnalisation par dépôt d'anticorps permet de n'obtenir qu'une seule cellule par trou. Ainsi, il est possible d'appliquer ensuite de l'injection de gènes. Les zones cibles ont une taille de $20\mu\text{m}$ par $20\mu\text{m}$, le faible encombrement de chaque zone permet donc une paral-

lélisation massive du traitement. Le taux de réussite d'immobilisation d'une seule cellule par trou est quasiment de 100%!

1.4 Micropinces optiques : manipulation directe et indirecte

1.4.1 Fondements de la manipulation optique

Dès le XVème siècle, Kepler[5] émit l'idée que la lumière du Soleil pouvait influencer sur le mouvement des planètes. Il faudra pourtant attendre 1871 pour que Maxwell[6] en fasse une déduction théorique, et 1900 pour que Lebedev en ait une démonstration expérimentale.

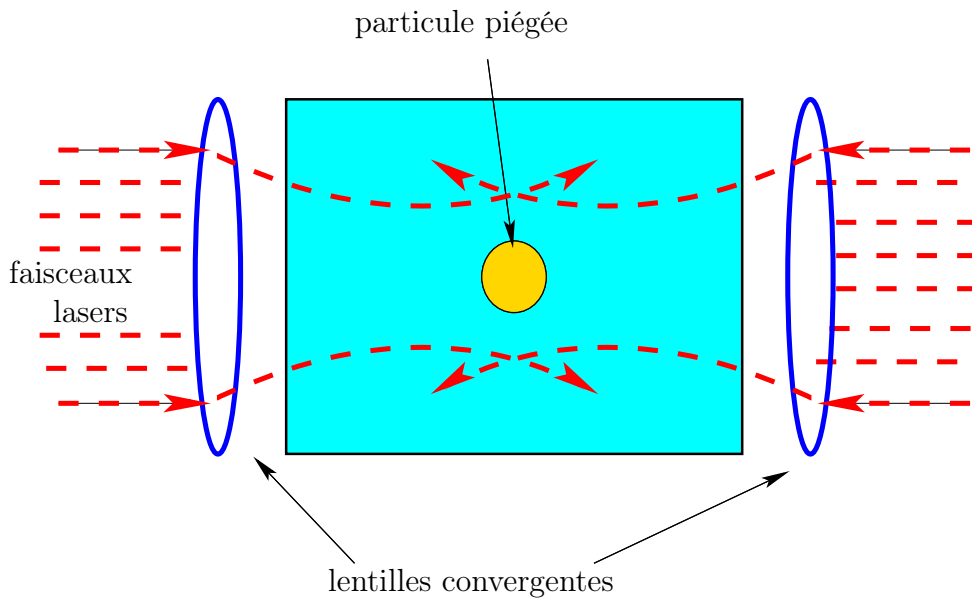


FIG. 1.7 – Schéma de piège optique à plusieurs faisceaux laser (d'après [7])

La *pression de radiation* est la force exercée par tout rayonnement électromagnétique sur une surface exposée. Dans le cas d'un rayonnement uniforme dans toutes les directions, la pression exercée sur la surface sera égale au $1/3$ de la densité volumique de radiation.

Naturellement, cette force est très faible. Mais en 1970, Ashkin[7] démontre la possibilité d'influer sur une particule grâce à un laser, et met en évidence la possibilité d'utiliser la pression de radiation pour manipuler des micro-objets, voire par la suite des molécules, ou des atomes. A l'époque, la principale difficulté est que les effets de la pression de radiation sont occultés par ceux de la *photophorèse*, de plusieurs ordres de grandeur plus importante. La photophorèse est due à l'utilisation du laser lui-même : en chauffant la cible et l'environnement de manière ciblée, on crée un gradient de température, ce qui, dans un gaz ou un liquide, induit un déplacement. Ashkin évite ce problème en utilisant des billes en latex transparentes dans un milieu liquide transparent. En combinant plusieurs faisceaux laser, il parvient à piéger des billes dans des puits de potentiels optiques (figure 1.7).

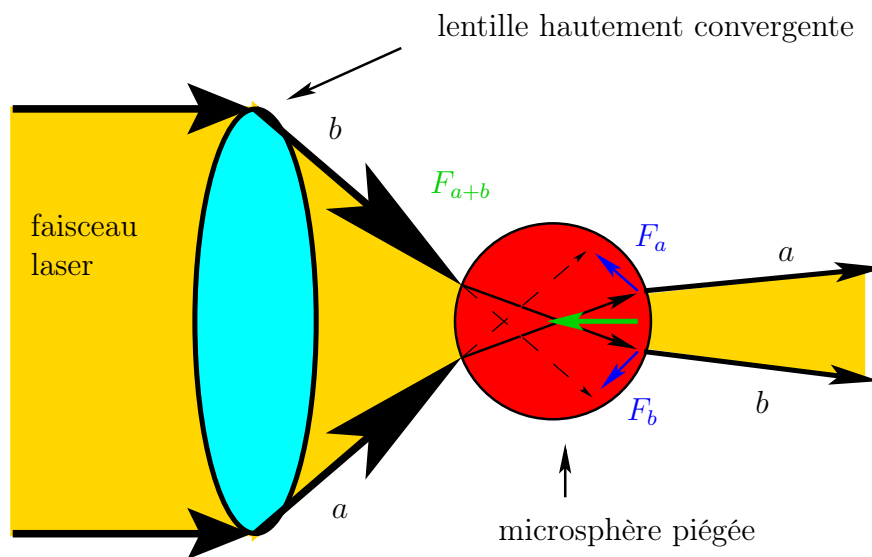


FIG. 1.8 – Schéma du piège optique à un seul faisceau laser (d'après [7])

En plus de ces travaux sur des billes en latex, il propose à peine plus tard [8] des résultats de déflexion de faisceaux atomiques neutres, afin d'effectuer des analyses cinétiques et des opérations de séparation.

Ce n'est qu'en 1986 que Ashkin démontre ce qu'on peut appeler la première *pince optique*, qui permet à l'aide d'un seul faisceau laser de créer un

gradient de force [9]. L'idée est d'utiliser une lentille pour obtenir un faisceau convergent qui traverse la cible (figure 1.8).

Par la suite, de nombreuses études [10][11][12][13][14] ont été menées afin de proposer des modèles et des des simulations numériques de la pression de radiation sur des sphères diélectriques et de l'efficacité des pièges optiques, ce afin d'entrevoir les possibles optimisations.

1.4.2 Développements du procédé

les premières expérimentations reposaient sur des assemblages artisanaux de lasers et de microscopes. Aujourd'hui, les pinces optiques sont devenues des machines à part entières, et les systèmes pour les mettre en oeuvre ont gagné en complexité et en efficacité.

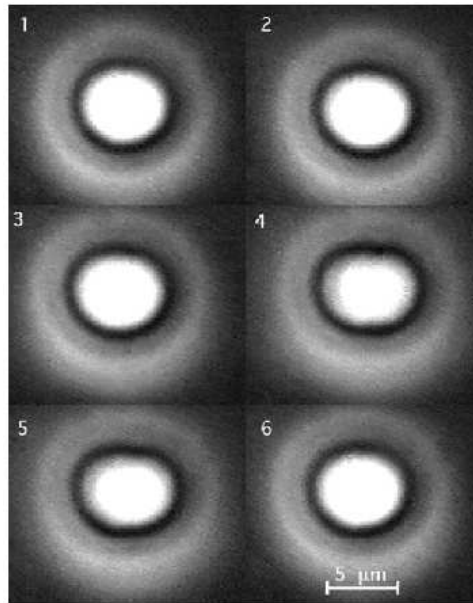


FIG. 1.9 – Image au microscope optique de la déformation d'un globule rouge sous l'effet de deux faisceaux laser [15]

Les applications sont nombreuses, à commencer par la simple manipulation de particules (atomes, cellules biologiques) [16], puis des manipulations plus complexes [17], dont les résultats permettent d'envisager des sollici-

tations mécaniques à l'intérieur même de la cellule. La déformation d'une cellule par manipulation optique a été démontrée et utilisée par Guck [15]. Des cellules nerveuses de rat et des globules rouges ont été soumises au traitement (figure 1.9) et leur module d'Young a pu être mesuré.

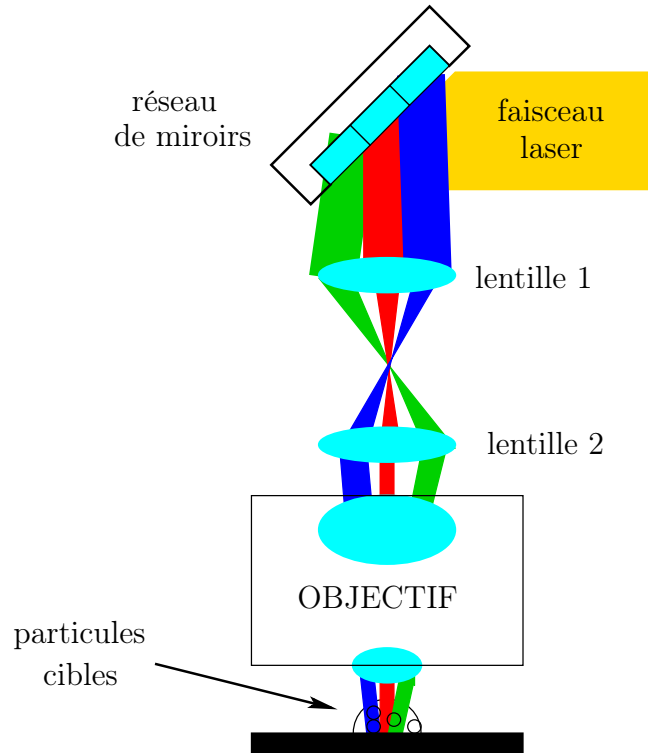


FIG. 1.10 – Schéma du fonctionnement du réseau de pièges optiques contrôlés par des micromiroirs (d'après [18])

L'utilisation d'un réseau de micromiroirs a été proposée pour permettre une manipulation simultanée de plusieurs cibles [18]. Le faisceau laser est envoyé sur un réseau de miroirs qui utilisent ensuite un jeu de deux lentilles en commun (figure 1.10).

Une utilisation des plus avancées permet grâce à un système holographique (figure 1.11), de piéger des particules suivant un schéma topologique défini, puis de les faire se relier chimiquement [19]. Le laser est modulé suivant sa phase, un ordinateur contrôlant la modulation, et on peut démontrer que pour une configuration précise, il n'existe qu'un et un seul *masque ho-*

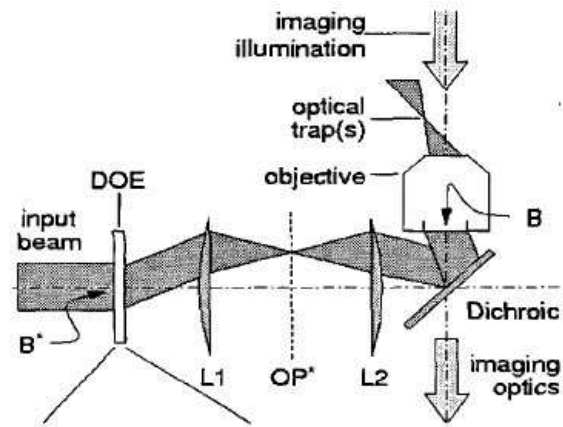


FIG. 1.11 – Schéma du montage laser holographique contrôlé par ordinateur[18]

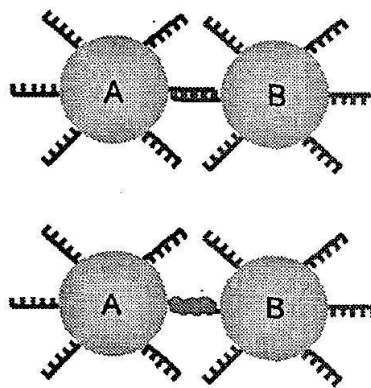


FIG. 1.12 – Schéma des liaisons chimiques établies grâce au réseau de pièges optiques[18]

lographique permettant de localiser les pièges optiques. Le montage permet une modification dynamique du masque, l'ordinateur peut donc changer la position des pièges pendant les manipulations. Ensuite, l'utilisation de substances chimiques permet de former des liens entre les objets stables. Il a ainsi été possible de relier des particules couvertes d'or, de biomolécules, ou encore d'ADN (figure 1.12).

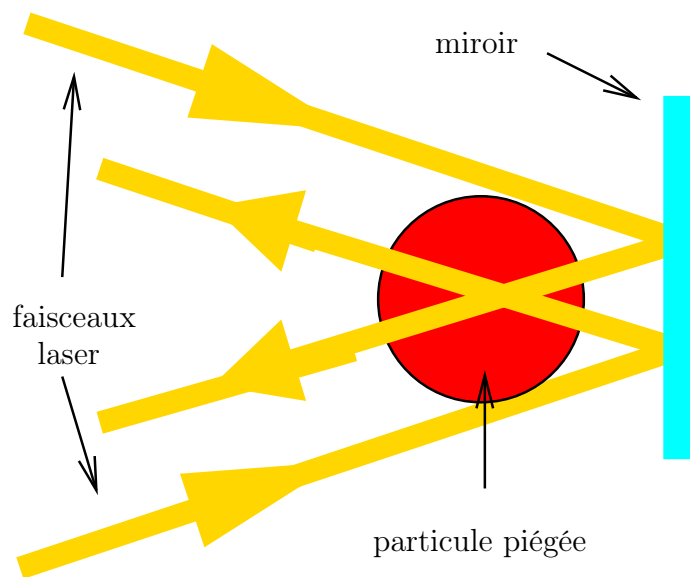


FIG. 1.13 – Schéma de la pince optique longue portée[20]

A côté de la recherche du moyen de manipuler plusieurs objets simultanément, une étude a permis de proposer un moyen d'augmenter la distance de travail entre les lentilles et la cible [20]. Le principe consiste à utiliser un miroir réfléchissant qui déplacera la focale du faisceau à proximité de la cible (figure 1.13).

Une autre application dérivée a été l'utilisation d'une pince optique couplée à un actionneur piézorésistif pour réaliser de l'imagerie en trois dimensions en milieu aqueux [21]. Une particule est piégée et déplacée sur une surface. En mesurant la lumière réfléchie, on peut identifier la position de la particule en hauteur (figure 1.14). La précision verticale obtenue est de

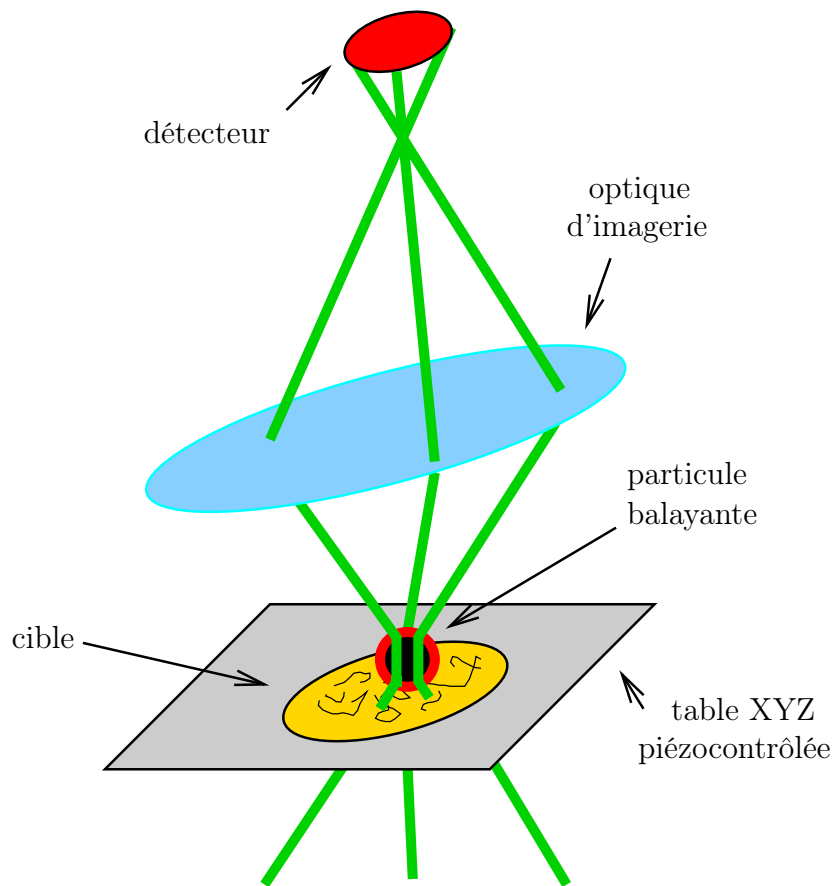


FIG. 1.14 – Schéma de l'imagerie tridimensionnelle par transport de particule piégée optiquement[21]

5nm, et de 200nm dans le plan, pour mesurer des structures de $2\mu\text{m}$, mais elle n'est, à priori, limitée que par la taille de la particule déplacée.

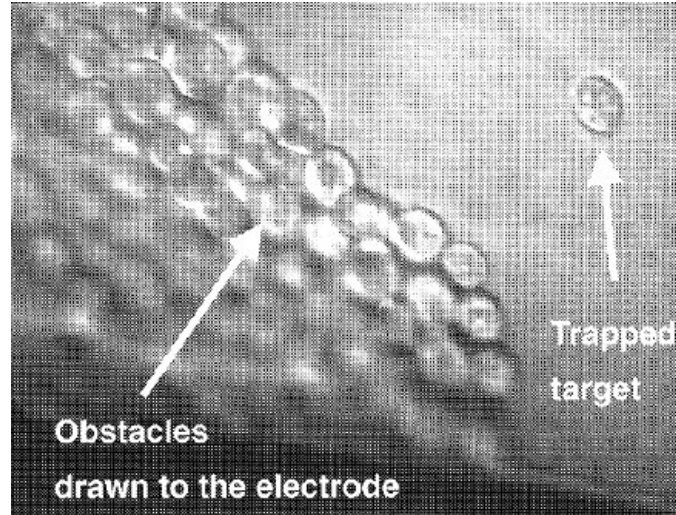


FIG. 1.15 – Image au microscope optique de la séparation de cellule par laser et diélectrophorèse[22]

Il faut noter ici l'utilisation de la particule piégée comme outil plutôt que comme objet de l'étude en soi. On retrouve cette utilisation dans le système de séparation de Arai [22], qui combine l'utilisation de la *diélectrophorèse* que nous verrons plus loin, avec les manipulations optiques pour trier des cellules. Un port d'injection pousse les cellules jusqu'à une intersection, et la manipulation optique permet d'écarter la cellule à isoler dans un canal différent du principal (figure 1.15). D'abord manipulées directement par les pinces optiques, les cellules sont ensuite poussées par un objet lui-même contrôlé (figure 1.16). Cette technique permet de ne pas endommager les cellules trop sensibles au rayonnement laser.

1.4.3 Performances et limitations

Les pinces optiques sont capables de manipuler des micro-objets en milieu fluide, mais plus particulièrement aqueux, dont la taille varie de 25nm environ (taille critique pour réussir le piégeage) à $32\mu\text{m}$ pour des forces de l'ordre de

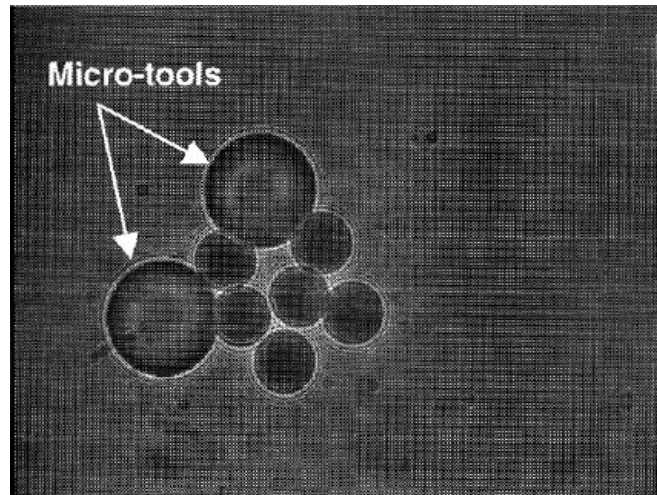


FIG. 1.16 – Image au microscope optique de l’outil de manipulation au contact d’une cellule[22]

quelques dizaines de pN et pour un laser de 100mW[12], les particules se déplaçant jusqu’à quelques $220\mu\text{m/s}$ pour une particule de $2.68\mu\text{m}$ environ et une puissance laser de 128mW[7].

Cependant, la manipulation d’objets n’est pas dénuée de défauts :

- Tout d’abord, le choix de la longueur d’onde du laser va déterminer la gamme de dimensions sur laquelle on peut agir, et l’efficacité obtenue.
- Ensuite, la cible doit être transparente, et présenter un indice de réfraction supérieur à son milieu environnant. Il est possible d’utiliser des objets intermédiaires, mais l’opération en devient d’autant plus délicate.
- Enfin, l’équipement nécessaire pour utiliser la manipulation optique est relativement complexe, et n’est pas intégrable à l’heure actuelle.

La manipulation optique est donc un formidable outil pour les travaux sur des objets répondant à certains critères, mais ne constitue pas une solution idéale à tout problème.

1.5 Pinces magnétiques

1.5.1 Évolution de la technologie

Dans la lignée de la manipulation indirecte par des pinces optiques, on trouve la manipulation par pinces magnétiques. Celles-ci ont été utilisées pour la première fois par Crick et Hughes[23] en 1950. La technique consiste à faire phagocyter des éléments contenant des particules magnétiques par une cellule, permettant à l'aide de champs magnétiques de déplacer ou effectuer des rotations de la cellule, en agissant sur les particules magnétiques. Pour Crick et Hughes, le but est d'étudier les déformations membranaires.

Les travaux récents s'orientent plus vers les sollicitations mécaniques de molécules d'ADN, lancées par Smith *et al.*[24] en 1992 avec des mesures d'élasticité. En 1994 Ziemann *et al.* [25] remplacent les aimants permanents utilisés jusqu'alors par des bobines électriques, laissant entrevoir une voie vers la possible intégration des composants.

On trouve alors des applications évoluées, telle celle de Strick[26], qui accroche des molécules d'ADN entre un support en verre et une microbille magnétique (figure 1.17). En appliquant un champ magnétique adéquat, il peut solliciter la molécule d'ADN en torsion. Il parvient ainsi à donner jusqu'à 500 rotations complètes à la microbille. On observe ainsi une transition dans l'état d'extension de la molécule d'ADN, montrant une modification profonde de la structure géométrique, qui pourrait exister lors des réplifications.

1.5.2 Pinces magnétiques modernes

Les pinces magnétiques modernes utilisent la combinaison d'un champ magnétique puissant constant combiné à un gradient de champ magnétique. Le champ magnétique permanent sature des microbilles supraparamagnétiques, portant le moment magnétique induit $\overrightarrow{m_{B_0}}$ dans les microbilles à une valeur $\overrightarrow{m_{B_0 \max}}$, donc, indépendante de la valeur du champ environnant. Le gradient de champ magnétique permet alors d'induire une force plus contrôlée :

$$\overrightarrow{F_B} = M_{B_0 \max} V \frac{dB_u}{du} \overrightarrow{u} \quad (1.1)$$

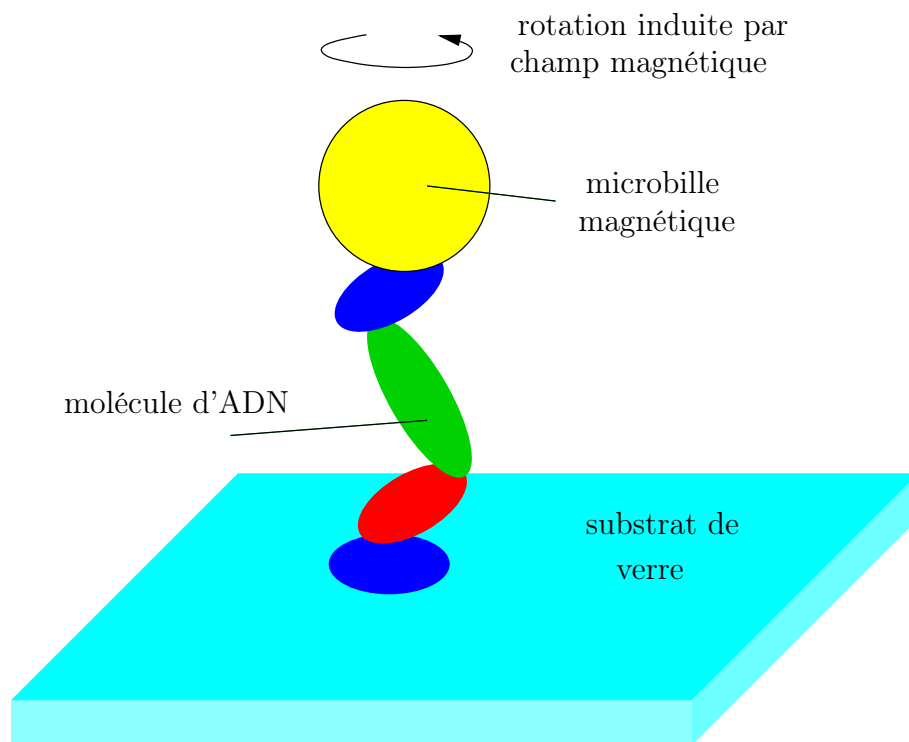


FIG. 1.17 – Schéma de la manipulation en torsion de molécule d'ADN de Strick *et al.*[26]

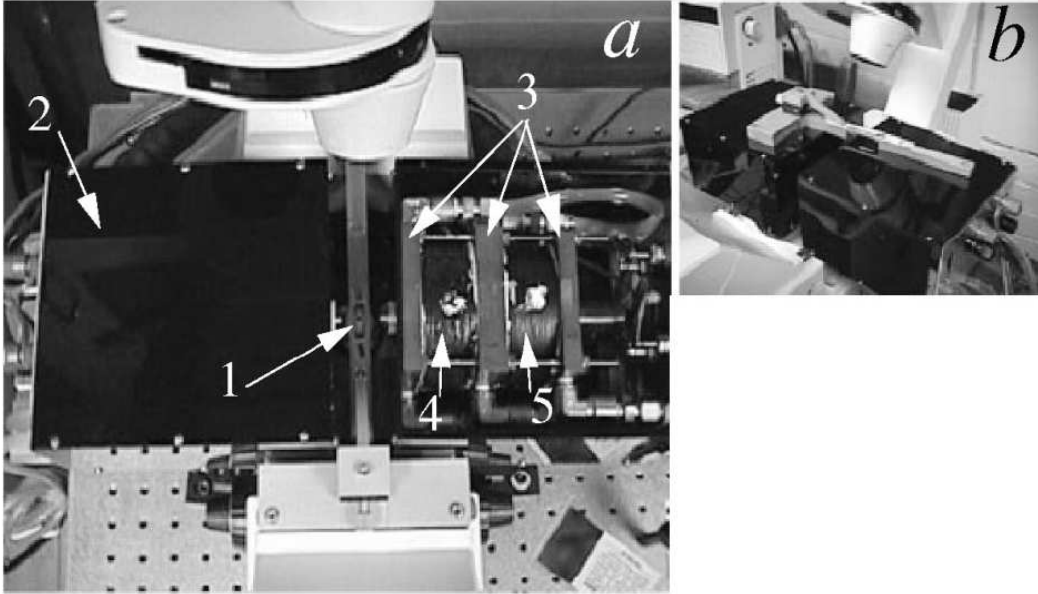


FIG. 1.18 – Photographie du système de génération de large champ magnétique et gradient de champ magnétique de Haber *et al.*[27]. a - Exposition du montage. 1-Films d'aluminium contenant l'ADN. 2-Un des deux jeux de bobines régulière et en gradient. Ils sont encapsulés dans des boîtes en plastique. 3-Systèmes de refroidissement par eau. 4-Bobine en gradient. 5-Bobine régulière. b - Les pincas optiques sont montées sur un microscope inversé lui-même monté sur une table optique pour assurer sa stabilité.

où \vec{F}_B est la force induite sur la microbille dont V est le volume, $M_{B_0 \max}$ est sa magnétisation volumique, B est le champ magnétique total, u est la coordonnée curviligne suivant la ligne de champ \vec{B} . On voit donc le besoin d'un champ constant B_0 fort et d'un gradient de champ magnétique.

Cette combinaison de champ est la clé de la manipulation par pince magnétique. Or, les précédentes techniques utilisaient des composants plutôt volumineux, et qui ne généraient qu'un faible gradient de champ, donnant des forces induites de l'ordre du dixième de picoNewton sur une distance de 1cm...

Haber *et al.*[27] ont conçu un système capable de générer des gradients de champs magnétiques plus importants, tout en occupant un volume plus restreint et compatible avec le montage autour d'un microscope conventionnel.

Ce montage a été optimisé par des outils de conception assistée par ordinateur. La figure 1.18 présente le système fabriqué obtenant des gradients de champ de 40T/m à 2cm et 100T/m à 1.5cm. Le système utilise deux jeux de bobines, chacun contenant une bobine régulière et l'autre une bobine en gradient. La combinaison linéaire contrôlée de ces deux systèmes autorise un contrôle de la direction et l'intensité des champs générés. Des tests de ce système ont permis de mettre en évidence des forces atteignant 1pN, soit 1 ordre de grandeur supérieur à ce qu'on trouve dans la littérature de l'époque, le tout dans un volume plus restreint que la plupart des systèmes en activité.

Gosse *et al.* proposent un système[28] plus performant encore. Celui-ci repose sur un jeu de six bobines montées en parallèle autour d'un axe. L'alimentation de ces bobines est contrôlée par ordinateur. Ces bobines sont montées sur un système de positionnement xyz à la verticale de l'échantillon. Un microscope inversé couplé à un système d'acquisition vidéo permet de mesurer des forces de l'ordre de la dizaine de femtoNewtons jusqu'à la dizaine de picoNewtons. La force peut également, après un étalonnage, être indiquée par le courant utilisé dans les bobines. On obtient ainsi un système asservi piloté par ordinateur, capable de positionner une microbille magnétique. La figure 1.19 schématise le système.

Cette configuration atteint des forces de 20pN suivant l'axe O_z , et de 5pN dans le plan, des microbilles de $4.5\mu\text{m}$ de diamètre ont été testées et déplacées à $5\mu\text{m/s}$. Toutefois, le positionnement est limité par l'axe central du système de bobines, certaines zones étant mal couvertes par le champ magnétique. Des manipulations de rotation d'aggrégat en ligne de microbilles ont été effectuées.

Chiou *et al.*[29] réussissent à intégrer cette architecture de 6 bobines en hexagone en fabriquant des microbobines en cuivre. Le principe de fabrication peut être suivi sur la figure 1.20. Un premier dépôt électrolytique de cuivre est réalisé. Ensuite, un polyimide est utilisé à la fois pour l'isolation et la planarisation de la structure. Une deuxième couche de cuivre peut alors être déposée, et après une deuxième planarisation, le canal est formé avec un dépôt d'or au fond pour l'adhérence des molécules d'ADN à tester. Les bobines, de $50\mu\text{m}$ de largeur de piste, $30\mu\text{m}$ d'espacement entre les pistes,

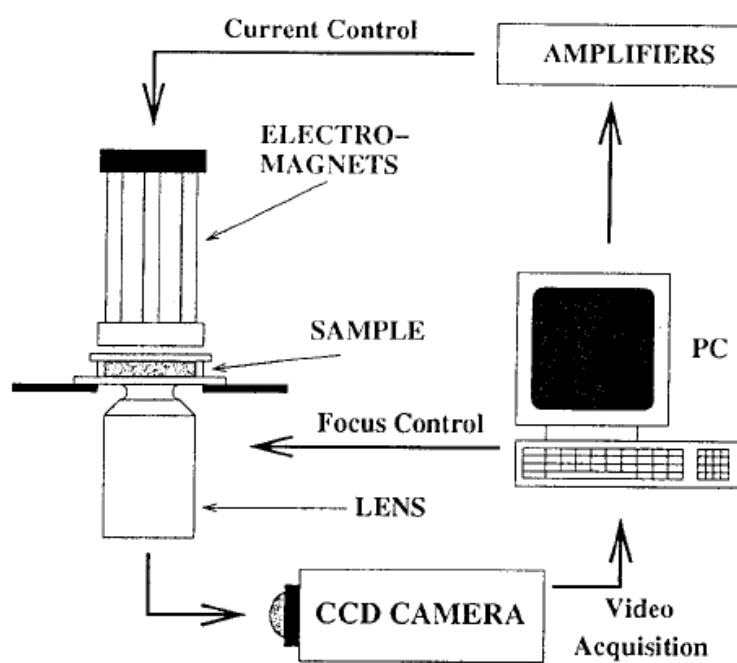


FIG. 1.19 – Schéma du système de Gosse *et al.* pour le positionnement de microbilles magnétiques[28]

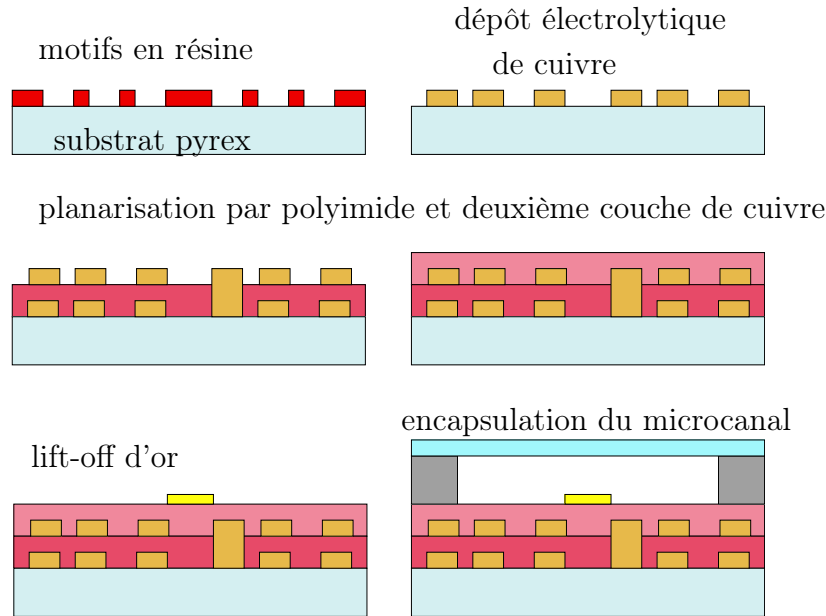


FIG. 1.20 – Schéma du procédé technologique de Chiou *et al.*[29]

et $20\mu\text{m}$ d'épaisseur, font 20 spires par couche. La manipulation est toujours sensiblement identique : la molécule d'ADN est attachée à l'or d'un côté et à une bille magnétique de l'autre. Le composant a pu effectuer des mesures de déformation sur les molécules, et la force induite sur la microbille est estimée à 0.155pN

Avec un tout autre objectif, de Vries *et al.*[30] ont également pu intégrer des aimants dans un composant. Les contraintes rencontrées concernent la transparence des matériaux, le but étant toujours de pouvoir observer des manipulations d'objets biologiques. De plus, les champs magnétiques générés devant être importants, il faut noter la tendance des aimants à être attirés les-uns par les-autres pendant les expériences.

En tenant compte de ces contraintes et d'autres encore, de Vries *et al.* ont conçu un procédé de fabrication détaillé sur la figure 1.21. Le substrat utilisé est en pyrex. Tout d'abord, un profil dit *casquette*¹ donné à un motif en résine(a). C'est-à-dire que les flancs des ouvertures se replient vers

¹Le principe utilisé ici pour le dépôt et le profil casquette sont expliqués dans le Chapitre 3.

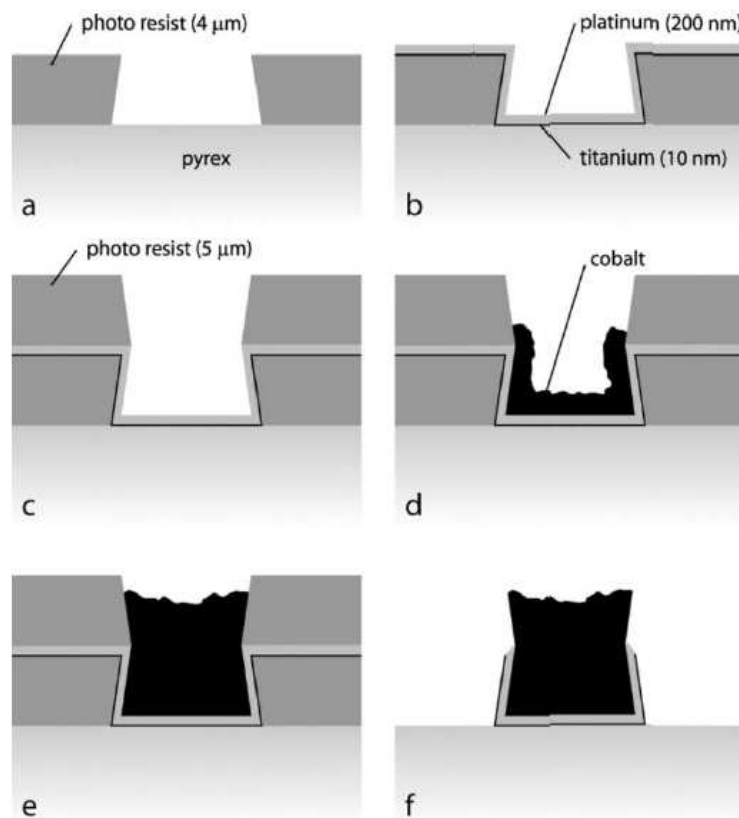


FIG. 1.21 – Schéma du procédé de fabrication de la pince magnétique intégrée de de Vries *et al.*[30]. a-Lithographie en vue du lift-off. b-Dépôts métalliques. c-Lithographie en vue du dépôt électrolytique. d,e - Dépôt électrolytique du cobalt. f- Lift-off.



FIG. 1.22 – Image au microscope optique des pôles magnétiques intégrés de de Vries *et al.*[30]

l'intérieur. Ensuite, des dépôts métalliques(b) de titane, pour l'adhérence sur le substrat, puis de platine, pour permettre le dépôt électrolytique sont effectués. Une nouvelle couche de résine adopte les mêmes motifs que la première, mais sans profil casquette, inutile ici(c). Le dépôt électrolytique est une technique dans laquelle on laisse le substrat tremper dans un bain contenant des ions métalliques alors que ce substrat est soumis à une excitation électrique. Les ions vont alors avoir tendance à reformer un film métallique suivant l'excitation électrique au contact du métal. Ainsi, la deuxième couche de résine permet de donner directement le motif au cobalt déposé électrolytiquement(d,e). Enfin, une attaque chimique de la résine par de l'acétone élimine les deux couches de résine simultanément, et avec elles les excédents de platine et titane hors des zones de motifs(f).

Finalement, il ne reste que la structure en cobalt, fermement maintenue par un étai en titane et platine. Le titane ayant une très bonne adhésion au substrat, l'aimant ne pourra pas bouger.

La structure obtenue est visible sur la figure 1.22. Les pointes font $4\mu\text{m}$ de large et sont espacées de $20\mu\text{m}$. L'épaisseur de cobalt est de $6\mu\text{m}$. Une force de 2.5nN a pu être induite dans une microbille avant que le cobalt n'atteigne sa magnétisation de saturation. Cette force importante est due à la proximité de la bille avec les pôles magnétiques, et ce, malgré l'évidente infériorité d'une structure intégrée face à un équipement de génération de champ magnétique macroscopique.

1.5.3 Conclusion sur les pinces magnétiques

Les pinces magnétiques ont prouvé leur efficacité pour tout ce qui concerne la manipulation de molécules d'ADN et l'étude de la déformation de cellules biologiques, si tant est que l'on peut leur faire absorber la microbille.

Cependant, elles restent difficile à intégrer, et ne peuvent être utilisées que comme outil de manipulation indirect. De plus, attacher une microbille à une molécule d'ADN est contraignant par rapport à une utilisation autonome : une étape de préparation est nécessaire avant toute expérience. Enfin, la microbille peut ne pas être sans effet sur le comportement de la molécule.

C'est donc un outil très puissant, mais possédant, comme tout outil apparemment idéal, ses limites, et un champ d'application bien spécifique.

1.6 Manipulation d'objets par contact

1.6.1 Le contact mécanique

La manipulation dite *sans contact* est presque toujours préférable à la manipulation mécanique. Les micro-objets sont beaucoup plus sensibles aux déformations mécaniques locales que les macro-objets. Ces derniers peuvent compenser les perturbations locales sur les particules qui les composent, ces perturbations étant très largement noyées dans la quantité de particules totale. Les micro-objets, par contre, peuvent approcher des dimensions critiques pour lesquelles la déformation locale va influencer sur les propriétés globales de l'objet. Un exemple typique est la cellule biologique. Souvent extrêmement

souple, tout instrument mécanique interagissant avec elle va provoquer une déformation, et probablement altérer certaines de ses propriétés.

Cependant, la manipulations sans contact n'est pas sans contraintes, ni parfois sans effets secondaires. Elle utilise dans la plupart des cas une caractéristique de l'objet ciblé, ce qui signifie que les objets ne présentant pas cette caractéristique ne peuvent être manipulés. Le faisceau optique d'un laser peut échauffer un objet, ou être inutilisable dans le cas d'un objet opaque, un champ électromagnétique sera contraignant en termes de conductance et susceptance. Une technique hydrodynamique ne peut placer un objet en un point arbitrairement défini au cours de l'expérience.

La manipulation mécanique est la seule dont on soit sûr de l'universalité quelle que soit la nature du matériau pour une dimension donnée. De plus, elle permet souvent une grande précision, reproductible à chaque utilisation, et peut, en jouant sur la configuration du système, se passer du contrôle optique qui est délicat à intégrer sur de petites structures au profit de systèmes de mesures de capteurs et de forces par piézorésistivité.

Bien qu'il soit la plupart du temps préférable de pouvoir utiliser des techniques de manipulation dites *sans contact*, il est difficile de ne pas altérer voire dégrader l'objet en l'exposant à des faisceaux lasers ou des champs électromagnétiques importants. Dans certains cas, une manipulation purement mécanique peut donc être avantageuse, suivant la sensibilité de l'objet visé. Par exemple, supposons un objet opaque et conducteur. Les pinces optiques n'auront que peu d'effets sinon chauffer anormalement la cible. La diélectrophorèse sera inefficace, puisqu'elle nécessite que la cible présente des propriétés diélectriques. Il reste les techniques d'immobilisation hydrodynamiques, mais comme il a été dit, elles ne permettent pas une manipulation libre de l'objet visé.

Dans ce cas particulier, le contact mécanique serait la seule alternative capable d'appréhender la cible sans la dégrader, tout en gardant une certaine liberté d'action. On peut classer les outils de manipulation par contact dans deux catégories :

les micromachines, qui sont des systèmes dédiés dotés d'un élément mécanique destiné à entrer en contact avec la cible ;

les pousseurs, qui ne sont que de simples échantillons de matériaux solides, contrôlés par une des méthodes proposées ci-dessus pour pousser la véritable cible tel qu'on l'a souhaité, les pousseurs seront ou ont été abordés dans les sections appropriées.

1.6.2 Les manipulateurs par contact dédiés

Dans cette catégorie, on retrouvera les pinces «conventionnelles» et tout autre système dédié à la manipulation mécanique directe. Les micropinces, outils d'inspiration macroscopique, commencent à s'aventurer dans les milieux liquides depuis peu. On considérera également quelques outils plus originaux, y compris ceux permettant de placer, et non déplacer, des micro-objets. Saisir et déplacer physiquement des micro-objets tel qu'on peut le voir fait à l'échelle macroscopique par des robots présente des difficultés bien particulières à l'échelle microscopique. Si la micropince reste la piste de prédilection dans le domaine de la saisie par contact, des choses qui pourraient sembler aussi triviales qu'une mesure de sa force ou un contrôle de son ouverture se révèlent être un défi dès lors que l'outil n'est plus instrumentable et que ses déplacements ne sont plus visibles à l'oeil nu. Au-delà de la réalisation de pinces mécaniques, on mettra ici en avant les travaux sur le contrôle des pinces.

En environnement solide, on peut observer certaines avancées pour obtenir des outils précis pour manipuler des objets sensibles, telle la pince de Greitmann [31], disposant d'un système de mesure de force intégré. Cette pince est en réalité un assemblage de deux structures *thermiques bilames* (figure 1.23). Un actionneur bilame est composé d'une superposition de deux matériaux de dilatations thermiques différentes. Si l'actionneur est chauffé, la différence de dilatation crée une déformation de la structure qui constitue l'actionnement.

Dans la pince de Greitmann (figure 1.24), la partie capteur est placée sur un bras et la partie actionneur sur l'autre, pour éviter le parasitage. Les structures sont réalisées en silicium et aluminium. L'actionneur est soumis à un chauffage par effet Joule pour fermer la pince, le capteur utilise l'effet

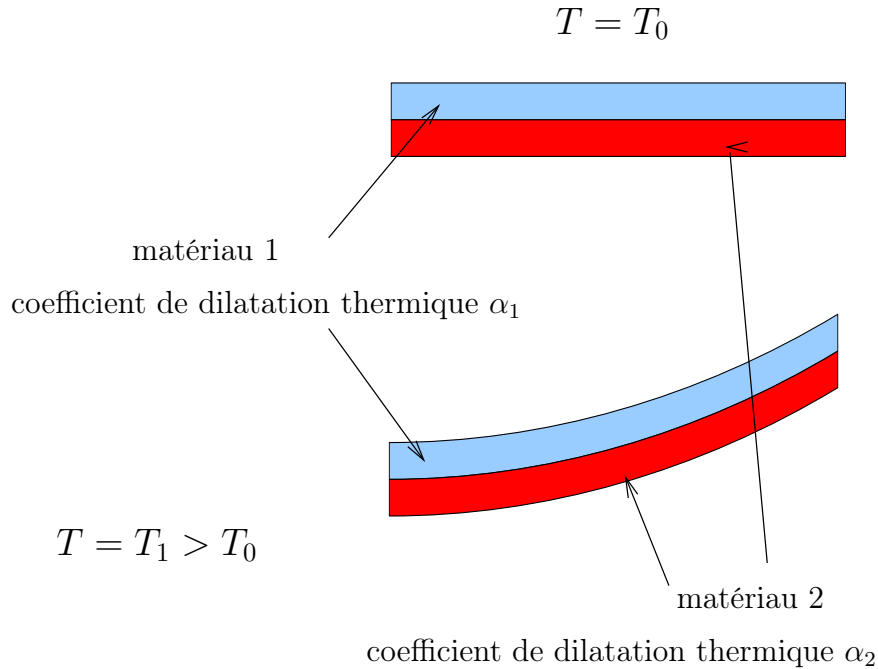


FIG. 1.23 – Schéma de principe de la structure bilame sous excitation thermique

piézorésistif, qui est une mesure de la variation de résistance d'une structure suivant sa déformation. En raison de cette configuration, avec une borne dédiée à la mesure sur un bras de la pince, la mesure de déformation ne peut se faire que si l'actionnement induit une déformation de la partie mesure : soit par contact direct des bras, soit en saisissant un objet. Il est en fait possible d'utiliser jusqu'à un certain point la partie actionneur comme capteur, mais l'excitation électrique nécessaire au chauffage le rend vite inutilisable, et la structure n'est de toute façon pas du tout optimale pour cette utilisation.

En actionnement piézo-électrique, on retrouve les travaux de Carrozza[32], dont la pince est fabriquée à l'aide de la technologie *LIGA*. La technologie *LIGA* (acronyme allemand pour lithographie, dépôt électrolytique et moulage) consiste à fabriquer d'abord un moule en silicium massif (dans un substrat) avant de mouler effectivement le matériau désiré et d'obtenir une définition et des rapports d'aspect importants. L'inconvénient de cette technique

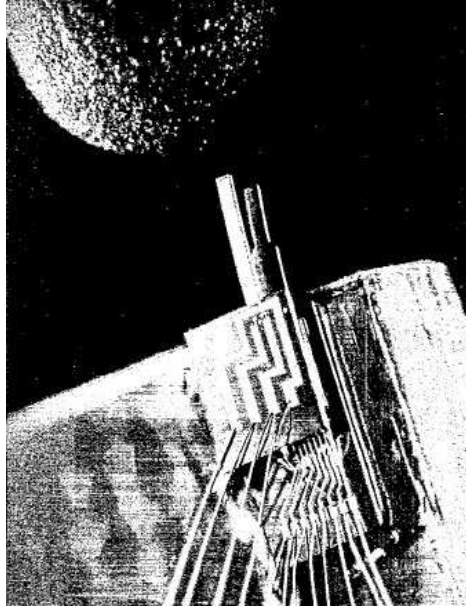


FIG. 1.24 – Image de la pince de Greittmann face à l'extrémité d'une allumette [31]

est sa difficulté à produire des structures en grandes séries. Elle reste cependant très intéressante en prototypage.

Cette pince est mue par des actionneurs piézoélectriques couplés à un système amplificateur de déplacement, pour permettre une plus grande déflexion (figure 1.25). L'amplificateur permet d'obtenir, à partir d'une déformation de $2\mu\text{m}$ des actionneurs, un déplacement de $25\mu\text{m}$ par bras dont les implants piézo-électriques sont excités à 1000V , ce qui correspond à une extension de $5\mu\text{m}$ du piézo-électrique.

Par la suite, Carrozza développe un système de contrôle[33] de pince, toujours basée sur le même principe d'actionnement et développée par technologie LIGA (figure 1.26).

Ce système s'appuie sur des jauge de déformations piézorésistives achetées dans le commerce et montées sur la pince, dont les dimensions de l'ordre du mm permettent un placement manuel. Bien que permettant une caractérisation complète après un étalonnage sous microscope, il n'est malheureusement pas envisageable dans le cadre d'une production à grande échelle.

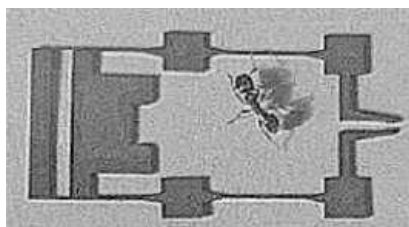


FIG. 1.25 – Image au microscope optique de la pince obtenue par LIGA de Carrozza[32]

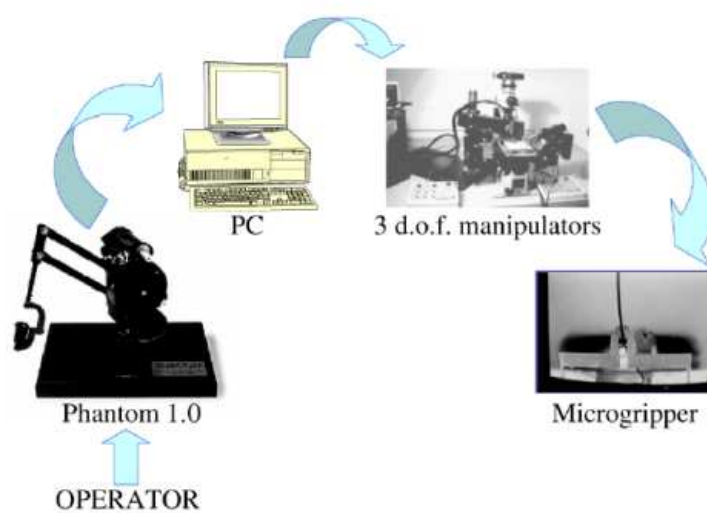


FIG. 1.26 – Schéma du montage de contrôle de la pince piézoélectrique[33]

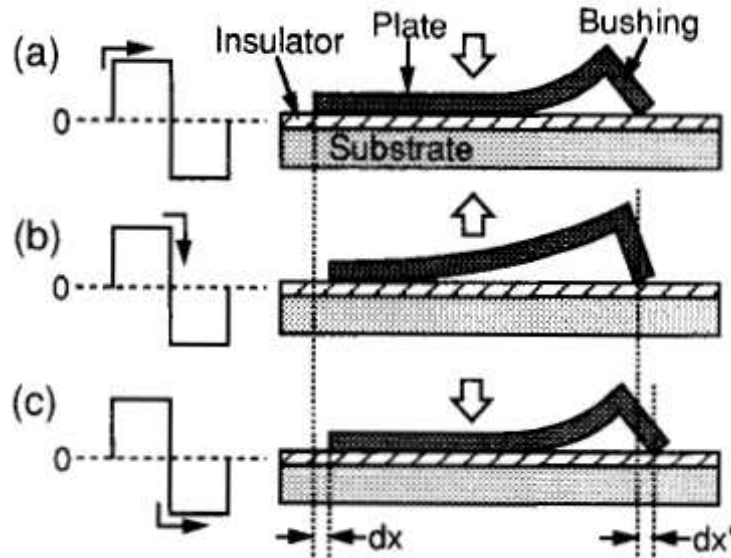


FIG. 1.27 – Schéma de fonctionnement d'un SDA[34]

Le système d'amplification mécanique, lui, est particulièrement intéressant dans la conception de pinces. En effet, l'amplitude du déplacement est un des paramètres clés dans la saisie des objets, étant donné la difficulté à positionner la pince et la cible de telle sorte qu'elle soit à portée, ou plus simplement pour déterminer la gamme de taille d'objets préhensibles. À cet effet, un système d'articulation complet a été fabriqué par Millet[35]. La pince est actionnée par des micro-actionneurs dits *SDAs*, acronyme anglais pour *Scratch Drive Actuator*, soit actionneur à frottement. Ce sont des structures déjà éprouvées dans d'autres applications [36] présentant une large capacité de déplacement pour des tensions relativement faibles et une consommation très réduite. Le principe est de plaquer une surface par actionnement électrostatique, ce qui engendre un déplacement de son «pied» à l'extrémité. Lors du relâchement, le pied adhère au support, et entraîne le reste de la plaque avec lui (figure 1.27).

Il faut donc une excitation en fréquence pour obtenir un mouvement significatif des actionneurs. La fréquence d'actionnement des SDAs dépendra fortement de leur géométrie, de la configuration de leurs charges, etc.

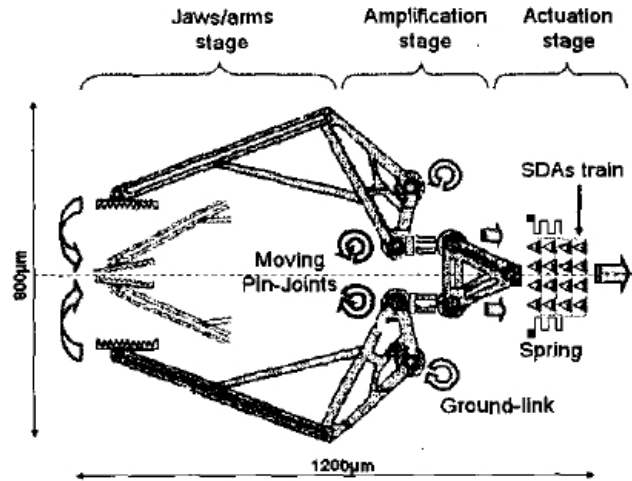


FIG. 1.28 – Schéma de la pince à large déflexion de Millet *et al.*[35]

Ici, le but est de tirer sur un système d'amplification de déplacement des SDAs, basé sur des articulations mécaniques (figure 1.28). Dans cette structure de $1200\mu\text{m}$ de long, les bras sont initialement ouverts de $500\mu\text{m}$. Les tests ont permis de prouver la validité du procédé en permettant une fermeture complète de la pince, en partant sur des déplacements des SDAs de $53\mu\text{m}$! Le système de double-articulation qui engendre l'amplification du mouvement présente ici un facteur de 5.90, les SDAs conservent cependant assez de puissance pour actionner la pince malgré les frottements. L'avantage indéniable de cette méthode est que les SDAs peuvent être fabriqués avec un procédé technologique très classique (oxyde et nitrure de silicium, oxyde basse température et polysilicium). L'actionnement électrostatique des SDAs, même en atteignant aisément les $\pm 75\text{V}$, ne représente qu'une consommation très limitée.

Une des pistes étudiées en particulier pour l'actionnement des pinces est l'utilisation d'*alliages à mémoire de forme*, dits *AMF*. Ce sont des matériaux possédant la particularité de pouvoir mémoriser une configuration géomé-

trique de déformation, si bien que froids, il sont déformables, et chauds, il reprennent seuls leur forme mémorisée. Cette propriété est due aux changements de phase du matériau.

Certains AMF sont même capables de mémoriser deux formes et ainsi changer de forme suivant la température sans autre sollicitation extérieure. Cette propriété ne peut être obtenue qu'après «éducation» du matériau, et on appelle ensuite l'effet *effet mémoire double sens*. Cependant, l'éducation étant un procédé peu souple et le résultat peu fiable dans le temps, on utilise le plus souvent l'effet mémoire simple sens.

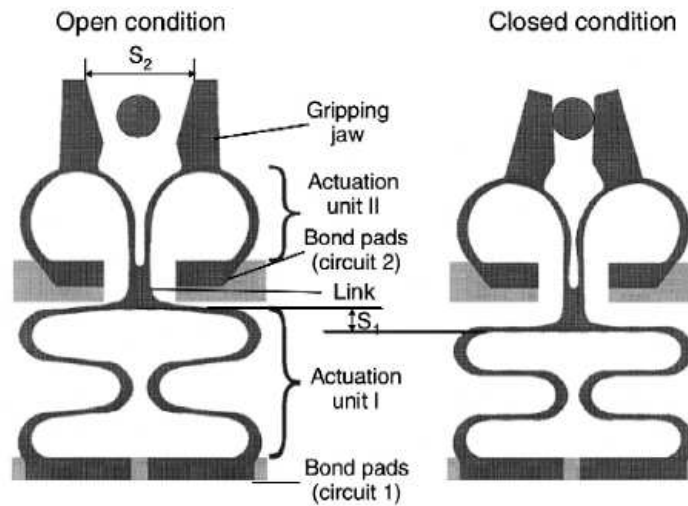


FIG. 1.29 – Schéma de la pince de Kohl en modes ouvert et fermé[37]

C'est le cas par exemple de la pince de Kohl[37]. Son mécanisme repose sur deux parties actionneurs permettant de commander l'ouverture et la fermeture de la pince (figure 1.29).

Les deux parties actionneurs sont des alliages à mémoire de forme. À partir d'un certain seuil en température, ici de l'ordre de 40° , le matériau reprend la forme qu'il a «mémorisée». Pour obtenir, à la fabrication, une forme mémorisée qui ne soit pas celle prise à la libération de la structure, il a fallu utiliser les contraintes résiduelles et le traitement thermique (530°). Ainsi, que ce soit en position ouverte ou fermée, un des deux actionneurs n'a pas la configuration géométrique de haute température (le matériau est dit en

phase *martensitique*, il est souple et malléable). Si on chauffe, par effet Joule dans le cas qui nous intéresse, l'actionneur AMF, il passe en phase *austénite* et reprend sa forme. En jouant sur l'un ou l'autre des actionneurs, on peut ouvrir ou fermer la pince aisément. L'avantage de ce double actionnement par rapport à un effet mémoire double-sens réside donc bien d'une part dans la fiabilité à long terme du système, mais aussi dans ses temps de réponse : en effet, il est plus rapide de provoquer la déformation d'un matériau en le chauffant qu'attendre une baisse de la température et un retour des propriétés élastiques et l'effet mécanique lié à la configuration géométrique basse température.

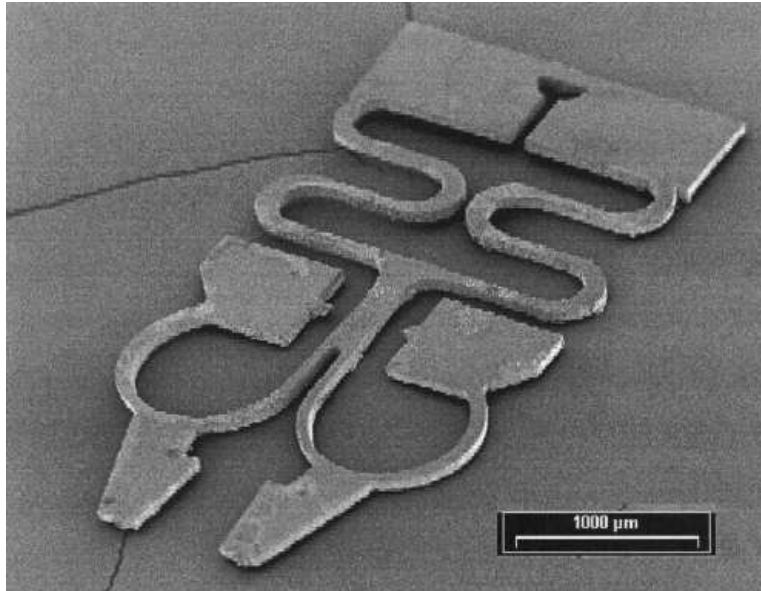


FIG. 1.30 – Image au microscope électronique de la pince de Kohl réalisé en Ti-Ni[37]

La pince est relativement grande (figure 1.30), avec une longueur de 3.9mm, une largeur de 2mm et une épaisseur de 100 μ m. Mais ses performances sont tout de même intéressantes, avec une réduction de 180 μ m de l'ouverture pour une puissance consommée de 22mW, une force de serrage de 17mN, et un temps de réponse de 32ms, contre 300ms si l'auteur avait opté pour un effet mémoire double-sens !

Bien que présentant des caractéristiques intéressantes, ces pinces ne sont pas forcément adaptées à un usage en milieu liquide, et encore moins un milieu biologique, faute de biocompatibilité! Chronis[38] a développé une pince biocompatible et capable de placer ses bras en solution. La clé de cette réalisation tient dans l'utilisation de la résine *SU8*². Celle-ci est largement utilisée comme matériau structural pour diverses applications, et possède des propriétés très intéressantes pour les microsystèmes. Elle permet d'atteindre de hauts rapports d'aspect, est chimiquement très résistante, a un coefficient de dilatation thermique très élevé, de 52 ppm/°C, et une température de transition vitreuse de plus de 200°C. Enfin, elle semble être biocompatible, bien qu'à l'heure actuelle, on n'ait peu de données sur son vieillissement dans un environnement biologique.

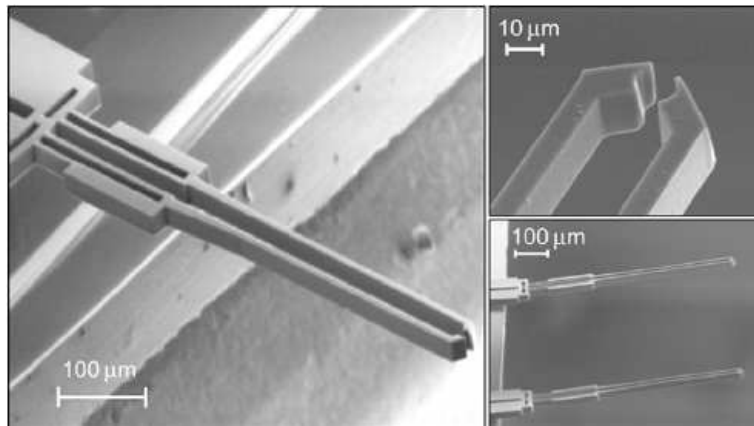


FIG. 1.31 – Image au microscope électronique de la pince de Chronis[38]

C'est donc une pince en SU8 à actionnement électrothermique capable de travailler dans l'air et dans l'eau que Chronis présente (figure 1.31). L'actionnement lui-même utilise le couple bras chaud-bras froid, qui consiste à mettre en parallèle deux bras, dont l'un est beaucoup plus large que l'autre, et à faire circuler un courant dans l'ensemble de la structure. Le bras fin sera plus résistif, chauffera plus, et donc s'allongera plus via l'expansion thermique (figure 1.32). La SU8 étant un matériau isolant, il est nécessaire, au cours de

²La SU8 est une résine polymère photosensible connue pour pouvoir donner des motifs à hauts rapports d'aspect

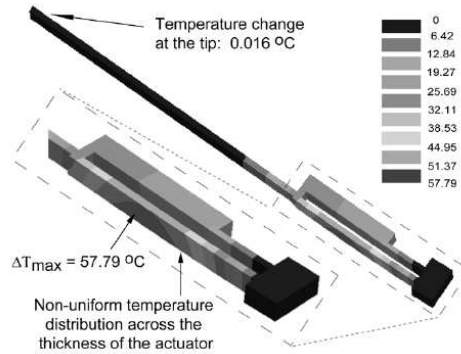


FIG. 1.32 – Résultats d’une simulation éléments finis de la répartition de température dans un des bras actionneur[38]

la fabrication, de la couvrir d’une couche métallique. Ici, de l’or et du cuivre, ce dernier possédant de bonnes propriétés d’adhésion.

La pince obtient une fréquence de résonance en cycle (ouvertures et fermetures) de 4.8Hz, peut s’ouvrir de $4.8\mu\text{m}$ sous une tension d’excitation de 2V en 200ms et refroidit en 9ms. Des tests approfondis on pu établir qu’elle ne se dégrade pas dans l’eau, ce qui amène à son application phare : la manipulation de cellule biologique.

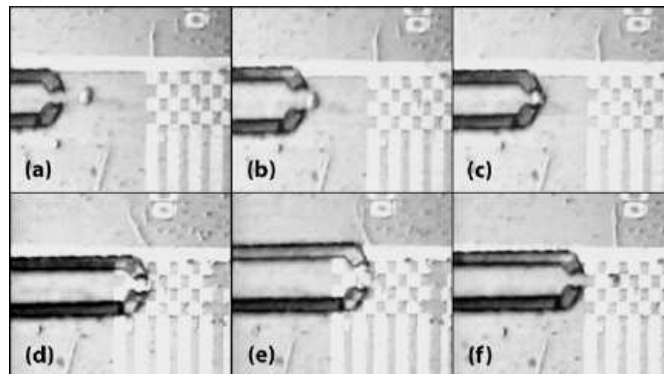


FIG. 1.33 – Images extraites de la vidéo de démonstration de la pince de Chronis[38]

Pour se faire, un banc de test complet a été développé avec un contrôle optique et une table XYZ qui doit apporter la cellule à la pince. Cette table

comporte des motifs en damier dont chaque carré fait $8\mu\text{m}$ de côté, ce qui correspond aux dimensions de la cellule cible. Une vidéo (figure 1.33) permet de prouver la viabilité du système, puisqu'après avoir placé la cellule au niveau de la mâchoire de la pince, celle-ci est capable de piéger la cellule le temps que la table positionne la case du damier désirée dessous. La pince relâche ensuite la cellule qui reste sur la case sélectionnée alors que la table XYZ l'éloigne. Le tout se fait naturellement dans une solution biologique, pour éviter une dégradation de la cellule due à son environnement.

Les pinces sont donc des outils dont la maturité commence à laisser entrevoir des applications prometteuses dans le domaine de la manipulation d'objets, y compris en milieu liquide, et sur des cibles biologiques. Il existe cependant d'autres outils de manipulation physique directe par contact d'une structure pilotée. L'exemple qui suit présente une structure complexe et massive pour la manipulation de cellules neuronales.

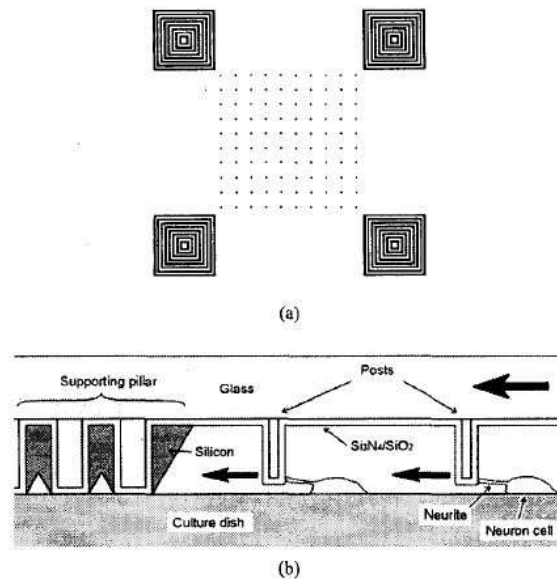


FIG. 1.34 – Schéma de l'outil de manipulation de cellules nerveuses[39]

Les cellules neuronales, entre autres, ont la capacité à créer créer des liaisons mécaniques grâce à leurs dendrites. Ces liaisons sont censées permettre de construire perpétuellement des liens neuronaux entre cellules nerveuses.

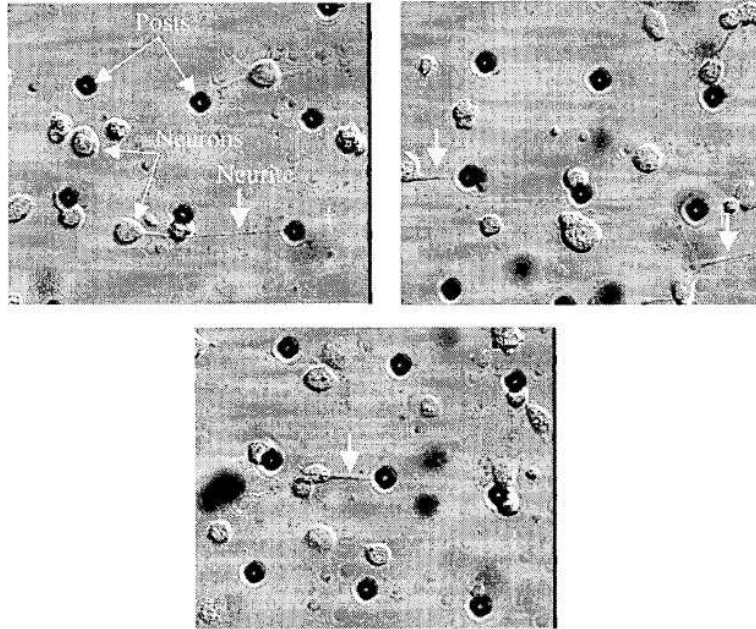


FIG. 1.35 – Images au microscope optique de cellules accrochées au piliers[39]

Baldi[39] a proposé de tester ces liaisons mécaniques en développant un système (figure 1.34) sur lequel s'accrocheraient les dendrites. Ce système est composé de piliers (figure 1.35) imprégnés de polyéthylèneimine. En laissant la structure baigner dans une culture de cellules nerveuses, il a pu obtenir un lien mécanique de dendrites entre les cellules et les piliers de sa structure.

Celle-ci est fabriquée sur un substrat massif, par gravure physique profonde. La particularité de cette gravure est que la vitesse d'attaque dépend partiellement de la taille des motifs gravés. Ainsi, en une seule gravure, il a été possible d'obtenir la forme des piliers de support sur le substrat cible et les piliers sur lesquels doivent s'accrocher les cellules. Ensuite, du nitrure et du verre sont déposés chimiquement à basse pression (dépôt dit *LPCVD*, pour «Low Pressure Chemical Vapor Deposition»). Une plaque de Pyrex est alors montée en surface et collée électrostatiquement sur la partie supérieure du substrat. Enfin, une gravure au KOH en face arrière permet de dégager le contour des piliers. La gravure KOH attaque effectivement le silicium de manière préférentielle pour certains plans cristallins, et est très lente sur le

nitruure et sur l'oxyde. Le faible espacement entre les piliers supports ralentit la gravure (formation de creux suivant les plans cristallins, tandis que les piliers d'accroche des cellules sont largement dégagés (figure 1.36).

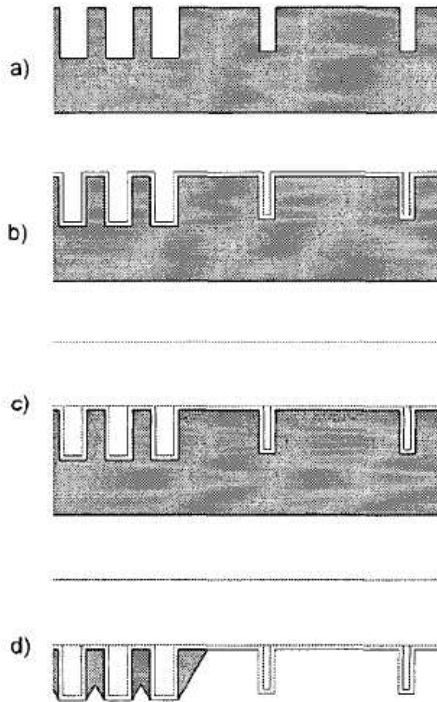


FIG. 1.36 – Schéma du procédé de fabrication des piliers de Baldi[39]. a- Gravure profonde du substrat en silicium qui définit les piliers de support et d'accroche. b-passivation par dépôt de Si_3N_4 puis SiO_2 . c-Collage sur substrat de Pyrex. d-Attaque KOH en face arrière pour dégager les piliers.

Une fois les liens mécaniques établis entre les piliers et les cellules, il a été possible de solliciter mécaniquement les dendrites. En déplaçant lentement les piliers, ici à une vitesse de $36\mu\text{m}/\text{h}$, on peut observer un développement des dendrites tel qu'on le retrouve dans un lien entre deux cellules. La structure proposée semble donc bien reproduire les conditions d'accroche des dendrites. À partir de ces résultats, l'auteur envisage de travailler sur des grilles de cellules et la fabrication artificielle de réseaux neuronaux.

1.7 Bilan des techniques de manipulation en milieu liquide

Si beaucoup de choses ont été faites dans le domaine de la manipulation en milieu liquide, il reste plusieurs problèmes pour un développement général des applications.

Tout d'abord, il n'existe pas de technique universelle, permettant de manipuler n'importe quel micro-objet sous n'importe quelle contrainte. Les techniques de manipulation sans contact nécessitent toute des conditions particulières en terme de qualité de matériau (diélectrique) pour être utilisée. Les pinces optiques ne peuvent agir que si le faisceau lumineux peut traverser la cible sans l'endommager, et en subissant des effets de réfraction. Son utilisation sur une cible opaque, métallique, serait quasiment sans effet, si ce n'est un échauffement local probablement peu intéressant d'un point de vue pratique. Les techniques hydrodynamiques, si elles sont fort prometteuses, ne peuvent que se limiter à un placement en un endroit préféfini, ou à une vague orientation (sélection d'un canal de sortie dans un réseau de canaux).

Ensuite, la manipulation à grande échelle, sur de nombreux objets, reste quasiment inaccessible, les seules solutions étant des grilles de trous qui pourraient capter chacun un objet. Mais le placement est non arbitraire, il est impossible de sélectionner un objet en particulier pour le placer en un endroit précis. Les pinces optiques et mécaniques le permettent, mais sur un élément, au mieux quelques-uns simultanément, et il est peu envisageable de voir un jour des réseaux de plusieurs milliers de pinces sur un seul système...

Un autre problème réside dans l'intégration de certains outils au sein d'un système. Si le but ultime de ces études est un laboratoire autonome *in vivo* capable de prélever et analyser des cellules biologiques de façon autonome, il est indispensable de pouvoir concentrer sur une seule puce l'ensemble des éléments du système, ce qui exclut tout contrôle optique tel qu'on l'a vu dans ce chapitre, ainsi que les pinces optiques, faute de pouvoir intégrer et alimenter les lasers dans un espace réduit.

Enfin, manipuler pleinement des objets pour les étudier de manière plus libre nécessiterait de pouvoir les capturer dans leur environnement et de

1.7 - Bilan des techniques de manipulation en milieu liquide

les amener dans un environnement plus favorable aux systèmes de mesures et tests. Les systèmes de manipulation actuels se contentent la plupart du temps d'établir des flux de liquide entraînant les objets ou des déplacements au sein de leur environnement. À terme, il faudra être capable de prélever littéralement des échantillons pour les placer dans un autre système.

Une partie de ces problèmes va être abordée dans le chapitre suivant, concernant l'utilisation de l'électromagnétisme pour agir sur des micro-objets. D'autres le seront plus tard, lors des propositions de microsystèmes dont ce mémoire fait l'objet.

Chapitre 2

Manipulation de micro-objets par champs électromagnétiques

2.1 Introduction

Bien que faisant partie des techniques de manipulation de micro-objets, l'électromagnétisme peut être considéré comme un cas à part. C'est un outil extrêmement versatile capable aussi bien d'actions physiques telles que le déplacement, d'influence sur les matériaux et le vivant (comme l'électroporation), que de détecter ou mesurer, et plusieurs fonctions sont parfois réunies en un seul élément. L'interaction entre le micro-objet et le champ environnant est telle qu'il est possible d'obtenir des mesures suivant l'effet produit sur la particule, ceci en fait un outil extrêmement intéressant à la fois en terme de manipulation, mais aussi de mesure, et d'intégration. L'absence d'élément mécanique mobile favorise également la fiabilité et la robustesse du système. Tous ces facteurs expliquent l'engouement actuel pour ces techniques, qui bien que non récentes, reviennent en force dans tout ce qui touche aux applications biologiques et médicales.

Dans ce chapitre, les principes théoriques des effets des champs électromagnétiques sur des particules seront abordés, avant d'en montrer les applications actuelles, en se concentrant essentiellement sur les forces mécaniques

induites sur les cibles, plutôt que sur les aspects détection et mesure, qui sortent du cadre de cette étude.

2.2 Théorie : De la charge électrique à la polarisation

2.2.1 Charges et dipôles électrostatiques

On appelle charge électrostatique ponctuelle une particule microscopique disposant d'une charge électrique Q non nulle. Cette particule chargée crée dans l'espace qui l'entoure un champ électrique \vec{E} tel que :

$$\vec{E}(\vec{r}) = \frac{Q}{4\pi\epsilon_0 r^2} \vec{u}_r \quad (2.1)$$

où \vec{r} est le vecteur position indiquant le lieu auquel on calcule le champ par rapport à l'origine O , ϵ_0 est la permittivité électrique du vide, et \vec{u}_r est le vecteur unitaire suivant la direction définie par le vecteur position \vec{r} .

On considère maintenant une deuxième charge électrique $-Q$ dans l'espace à une distance a de la première. On définit un repère orthonormé dans l'espace tel que $+Q$ et $-Q$ soient placées à égale distance de l'origine sur l'axe O_z (figure 2.1).

La contribution des deux charges crée un champ électrostatique en tout point M , repéré par le vecteur \vec{r} dans le référentiel orthonormé décrit ci-dessus. Si la distance du point M à l'origine est suffisamment grande devant a , alors on a :

$$\vec{E}(\vec{r}) = \frac{\vec{p} \cdot \vec{r}}{4\pi\epsilon_0 r^3} \vec{u}_r \quad (2.2)$$

$$\vec{p} = Q \cdot a \cdot \vec{u}_z \quad (2.3)$$

\vec{p} est appelé *moment dipolaire*.

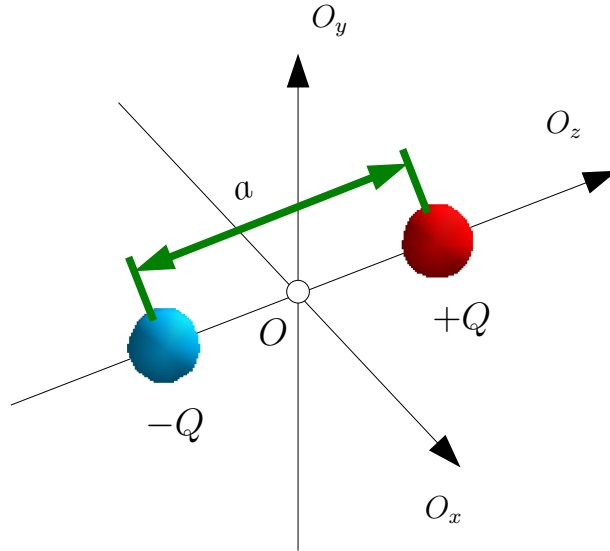


FIG. 2.1 – Schéma de dipôle électrostatique à 2 charges ponctuelles

2.2.2 Polarisabilité

Certains milieux matériels sont naturellement constitués à une échelle plus ou moins réduite de charges liées. Ces milieux sont dits *diélectriques*. Leur charge est globalement neutre, mais au niveau microscopique, ils présentent bien des charges positives et négatives. L'application d'un champ électrique \vec{E}_0 permanent sur un milieu diélectrique entraîne une réorganisation des charges créant un champ interne propre aux dipôles formés. On parle alors de polarisation.

Il existe trois types de polarisation :

la polarisation orientationnelle elle concerne les milieux contenant même à l'équilibre des dipôles électriques, qui se réorientent quand ils sont soumis à un champ électrique (par exemple, l'eau)

la polarisation atomique certaines molécules du matériau sont en fait des assemblages d'ions ; sous l'action d'un champ électrique, ces ions vont se déplacer les-uns par rapport aux autres en réponse à l'excitation

la *polarisation électronique* les électrons sont influençables par l'action du champ électrique ; on a donc un déplacement du nuage électronique suivant le champ électrique.

Pour chaque objet considéré, on peut définir un dipôle local tel que :

$$\overrightarrow{p(\omega)} = \alpha(\omega) \cdot \overrightarrow{E(\omega)} \quad (2.4)$$

où α est un coefficient scalaire.

Définition 1 *On appelle polarisabilité l'aptitude à la formation de dipôles orientés ou la réorganisation de dipôles existant suivant un champ électrique dans un milieu matériel.*

La polarisabilité d'un milieu est obtenue par les contributions de toutes les entités locales polarisables. On définit donc un *vecteur de polarisation* \overrightarrow{P} tel que :

$$\overrightarrow{P(\omega)} = \frac{\overrightarrow{dp_{or}(\omega)} + \overrightarrow{dp_{at}(\omega)} + \overrightarrow{dp_{el}(\omega)}}{d\tau} \quad (2.5)$$

dans lequel :

$\overrightarrow{dp_i(\omega)}$ sont les moments dipolaires contenus dans un élément de volume $d\tau$
 $d\tau$ est un élément de volume

Si on considère maintenant un champ \overrightarrow{E} d'amplitude alternative, on va observer une variation similaire des dipôles au niveau microscopique, donc du vecteur de polarisation. Cependant, à cause de leur nature, les différents dipôles ne peuvent varier instantanément (ils dépendent d'un déplacement de porteurs de charges plus ou moins mobiles). Dès lors, au delà d'un certain seuil en fréquence, certains dipôles ne seront plus capables de suivre les variations du champ électrique, et le vecteur polarisation subira une variation importante, pour prendre une autre valeur. Par la suite, à chaque fréquence correspondant à la fréquence de coupure d'un type de système dipolaire, le vecteur de polarisation est altéré. Sa variation suivant la fréquence d'excitation varie donc par paliers. On notera f_c la fréquence de coupure la plus faible

à partir de laquelle la polarisation ne suit plus le champ électrique. On parle alors de *dépolarisation*. Cette dépolarisation affecte directement un champ électrique induit dans l'objet considéré, et gagne en importance au fur-et-à-mesure que la fréquence du champ électrique extérieur franchit les seuils de coupure de la polarisation orientationnelle, atomique, et électronique. Nous y reviendrons plus loin.

2.2.3 Effet de la polarisation sur le champ électrique

Le vecteur polarisation \vec{P} dans un matériau diélectrique est donc directement lié au champ électrique environnant \vec{E}_0 . On peut établir un lien entre la polarisation et le champ électrique. Pour un matériau homogène isotrope, on note :

$$\vec{P}(\omega) = \chi(\omega) \cdot \vec{E}_0(\omega) = \epsilon_0 \cdot \chi_r(\omega) \cdot \vec{E}_0(\omega) \quad (2.6)$$

avec $\chi(\omega) = \epsilon_0 \cdot \chi_r(\omega)$.

Définition 2 *On appelle susceptibilité électrique pour un matériau linéaire isotrope, et on note χ le facteur d'amplitude entre le vecteur polarisation induit dans ce matériau et le champ électrique environnant l'objet constitué par ce matériau. On note également χ_r le facteur tel que*

$$\chi(\omega) = \epsilon_0 \cdot \chi_r(\omega)$$

χ_r est appelé susceptibilité électrique relative. La susceptibilité électrique peut être un tenseur dans le cas de matériau non-linéaires et/ou non-isotropes.

On note que dans le cas d'un matériau linéaire homogène isotrope, on a

$$\epsilon(\omega) = \epsilon_0(1 + \chi_r(\omega)) \quad (2.7)$$

Le champ électrique \vec{E}_{int} induit dans un matériau diélectrique a donc une composante externe, qui est le champ électrique environnant lui-même \vec{E}_0 et le champ induit par le vecteur polarisation \vec{E}_p .

$$\overrightarrow{E_{int}(\omega)} = \overrightarrow{E_0(\omega)} + \overrightarrow{E_p(\omega)} \quad (2.8)$$

On peut montrer que l'existence d'un effet polarisation dans un matériau peut être représenté comme la combinaison d'une distribution surfacique et d'une distribution volumique de charges dans ce matériau. On notera alors :

$$\begin{cases} \rho_p(\omega) = -\text{div}_M(\overrightarrow{P(\omega)}) \\ \sigma_p(\omega) = \overrightarrow{P(\omega)} \cdot \vec{n} \end{cases} \quad (2.9)$$

où ρ_p est la densité volumique de charges virtuelles, et σ_p est la densité surfacique de charges virtuelles. Le calcul de divergence s'effectuant au point M du matériau, et n étant le vecteur normal à sa surface. À partir de ces charges virtuelles, on peut calculer le champ induit $\overrightarrow{E_p}$ dans un matériau géométriquement délimité.

2.3 Cas d'une sphère diélectrique soumise à un champ électrique extérieur

2.3.1 Hypothèses

On considère maintenant une sphère en matériau diélectrique. Celle-ci possède donc une polarisation \overrightarrow{P} et on peut décomposer son champ électrique interne $\overrightarrow{E_{int}}$ en la contribution du champ externe et le champ induit par la polarisation du matériau (figure 2.2).

2.3.2 Champ électrique dépolarisant

Il reste donc à calculer les contributions des différents effets. Le champ induit $\overrightarrow{E_d}$ se calcule en décomposant la sphère en deux sphères virtuelles espacées d'une valeur a infinitésimale suivant l'axe O_z telle que la sphère 1 possède une densité volumique de charge $-\rho$ et la seconde une densité volumique de charge ρ (voir figure 2.3). On montre facilement que ce jeu de deux sphères est équivalent à la sphère seule polarisée.

2.3 - Cas d'une sphère diélectrique soumise à un champ électrique extérieur

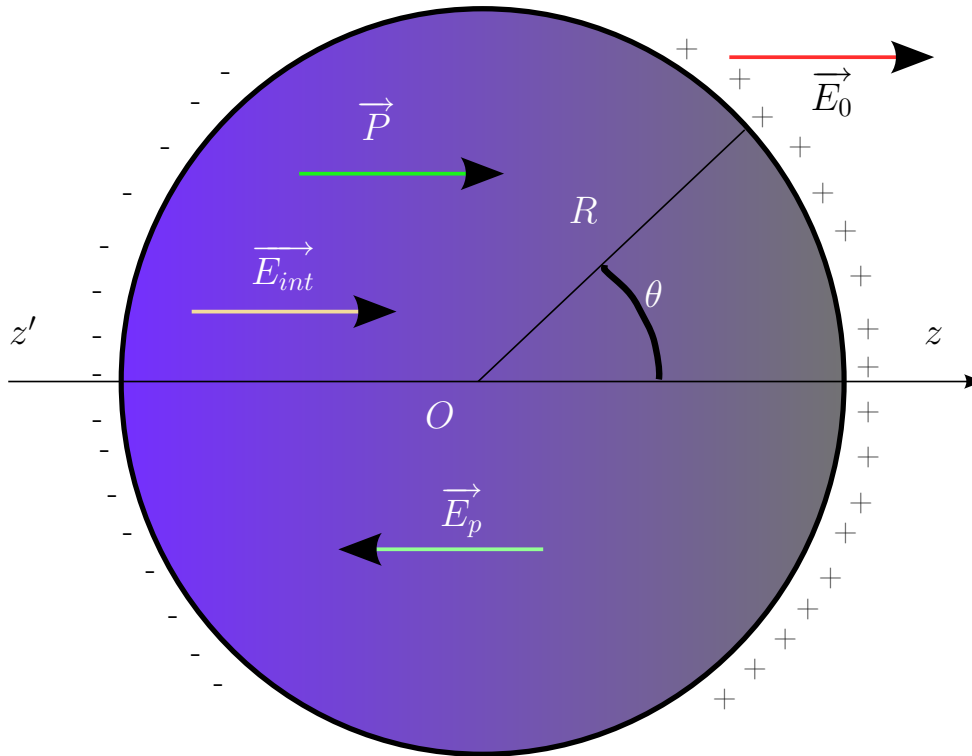


FIG. 2.2 – Schéma d'une sphère diélectrique polarisée par un champ électrique. La présence du champ électrique induit une orientation des charges selon son axe. Au coeur du matériau, les charges se compensent entre elles. A l'extrémité, un déséquilibre est créé.

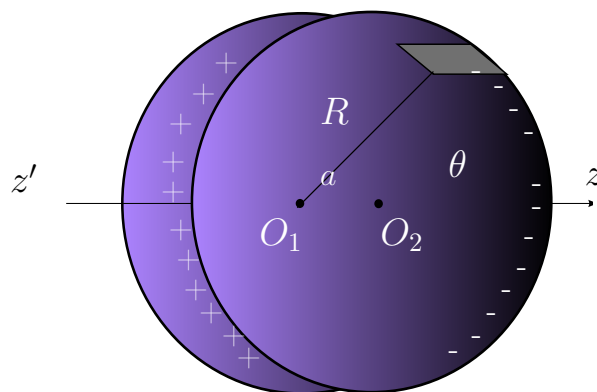


FIG. 2.3 – Schéma de la paire de sphères équivalentes à la sphère polarisée

Dans l'espace commun aux deux sphères, les charges se compensent. Dans l'espace infiniment petit aux extrémités non communes de chacune des sphères, on peut écrire :

$$dq = \rho d\tau \quad \text{avec} \quad d\tau = a \cdot \cos \theta dS$$

d'où $dq = \rho a \cos \theta dS$, et il vient :

$$\sigma = \frac{dq}{dS} = \rho a \cos \theta \quad (2.10)$$

L'application du théorème de Gauss à chacune des sphères, et le théorème de superposition nous donnent, pour la partie commune :

$$\overrightarrow{E_d(\omega)} = -\frac{\overrightarrow{P(\omega)}}{3\epsilon_0} \quad (2.11)$$

Le champ électrique induit par la polarisation est colinéaire mais opposé au champ extérieur. Il est dit *champ dépolarisant*.

Connaissant la relation entre le vecteur polarisation et le champ extérieur, on peut en déduire une relation globale :

$$\begin{aligned} \overrightarrow{E_{int(\omega)}} &= \overrightarrow{E_0(\omega)} + \overrightarrow{E_d(\omega)} \\ \overrightarrow{E_{int(\omega)}} &= \overrightarrow{E_0(\omega)} - \frac{\chi_r(\omega) \overrightarrow{E_{int(\omega)}}}{3} \end{aligned}$$

et donc, pour un matériau linéaire homogène isotrope, on obtient avec (2.7) :

$$\overrightarrow{E_{int(\omega)}} = \frac{3\epsilon_0}{2\epsilon_0 + \epsilon(\omega)} \overrightarrow{E_0(\omega)} \quad (2.12)$$

2.3.3 Cas d'une sphère de permittivité complexe dans un milieu environnant de permittivité complexe

La permittivité électrique peut être un nombre complexe, si le matériau est dit *à perte*, c'est à dire que des courants électriques peuvent apparaître et l'énergie électrostatique est transformée en énergie de conduction. On note généralement ϵ^* une permittivité complexe. On verra plus loin en détail la

2.3 - Cas d'une sphère diélectrique soumise à un champ électrique extérieur

composante complexe. Mais il est utile de préciser que celle-ci est fonction de la fréquence du champ électrique dans le cas d'un champ d'amplitude alternative.

On considère donc pour une sphère en matériau diélectrique à pertes dans un milieu lui aussi diélectrique à pertes. **Ce cas de figure sera dans ce mémoire celui utilisé par défaut dans les développements théoriques sur la manipulation de micro-objets.**

La formule donnant le champ électrique intérieur est alors différente. En effet, si la polarisation est toujours due à un champ induit \vec{E}_d , il faut maintenant tenir compte du fait que le milieu environnant est lui aussi polarisé. Les charges de surface ne sont donc plus présentes simplement du fait de la polarisation de la sphère, mais d'un équilibre établi entre la polarisation du milieu environnant, et la polarisation de la sphère. La relation (2.7) devient donc :

$$\epsilon_{int(\omega)}^* = \epsilon_0(\epsilon_{ext,r}(\omega)^* + \chi_r(\omega)) \quad (2.13)$$

où ϵ_{ext}^* est la permittivité complexe du milieu environnant la sphère et ϵ_{int}^* celle du matériau constituant la sphère, ces permittivités étant cette fois complexes ! Et après la même série de calcul, on trouve :

$$\vec{E}_{int}(\omega) = \frac{3\epsilon_0}{2\epsilon_{ext}^*(\omega) + \epsilon_{int}^*(\omega)} \cdot \vec{E}_0(\omega) \quad (2.14)$$

2.3.4 Moment dipolaire de la sphère

Le moment dipolaire que l'on écrira \vec{m}_{int} par cohérence avec le reste de la notation peut être retrouvé par intégration du vecteur polarisation \vec{P} sur la sphère :

$$\vec{m}_{int}(\omega) = \frac{4}{3}\pi R^3 \vec{P}(\omega) \quad (2.15)$$

Ceci nous permet d'établir la *polarisabilité* de la sphère en fonction du champ électrique \vec{E}_0 , que l'on définit par :

$$\alpha_{int}(\omega) = \frac{\|\overrightarrow{m_{int}}(\omega)\|}{\|\overrightarrow{E_0}(\omega)\|} \quad (2.16)$$

En reprenant (2.15), (2.16), puis (2.14), on trouve :

$$\alpha_{int}(\omega) = 4\pi\epsilon_0 R^3 \frac{\epsilon_{int}^*(\omega) - \epsilon_{ext}^*(\omega)}{\epsilon_{int}^*(\omega) + 2\epsilon_{ext}^*(\omega)} \quad (2.17)$$

Dans cette équation apparaît un facteur considéré comme essentiel dans l'étude des champs en changements de milieu. Il est appelé ici facteur de *Clausius-Mossotti*, en référence aux travaux de Mossotti reformulés ensuite par Clausius¹ et on le note $K(\omega)$ ² :

$$K(\omega) = \frac{\epsilon_{int}^*(\omega) - \epsilon_{ext}^*(\omega)}{\epsilon_{int}^*(\omega) + 2\epsilon_{ext}^*(\omega)} \quad (2.18)$$

Suivant les différences de valeurs entre ϵ_{int}^* et ϵ_{ext}^* , on trouve plusieurs cas de figures de polarisations, les charges extérieures à la sphère compensant plus ou moins celles déplacées à l'intérieur :

La sphère est peu polarisable devant le milieu environnant, soit $\epsilon_{int} < \epsilon_{ext}$.

La sphère aura tendance à se comporter comme une capacité³. On trouve alors un excédent de charges dans le milieu extérieur (figure 2.4a).

Dans ce cas de figure, les lignes de champ électriques du milieu extérieur auront tendance à converger vers la sphère pour former un angle droit avec sa surface. Le champ électrique $\overrightarrow{E_{int}}$, lui, sera de faible amplitude. Le dipôle obtenu sera bien sûr colinéaire, mais de sens opposé à $\overrightarrow{E_0}$.

La sphère est polarisable dans un milieu faiblement polarisable, soit $\epsilon_{int} > \epsilon_{ext}$.

Ici, on peut considérer le milieu comme bon conducteur devant la sphère au comportement diélectrique. Par conséquent, les charges vont s'accumuler à la surface de la sphère côté intérieur (figure 2.4b) et générer un champ électrique $\overrightarrow{E_{int}}$ très puissant. Les lignes de champ électrique

¹On en retrouve un équivalent dans l'étude des champs thermiques et de la conductivité chez Maxwell ou encore dans le cas de la réfraction chez Lorentz.

²On rappelle que les permittivités sont complexes et que leurs composantes imaginaires sont dépendantes de la fréquence du champ électrique extérieur

³On différencie ici les permittivités réelles, une faible permittivité associée à une conduction tient plus de la description d'un matériau conducteur que d'un diélectrique

2.3 - Cas d'une sphère diélectrique soumise à un champ électrique extérieur

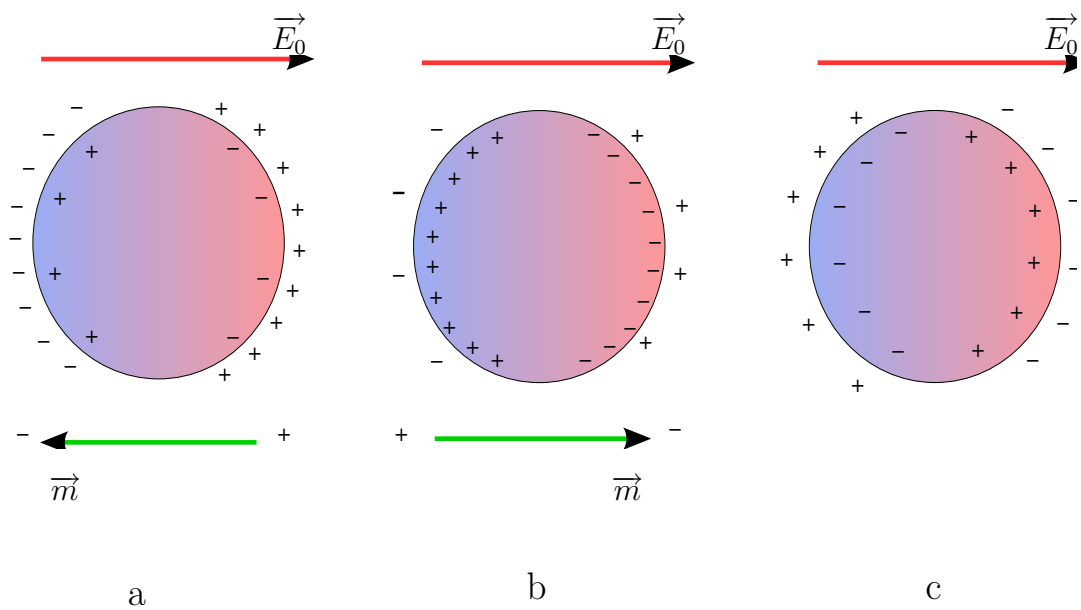


FIG. 2.4 – Représentation des trois cas généraux de différences de permittivité entre une sphère diélectrique à perte et un milieu diélectrique environnant soumis à un champ électrique. a – la particule est peu polarisable devant le milieu environnant ; b – la particule est très polarisable devant le milieu environnant ; c – la particule est aussi polarisable que le milieu environnant

extérieures auront tendance à éviter la sphère. Le dipôle électrostatique formé sera de même sens que le champ électrique \vec{E}_0 .

La sphère et le milieu environnant sont de polarisabilités équivalentes, soit $\epsilon_{int} \simeq \epsilon_{ext}$. L'absence de polarisabilité fait que les charges extérieures et intérieures vont se compenser, et le dipôle obtenu sera faible, voire nul dans le cas de deux permittivité strictement égales (figure 2.4c).

Les mécanismes de base de la formation d'un dipôle dans une sphère diélectrique peuvent être généralisés et appliqués à toute forme d'objet, les valeurs des moments calculés pour une sphère étant plus ou moins aisés à calculer suivant la géométrie de l'objet et ses propriétés. On peut donc concevoir la possibilité d'user de ce moment dipolaire pour créer une force mécanique. La solution retenue la plus courante est obtenue en appliquant un champ électrique non-uniforme autour de l'objet ciblé. Cette technique est appelée *diélectrophorèse*.

2.4 La diélectrophorèse

2.4.1 Introduction

La diélectrophorèse consiste à appliquer un champ électrique non-uniforme autour d'un objet diélectrique. On a vu précédemment que la présence du champ électrique va créer un moment dipolaire, et la sphère va se comporter comme si elle était chargée en surface. La non-uniformité du champ électrique est alors le facteur clé de la force induite. Les charges sont également réparties à chaque extrémité de l'objet, mais le champ électrique est plus intense d'un côté que de l'autre, et donc, la force électrostatique associée est plus importante d'un côté, le bilan des forces est donc non nul.

Depuis la preuve de faisabilité de son utilisation sur des objets de faibles tailles à la fin des années 70 par Pohl[40] et la démonstration de manipulation d'objets biologiques à la fin des années 80 par Masuda *et al.*[41; 42], c'est devenu un outil de plus en plus utilisé dans les applications microfluidiques pour déplacer, trier, et obtenir des informations sur les particules ciblées,

notamment les cellules biologiques. Les procédés de fabrication des générateurs de champs non-uniformes étant le plus souvent beaucoup plus simples que ceux des actionneurs conventionnels et parfaitement intégrables sur un microcircuit, la diélectrophorèse devient incontournable dans le monde des BioMEMS.

On va tout d'abord s'intéresser au calcul de la force générée sur une particule par un champ électrique non-uniforme. Ensuite, un tour d'horizon sera fait des microsystèmes utilisant la diélectrophorèse pour manipuler des objets.

2.4.2 Force générée dans un gradient de champ électrique

Définition 3 On appelle force de Coulomb la force \vec{F}_c exercée sur un corps électriquement chargé de charge q par un autre corps chargé générant un champ électrique environnant \vec{E}_0 , elle est donnée par la relation :

$$\vec{F}_c = q \cdot \vec{E}_0 \quad (2.19)$$

Supposons maintenant un dipôle $\{+Q - -Q\}$ aligné sur l'axe O_z dans un champ électrique non-uniforme $\vec{E}_0(z)$ lui aussi suivant O_z (figure 2.5).

On a alors :

$$\vec{F}_c = Q \cdot \vec{E}_0\left(z + \frac{d}{2}\right) - Q \cdot \vec{E}_0\left(z - \frac{d}{2}\right) \quad (2.20)$$

où δz est petit devant la variation de $\vec{E}_0(z)$. On peut donc écrire :

$$\vec{E}_0(z + \delta z) \simeq \vec{E}_0(z) + \nabla E_0(z) \cdot \delta z \quad (2.21)$$

ce qui mène à

$$\vec{F}_c = Q \cdot d \cdot \nabla E_0(z) \quad (2.22)$$

On reconnaît ici $Q d u_z$ qui est un moment dipolaire qu'on notera \vec{m} , vecteur de direction O_z . On peut donc noter :

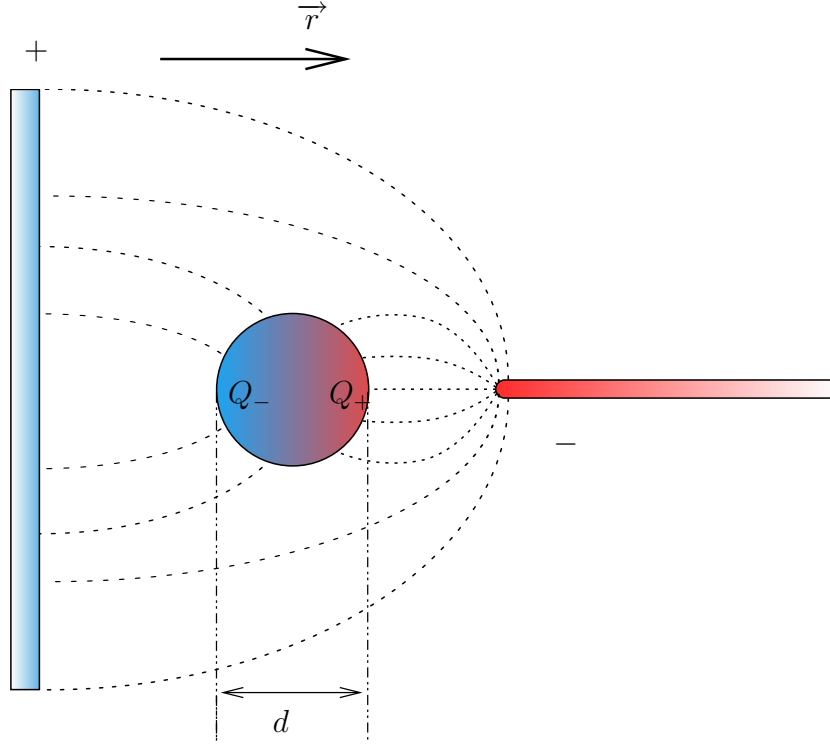


FIG. 2.5 – Dipôle électrostatique dans un champ électrique non-uniforme. Les forces de coulomb ne sont pas symétriques autour du dipôle, il en résulte une force globale non nulle exercée sur le dipôle.

$$\vec{F}_c = (\vec{m} \cdot \vec{\nabla}) \vec{E}_0(z) \quad (2.23)$$

Pour aller plus loin dans le développement, on considère maintenant que le champ électrique est d'amplitude alternative et dépend non seulement de z , mais de toutes ses autres coordonnées spatiales.

$$\begin{aligned} \vec{E}(\vec{r}, \omega, t) &= \vec{E}_{x,0}(\vec{r}) \cos(\omega t + \Phi_x(\vec{r})) \vec{u}_x \\ &+ \vec{E}_{y,0}(\vec{r}) \cos(\omega t + \Phi_y(\vec{r})) \vec{u}_y \\ &+ \vec{E}_{z,0}(\vec{r}) \cos(\omega t + \Phi_z(\vec{r})) \vec{u}_z \end{aligned} \quad (2.24)$$

Et on reprend le cas de la sphère diélectrique à pertes dans un environnement diélectrique à pertes, tel que vu dans la section précédente. Le moment dipolaire devient donc :

$$\overrightarrow{m}(\omega, t) = m_x(\omega, t).\vec{u}_x + m_y(\omega, t).\vec{u}_y + m_z(\omega, t).\vec{u}_z \quad (2.25)$$

et l'équation (2.15) donne :

$$\begin{aligned} \overrightarrow{m}(\vec{r}, \omega, t) &= 4\pi\epsilon_0\epsilon_{ext}(\omega)R^3 \\ &\begin{pmatrix} E_{x,0}(\vec{r}).(\text{Re}[K(\omega)] \cos(\omega t + \Phi_x(\vec{r})) - \text{Im}[K(\omega)] \sin(\omega t + \Phi_x(\vec{r})))\vec{u}_x \\ E_{y,0}(\vec{r}).(\text{Re}[K(\omega)] \cos(\omega t + \Phi_y(\vec{r})) - \text{Im}[K(\omega)] \sin(\omega t + \Phi_y(\vec{r})))\vec{u}_y \\ E_{z,0}(\vec{r}).(\text{Re}[K(\omega)] \cos(\omega t + \Phi_z(\vec{r})) - \text{Im}[K(\omega)] \sin(\omega t + \Phi_z(\vec{r})))\vec{u}_z \end{pmatrix} \end{aligned} \quad (2.26)$$

On dispose maintenant de $\overrightarrow{E}(\vec{r}, t)$ par (2.24), \overrightarrow{m} par (2.26) qui peuvent nous donner l'expression de la force grâce à (2.22). On obtient :

$$\overrightarrow{F_c}(\omega, t) = \sum_{i=x,y,z} \left(m_i(\omega, t) \frac{\partial E_x(\omega, t)}{\partial i} \vec{u}_x + m_i(\omega, t) \frac{\partial E_y(\omega, t)}{\partial i} \vec{u}_y + m_i(\omega, t) \frac{\partial E_z(\omega, t)}{\partial i} \vec{u}_z \right) \quad (2.27)$$

Ces valeurs sont instantanées, et donc de peu d'utilité pour calculer le déplacement provoqué sur une particule, celui-ci étant bien plus lent que les variations du champ électrique. Il faut donc moyenner la force sur une période temporelle du champ électrique pour trouver une force exploitable à l'échelle de temps du déplacement de la sphère. Pour simplifier les calculs, on ne considère qu'un terme d'une composante du vecteur :

$$\begin{aligned} m_i(\omega, t) \frac{\partial E_j(t)}{\partial i} &= 4\pi\epsilon_0\epsilon_{ext}(\omega)R^3 (\text{Re}[K(\omega)] \cos(\omega t + \Phi_i) - \text{Im}[K(\omega)] \sin(\omega t + \Phi_i)) \\ &\times \left(\frac{\partial E_{j,0}}{\partial i} \cos(\omega t + \Phi_i) - \frac{\partial \Phi_i}{\partial i} E_{j,0} \sin(\omega t + \Phi_i) \right) \end{aligned} \quad (2.28)$$

qu'on moyenne sur une période temporelle :

$$\left\langle m_i(\omega, t) \frac{\partial E_j(t)}{\partial i} \right\rangle = 2\pi\epsilon_0\epsilon_{ext}(\omega)R^3 \left(\text{Re}[K(\omega)] E_{j,0} \frac{\partial E_{i,0}}{\partial i} + \text{Im}[K(\omega)] E_{j,0}^2 \frac{\partial \Phi_i}{\partial i} \right) \quad (2.29)$$

On peut donc calculer la force moyenne :

$$\langle \overrightarrow{F_c}(\omega) \rangle = 2\pi\epsilon_0\epsilon_{ext}(\omega)R^3 \left(\text{Re} [K(\omega)] \overrightarrow{\nabla E_{eff}^2} + \text{Im} [K(\omega)] \left(E_{x,0}^2 \overrightarrow{\nabla \Phi_x} + E_{y,0}^2 \overrightarrow{\nabla \Phi_y} + E_{z,0}^2 \overrightarrow{\nabla \Phi_z} \right) \right) \quad (2.30)$$

Dans laquelle E_{eff} est la valeur efficace de E_0 , soit pour un régime sinusoïdal $E_0/\sqrt{2}$. Dans la pratique, les champs électriques appliqués pour la diélectrophorèse sont sinusoïdaux, et on utilise deux champs déphasés de 180° pour obtenir la non-uniformité. On peut donc simplifier l'expression (pas de gradient de phase) :

$$\boxed{\overrightarrow{F_c}(\omega) = 2\pi\epsilon_0\epsilon_{ext}(\omega)R^3 \text{Re} [K(\omega)] \overrightarrow{\nabla E_{eff}^2}} \quad (2.31)$$

Le facteur de Clausius-Mossotti, dépendant de la fréquence d'excitation, est un élément clé de la force diélectrophorétique. On verra plus loin que l'utilisation de fréquences variables peut donner lieu à des applications très puissantes. On dispose maintenant d'un outil pour calculer la force due à un gradient de champ électrostatique sur une particule diélectrique. En réalité, cette composante de l'effet diélectrophorétique n'est pas unique. Il en existe une autre comme on le verra un peu plus loin. Mais la force diélectrophorétique présentée ici possède déjà des applications intéressantes, notamment jouant sur les propriétés diélectriques des objets pour les différencier et les caractériser.

2.4.3 Applications de la diélectrophorèse

La première application à citer a déjà été vue à l'occasion de l'étude des pinces optiques. Le système de tri de Arai[22] utilise la diélectrophorèse pour éviter l'intrusion d'obstacles dans le port d'entrée (figures 2.6 et 2.7). Deux électrodes encadrent l'extrémité du port et génèrent un champ électrique qui exerce un champ de force bloquant pour les particules évoluant autour de la cible.

Une tension de 46V crête-à-crête à 1MHz est appliquée entre les électrodes pour repousser les autres objets pendant l'injection alors que la pince optique est suffisamment puissante pour maintenir la cible sous contrôle. La technique

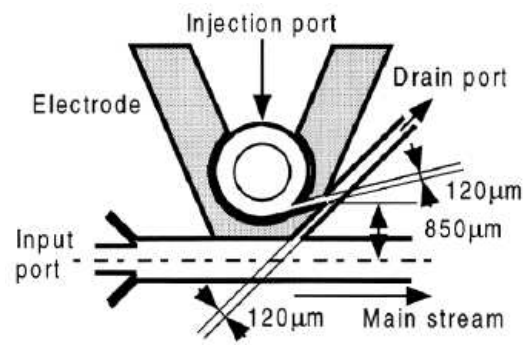


FIG. 2.6 – Schéma de la microporte diélectrophorétique[22]

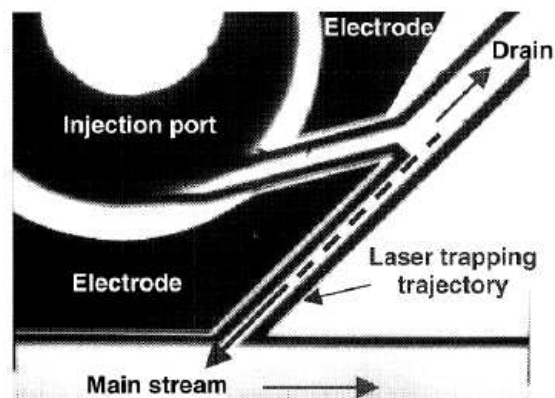


FIG. 2.7 – Image au microscope optique des électrodes encadrant le port d'entrée[22]

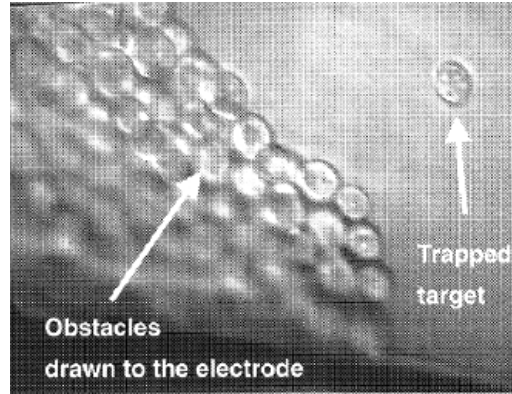


FIG. 2.8 – Image de la combinaison diélectrophorèse et pince optique en action pendant l’isolation d’une cellule[22]

est efficace, comme peut en témoigner la figure 2.8. La diélectrophorèse est utilisée ici non pas pour manipuler un objet, mais comme remplacement à une barrière mécanique qui aurait été autrement plus compliquée à mettre en oeuvre.

Les électrodes étant la plupart du temps planes sur les substrats, le champ électrique généré est variable suivant l’axe normal à ce substrat (typiquement noté O_z). De ce fait, on a un phénomène de lévitation des objets au-dessus du système. Ce phénomène peut être exploité pour caractériser ou différencier des objets, comme le propose Markx[43]. Il propose à cet effet une structure basée sur un procédé assez simple (figure 2.9). Le gradient de champ électrique suivant la hauteur au-dessus de l’échantillon vient en opposition avec la gravité. Cependant, étant donné que les deux forces sont volumiques, la taille des particules ciblées n’entre pas en jeu, une particule plus grande subira une force en proportion. En revanche, et contrairement à un tri électrophorétique pur, la densité du/des matériau(x) composant la cible intervient, du fait de la gravité. D’après les calculs théoriques, une bille de latex de $3\mu\text{m}$ subit une force gravitationnelle de $5.5\text{e-}8\mu\text{N}$, et il faut un gradient de champ électrique $\nabla E^2 = 1\text{e} - 6V^2.\mu\text{m}^{-3}$ pour équilibrer cette force et maintenir la particule en suspension.

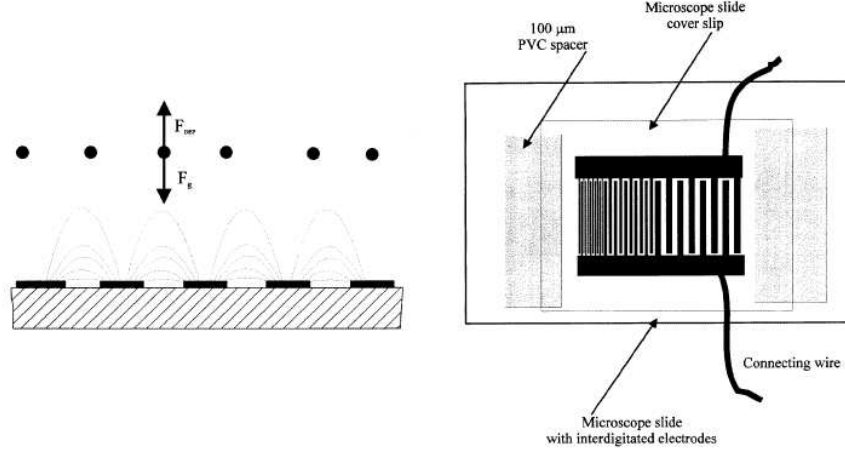


FIG. 2.9 – Schémas du système de lévitation diélectrophorétique de Markx vue de côté et vue de haut[43]

D'après les calculs théoriques de l'auteur, la hauteur de lévitation au-dessus des électrodes vaut :

$$h = \frac{1}{k_1} \left[2 \ln V + \ln \left(\frac{-3\epsilon_0\epsilon_m \text{Re}[K(\omega)]AP(w)}{2(\gamma_2 - \gamma_1)\bar{g}} \right) \right] \quad (2.32)$$

Dans cette équation, k_1 est une constante liée à la géométrie des électrodes, γ_2 et γ_1 sont les densités respectives du liquide environnant la particule et de la particule elle-même, le terme $(\gamma_2 - \gamma_1)\bar{g}$ est appelé *force de sédimentation*. A et $P(\omega)$ sont respectivement une constante et un facteur dépendant de la fréquence qui représente des effets de polarisation de l'électrode. V est bien sûr l'amplitude de la tension d'excitation des électrodes, et h la hauteur entre la particule et les électrodes. On remarque dans les résultats qui suivent que la taille de l'électrode joue beaucoup dans la hauteur de lévitation, jusqu'à atteindre un maximum de hauteur de lévitation. Ensuite, pour des tailles trop élevées, la hauteur de lévitation diminue. La progression logarithmique de la hauteur avec le niveau de tension ne permet pas d'envisager de faire léviter des objets pour les manipuler très loin des électrodes. On note aussi la très faible influence de la conductivité, et, comme prévu, de la taille des billes en latex. Cependant, pour les particules les plus pe-

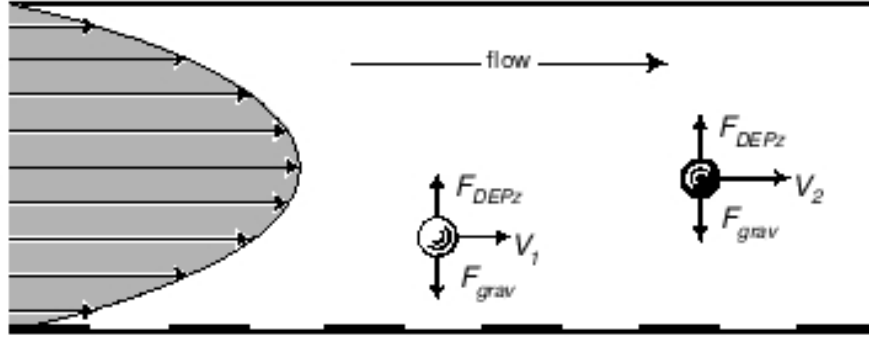


FIG. 2.10 – Schéma de principe de la séparation flux-force[44]

tites, il s'est avéré impossible d'établir des résultats cohérents, celles-ci étant vraisemblablement trop sensibles au mouvement brownien.

Mais le fait le plus intéressant à noter est la possibilité d'obtenir une lévitation des particules, conforme à la théorie, et qui prévoit une dépendance à la permittivité et la densité. Il est donc envisageable, sur des systèmes sensiblement différents, d'opérer un tri sur un flux de particules !

C'est cette idée qui est à la base des techniques de séparation flux-force. Vykoukal[44] propose un système assez similaire mais dans lequel les particules sont amenées par flux, et les électrodes disposées tout au long du canal (figure 2.10). Suivant leurs propriétés diélectriques, les particules vont évoluer à une certaine altitude dans le canal. Les lois de l'hydrodynamique disent que leurs vitesses dépendent de leur position par rapport au centre du canal.

On trouve donc une hauteur de lévitation de :

$$h_{part} = \frac{d}{4\pi} \ln \left[\frac{3\epsilon_{ext} V^2 AP(\omega)}{2(\gamma_{int} - \gamma_{ext})g} \text{Re}[K(\omega)] \right] \quad (2.33)$$

qui correspond à ce qu'indiquait Marx (voir (2.32)). Et suivant la hauteur de lévitation, on peut trouver la vitesse de la particule, donnée par :

$$v_{part} = 6\langle v \rangle \frac{h_{part}}{H} \left(1 - \frac{h_{part}}{H} \right) \quad (2.34)$$

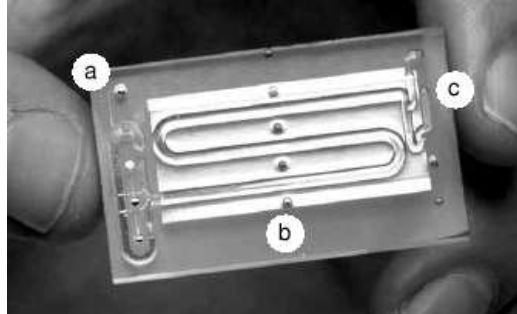


FIG. 2.11 – Image au microscope optique du composant de séparation flux-force de Vykoukal *et al.*[44]

où H est l'épaisseur du canal et $\langle v \rangle$ la vitesse moyenne du fluide en écoulement.

Donc, des particules ayant des propriétés diélectriques différentes vont avoir tendance à évoluer à des hauteurs différentes. La différence de hauteur d'évolution dans le canal va entraîner un retard sur certaines d'entre elles. Naturellement, l'efficacité de la séparation dépend beaucoup de la longueur du canal couverte par les électrodes de diélectrophorèse. La structure de test est donc une serpentine repassant plusieurs fois au-dessus des électrodes. Le système complet occupe 11cm^2 (figure 2.11). Des globules rouges, des cellules cancéreuses et d'autres produits ont été injectés dans le système, qui a réussi à retrouver une solution de globules rouges pure à 99%.

Toujours dans le domaine du tri et de la séparation, on trouve les travaux de Gascoyne *et al.*[45]. Celui-ci produit une microchambre dans laquelle on trouve des électrodes longues, serpentant pour se retrouver interdigitées (figure 2.12). Après des mesures d'électrorotation, une séparation diélectrophorétique est essayée. Le principe est toujours de différencier les permittivités électriques des objets. En créant un puits de potentiel diélectrophorétique, c'est-à-dire un piège sélectif, optimisé pour les cellules que l'on souhaite conserver au détriment des autres, un flux liquide soigneusement dosé permet d'évacuer les cellules ne correspondant pas à l'excitation électrique, ou tout du moins pas suffisamment. Gascoyne appelle ce système chambre d'affinité diélectrique.

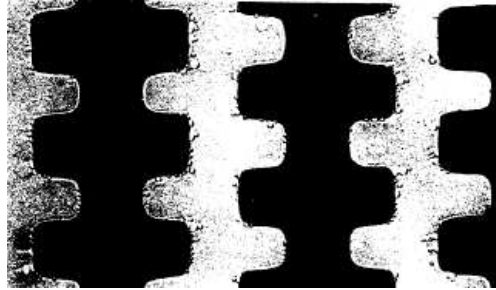


FIG. 2.12 – Image au microscope optique des électrodes de la chambre d’affinité diélectrique de Gascoyne[45]

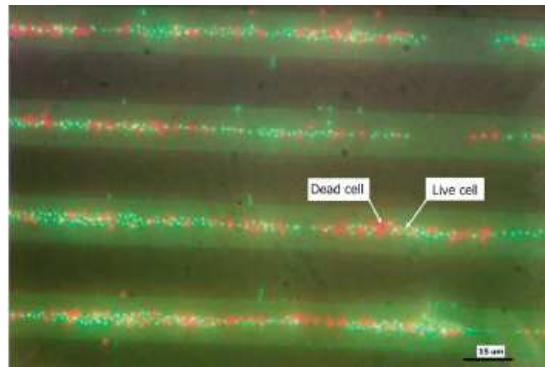


FIG. 2.13 – Image au microscope optique de diélectrophorèse négative sur des cellules de *Listeria*[46]

Des essais sont faits, entre autre sur un tri de cellules tumorales parmi des cellules saines. Les résultats ne sont pas encore au niveau d’autres techniques chimiques etc. Cependant, il faut noter que la structure proposée permet un tri bien plus rapide, et moins contraignant sur le rapport initial entre cellules saines et cellules cancéreuses. On peut donc considérer que le système est parfaitement acceptable en complément des techniques plus puissantes, mais plus contraignantes.

En terme de séparation, on peut aussi citer Li *et al.*[46]. Celui-ci utilise la fréquence de transition entre la diélectrophorèse positive et négative (le signe du facteur de Clausius-Mossotti permet de déterminer si les cibles sont attirées ou repoussées des maxima de champs électriques). La structure est assez

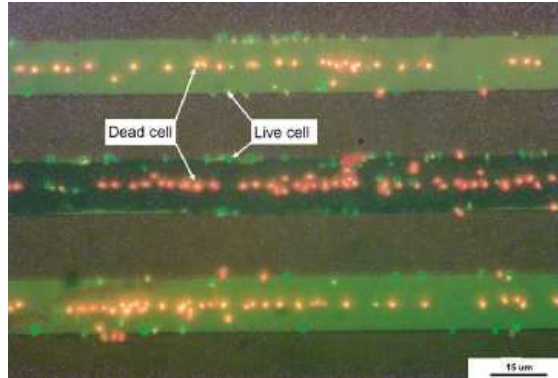


FIG. 2.14 – Image au microscope optique de la séparation de cellules de *Listeria* mortes de cellules vivantes[46]

classique : des électrodes sont déposées sur un substrat en verre, des piliers et un couvercle en verre permettent de fermer la structure. Les deux électrodes sont interdigitées. Les cibles choisies seront des cellules de *Listéria*, il faudra trier des cellules mortes de cellules vivantes. On applique un signal de 1V à 10kHz sur les électrodes, et on observe une diélectrophorèse négative sur l'ensemble des cellules (figure 2.13). Ensuite, alors que la fréquence est augmentée, on peut voir les cellules vivantes basculer vers une diélectrophorèse positive, comme en témoigne l'image au microscope de la figure 2.14, prise alors que la fréquence d'excitation est de 50kHz. Enfin, pour des fréquences élevées, ici 1MHz, on observe un régime de diélectrophorèse positive pour les deux types de cellules (figure 2.15). Dans le cas de la diélectrophorèse négative, il est à noter que contrairement aux prévisions «intuitives», les particules se concentrent uniquement au milieu des électrodes, et pas entre les électrodes. Des calculs plus poussés révèlent que la configuration géométrique fait qu'il existe toujours un gradient de champ E entre les électrodes.

Ratanachoo[47] propose également un système basé sur la fréquence de transition entre diélectrophorèse positive et négative, qu'il applique sur des cellules saines et des cellules contaminées par des agents toxiques pour réaliser une fonction de détection. Une calibration préliminaire est faite sur les différents types de cellules obtenues pour détecter leurs fréquences de transition respectives. Il s'agit en fait de déterminer la fréquence pour laquelle

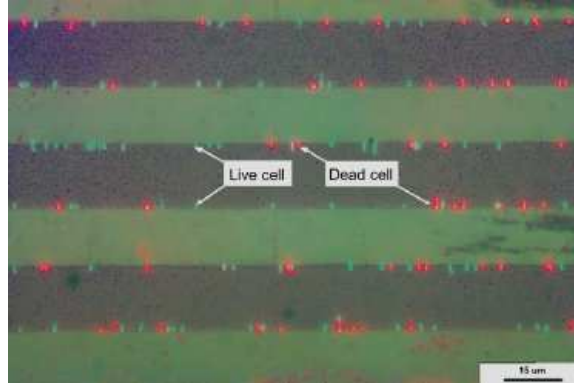


FIG. 2.15 – Image au microscope optique de diélectrophorèse positive sur des cellules de *Listeria*[46]

la force diélectrophorétique s’annule. Celle-ci varie évidemment suivant la conductivité du milieu. En faisant varier la conductivité du liquide environnant, on peut remonter jusqu’à la distinction entre conductivité des cellules et capacité membranaire. Ratanachoo a pu ainsi observer que la contamination des cellules entraînait, pour tous les agents testés, une réduction de la capacité membranaire, et une augmentation de la conductivité de la cellule. Fort de ces résultats, il envisage un système de séparation par flux-force diélectrophorétique pour une multitude d’agents toxiques.

Si la diélectrophorèse permet donc d’effectuer un tri d’objets sur la base de leur permittivité électrique, elle peut également être employée comme instrument de micropositionnement, préalablement à d’autres applications.

Ainsi, Frénéa *et al.*[48] s’est penchée sur l’étude des configurations géométriques d’électrodes pour avoir le meilleur placement possible de cellules sur une grille. Le but ici est bien de placer les objets entre les électrodes et non au-dessus, sinon, la fonctionnalisation du point d’arrivée devient très problématique. C’est donc la diélectrophorèse négative qui est ici utilisée.

Les géométries utilisées sont, pour les deux premières, constituées de deux électrodes interdigitées (figure 2.16). Des essais sur des billes en latex et des cellules ont permis d’observer une concentration de billes dans les zones de faible champ électrique, donc les zones ciblées. L’excitation nécessaire à cet

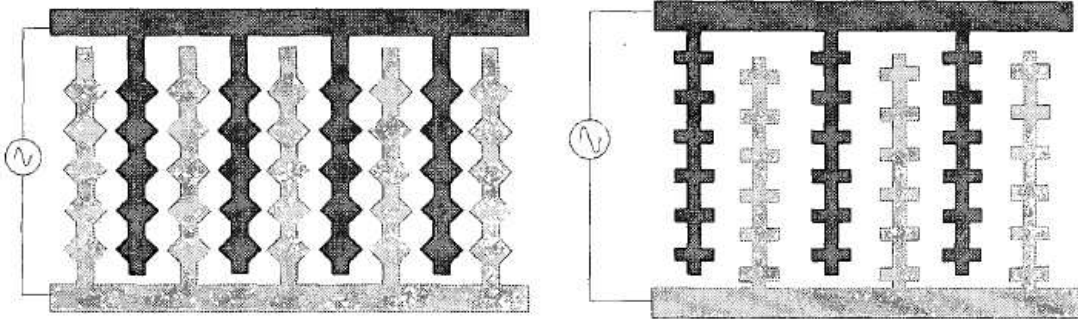


FIG. 2.16 – Schéma des électrodes interdigitées pour placement par diélectrophorèse[48]

effet varie de 8.6 à 10V et de 10kHz à 285kHz suivant la conductivité du liquide utilisé et la cible.

La troisième structure est beaucoup plus intéressante (figure 2.17) elle implique deux niveaux d'électrodes lors de la fabrication, pour laisser les deux accès de polarisation accéder à une grille complète d'électrodes. On fabrique ainsi un ensemble de pièges diélectrophorétiques avec deux signaux d'excitation. C'est l'architecture phare de l'article présenté.

On peut constater l'efficacité de l'architecture sur la figure 2.18. Les micro-billes en latex sont groupées régulièrement suivant le tableau d'électrodes. On peut envisager des grilles de tailles beaucoup plus conséquente sans problème majeur pour un traitement de cellules en grand nombre. Le seul problème de cette technique est le manque de contrôle de la quantité de particules agrégées sur la zone de concentration. L'idéal étant de pouvoir en placer une seule à la fois.

Medoro[49] cherche plutôt à exploiter le placement pour agréger des cellules et effectuer des mesures de micro-impédance dessus. Ici, le système est constituée de longues électrodes disposées en parallèle (figure 2.19). Les électrodes sont entourées par des joints pour assurer l'étanchéité de la chambre, ces joints sont eux-mêmes encadrés par des fibres optiques qui déterminent la hauteur de la cage. Une plaque conductrice est placée en capot, la mesure et les «parois du piège».

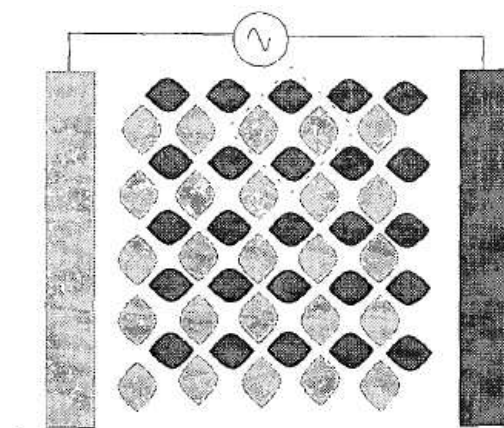


FIG. 2.17 – Schéma de la structure à deux niveaux pour placement par diélectrophorèse[48]

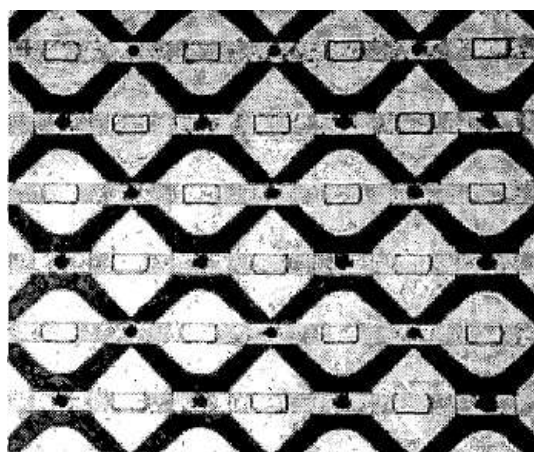


FIG. 2.18 – Images au microscope optique de la grille d'électrodes plaçant des microbilles en latex[48]

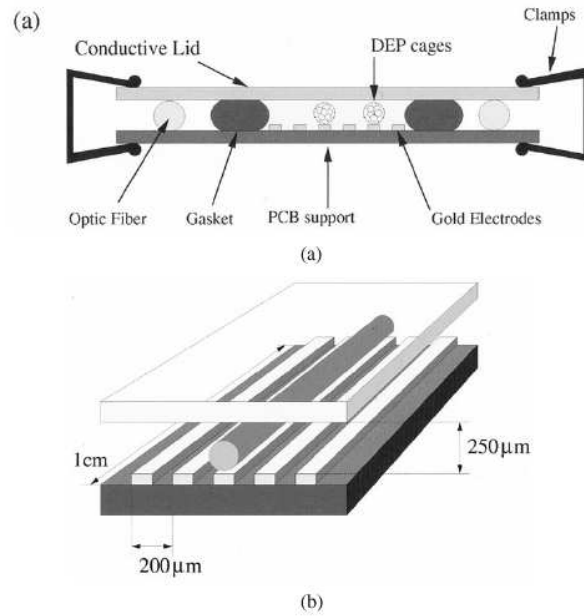


FIG. 2.19 – Schéma du système de capture et mesure d'impédance[49]

Le capot est excité en permanence, et c'est suivant l'excitation des électrodes en lignes que l'on est en phase de piégeage ou de mesure (figure 2.20). Pendant la phase de piégeage, les électrodes situées directement sous les pièges sont excitées en phase avec le capot, il n'y a donc que peu de champ électrique en cet endroit. Par contre, les électrodes situées immédiatement à côté sont en opposition de phase avec le capot, et on a bien un champ électrique important. Ainsi, il est possible de générer des cages diélectrophorétiques. Pendant la phase de mesure, on inverse les polarisations des électrodes : toutes les électrodes sont en phase avec le capot (champs électriques nuls) sauf celle située sous l'objet. On a alors une mesure de ses propriétés diélectriques (conductivité et permittivité). Même si la lévitation diélectrophorétique n'est plus activée, la phase de mesure dure environ 1ms contre 10ms pour que la cellule tombe sur les électrodes.

Pour améliorer la sensibilité de la mesure, il est préférable d'avoir le plus de cellules possible entre l'électrode de mesure et le capot. À cet effet, en jouant sur la polarisation des électrodes, on peut déplacer les cages diélec-

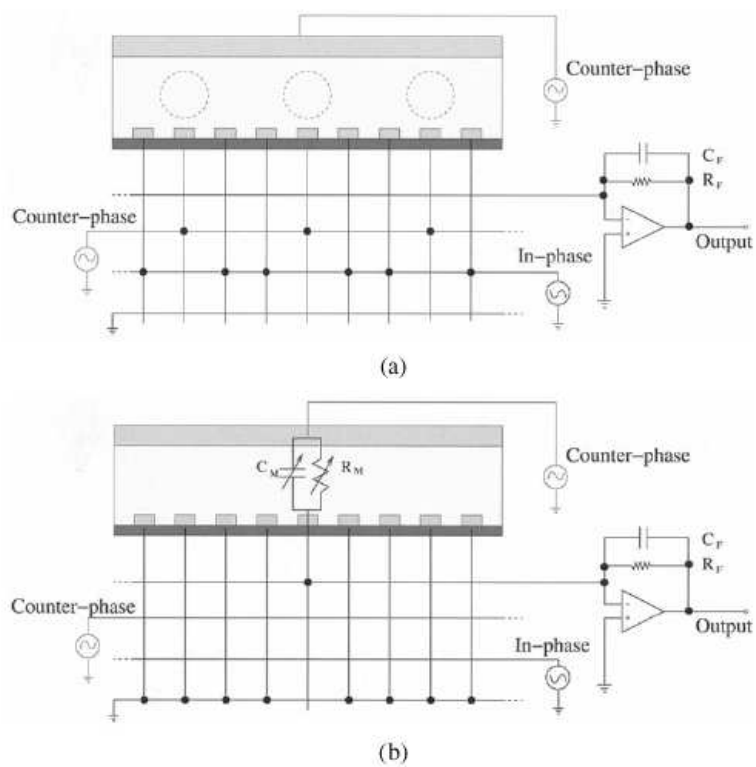


FIG. 2.20 – Connexions des circuits et du capot suivant la phase de piégeage ou de mesure. a) le système est configuré en mode génération de cages ; b) le système est configuré en mode mesure

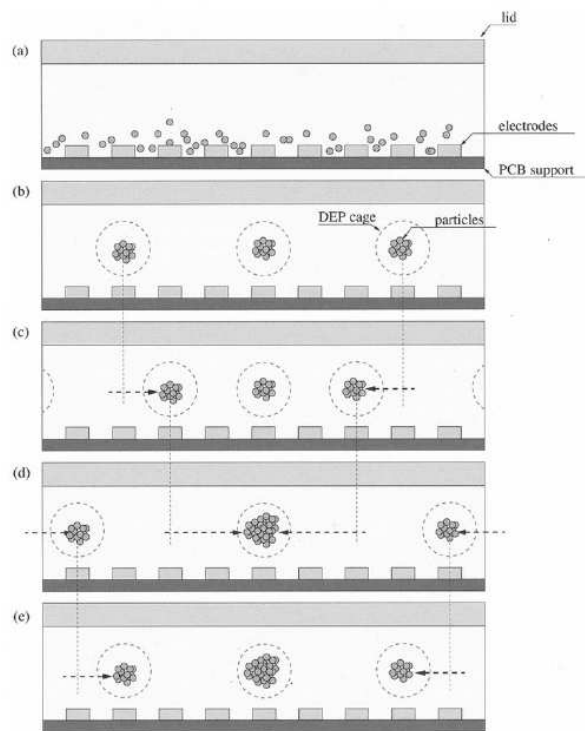


FIG. 2.21 – Mécanisme de déplacement de cage pour agglomérer les cellules[49]

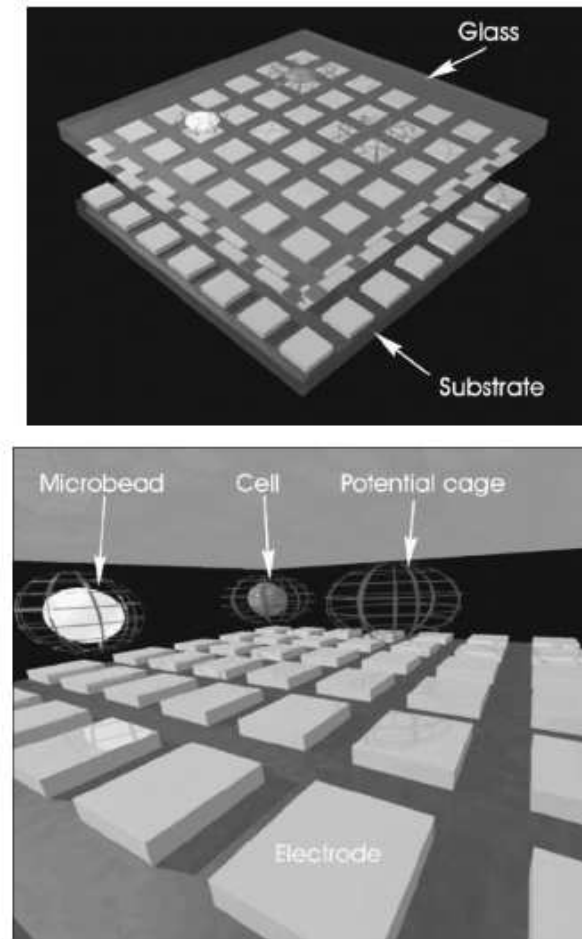


FIG. 2.22 – Schéma de la grille à cages diélectrophorétique[50]

trophorétiques (figure 2.21). Après une calibration faite à partir d'espèces connues, il devrait être possible d'identifier et même de retrouver une estimation de la quantité de cellules placées au-dessus de l'électrode de mesure.

Reprenant le même principe, Manaresi *et al.*[50] propose une grille d'électrodes (figure 2.22) pour placer des particules suivant un schéma défini. Avec une telle grille, et l'électronique associée, il est possible de traiter jusqu'à 100 000 cellules simultanément, sur un dispositif de $8 \times 8 \text{ mm}^2$. La grille est constituée de 320×320 électrodes carrées de $20 \mu\text{m}$ de côté. L'excitation se

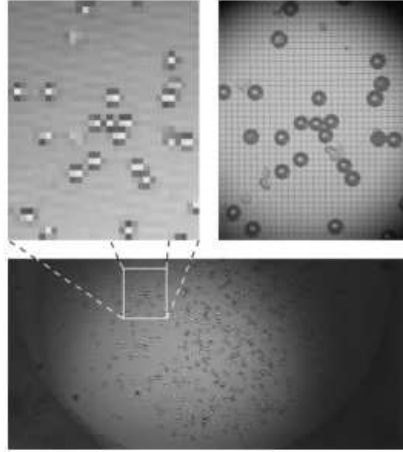


FIG. 2.23 – Images de la détection de billes en latex par le système diélectrophorétique(en haut à gauche) et par un microscope optique(en haut à droite)[50]

fait entre 3 et 6V à 500kHz pour des cellules de $10\mu\text{m}$ de diamètres. Le même principe de détection est utilisé que chez Medoro.

Des essais de placement puis de détection sur des billes en latex de $50\mu\text{m}$ de diamètre (figure 2.23) montrent l'efficacité du système de détection. Celui-ci est basé sur le principe d'acquisition de mesure vu plus haut, avec un traitement électronique. Il devrait également être possible de détecter une anomalie dans la mesure, permettant d'affirmer que les cellules testées présentent un caractère inhabituel. Le système permet aussi, par déplacement de cage, de positionner précisément en n'importe quel point de la grille un paquet d'objets cibles.

Albrecht *et al.*[51] propose jusqu'au placement dans un espace tridimensionnel des cellules biologiques. Il utilise des chambres de $100\mu\text{m}$ de haut et tente de reproduire un schéma en 3 dimensions de cellules, pour étudier leurs interactions. La chambre possède des parois en SU8 de $100\mu\text{m}$ de haut.

Les différents traitements appliqués aujourd'hui aux cellules (chimie, etc.), pour être réalisés, nécessitent une phase de positionnement des cellules cibles. Ce genre de microsystème est la clé d'un traitement de masse rapide, non seulement en permettant par exemple, l'injection rapide de produit, mais en

pouvant en plus détecter immédiatement une partie des réactions (cellules mortes, etc.) en un temps réduit, et en autonomie.

Récemment, Chou *et al.*[52] ont mis au point une technique appelée *diélectrophorèse sans électrodes*. Le principe est d'utiliser l'eau, dans lequel le courant peut être assimilé à un flux hydrodynamique d'ions, dont le champ \vec{E} sera dépendant. Ensuite, en plaçant judicieusement des éléments diélectriques le long du chemin d'écoulement, on peut obtenir des variations de densité de courant \vec{j} , et donc un gradient de champ électrique (figure 2.24). On obtient bien un piège diélectrophorétique simplement en appliquant une différence de potentiel entre les deux extrémités du système.

Le dispositif est destiné à être testé sur des brins d'ADN. Pour évaluer la force diélectrophorétique appliquée aux molécules d'ADN, on évalue d'abord leur énergie potentielle à l'état non polarisé dans le champ électrique généré par les structures et la différence de potentiel. En dérivant cette énergie potentielle, on trouve :

$$\vec{F}_{dep} = \alpha |E| \frac{d\vec{E}}{dz} \quad (2.35)$$

où F_{dep} est la force diélectrophorétique, *alpha* est un facteur impliquant le facteur de Clausius-Mossotti et la polarisabilité complexe de la molécule, \vec{E} est le champ électrique généré par la différence de potentiel. Cette force est comparée au flux théorique des molécules d'ADN dans la structure :

$$\vec{J}(z, t) = \frac{D\vec{F}}{kT} \cdot n(z, t) - D \overrightarrow{grad}_n(z, t) \quad (2.36)$$

dans laquelle \vec{J} est le flux de molécules, D est le coefficient de diffusion moyen (ici la diffusion brownienne), $D\vec{F}/kT$ est en fait la vitesse v due aux forces électrophorétiques et diélectrophorétiques obtenue par la relation d'Einstein. Finalement, n est la densité de molécules d'ADN.

Les résultats obtenus (figure 2.25) et analysés par ordinateur ont permis de déterminer la densité de molécules d'ADN dans les pièges. Finalement, la force de diélectrophorèse sans électrodes a pu être déterminée. Elle est de l'ordre de 1 à 2 femtoNewtons.

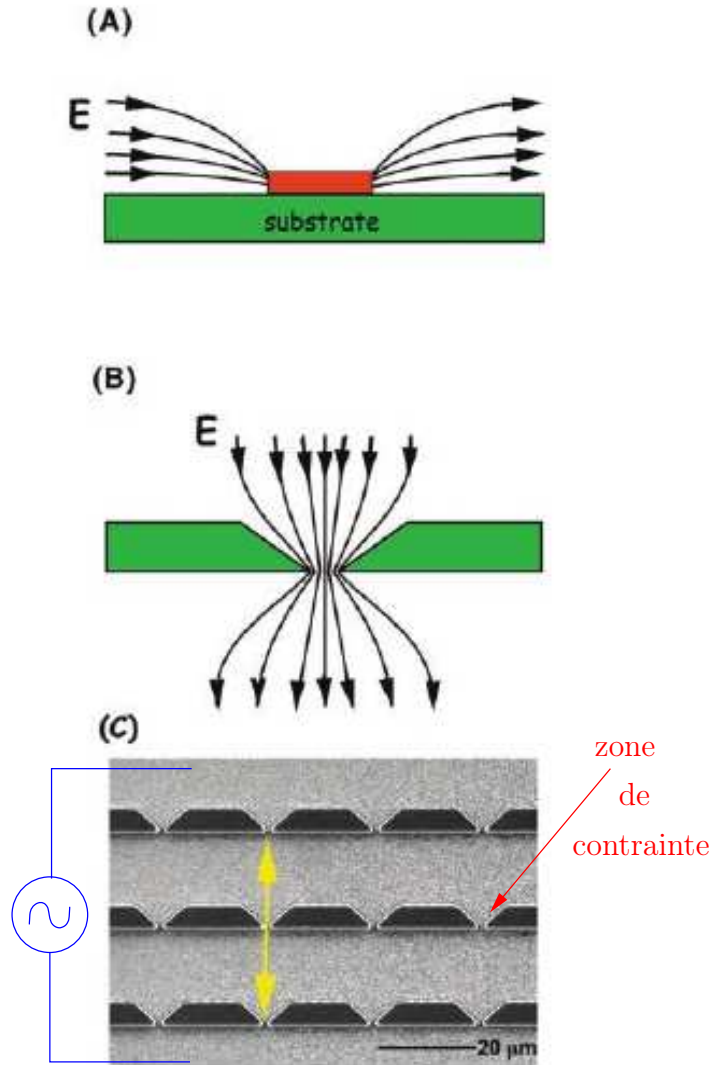


FIG. 2.24 – Schéma de principe et image de dispositif de diélectrophorèse sans électrodes. A - Piège diélectrophorétique classique à électrode. B - Piège diélectrophorétique sans électrodes, obtenu par contraintes diélectriques. C - Image au microscope électronique du dispositif expérimental de Chou *et al.*[52]

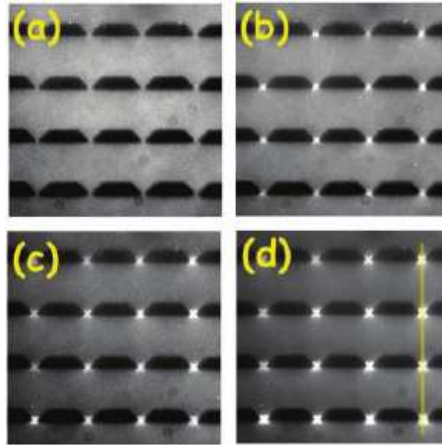


FIG. 2.25 – Images de la mise en oeuvre du système de diélectrophorèse dans électrode de Chou *et al.*[52] sur des molécules d'ADN. Échelle : $80\mu\text{m}$ de large et de hauteur. Les différentes images ont été prises pour des fréquences de a-200Hz, b-400Hz, c-800Hz, et d-1MHz, après 1 minute d'excitation à 5V crête-à-crête. Les zones brillantes correspondent à un agrégat de molécules piégées.

Par la suite, Chou *et al.* développent le principe pour créer des structures capables de fonctions d'injection et de séparation sur des cellules [53]. On peut voir par exemple sur la figure 2.26 une lyse électrolytique de globules rouges. Dans ce système un champ électrique statique tire les cellules à travers le système diélectrophorétique.

La diélectrophorèse sans électrodes permet donc de fabriquer des structures exploitant la diélectrophorèse beaucoup plus simples à fabriquer, donc, plus fiables et moins chères si produites en masse, tout en permettant des applications relativement puissantes. Il s'agit d'une technologie à surveiller.

Enfin, on citera les travaux très originaux de Desai *et al.*[54], dont le but est de capturer une particule dans l'air pour l'amener dans un milieu liquide. Pour transporter des particules en un endroit choisi, un flux de liquide est encore le vecteur le plus simple à utiliser d'un point de vue microsystèmes. Le premier système mis en place doit permettre par diélectrophorèse de pousser la particule dans un ménisque liquide (figure 2.27). Un canal permettant de laisser passer le flux d'air est en entrée du système. Une ouverture par

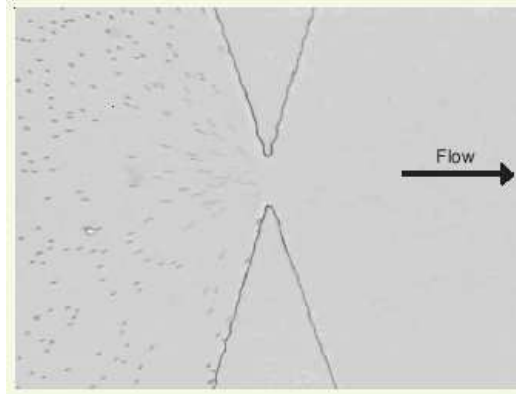


FIG. 2.26 – Image au microscope optique du procédé de lyse électrolytique par diélectrophorèse sans électrodes de Chou *et al.*[53]. On observe sur la partie gauche des tâches sombres qui sont des globules rouges. En traversant la zone de contrainte, ils sont détruits par le champ électrique entre les pointes, et ne sont plus visibles sur la partie droite.

laquelle la particule pourra passer débouche sur un jeu d'électrodes pour la diélectrophorèse. C'est cette dernière qui doit fournir la force nécessaire à la pénétration de la particule dans le ménisque. Celui-ci est contenu à sa place grâce à l'usage d'une couche hydrophobe en Téflon. Les résultats sont décevants : la diélectrophorèse peine à faire entrer la particule dans le ménisque, et les tensions nécessaires à cet effet (de l'ordre de 150V) entraînent une électrolyse de l'eau du ménisque.

Desai fabrique donc une nouvelle structure, dans laquelle c'est cette fois le ménisque qui est déplacé pour absorber la particule (figure 2.28). Celle-ci est toujours amenée par diélectrophorèse, à portée du ménisque. Ensuite, un système de pompe permet au ménisque de s'étaler sur l'interface, on aura interrompu l'excitation pour éviter à nouveau une électrolyse. Enfin, une fois capturée, une aspiration permet de ramener le ménisque au niveau du canal, où seraient transportées les particules. Les résultats sont cette fois plus probants, le ménisque se déplaçant entre 1 et 3mm/s, parvient à absorber des particules, mais avec un rendement de 5-10% seulement. Ces faibles performances sont explicables par la perte des propriétés hydrophobiques du Téflon après exposition à l'eau du ménisque (des goutelettes se forment en

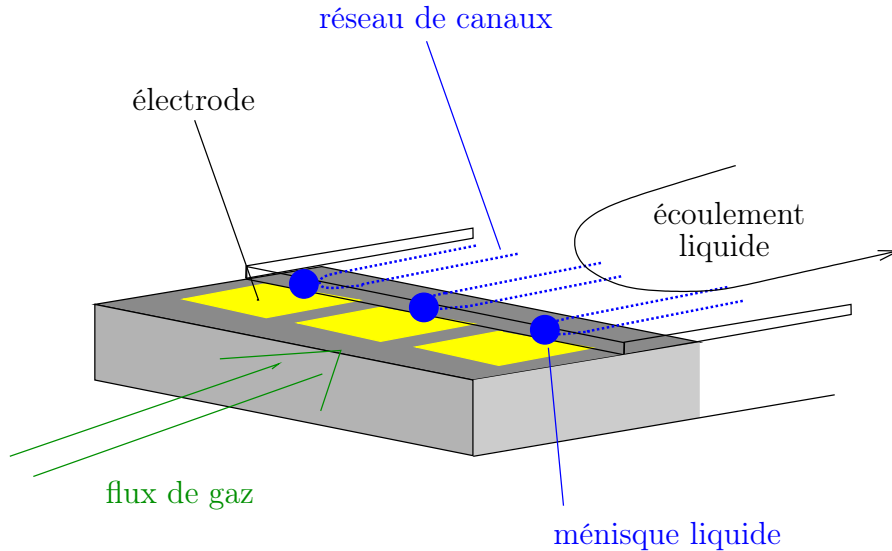


FIG. 2.27 – Schéma du premier système de capture d’une particule dans un ménisque liquide par Desai *et al.*[54]. Le flux de gaz amène les particules au niveau des électrodes, où elles sont accélérées vers le ménisque.

surface), la forme du ménisque est donc affectée, et des particules restent dans les gouttelettes à côté de l’interface liquide-air. Enfin, la largeur de capture est limitée par l’interface, à $500\mu\text{m}$. À ces problèmes d’efficacité s’ajoute le problème du contrôle de la pompe, et le risque de voir le liquide déborder jusqu’au canal d’air, auquel cas, particules et ménisque sont perdus. La génération suivante s’attache à concentrer les particules arrivant en un point dans l’axe du déplacement du ménisque, pour un meilleur rendement. Le système de filtrage est également améliorable (il joue également un rôle dans les faibles performances du système).

Ce système, bien que loin d’être optimal, ouvre la voie sur une vaste gamme d’applications où les technologies développées en microfluidique pourront permettre l’analyse de particules dans l’air, pourquoi pas d’agents toxiques, etc.

À terme, dans la gamme d’outils de manipulation de micro-objets, il deviendra nécessaire de pouvoir extraire des particules de leur milieu «naturel»

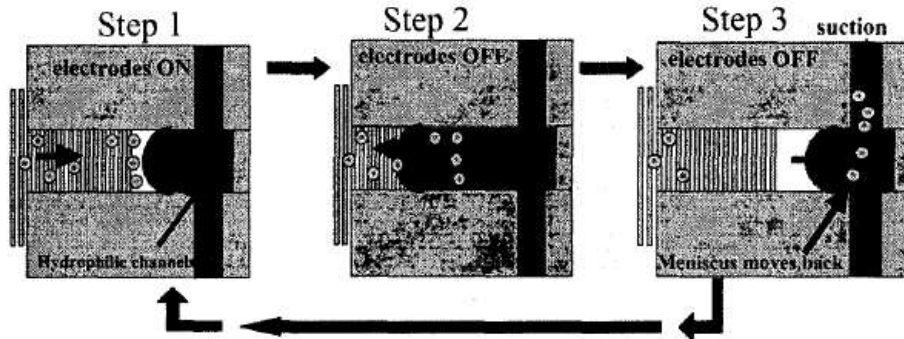


FIG. 2.28 – Images et principe de fonctionnement du deuxième système de capture de particule dans un ménisque liquide par Desai *et al.*[54]. À l'étape 1, on laisse le flux de gaz amener les particules au-dessus des électrodes, et celles-ci les attirent vers le ménisque. L'étape 2 voit l'arrêt de la polarisation, et le relâchement de la dépression qui maintient le ménisque. Celui-ci s'étend sur la zone de diélectrophorèse et capte les particules. L'étape 3 marque une aspiration qui remet le ménisque en place.

pour les amener dans un milieu plus propice à leur traitement, que ce soit convoyage, mesure, traitement chimique, génétique etc.

La diélectrophorèse promet, et permet déjà un grand nombre d'applications. Mais il est une de ses variantes qui n'a pas encore été abordée ici qui permet d'étendre encore ses possibilités.

2.4.4 Diélectrophorèse à ondes progressives

La diélectrophorèse permet d'appliquer une force sur un objet diélectrique dont l'efficacité dépend des permittivités complexes à la fois de la cible et du milieu environnant, de l'amplitude du champ électrique, et de sa fréquence. Cependant, en terme de convoyage de particules, elle est loin d'être la solution optimale. En appliquant une polarisation différente des habitudes (à savoir excitation en phase et en opposition de phase suivant les électrodes), on a pu observer les effets d'une force différente. Cette force est l'effet de la *diélectrophorèse à ondes progressives*. Elle est due au gradient de phase qui a jusque là été négligé car inexploité. Si l'exploitation et la prise en compte de ce facteur dans les calculs complique sérieusement la résolution analytique, les gains

en terme de possibilités sont plus qu’appréciables. Des travaux sont toujours d’actualité quant à la meilleure géométrie ou le modèle le plus efficace pour les simulations numériques. Mais on peut considérer que la *diélectrophorèse à ondes progressives* est une technique qui est arrivée à maturité.

On a vu que la force diélectrophoretique en excitation classique (électrodes excitées à 0° et 180° de déphasage) dépendait de la partie réelle du facteur de Clausius-Mossotti et du gradient de champ électrique (équation (2.31)). Huang[55] a pu démontrer que la force de diélectrophorèse à ondes progressives dépend de la partie imaginaire du facteur de Clausius-Mossotti et du gradient de phase. On peut donc considérer que la force diélectrophorétique généralisée se décompose en réalité en deux forces :

- La force diélectrophorétique conventionnelle, celle donnée par l’équation (2.31) ;
- La force diélectrophorétique à ondes progressives, donnée par :

$$F_{dop} = 2\pi\epsilon_0\epsilon_{ext}R^3\text{Im}[K(\omega)] \left(\sum_{i=x,y,z} \left(E_i^2 \overline{\nabla \Phi_i} \right) \right) \quad (2.37)$$

On retrouve encore dans cette formule l’importance capitale du facteur de Clausius-Mossotti dans la force de diélectrophorèse à ondes progressives. Mais c’est du coup ce même facteur qui va déterminer l’ampleur de l’une par rapport à l’autre. Ainsi, toujours suivant la fréquence et l’évolution des composantes réelles et imaginaires des permittivités relatives des deux milieux, on pourra observer une partie ou la totalité des phénomènes liés aux gradients de champ électrique.

La diélectrophorèse à ondes progressives est en fait l’effet qui est probablement le plus utilisé dans le déplacement, tri de cellules et séparation de flux dans le domaine électromagnétique.

En revanche, les calculs de champs, déjà non triviaux en diélectrophorèse conventionnelle, deviennent extrêmement complexes avec l’apparition de ce deuxième terme. Si les simulations électromagnétiques donnent généralement des résultats corrects, des travaux ont été menés pour obtenir des solutions analytiques exploitables. C’est le cas par exemple de la proposition de X.B.

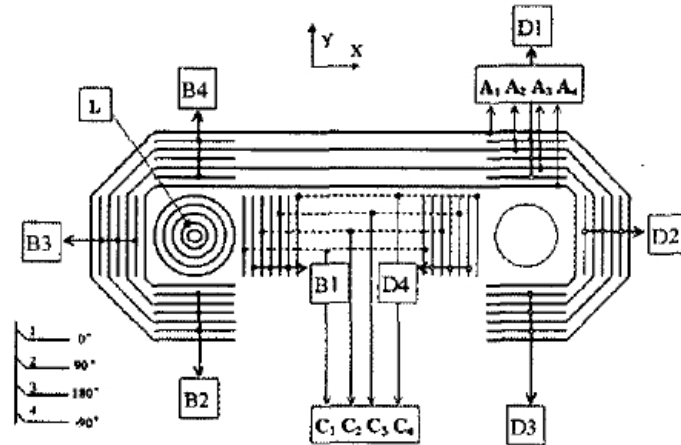


FIG. 2.29 – Schéma du système de caractérisation de Cen[59]

Wang *et al.*[56] et celle de X. Wang *al*[57]. Ces modèles théoriques visent à rassembler les deux composantes de la diélectrophorèse, et dans le cas de X. Wang, de revenir à une formulation intégrale pour résoudre le calcul. Celui-ci est relativement complexe, mais donne d'excellent résultat et permet d'économiser un temps de calcul précieux lors des simulations pour des résultats plus précis.

Un peu plus récemment, on trouve les travaux de Morgan *et al.*[58] qui tente de décomposer les champs électriques de diélectrophorèses conventionnelle et à ondes progressives en séries de Fourier. Les électrodes étant effectivement disposées de façon régulière et le déphasage également, on doit retrouver une périodicité dans le champ électrique, et il est exprimable en séries de Fourier.

La modélisation, le calcul analytique et la simulation des champs dans les canaux pour la diélectrophorèse restent une tâche délicate, et malgré la puissance sans cesse croissante des ordinateurs, il s'agit toujours d'un sujet ouvert concernant les optimisations sur la précision et la rapidité de calcul.

Malgré ces difficultés, en restant sur des configurations relativement simples, la diélectrophorèse à ondes progressives a permis de déboucher sur un champ encore plus large d'applications, telle celles proposées par Cen[59].

Son système est schématisé sur la figure 2.29. Il utilise toutes les possibilités offertes par la diélectrophorèse : diélectrophorèse conventionnelle, diélectrophorèse à ondes progressives, et électrorotation⁴.

Sur la figure, on note les différentes électrodes :

Les électrodes A et C permettent de créer des effets de diélectrophorèses à ondes progressives pour amener des cellules sur les lieux de mesure. Soit en les amenant depuis l'extérieur du système (A), soit en les déplaçant depuis un centre de mesure à l'autre (C).

Les électrodes B et D permettent de générer des champs tournant dans le sens des aiguilles d'une montre ou le sens opposé, et opérer ainsi des tests d'électrorotation.

L'électrodes L permet de pratiquer des tests de lévitation diélectrophorétique telle que vue plus haut.

Plus tard, l'auteur compte développer un système d'acquisition de mesures automatique couplé à une électronique associée, permettant au système d'opérer de façon autonome.

Pour revenir aux systèmes de séparation vus plus haut, on peut citer les travaux de Morgan *et al.*[60]. La séparation s'opère toujours sur des critères de permittivité électrique, mais c'est cette fois la partie imaginaire du facteur de Clausius-Mossotti qui doit être calculée.

Pour réaliser la structure, Morgan utilise des systèmes comprenant jusqu'à 25 000 électrodes(figure 2.30)! Celles-ci doivent être excitées suivant quatre phases différentes. L'architecture des électrodes permet d'éviter cependant la multiplication des niveaux d'électrodes et conserver un procédé technologique simple. Le substrat est en verre, les électrodes sont dessinées à partir d'or déposé. Une couche d'isolation protège l'or du liquide. Finalement, des piliers en or ou en titane/palladium/or de même niveau que l'isolant reçoivent un capot également en titane-or. Comme la plupart des procédés destinés à la diélectrophorèse, celui-ci reste relativement simple.

⁴L'électrorotation est basée sur un champ tournant autour d'un dipôle, ce qui crée un couple mécanique de la même manière qu'un gradient longitudinal crée une force dans le cas de la diélectrophorèse

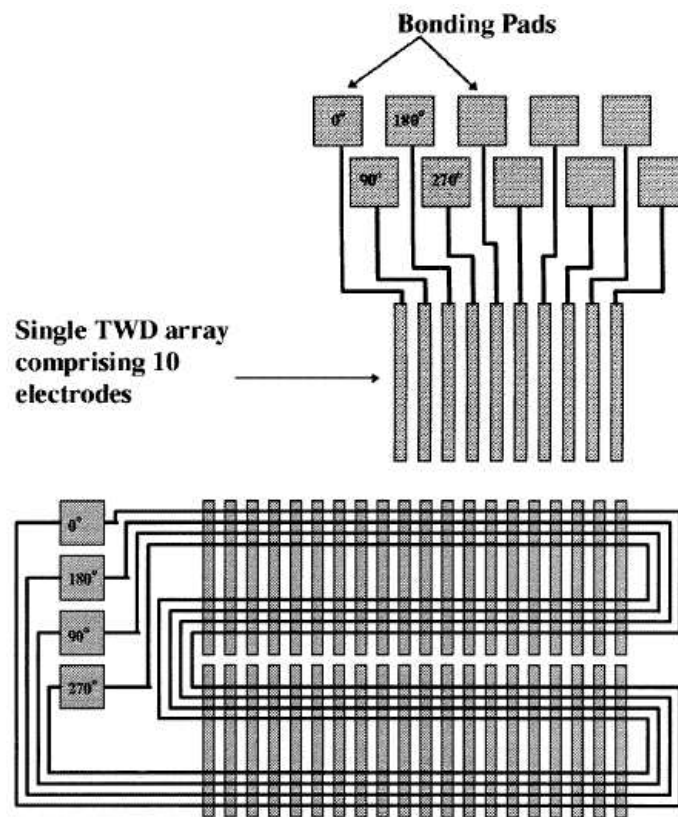


FIG. 2.30 – Schéma de la structure de séparation de Morgan[60]

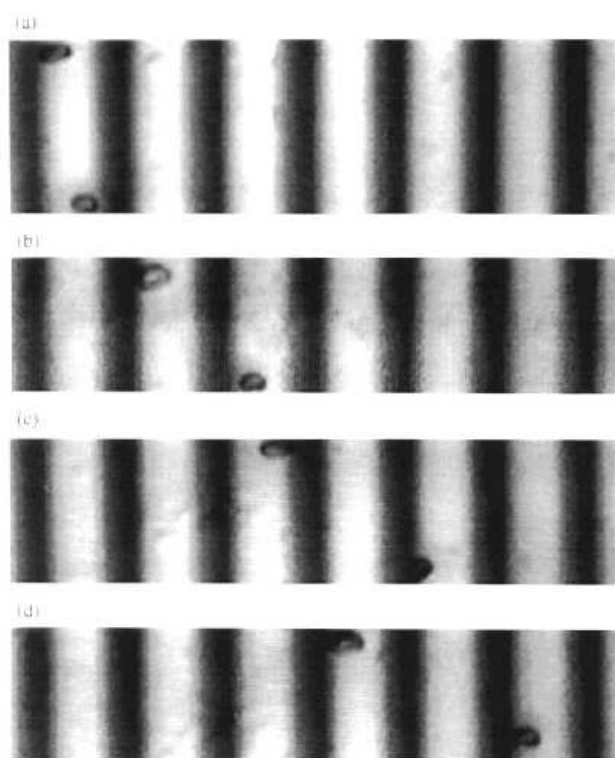


FIG. 2.31 – Séquence d’images au microscope optique d’un globule rouge et d’un leucocyte soumis à diélectrophorèse à ondes progressives[60]

Étant donné les propriétés souvent différentes en terme de permittivité des cellules, il est possible de séparer, dans l'exemple choisi, un globule rouge d'un leucocyte. Dans l'essai, les globules rouges atteignent une vitesse de $32\mu\text{m/s}$ et les leucocytes $20\mu\text{m/s}$, ce qui est bien suffisant pour marquer la différence, comme en atteste la figure 2.31, montrant une série d'images d'une portion de $140\mu\text{m}$ du système prises à 1s d'intervalle les-unes des-autres. Sur l'image d, les cellules sont déjà espacées de presque une cinquantaine de micromètres.

2.5 Conclusion sur la diélectrophorèse

La diélectrophorèse conventionnelle et la diélectrophorèse à ondes progressives sont capables de manipuler, analyser, et séparer toutes sortes de matériel biologique. On verra certainement apparaître des applications impliquant les deux effets, et ayant la capacité d'opérer des tris sur de très larges gammes d'objets biologiques, suivant leur taille, leur propriétés électriques, leur densité, etc. Les seules restrictions de la diélectrophorèse sont la nécessité pour la cible de présenter certaines propriétés diélectriques, sans quoi il n'y a pas de force mécanique, et de pouvoir exister dans un milieu également favorable d'un point de vue électrique. Et c'est sans doute son plus grand point faible : comme l'a montré Desai[54], la diélectrophorèse est peu appropriée à la manipulation d'objets dans l'air, mais certainement également dans la plupart des gaz. Cependant, la plupart des applications de manipulations actuelles concernant les objets biologiques, le milieu liquide est encore le plus souvent rencontré.

Bilan sur la manipulation automatisée de micro-objets

Bilan

Après avoir vu la manipulation d'objets avec et sans contacts, par des moyens classiques et par utilisation de moyens moins conventionnels tels que les pinces optiques ou la diélectrophorèse, on peut observer plusieurs choses :

- Les applications actuelles sont très fortement orientées vers la biologie. Ceci influence beaucoup les pistes de recherche, parce que les objets biologiques évoluent dans des milieux liquides spécifiques, et pour les cellules biologiques, ont tous des propriétés diélectriques et de transparence. Les pinces optiques ou la diélectrophorèse sont justement deux exemples types de procédés qui semblent spécialisés à la manipulation de ce genre d'objets.
- Il existe en réalité peu d'outils capables de convoier des objets sur de grandes distances de façon contrôlée, et dans un composant intégrable. Les pinces optiques se limitent à quelques éléments simultanément, et ne sont de toute façon que difficilement intégrables sur un circuit. Les actionneurs mécaniques sont limités dans leurs déplacements, et peu à même de brasser des objets en grand nombre. Il ne reste que la voie hydrodynamique, et la diélectrophorèse. La première est l'apanage des techniques microfluidiques. Elle peut effectivement convoier des grandes quantités d'objets, plus vite encore que la diélectrophorèse. Par contre, elle est plus difficilement contrôlable, et peut se révéler

trop violente pour des objets fragiles, notamment en cas de piégeage, les techniques actuelles utilisant un principe d'aspiration qui aboutit à une certaine pression sur les membranes des cellules.

- La capture d'objet se limite à un positionnement, précis, en un endroit donné de la cible, mais toujours dans son environnement, quel qu'il soit, à l'exception des travaux de Desai[54]. Si les techniques de positionnement actuelles offrent des perspectives concernant le traitement de masses électrique et/ou chimique d'objets, il reste confiné à l'environnement d'origine de l'objet à l'entrée du composant. Il est actuellement possible de transférer une particule prise dans l'air vers un milieu liquide. En supposant une application réelle, le milieu liquide est le moyen le mieux maîtrisé à l'échelle des microsystèmes pour des fonctions de convoyage. Il n'existe cependant pas encore de fonction permettant l'inverse. Or, les microsystèmes à base d'actionneurs existants sont tous ou presque, conçus pour une utilisation en environnement quasi-sec. La possibilité de récupérer un ou plusieurs micro-objets ouvre la voie vers l'utilisation d'un vaste ensemble d'outils microscopiques déjà réalisés. À terme, l'élaboration d'un laboratoire entièrement intégré, permettant l'analyse d'échantillons prélevés dans un environnement donné, passe nécessairement, pour tirer parti du savoir-faire existant, par un système d'extraction de micro-objets de milieu liquide vers un milieu quasi-sec.

Enfin, bien que de multiples systèmes existent pour manipuler ponctuellement des objets, ou les mesurer, il n'existe pour l'instant que peu de démonstrateurs capables de travailler de manière autonome, sans intervention d'un opérateur. L'automatisation est pourtant un facteur essentiel en vue d'un projet à plus long terme concernant un traitement de nombreux objets à grande échelle, où on peut difficilement imaginer un opérateur manoeuvrer simultanément et rapidement des centaines, voire des milliers de systèmes élémentaires. L'automatisation d'un tel procédé semble indispensable à terme.

Propositions de structures

Les travaux menés durant cette thèse s'inscrivent dans un projet dont la vocation est d'explorer les possibilités offertes par des actionneurs pour la manipulation et le traitement d'objets, en complément aux technologies de la microfluidique.

Pour rester réaliste quand à une valorisation des travaux, on s'attache à conserver des procédés de fabrication simples et le plus proches possible des procédés de la micro-électronique, complément indispensable pour toute fonction complexe, afin d'assurer l'autonomie d'un système complet.

Les matériaux de la micro-électronique n'apportant pas toute la liberté d'action souhaitée en terme d'actionneurs, on y ajoutera ici un polymère réputé biocompatible. Son implémentation se résume à une simple lithographie, ce qui n'engendre pas de contrainte pour les couches précédentes. Ce point est appréciable pour envisager plus tard une co-intégration post-procédé avec un circuit micro-électronique.

La première phase de la thèse a donc été le développement d'un système pour confiner et analyser électriquement des cellules biologiques. Ce système intervient dans un canal pour créer un espace dans lequel les micro-objets cibles ne s'écoulent plus, et vient mesurer les caractéristiques électriques des cellules piégées.

La deuxième phase fut la conception d'un microsystème capable d'admettre un liquide contenant des micro-objets diélectriques en entrée, de les convoyer par diélectrophorèse jusqu'à un actionneur, et cet actionneur doit pouvoir extraire la cible hors de son milieu liquide pour l'amener à l'air, comme expliqué sur la figure suivante :

L'ensemble du processus doit permettre le plus d'autonomie possible de la part du système, ce qui signifie idéalement aucune intervention d'un opérateur entre l'entrée dans le système du liquide contenant les particules jusqu'à l'extraction de celles-ci.

Ce sont les travaux concernant ces deux microsystèmes qui sont présentés dans la suite de ce mémoire.

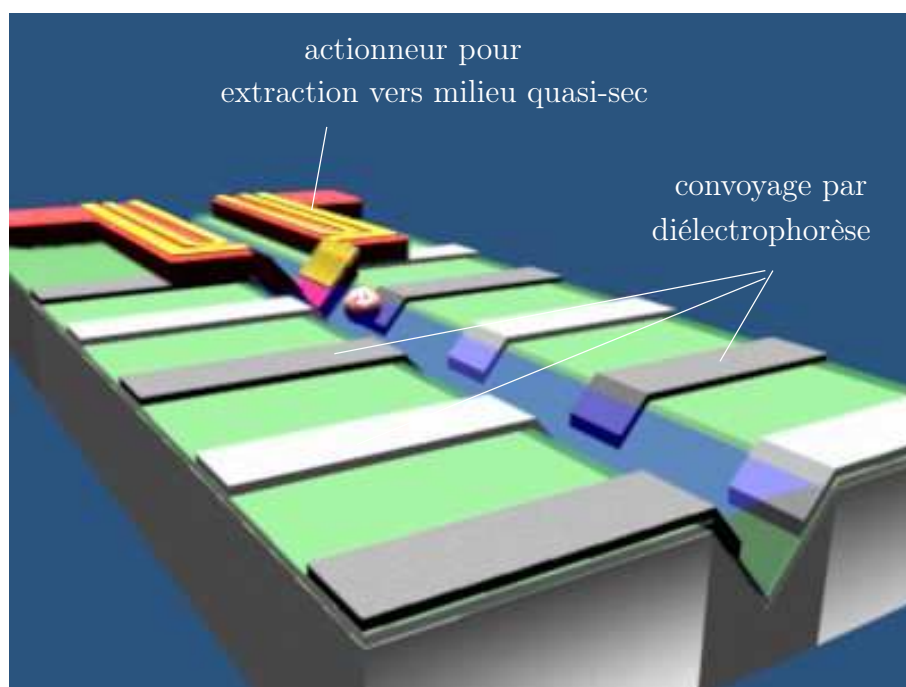


FIG. 2.32 – Schéma de principe d'un extracteur d'objet d'un milieu liquide vers un milieu sec

Chapitre 3

Microsondes

3.1 Introduction

Dans le cadre d'une collaboration avec le Professeur Beomjoon KIM, invité de l'*Institut des Sciences Industrielles de l'université de Tokyo*(IIS), des structures destinées à effectuer des mesures électriques sur des cellules biologiques individuelles s'écoulant dans un canal ont été développées.

La réalisation de ces microsystèmes entre dans le cadre d'un projet visant à explorer les opportunités pour des systèmes micromécaniques à travailler sur du matériel biologique. La très grande majorité des microsystèmes pour la biologie avait à l'époque une forte dominante microfluidique. Après avoir fait leurs preuves en milieu sec, les actionneurs mécaniques devraient être capables de former un complément aux techniques microfluidiques dans la manipulation et l'analyse d'objets de la taille des cellules, voire de l'ADN. Ainsi, un projet de microsondes capables d'isoler, puis de caractériser électriquement des cellules a été proposé. L'environnement naturel des cellules étant un milieu liquide, il fallait pouvoir les laisser dans ce milieu. L'idée est donc de former un canal dans lequel elles s'écouleront, et d'incorporer une sonde capable de descendre dans ce canal pour agir sur les cellules.

Pour pouvoir bloquer l'écoulement au moment de la mesure, deux actionneurs viennent d'abord former un barrage sommaire dans le canal, pour en isoler une partie. Ensuite, un troisième actionneur, celui qui effectue la me-

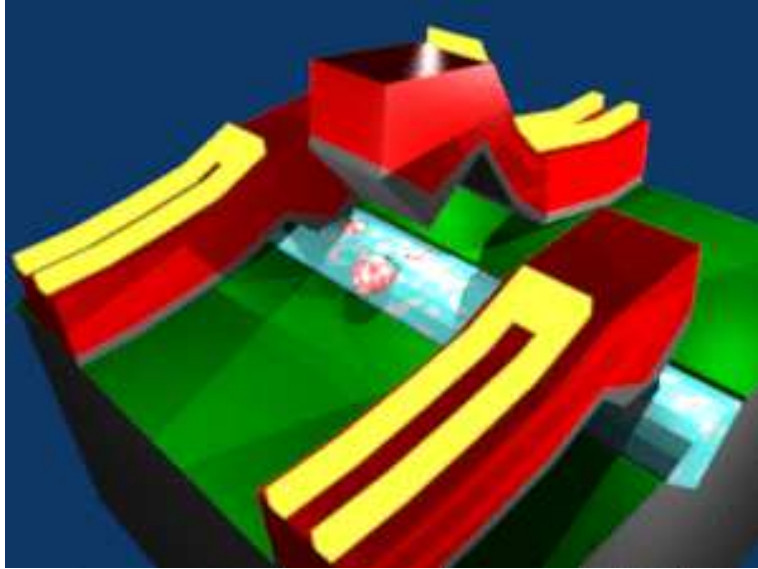


FIG. 3.1 – Vue de synthèse de la structure complète

sure, descend à son tour sur une cellule ou un groupement de cellules pour effectuer des caractérisations électriques.

Afin de ne pas polluer le milieu liquide, et pour éviter toute réaction chimique parasite, l'usage de matériaux biocompatibles est indispensable à la fois pour les actionneurs, mais aussi pour les bords du canal. Voskerician[61] a déjà effectué des tests pour les microsystèmes à vocations biologiques.

Les matériaux retenus à cet effet ont été le silicium polycristallin, dit *polysilicium*, le nitrure de silicium, la résine SU8, qui sera vue plus en détail ultérieurement, et l'or. Tous ces matériaux ont été validés comme étant biocompatibles et provoquent un faible rejet par des organismes vivants.

Le composant sera donc composé de trois actionneurs disposés autour d'un canal, deux actionneurs devront bloquer l'écoulement et le troisième effectuera la mesure. Ceci implique que le troisième doit être fonctionnalisé électriquement, et que le fond du canal doit également présenter des fonctions électriques.

La structure générale est présentée sur la figure 3.2. Une des propriétés intéressantes de ces matériaux est la différence de contraintes résiduelles entre le polysilicium et la résine SU8. Ces contraintes, judicieusement exploitées,

offrent la possibilité de fabriquer des sondes dont les extrémités adopteront la forme du canal dans lequel elles sont moulées, tout en présentant un état «levé» au repos, comme il le sera expliqué dans la section suivante. Le canal est lui directement creusé dans le silicium.

Enfin, un actionnement thermique a été retenu pour les microsondes et les portes, ce qui permet de ne pas ajouter d'éléments électriques à proximité du canal, de pouvoir utiliser une commande en courant à basse fréquence (ce qui limite considérablement les perturbations électromagnétiques), d'être relativement simple à mettre en oeuvre, tout en restant raisonnable d'un point de vue consommation électrique. Des électrodes en or sont donc déposées pour chauffer les structures polysilicium-SU8. Étant donné la faible conductivité thermique de la résine SU8, et de la géométrie des électrodes, qui ne s'étend pas jusqu'à l'extrémité de la microsonde, l'échauffement nécessaire à l'actionnement ne devrait pas se propager jusqu'à la pointe en polysilicium, la maintenant à une température à peine supérieure à la température ambiante, pour ne pas affecter le matériel biologique.

Les actionneurs ont été réalisés et testés à l'IEMN. Des tests sur des billes en latex métallisées en environnement liquide ont été effectués plus tard à l'IIS au retour du Professeur KIM au Japon. Les travaux présentés ici concernent donc la conception, la modélisation, la réalisation technologique et le test des actionneurs.

3.2 Modélisation de la flexion spontanée

3.2.1 Contraintes résiduelles d'un matériau

Lors du dépôt d'un matériau, quel que soit le procédé technologique utilisé, on peut observer l'existence de *contraintes* dans ce matériau, c'est à dire une force en tout point du matériau, ayant tendance à l'étendre ou à le comprimer. Ces contraintes sont appelées *contraintes résiduelles* des matériaux. On parle de matériau *en compression* lorsque le matériau est comprimé au dépôt, et a tendance à s'étendre une fois déposé, et de matériau *en tension* dans le cas inverse (figure 3.3).

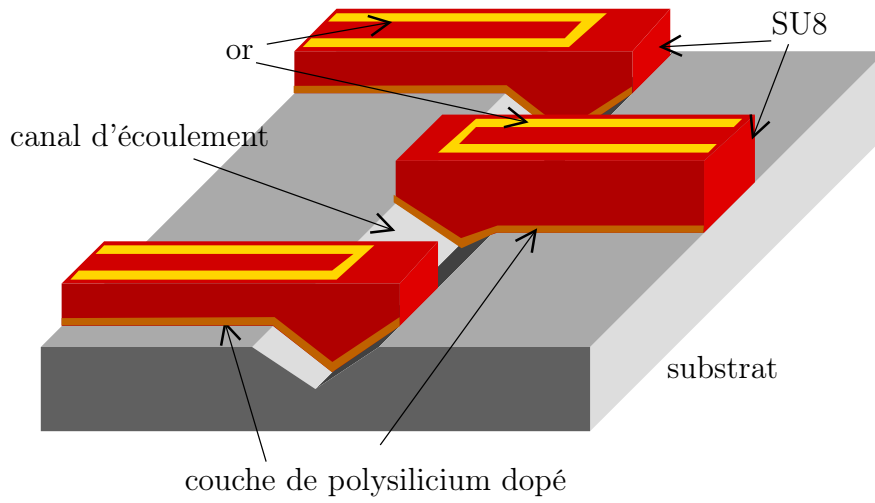


FIG. 3.2 – Schéma général des structures

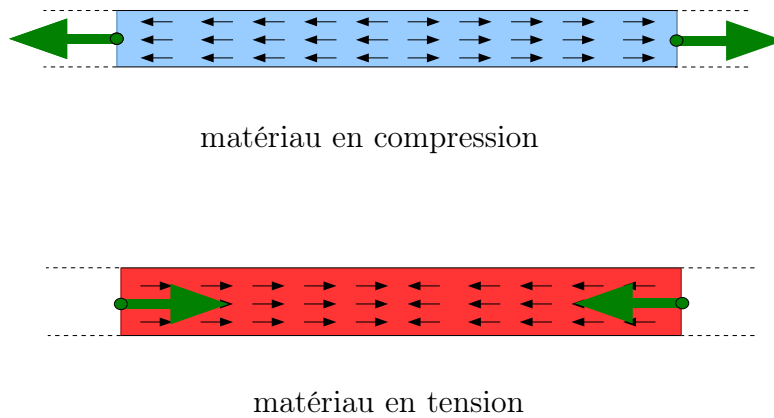


FIG. 3.3 – Contraintes résiduelles dans les matériaux

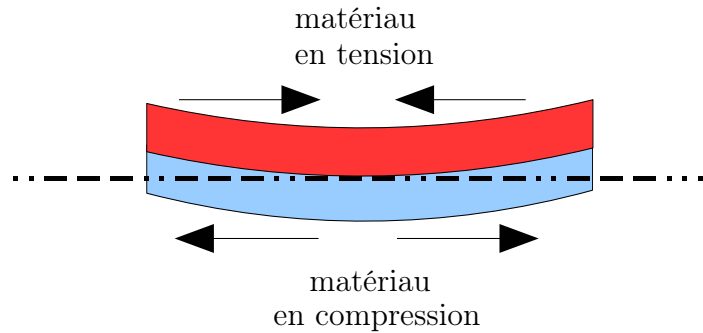


FIG. 3.4 – Déformation de bicouche due aux contraintes résiduelles

Les contraintes sont traditionnellement notées σ , avec σ positif pour une contrainte en tension. Lorsqu'on dépose deux matériaux de contraintes résiduelles différentes, on observe une déformation de l'ensemble due aux contraintes (figure 3.4).

On connaît assez bien les contraintes résiduelles obtenues dans le polysilicium par la bibliographie (ex : [62; 63; 64]), mais comme ces propriétés peuvent varier entre deux systèmes de dépôt, on se réfère à des travaux menés à l'IEMN [65].

Les contraintes internes de la SU8 sont plus délicates à déterminer, car la SU8, qui est un polymère, est très sensible au traitement qu'elle peut subir pendant la fabrication, allant jusqu'à inverser le sens de ses contraintes internes [66]. De plus, la SU8 présente en plus d'une contrainte résiduelle en tension, un *gradient de contraintes*, c'est-à-dire une contrainte variable suivant l'axe normal au plan du substrat (figure 3.5), dont il conviendra de tenir compte.

La différence d'expansion des matériaux va déformer la structure de la même manière que si un couple était appliqué aux extrémités. On va donc commencer par modéliser l'action d'un couple sur une poutre encastree-libre pour obtenir la déflexion.

gradient de contraintes de premier ordre :

$$\sigma(z) = \sigma_0 + \sigma'(z).z$$

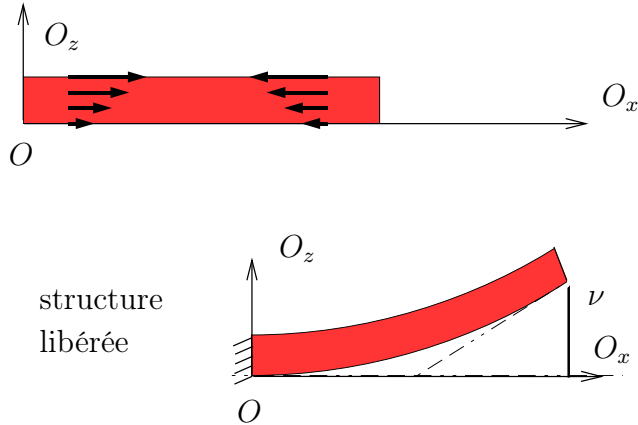


FIG. 3.5 – Gradient de contraintes dans un matériau

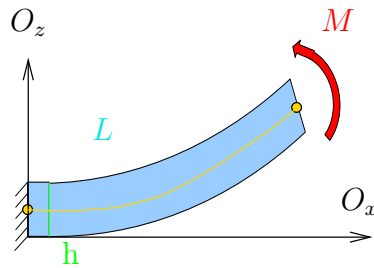


FIG. 3.6 – Poutre encastree libre soumise à un couple

3.2.2 Matériau en flexion

Les contraintes générées vont induire une flexion sur la poutre. Que les contraintes soient résiduelles ou résultent d'une sollicitation externe revient au même résultat. On considère donc ici une poutre encastree libre de longueur \$L\$ de hauteur \$h\$ en flexion telle que noté dans la figure 3.6. Une flexion est due à l'application d'un couple à ses extrémités. On note \$\vec{M}\$ ce couple.

Dans cette flexion, il apparaît évident que la partie située à l'intérieur de la courbure est comprimée, et que la partie située la plus à l'extérieur est tendue. Il existe donc un chemin, appelé *fibres neutre*, tracée en jaune

sur la figure 3.6 parcourant la poutre tel qu'on n'y observe ni tension ni compression¹.

On note $[S_1; S_2]$ le chemin suivant la fibre neutre. Sur cette fibre, on a :

$$(\overline{S_1 S_2}) = R \cdot \Delta\theta \quad (3.1)$$

où R est le rayon de courbure de la flexion, et θ son angle de courbure.

La fibre neutre d'un matériau homogène est située à la moitié de son épaisseur. On note \bar{S} sa position suivant l'axe O_z , avec $z = 0$ à la limite inférieure de la poutre.

$$\bar{S} = \frac{h}{2} \quad (3.2)$$

On verra plus loin comment calculer la position de l'axe neutre pour un matériau multicouche.

Si on suit les rayons de courbure, on peut définir un chemin $[A_1; A_2]$, avec $A_1 \in [0; S_1]$ et $A_2 \in [0; S_2]$ sur lequel on a :

$$(\overline{A_1 A_2}) = (R - z)d\theta = \left(1 - \frac{z}{R}\right) \cdot (\overline{S_1 S_2}) \quad (3.3)$$

Puisque la fibre neutre est la fibre qui ne subit pas d'élongation, on peut la calculer sur la fibre $[A_1; A_2]$, ce qui donne dans le cas général² :

$$\epsilon_x(z) = -\frac{z}{R} \quad (3.4)$$

D'après la loi de Hooke, la contrainte est de :

$$\sigma_x(z) = \epsilon_x(z) \cdot E \quad (3.5)$$

où E est le module d'Young du matériau.

Si on réutilise (3.4), il vient

¹On parle bien ici de couple. Dans le cas d'une contrainte généralisée, avec une composante fixe et un gradient, la composante fixe affecte la longueur de toute la structure, et on peut la décorréler de la composante variable suivant l'épaisseur

²On travaille ici avec des grandeurs algébriques, le signe négatif est donc autorisé

$$\frac{\sigma_x(z)}{z} = -\frac{E}{R} \quad (3.6)$$

$\sigma_x(z)$ est ici la contrainte équivalente au couple pur, elle ne comporte pas de composante fixe telle qu'on l'a vue en présentant le gradient de contrainte figure 3.5.

On peut établir un lien entre la contrainte du matériau et le couple appliqué à la poutre :

$$M = \int_{\Sigma} \sigma_x(z) z dA \quad (3.7)$$

Une distribution de contrainte associée à un moment s'exprime de la façon suivante :

$$\sigma_x(z) = \sigma'_x(z) \cdot z \quad (3.8)$$

Considérant que le gradient de contrainte est constant $\sigma'_x(z) = \sigma'_x$, on peut donc développer (3.7) pour obtenir :

$$M = \sigma'_x \int_{\Sigma} z^2 dA \quad (3.9)$$

dans laquelle on trouve le *moment quadratique*³ de la poutre suivant l'axe O_z :

$$I = \int_{\Sigma} z^2 dA \quad (3.10)$$

On peut donc finalement écrire :

$$\frac{\sigma_x(z)}{z} = -\frac{E}{R} = \frac{M}{I} \quad (3.11)$$

Fort de cette équation, il faut encore calculer la déflexion de la poutre suivant sa longueur et son rayon de courbure. La figure 3.7 donne les variables intervenant dans le calcul.

³Le moment quadratique est une grandeur récurrente dans les calculs de déformation mécanique de solides. Il dépend de la géométrie de la structure considérée, mais aussi des axes dans lesquels ou autour desquels la sollicitation est exercée.

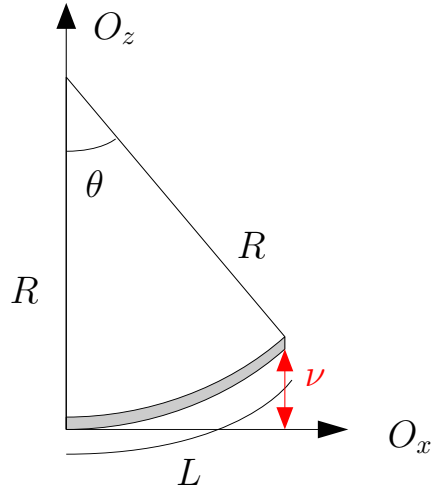


FIG. 3.7 – Schéma de présentation du calcul de la déflexion suivant la courbure

On a :

$$L = R \cdot \theta \text{ soit } \theta = \frac{L}{R} \quad (3.12)$$

et

$$\nu = R(1 - \cos \theta) \quad (3.13)$$

On peut considérer à priori que la déflexion sera faible devant la longueur de la poutre, et donc effectuer un développement limité sur le cosinus :

$$\cos \theta \simeq 1 - \frac{1}{2} \left(\frac{L}{R} \right)^2 \quad (3.14)$$

ce qui mène finalement à

$$R = \frac{L^2}{2\nu} \quad (3.15)$$

qu'on réinjecte de suite dans (3.11) pour avoir :

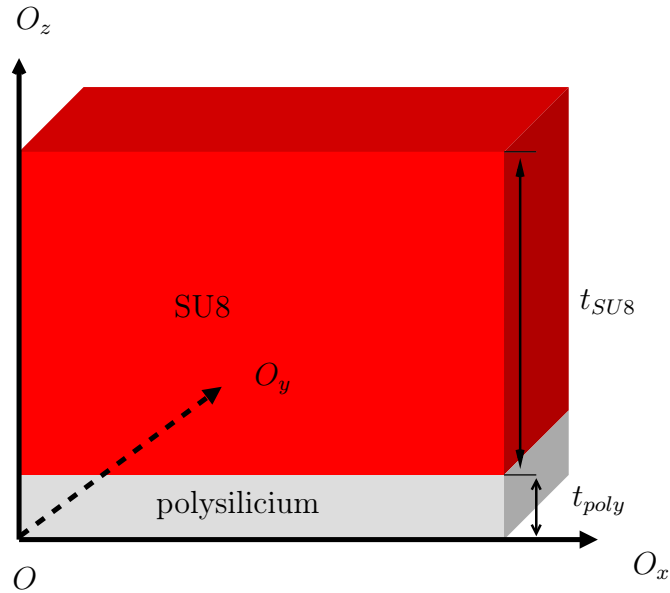


FIG. 3.8 – Schéma d'une poutre bicouche polysilicium-SU8

$$\boxed{\nu = \frac{ML^2}{2EI}} \quad (3.16)$$

On connaît maintenant la déflexion pour une poutre homogène soumise à un couple. Dans le cas d'une poutre non homogène, c'est-à-dire composite, il est possible de revenir à des équivalences avec la poutre homogène en jouant sur la géométrie. C'est ce qui va être proposé pour le bicouche.

3.2.3 Bicouche polysilicium-SU8

Maintenant que la déflexion d'une poutre soumise à un couple est acquise, on peut passer à la structure qui nous intéresse.

On considère une structure bicouche de polysilicium et de SU8 d'épaisseurs respectives t_{poly} et t_{SU8} (figure 3.8).

Cette structure est une poutre encastree-libre composite. Les contraintes impliquées dans son flexion sont la contrainte résiduelle en compression du polysilicium dopé et le gradient de contrainte en tension de la SU8. On va

tout d'abord calculer la position de la *fibre neutre* dans la structure. La fibre neutre est le plan de structure orthogonal à l'axe O_z dont la longueur totale ne varie pas pendant la déformation en flexion, toute fibre située plus haut est soumise à une contrainte de compression, toute fibre située plus bas est soumise à une contrainte de tension. Dans le cas d'un matériau composite, les modules d'Young des couches sont différentes. On peut montrer qu'en prenant une couche comme référence, on peut assimiler les autres couches à une couche du même matériau que la référence, mais dont la largeur est proportionnelle au rapport des modules d'Young. Ainsi, si on choisit E_{poly} , le module d'Young du polysilicium comme référence, on a, pour une structure de largeur b , la largeur équivalente de la couche de SU8 b_{SU8} égale à

$$b_{SU8} = b.(E_{SU8}/E_{poly}) \quad (3.17)$$

On considère donc pour l'étude une structure non composite, mais dont la section droite n'est pas constante entre les deux couches (figure 3.9). Dès lors, on peut calculer aisément la position de la fibre neutre sur l'axe O_z comme étant :

$$\bar{S} = \frac{\sum_{i=1}^n z_i A_i}{\sum_{i=1}^n A_i} \quad (3.18)$$

dans laquelle les z_i sont les coordonnées suivant O_z des fibres neutres de chaque couche (donc, les milieux de chaque couche), et les A_i les surfaces des sections droites de chaque couche.

Dans notre cas, on obtient :

$$\bar{S} = \frac{(\frac{t_{poly}}{2}) \times t_{poly} \cdot b_{poly} + (t_{poly} + \frac{t_{SU8}}{2}) \times t_{SU8} \cdot b_{SU8}}{t_{poly} \cdot b_{poly} + t_{SU8} \cdot b_{SU8}} \quad (3.19)$$

or, on a dit qu'on prenait le polysilicium comme référence, sa largeur équivalente vaut donc b , la largeur réelle de la structure, et la largeur équivalente

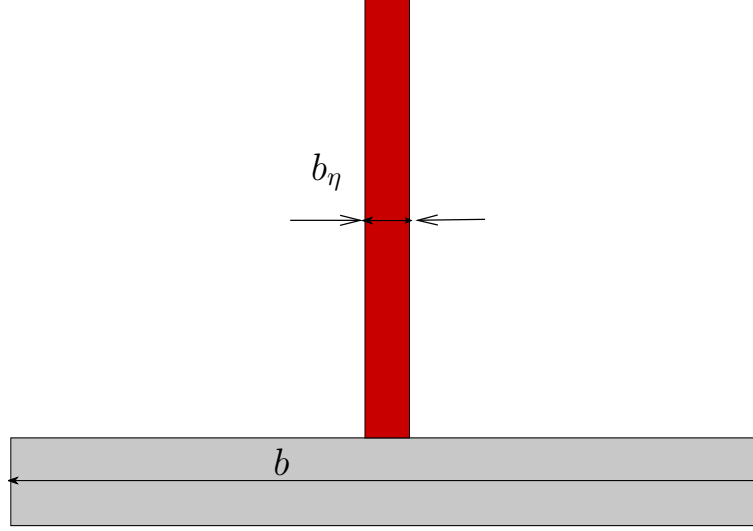


FIG. 3.9 – Section droite de la structure équivalente non composite

de la couche SU8 vaut $b \cdot (E_{SU8}/E_{poly})$, qu'on notera $b \cdot \eta$ par commodité, avec $\eta = (E_{SU8}/E_{poly})$. On peut donc écrire :

$$\bar{S} = \frac{1}{2} \cdot \frac{t_{poly}^2 + 2\eta t_{SU8} t_{poly} + \eta t_{SU8}^2}{t_{poly} + \eta t_{SU8}} \quad (3.20)$$

On peut donc à présent effectuer un changement de repère tel que l'origine suivant l'axe 0_z soit située sur la fibre neutre. On note $s = z - \bar{S}$.

A partir de là, on calcule le moment quadratique I de la structure à l'aide du *Théorème des axes parallèles* :

$$I = \sum_{i=1}^n I_i + s_i^2 A_i \quad (3.21)$$

avec s_i la position des fibres neutres des couches dans le repère centré sur la fibre neutre de la structure complète, ce qui donne ici :

$$I = \left(\frac{b t_{poly}^3}{12} \right) + \left(\frac{t_{poly}}{2} - \bar{S} \right)^2 \cdot (b t_{poly}) + \left(\frac{\eta b t_{SU8}^3}{12} \right) + \left(t_{poly} + \frac{t_{SU8}}{2} - \bar{S} \right)^2 \cdot (\eta b t_{SU8}) \quad (3.22)$$

qui donne

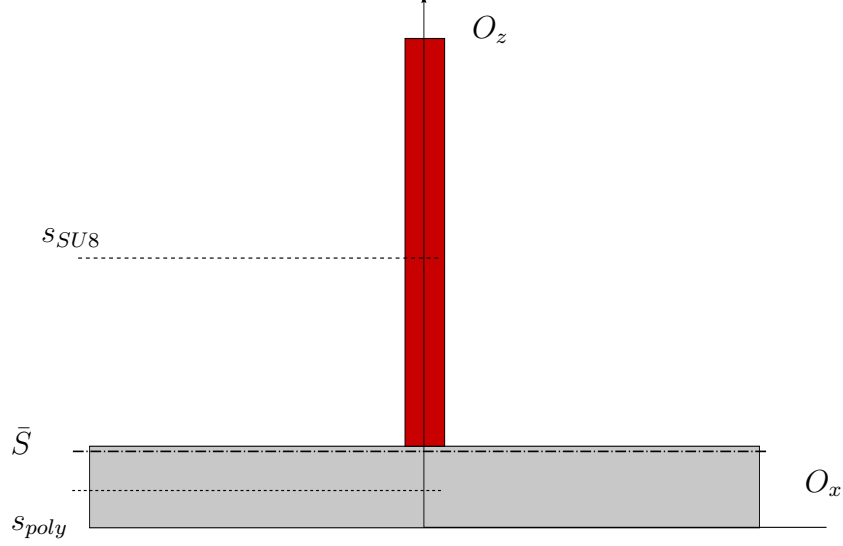


FIG. 3.10 – Positions des fibres neutres des couches de polysilicium, de SU8 et fibre neutre de la structure composite

$$I = \left(\frac{t_{poly}^3}{12} \right) + \left(\frac{\eta^2 t_{poly} t_{SU8}^2}{4} \right) \left(\frac{\eta t_{SU8}^3}{12} \right) + \left(\frac{\eta t_{SU8} t_{poly}^2 (t_{poly} + t_{SU8})^2}{4(t_{poly} + \eta t_{SU8})^2} \right) \quad (3.23)$$

Pour établir un modèle de flexion, on va ramener les contraintes résiduelles des matériaux en un couple équivalent sur la structure⁴. Le polysilicium est en compression, et la SU8 présente un gradient de contrainte en tension suivant O_z . On notera donc σ_{poly} la contrainte du polysilicium et σ'_{SU8} le gradient de contrainte tel que $\sigma_{SU8}(s) = \sigma'_{SU8} \cdot (s - s_{SU8})$, avec s_{SU8} la coordonnée de la fibre neutre de la couche SU8 seule (figure 3.10)

On calcule d'abord la contribution au couple de la contrainte en compression du polysilicium :

$$M_{poly} = b \cdot \int_{-\bar{S}}^{t_{poly} - \bar{S}} \sigma_{poly} \cdot s \, ds \quad (3.24)$$

⁴Cette fois, on est dans le cas d'un matériau dont les contraintes ne sont pas régulières, sur une section non rectangulaire, les composantes fixes des contraintes vont influencer sur le couple.

qui donne

$$M_{poly} = \sigma_{poly} \cdot b \cdot t_{poly} \cdot \left(\frac{t_{poly}}{2} - \bar{S} \right) \quad (3.25)$$

et en développant \bar{S} :

$$M_{poly} = -\sigma_{poly} \cdot b \cdot t_{poly} \cdot \left(\frac{\eta t_{SU8} (t_{poly} + t_{SU8})}{2(t_{poly} + \eta t_{SU8})} \right) \quad (3.26)$$

On note bien l'apparition du signe $-$, qui vient avec la position de la fibre neutre obligatoirement au-dessus de celle de la couche de polysilicium.

Pour le gradient de contraintes dans la SU8, le calcul est légèrement plus complexe, étant donné que le gradient de contrainte est toujours centré sur le milieu de la couche, situé en $z_{ref} = t_{poly} + t_{SU8}/2$, soit

$$s_{ref} = t_{poly} + \frac{t_{SU8}}{2} - \bar{S} \quad (3.27)$$

Si on considère une fibre z_α quelconque située dans la couche de SU8, la contribution au couple en \bar{S} des contraintes dans cette fibre vaut :

$$M_\alpha = \eta \cdot b \cdot s_\alpha \left\{ \sigma_{0 \text{ SU8}} + \sigma'_{SU8} \left(s_\alpha + \bar{S} - \left(t_{poly} + \frac{t_{SU8}}{2} \right) \right) \right\} \quad (3.28)$$

qu'il faut intégrer sur l'épaisseur de la couche, dont les extrémités dans le repère centré sur la fibre neutre sont $s_1 = t_{poly} - \bar{S}$ et $s_2 = t_{poly} + t_{SU8} - \bar{S}$.

On a donc :

$$M_{SU8} = \eta \cdot b \cdot \int_{t_{poly} - \bar{S}}^{t_{poly} + t_{SU8} - \bar{S}} s \cdot \left\{ \sigma_{0 \text{ SU8}} + \sigma'_{SU8} \left(s + \bar{S} - \left(t_{poly} + \frac{t_{SU8}}{2} \right) \right) \right\} ds \quad (3.29)$$

qui après simplifications mène à

$$M_{SU8} = \eta b \cdot t_{SU8} \left\{ \sigma_{0 \text{ SU8}} \left(t_{poly} + \frac{t_{SU8}}{2} - \bar{S} \right) + \sigma'_{SU8} \left(\frac{t_{SU8}^2}{12} \right) \right\} \quad (3.30)$$

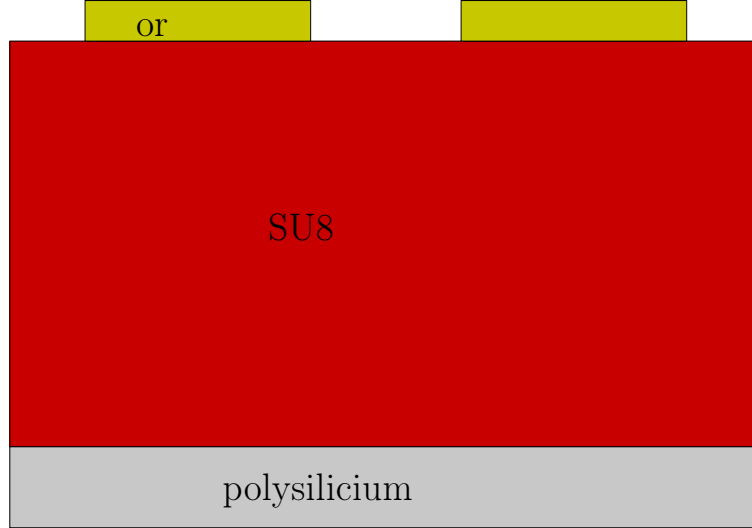


FIG. 3.11 – Section droite réelle de la poutre, incluant l'or

et avec la valeur de \bar{S} :

$$M_{SU8} = \eta b \cdot t_{SU8} \left\{ \sigma_{0\ SU8} \left[\frac{t_{poly}(t_{poly} + t_{SU8})}{2(t_{poly} + \eta t_{SU8})} \right] + \sigma'_{SU8} \left[\frac{t_{SU8}^2}{12} \right] \right\} \quad (3.31)$$

Ici, on a $M = M_{poly} + M_{SU8}$, on utilise bien sûr le moment d'inertie calculé en (3.23) et le module d'Young de référence, à savoir E_{poly} .

En calculant par étape \bar{S} via (3.20), I avec (3.23), M avec (3.26) et (3.31), on a finalement la déflexion ν avec (3.16).

Le calcul n'est pas tout à fait exact, compte tenu que l'on a également une couche d'or au-dessus de la SU8 (figure 3.11). Cependant, étant donné que celle-ci ne doit couvrir qu'une petite partie de la SU8, et de plus, est d'épaisseur très réduite⁵ devant les couches structurales, son effet est très faible sur la flexion, comparé à d'autres facteurs tels que les aléas de la fabrication etc.

Concernant les propriétés mécaniques de la SU8, en dépit des informations pouvant être trouvées dans la littérature [67; 68], étant donné la haute

⁵La couche d'or ne doit servir que comme élément chauffant pour l'actionnement thermique

dépendance des contraintes au paramètres de dépôt, le calcul prédictif de la déflexion initiale reste approximatif.

3.2.4 Calculs numériques

Les éléments dont on dispose sont cependant suffisants pour étudier l'influence des propriétés des matériaux sur la configuration finale de la structure. Pour mener les calculs, on utilise le logiciel *Scilab*^{TM6} logiciel libre et gratuit développé par l'*INRIA*. C'est un logiciel de calcul vectoriel, c'est-à-dire spécialisé dans les calculs numériques sur des vecteurs et des matrices.

Les facteurs qui nous intéressent ici sont le gradient de contrainte de la SU8, variable suivant le procédé de fabrication, et les épaisseurs des couches, qui peuvent également varier avec les aléas de la microtechnologie, dans une gamme plus ou moins importante.

On peut voir sur la figure 3.12 l'effet du gradient de contrainte sur la déflexion initiale, pour des contraintes constantes établies sur le polysilicium et la SU8. On constate une variation tout de même importante sur la déflexion finale. Cette sensibilité au gradient de contrainte dans la SU8 dans la structure présente tout de même un avantage certain dès qu'il s'agira d'actionnement thermique, comme nous le verrons plus loin.

La SU8 se dépose comme une résine classique, par centrifugation. Les données techniques du fournisseur permettent de connaître à l'avance l'épaisseur de la couche suivant les paramètres appliqués. Somme toute, de subtiles variations peuvent intervenir, suivant l'âge du flacon, la fréquence de ses ouvertures, l'imprécision du dépôt initial par l'opérateur, etc. On constate sur la figure 3.13 la nécessité d'être précautionneux lors de la réalisation de l'étape de lithographie pour la SU8. Une variation de l'épaisseur de la couche de $2\mu\text{m}$ (sur $10\mu\text{m}$ initialement) entraîne une déflexion initiale décalée de $3\mu\text{m}$ environ, ce qui n'est pas négligeable.

Parmi les autres facteurs influants sur les propriétés finales, le dimensionnement de la structure n'est pas anodin. Une structure trop longue aurait augmenté d'autant la ligne électrique destinée à la mesure, ce qui n'est ja-

⁶<http://www.scilab.org/>

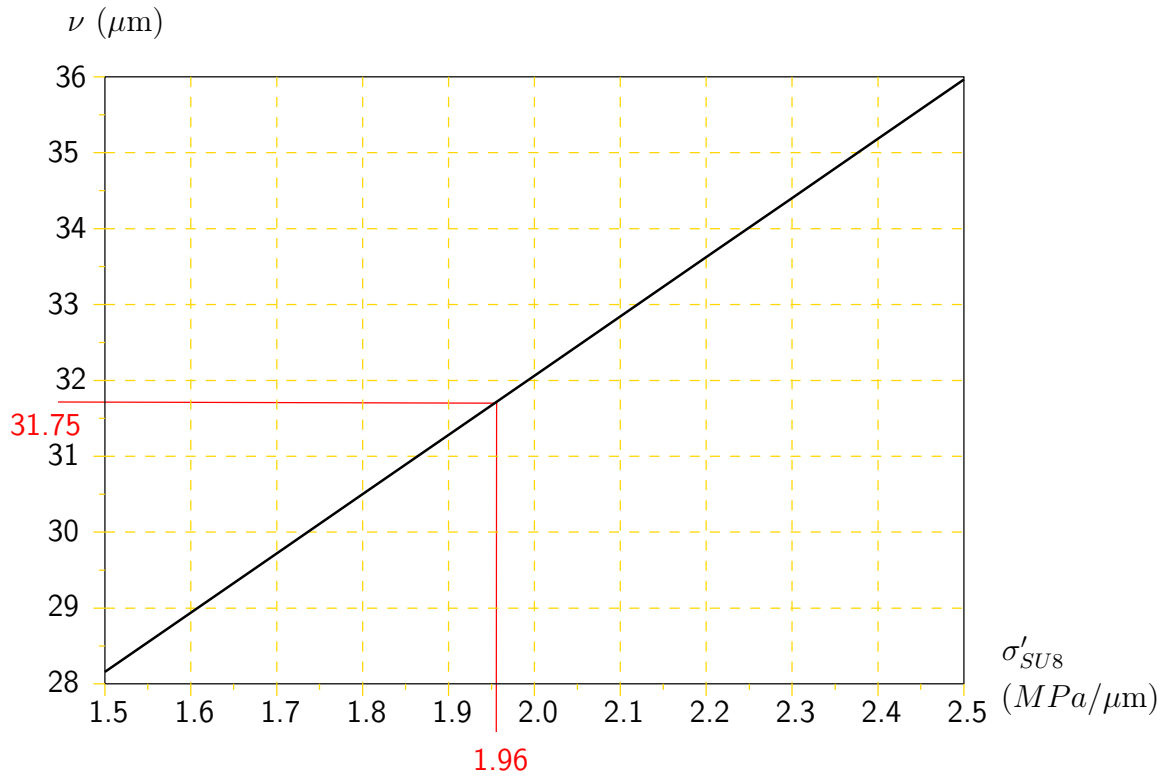


FIG. 3.12 – Influence du gradient de contrainte dans la SU8 sur la déflexion initiale du bicouche

mais souhaitable. Le risque ici, est pourtant de devoir abandonner certaines des spécifications géométriques pendant la fabrication pour contourner des difficultés technologiques. On peut supposer par exemple que des motifs de taille critique imposent une réduction de l'épaisseur de SU8 pour échanger l'épaisseur contre la précision de la lithographie.

L'épaisseur de polysilicium est également considérée, étant donné les variations d'épaisseurs lors des dépôts aux fours LPCVD⁷, qui pourraient affecter le fonctionnement prévu du microsysteme. Fort heureusement, ces variations sont faibles, et la figure 3.14 montre une variation de la déflexion initiale pour des écarts d'épaisseur déjà qualifiables d'extrêmes. On peut dire

⁷Le procédé technologique sera expliqué plus loin

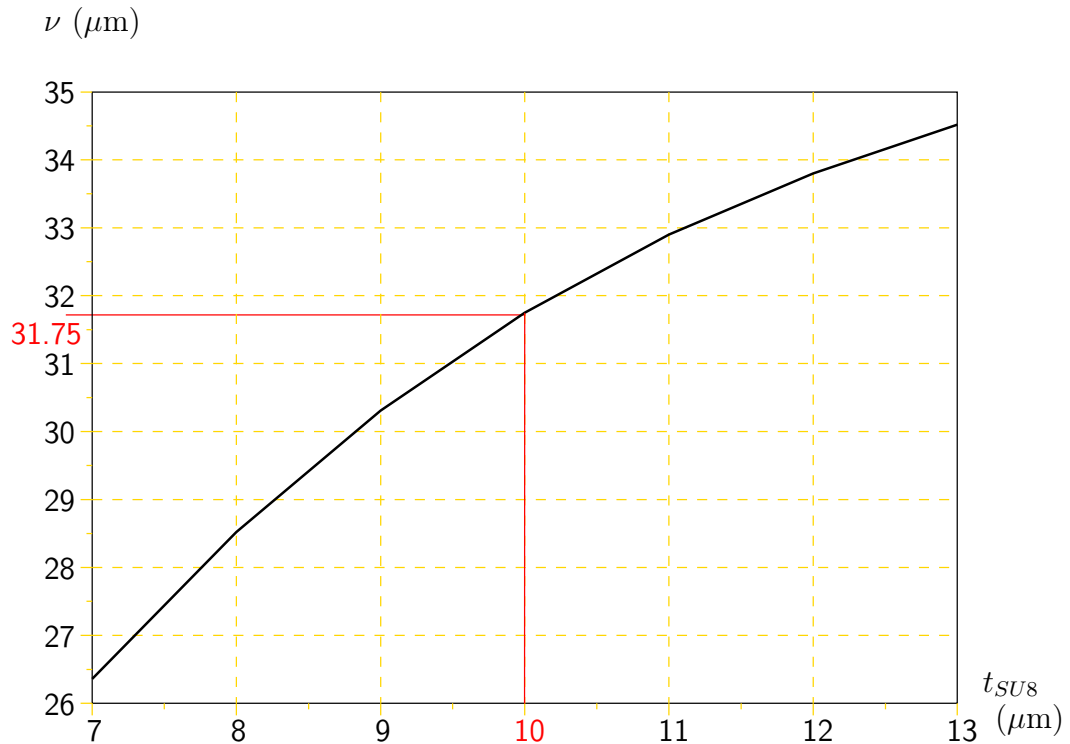


FIG. 3.13 – Influence de l'épaisseur de la couche de SU8 sur la déflexion initiale du bicouche

que l'épaisseur de polysilicium, sauf problème technologique majeur, ne sera pas d'une importance critique dans la réalisation.

La modélisation, couplée aux calculs numériques, est apte à apporter des informations utiles quant aux difficultés susceptibles d'être rencontrées pendant la réalisation.

3.3 Modélisation de l'actionnement thermique

3.3.1 Sur l'actionnement thermique

La solution retenue pour actionner les microsondes est l'actionnement thermique. Celui-ci présente de multiples avantages : il est simple à mettre

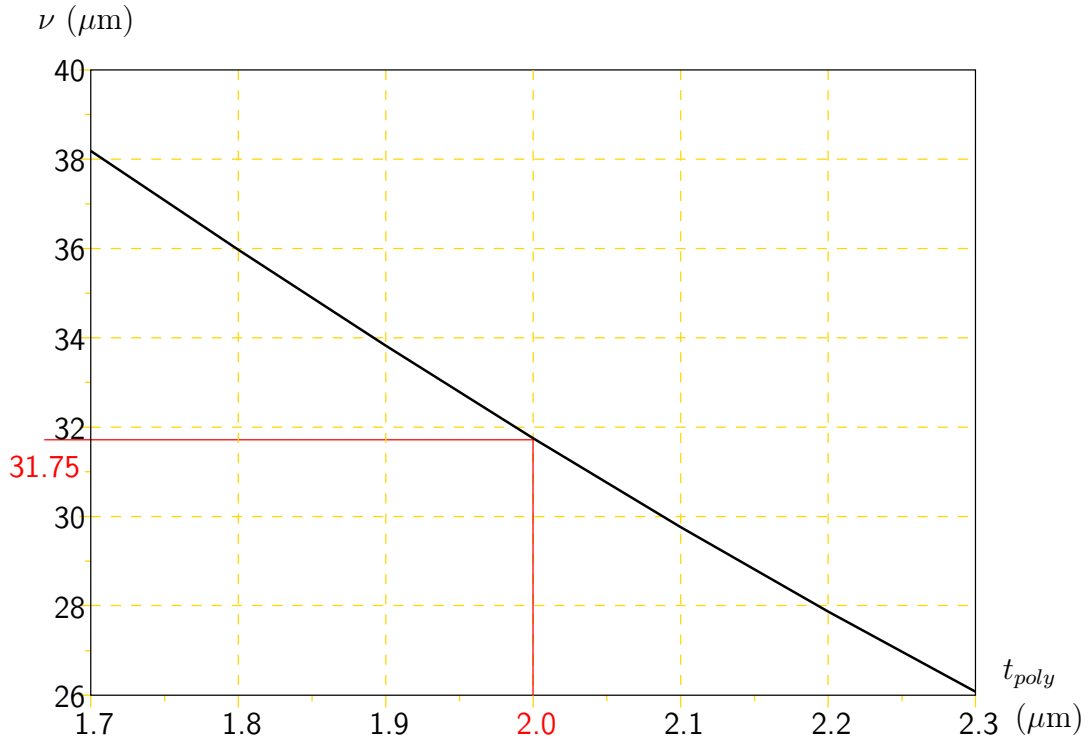


FIG. 3.14 – Influence de l'épaisseur de la couche de polysilicium sur la déflexion initiale du bicouche

en oeuvre, suivant la taille de la structure, sa consommation peut être très faible, et il permet dans le cas de bicouche de grands déplacements.

3.3.2 Fonctionnement du bilame

Principes

L'actionnement thermique repose ici sur l'effet *bilame*. La SU8 est connue pour avoir une dilatation thermique de 52ppm/°C, contre seulement 2.4ppm/°C pour le polysilicium. Ainsi, en chauffant la SU8, même si la chaleur se propage à travers le polysilicium, la dilatation thermique sera plus importante. En se dilatant, la SU8 compensera les effets de sa contrainte résiduelle, et la déflexion de la poutre déclinera, allant même jusqu'à inverser son sens de courbure.

La modélisation de la déformation suivant l'augmentation en température est formellement très proche de celle utilisée pour le calcul de la déflexion initiale, il suffit de savoir que la dilatation thermique va générer une contrainte suivant les mêmes lois de déformation. Par définition, un matériau de dilatation thermique α se déforme d'une déformation ϵ proportionnelle à la variation de température :

$$\epsilon = \alpha \Delta T \quad (3.32)$$

ce qu'on peut mettre en relation avec la loi de Hooke (3.5), et on obtient une contrainte équivalente :

$$\sigma_{thermique} = \alpha \Delta T . E \quad (3.33)$$

En supposant que les matériaux sont à une température uniforme, il suffit d'introduire les contraintes d'origine thermique dans les équations de la section précédente.

On note au passage que la dilatation thermique se fait bien évidemment dans toutes les directions, mais son effet suivant la largeur ou l'épaisseur est suffisamment faible pour être considéré comme négligeable.

Approximations et calculs numériques

La conductivité thermique de la SU8 est de 0.2 W/m.K, contre environ 30 W/m.K pour le polysilicium et 317 W/m.K pour l'or. On peut donc dire que le gradient de température entre l'or, source de chaleur, et le polysilicium, lui-même en contact avec le substrat via son ancrage, se situera essentiellement dans la SU8. On fait l'approximation que la couche de polysilicium est à température ambiante, tandis que la SU8 subit intégralement la différence de température. La figure 3.15 présente l'évolution de la température à travers les couches structurelles.

On ne considèrera pas ici la convection, jugeant que celle-ci a une contribution faible devant la conduction thermique, certainement plus faible encore que l'erreur due à l'approximation sur la conduction thermique. L'inclure dans de telles circonstances relève se révèle donc peu pertinent.

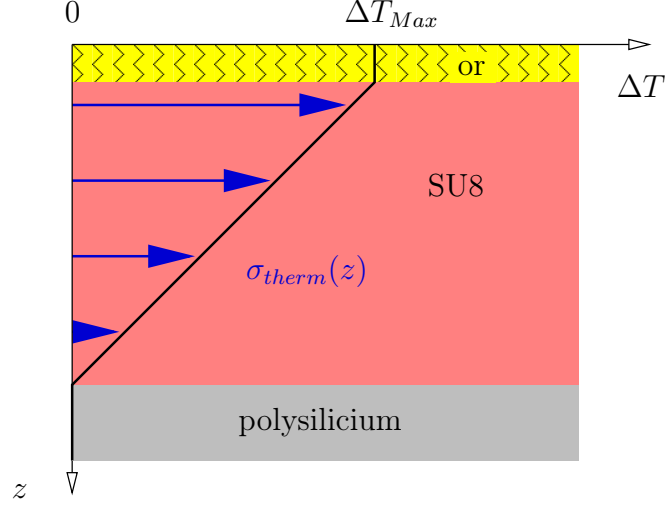


FIG. 3.15 – Approximation de la distribution de température à travers la microsonde

On obtient alors une contrainte sur la SU8 de la forme :

$$\forall z \in [t_{poly}; (t_{poly} + t_{SU8})], \sigma_{therm}(z) = E_{SU8} \cdot \alpha_{SU8} \cdot \Delta T_{Max} \left(\frac{z - t_{poly}}{t_{SU8}} \right) \quad (3.34)$$

On décompose cette contrainte en partie fixe et gradient de contrainte classique :

$$\forall z \in [t_{poly}; (t_{poly} + t_{SU8})], \begin{cases} \sigma_{0\ therm} = E_{SU8} \cdot \alpha_{SU8} \cdot \Delta T_{Max} \frac{1}{2} \\ \sigma'_{therm} = E_{SU8} \cdot \alpha_{SU8} \cdot \Delta T_{Max} \left(\frac{2}{t_{SU8}} \right) \end{cases} \quad (3.35)$$

Il ne reste plus alors qu'à remplacer dans les calculs $\sigma_{0\ SU8}$ et σ'_{SU8} par, respectivement, $(\sigma_{0\ SU8} - \sigma_{0\ therm})$ et $(\sigma'_{SU8} - \sigma'_{therm})$.

On applique ces contraintes dans les scripts de calcul sous Scilab, pour obtenir une comparaison cohérente.

La figure 3.16 présente l'évolution de la forme de la poutre suivant les variations de température, en prenant l'abscisse r comme abscisse curviligne

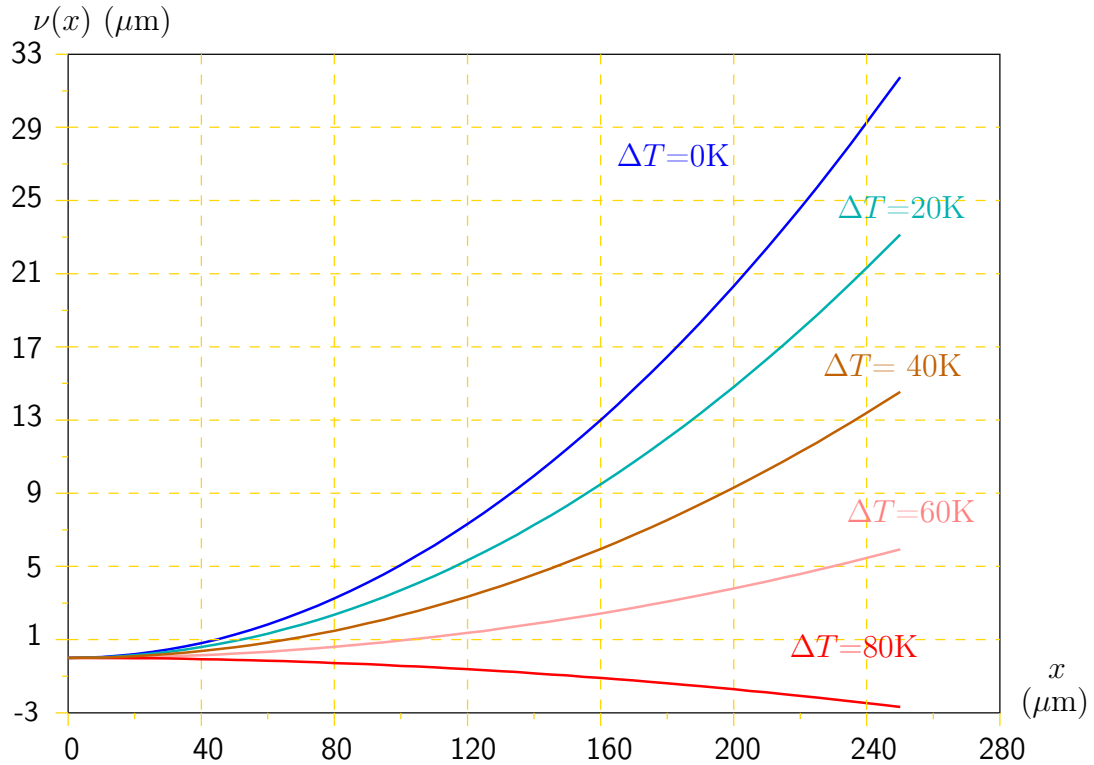


FIG. 3.16 – Forme de courbure du bicouche suivant la température

le long de l'axe neutre du bicouche. Bien que cette courbe permette de se faire une idée de l'allure de la poutre sous sollicitation thermique, il faut se rappeler que le modèle analytique approxime la déflexion suivant la courbure par une formule quadratique. L'allure réelle de la poutre peut donc être différente, notamment à basse température, pour laquelle le rayon de courbure est faible, ce qui correspond aux valeurs extrêmes pour lesquelles le développement limité de second ordre du cosinus commence à devenir moins pertinent.

On peut voir l'évolution de l'extrémité de la poutre avec la température sur la figure 3.17. Malgré les approximations évoquées ci-dessus à basse température, on peut noter la déflexion à $\Delta T = 80\text{K}$ par rapport à la température ambiante, pour laquelle la poutre descend bien en dessous du point $z = 0$, ce qui permettrait à la pointe de franchir l'espace laissé par la couche

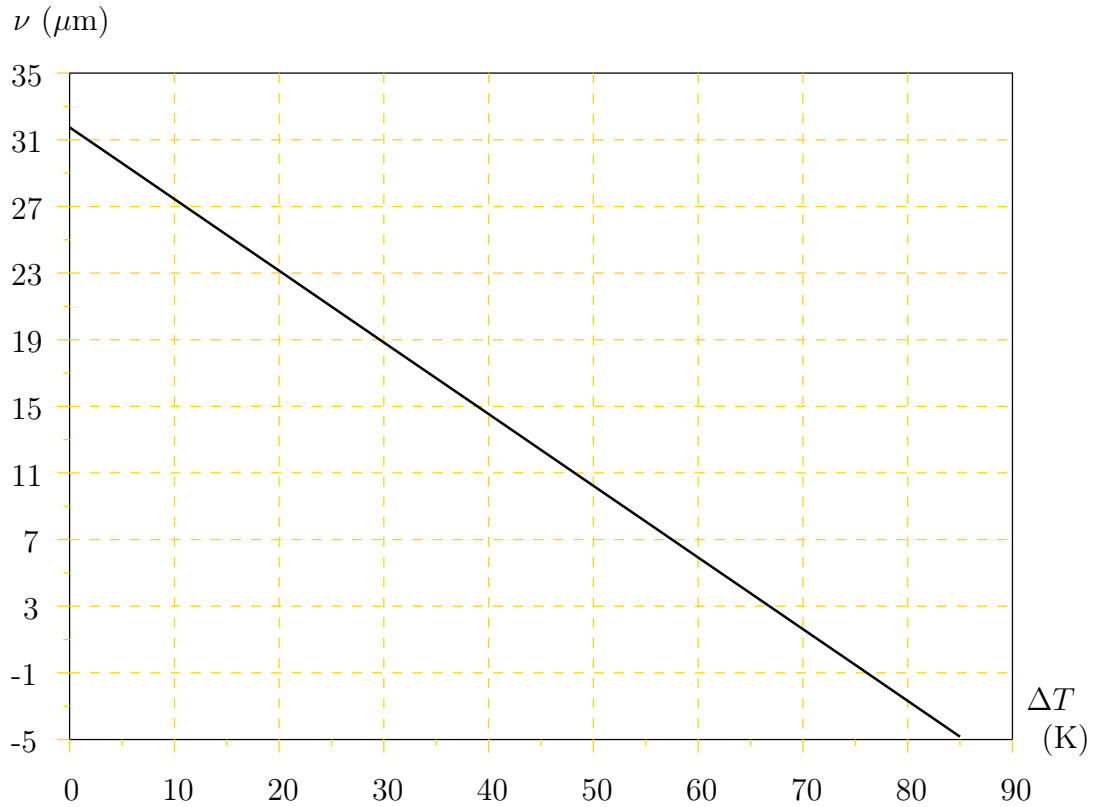


FIG. 3.17 – Déflexion de l'extrémité de la poutre suivant la température

sacrificielle entre elle et l'électrode de fond de canal. L'inversion de signe ne dépend pas de la précision sur le calcul du cosinus.

Ces calculs, même s'ils permettent de donner une bonne idée de la réalité, ne restent que des approximations plus ou moins grossières de l'ensemble des phénomènes physiques en jeu. La distribution de température dans la poutre est loin d'être aussi simple dans la pratique. Il faut tenir compte de l'échauffement local de la couche d'or, de la conductivité respective de chacune des couches, et des pertes à travers le substrat, l'air, ou par radiation, comme décrit ci-dessous.

Pour obtenir une estimation plus précise de ce qu'on peut avoir dans un cas réel, la simulation par éléments finis reste encore le meilleur outil à disposition. Toutefois, celles-ci ne pouvant obtenir les paramètres à prendre

en compte de façon autonome, une petite étude préalable de la propagation de la chaleur est nécessaire.

3.3.3 Effet Joule et propagation de la chaleur

Le calcul de la propagation de la chaleur dans les matériaux est non trivial. Pour avoir une idée plus précise, on effectue des simulations sous AnsysTM, qui est un logiciel de simulation multiphysique par éléments finis.

Un simulateur par éléments finis exécute de nombreux calculs de façon opaque pour l'utilisateur. Même en connaissant les algorithmes utilisés pour résoudre les équations matricielles, il est impossible pour l'utilisateur de les vérifier au cas par cas. Or, une modélisation complexe peut entraîner de nombreuses erreurs de calcul, en raison d'approximations numériques, de divergences, etc. De plus, une simulation numérique est purement calculatoire, et ne tient donc aucun compte de la pertinence des résultats obtenus d'un point de vue physique, au niveau qualitatif comme quantitatif.

Pour ces raisons, il est indispensable de prendre du recul vis-à-vis des solutions obtenues. On doit être capable de préparer une simulation dotée d'une pleine connaissance des effets physiques, mais aussi d'analyser les informations transmises par le simulateur, tant au niveau du déroulement des calculs que de leurs résultats. On va donc s'intéresser ici, en premier lieu, aux mécanismes de propagation et de pertes de la chaleur dans la poutre.

Considérations sur l'actionnement thermique

Il y a plusieurs facteurs qui déterminent la génération et la propagation de la chaleur. Dans le cas qui nous intéresse, on a tout d'abord, à l'origine, l'échauffement de l'or par effet Joule, suite à la circulation d'un courant. Ensuite, on a la propagation de chaleur proprement dite, soit à travers les matériaux, soit dans l'air. On peut aussi tenir compte de la *convection*, qui est un échange thermique avec un fluide, ici l'air. Le fait que l'air soit en mouvement affecte le gradient de température que l'on peut observer lors d'un échange thermique entre deux matériaux de températures différentes. Enfin, la matière, quelle qu'elle soit, à toute température différente de 0K,

émet des radiations, c'est à dire des photons. Ces radiations sont également des pertes d'énergie ; de même, tout objet environnant est générateur de radiations qui atteignent la structure. Cependant une estimation rapide donne, pour une température raisonnable, des pertes par radiation négligeables devant les autres pertes. Ce point sera toutefois à surveiller par sécurité.

Le générateur de chaleur

L'électrode en or est chauffée par effet Joule et est donc la source de chaleur. On peut calculer la puissance thermique dégagée à partir de la puissance électrique qui traverse l'électrode. Cette puissance est de la forme :

$$P_{thermique} = U_{eff} \cdot I_{eff} = \frac{U^2}{R} \quad (3.36)$$

avec la résistance R obtenue par :

$$R = \frac{\rho_{or} \cdot L}{\mathcal{A}} \quad (3.37)$$

où L est la longueur totale de l'électrode et \mathcal{A} l'aire de sa section.

On exprime la puissance en fonction de la tension plutôt que du courant, car c'est une tension constante qui sera appliquée aux bornes de l'électrode de chauffage. La déformation de l'actionneur va entraîner une variation de la résistance R au cours de l'expérience, c'est l'effet *piézorésistif*. De plus, et de plus grande importance, les métaux voient leur résistivité augmenter avec la température, l'agitation moléculaire perturbant le déplacement des électrons.

On écrit donc :

$$P_{thermique} = \frac{U^2 \cdot \mathcal{A}}{\rho_{or}(T) \cdot L} \quad (3.38)$$

$P_{thermique}$ est la puissance électrique fournie par le générateur de chaleur.

Conduction thermique

Dans la structure, on observe plusieurs cas de conduction thermique : la conduction à travers l'or lui-même (la densité de courant n'est pas forcément

uniforme à travers tout le matériau), la conduction entre l'or et la SU8, la conduction entre la SU8 et le polysilicium, et enfin celle entre le polysilicium et le substrat, à travers les ancres. Les échanges avec l'air ne sont pas traités de la même manière, l'air est un fluide, et les échanges sont considérés dans le cadre de la convection.

La conduction est donnée par la loi de Fourier :

$$Q_{conduction} = -k \cdot \mathcal{A} \frac{dT}{du} \quad (3.39)$$

où

- $Q_{conduction}$ est le flux de chaleur à travers une surface
- k est le coefficient de conduction thermique
- \mathcal{A} est l'aire à travers laquelle on calcule le flux de chaleur
- u est l'abscisse le long de l'axe normal à la surface étudiée

On note que $\frac{dT}{du}$ parle bien d'une fonction de la température suivant la position aux abords de la surface étudiée.

Des estimations montrent que l'ordre de grandeur de la conduction se situent entre quelques mW et quelques dizaines de mW.

Convection

La convection est l'échange thermique entre une surface solide et un fluide. Les molécules des fluides étant par définition hautement mobiles, elles sont sujettes à déplacement, et on ne retrouve pas la variation régulière simple de température comme entre deux matériaux solides. Ici, on a un cas de convection sur toute la surface de la poutre. Cependant, il est évident que la circulation de l'air est plus importante au-dessus de la structure qu'au-dessous. L'or étant encapsulé dans la SU8, il n'y a pas de convection directe par les électrodes, et c'est un avantage : l'or étant générateur de chaleur, les déperditions sont ainsi réduites.

Il existe deux types de convection :

La convection libre qui est un échange avec un fluide non sollicité

La convection forcée dans laquelle on provoque une circulation du fluide pour optimiser l'évacuation de la chaleur.

On ne parlera plus ici que de convection libre, étant donné qu'il n'y a aucun système de ventilation particulier pour l'air autour de la structure.

La convection s'exprime sous la forme :

$$Q_{convection} = \bar{h}\mathcal{A}(T_S - T_\infty) \quad (3.40)$$

où

- $Q_{convection}$ est le flux de chaleur surfacique à travers la surface étudiée
- \bar{h} est le coefficient de convection thermique moyen sur la surface
- T_S est la température à la surface du solide
- T_∞ est la température ambiante dans le fluide

Le coefficient de convection thermique est difficile à estimer en pratique. Il dépend pour un système à l'air libre de la température, de la pression, de l'aération locale autour de la surface considérée, de la conductivité thermique de l'air qui est elle-même fonction de la température ! Les fondements théoriques du coefficient de convection vont bien au-delà des considérations nécessaires à la compréhension des calculs, et on admettra ses valeurs pour les conditions des expérimentations.

L'ordre de grandeur des pertes par convection est de quelques dixièmes de mW, ce qui est suffisant pour jouer un effet même plus faible que la conduction.

La radiation thermique

Tout corps à une température supérieure à 0K émet un rayonnement électromagnétique, autrement dit, émet des photons générés par l'agitation moléculaire, c'est l'effet de *radiation thermique*.

La radiation est donnée par :

$$Q_{radiation} = \sigma\epsilon(T_S^4 - T_{ext}^4) \quad (3.41)$$

dans laquelle :

- $Q_{radiation}$ est le flux de chaleur radiative à travers une surface
- ϵ est l'*émissivité* du matériau
- σ est la constante de Stephan-Boltzmann

$T_{or} = 600K$			
Puissance thermique générée		0.123 W	–
Puissance thermique transférée par	conduction	0.016 W	99.13%
	convection	0.00014 W	00.87%
Puissance totale transférée		0.01614 W	100%
$T_{or} = 900K$			
Puissance thermique générée		0.077 W	–
Puissance thermique transférée par	conduction	0.030 W	98.95%
	convection	0.00035 W	01.15%
Puissance totale transférée		0.03035 W	100%
$T_{or} = 1200K$			
Puissance thermique générée		0.055 W	–
Puissance thermique transférée par	conduction	0.044 W	98.65%
	convection	0.00060 W	01.35%
Puissance totale transférée		0.04460 W	100%

TAB. 3.1 – Tableau de résultats de calculs de transfert thermique suivant la température de l’or (d’après [69])

– T_{ext} est la température aux abords de la surface étudiée

Des calculs approximatifs montrent que la radiation représente dans le meilleur des cas quelques μW ! On considère donc cet effet négligeable devant les autres, elle ne sera pas intégrée dans la simulation.

Bilan des considérations sur la propagation de la chaleur

Quelques calculs dans le tableau 3.1 montrent qu’il est inutile de chercher à atteindre des températures trop élevées. D’une part, l’augmentation de la résistance de l’électrode sera nuisible, mais il faut aussi tenir compte de la convection, et de l’augmentation de la conductivité thermique de l’air avec la température. Ainsi, plus l’or est chaud, plus la génération thermique est réduite, et plus la convection occupe une part importante de l’équilibre énergétique. Il est cependant certain que les températures proposées ici ne seront jamais atteintes en pratique sans détruire les composants.

3.3.4 Simulations sous AnsysTM

La simulation par éléments finis consiste à découper les volumes à étudier, qu'ils soient solides ou fluidiques, voire abstraits (on peut modéliser par exemple une jonction, un réseau électrique, etc. sous la forme d'éléments simulant leurs effets, sans modéliser les composants physiques eux-mêmes), en un ensemble de *mailles*, c'est à dire des combinaisons de *noeuds* formant des *éléments* dont on aura auparavant décidé la forme. À chaque élément est associé un ensemble d'équations suivant la simulation effectuée. Les éléments proposés sont donc très divers, suivant l'application choisie.

Le modèle

On considère ici une poutre bicouche de $250\mu\text{m}$ de long par $30\mu\text{m}$ de large. Le polysilicium a une épaisseur de $2\mu\text{m}$, la SU8 de $10\mu\text{m}$, et l'or de 300nm . L'électrode en or trace un «U» sur la poutre de $225\mu\text{m}$ de long, pour des pistes de $6\mu\text{m}$ de large. On considère que la poutre est ancrée le long de sa section droite, à l'extrémité des bras du «U». Le polysilicium ayant une bonne conductivité thermique, et étant proche de la surface du substrat, on décide d'appliquer sur sa partie inférieure une condition aux limites donnant sa température surfacique comme température ambiante. La convection ne s'effectue que sur la surface de la SU8. On applique le même coefficient que ce soit sur le dessus de la poutre ou sur les côtés. Ceci n'est probablement pas tout-à-fait réaliste, mais comme expliqué plus haut, l'étude de l'écoulement de l'air autour de la poutre chauffée pourrait alimenter un mémoire tout entier.

On ne fait pas varier la conduction de l'or avec la température. Ceci est physiquement faux, cependant, le bon sens dit que dans le cadre d'un fonctionnement normal de la structure, l'or n'atteindra pas plusieurs centaines de °C sans que la SU8 soit irréversiblement dégradée, voire pire, et ses propriétés seraient alors de toute façon différentes de celles à température ambiante.

Le modèle étant établi, on peut passer à son implémentation dans le simulateur.

Choix du type de simulation

On a deux types de simulation à résoudre en réalité :

- une simulation thermique, l'échauffement par effet Joule
- une simulation mécanique, la déflexion de la poutre avec les contraintes résiduelles et la chaleur

Il existe plusieurs manières de résoudre un problème impliquant plusieurs types de simulation. Certains éléments sont capables de résoudre simultanément les deux problèmes, c'est le cas de la *simulation couplée*. L'autre approche est la *simulation séquentielle*, qui calcule itérativement chacun des deux problèmes, avant de revenir à l'autre, jusqu'à ce qu'il y ait convergence.

La simulation couplée est plus simple et plus rapide à mettre en oeuvre. Elle est cependant souvent contraignante et plus restreinte en possibilités.

La simulation séquentielle est beaucoup plus souple, étant donné que les calculs sont bien séparés. Les seules contraintes sont un maillage identique entre les deux problèmes, et un choix d'éléments compatibles. C'est donc cette dernière solution qui est retenue.

Le maillage étant un paramètre critique, notamment pour ce qui concerne le transfert de chaleur entre matériaux différents, il est effectué manuellement, en choisissant un découpage régulier des lignes qui composent le modèle implémenté dans le simulateur.

AnsysTM fournit un environnement très complet pour les simulations couplées, ce qui permet de pouvoir entrer directement les paramètres, les contraintes, et les conditions aux limites des deux calculs avant de pouvoir injecter les résultats de l'un vers l'autre.

Résultats

La figure 3.18 montre la déformation initiale d'une poutre en l'absence d'excitation. On retrouve la déflexion initiale de $30\mu\text{m}$ telle que donnée par Cho[69] et confirmée par mesures. L'excitation se fait sous forme de tension appliquée sur les électrodes, dans le plan des ancrés.

Un courant de 600mA est suffisant pour obtenir un échauffement substantiel mais raisonnable de la structure, comme on peut le voir figure 3.19.

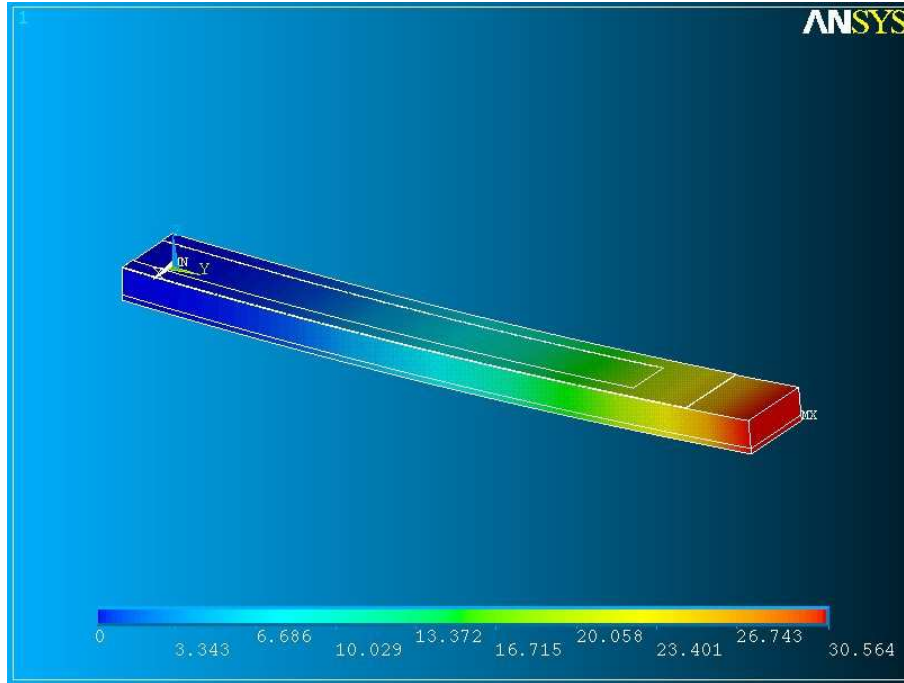


FIG. 3.18 – Simulation sous AnsysTM d'une poutre bicouche au repos. La déflexion initiale est de $30\mu\text{m}$. L'échelle est en μm , et les grandeurs sont les hauteurs absolues de noeuds, avec $0\mu\text{m}$ comme hauteur pour le substrat.

Cette tension naturellement non anodine est également celle qui permet à la sonde de descendre dans le canal. Si celui-ci était présent, elle irait même jusqu'à appliquer une pression sur l'électrode de fond de canal. La déflexion obtenue pour une excitation de 4.5V est présentée figure 3.20. On note que l'extrémité non couverte par l'électrode ne se déforme pas, la chaleur ne se propageant pas efficacement dans la SU8, et le métal s'échauffant moins à l'extrémité du «U». Ceci s'explique par la densité de courant, toujours plus importante à l'intérieur des chemins courbés qu'à l'extérieur. Qui plus est dans ce cas où l'électrode forme des coins. Ce genre de géométrie peut s'avérer problématique, comme on peut le vérifier sur la figure 3.19, la zone de la piste formant un angle droit a tendance à chauffer beaucoup plus que le reste de l'électrode, et en cas de défaillance, constituerait un point faible dans la structure.

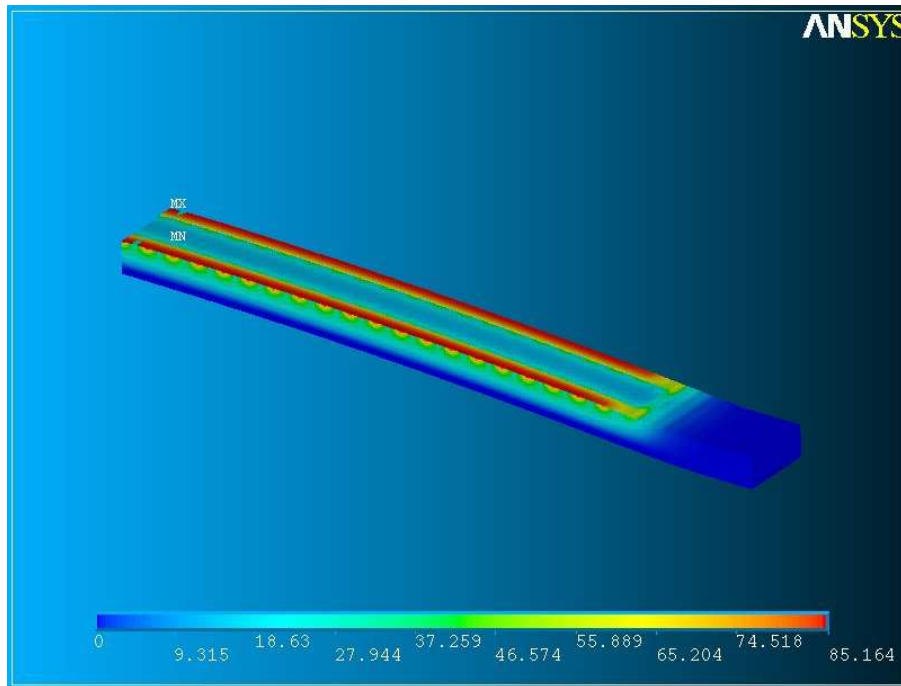


FIG. 3.19 – Simulation thermique sous AnsysTM d'une poutre bicouche soumise à 4.5V d'excitation. L'échelle est en K représente la variation de température par rapport à une température de référence nulle.

Bilan des simulations

Ces simulations, si, on le rappelle, ne fournissent pas des résultats rigoureusement exacts, permettent d'une part de donner un ordre de grandeur des valeurs qu'on doit obtenir lors des mesures et d'autre part, de donner confiance aux hypothèses formulées lors de l'implémentation si les mesures venaient à corroborer les résultats des calculs par éléments finis.

Il reste toutefois un facteur qui n'est pas pris en compte : l'influence de la fabrication sur la conformité et les performances de la structure finale. C'est cette partie qui va maintenant être abordée.

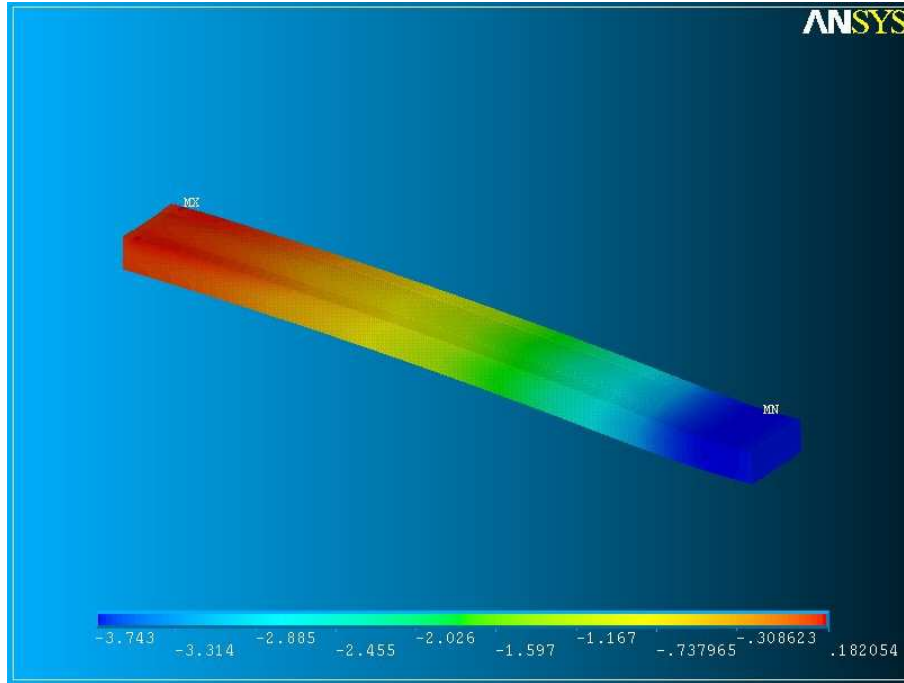
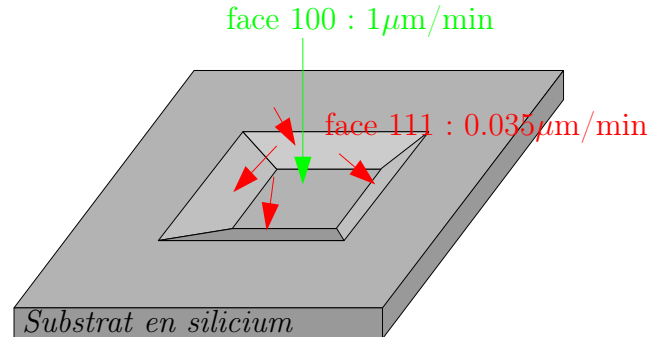


FIG. 3.20 – Simulation AnsysTM de la déflexion d'une poutre bicouche soumise à une excitation de 600mA. L'échelle est en μm , et $0\mu\text{m}$ correspond à la hauteur du substrat. On note la valeur négative à l'extrémité du bicouche qui confirme une capacité à descendre dans le canal et franchir l'espace entre la pointe et le fond du canal issu de la couche sacrificielle lors de la fabrication. Celle-ci sera vue plus loin.

3.4 Procédé technologique

Le procédé technologique de fabrication inclut une gravure dans le substrat pour le canal, le dépôt d'électrodes de mesure dans le fond du canal, les dépôts des couches structurales, et enfin la métallisation pour les éléments de chauffage. Ces différentes étapes et celles qui les accompagnent seront présentées ici⁸.

FIG. 3.21 – Attaque du silicium par le KOH suivant les plans cristallins

3.4.1 Fabrication du canal

Le silicium (100) est le substrat le plus utilisé, et permet la fabrication aisée de canal de part ses propriétés cristallines. La solution aqueuse d'hydroxyde de potassium (KOH) est connue depuis longtemps[70; 71] pour attaquer le silicium plus rapidement sur certaines faces que sur d'autres (figure 3.21). Il est donc un outil privilégié pour cette tâche. Cette propriété permet, avec un masque approprié, d'avoir une gravure contrôlée, puisque une fois les faces (100) accessibles entièrement gravées, la réaction devient très lente. Les résines optiques résistant faiblement aux gravures KOH , on utilise un masque en oxyde SiO_2 , obtenu par oxydation humide du substrat.

La couche d'oxyde fait 500nm d'épaisseur, ce qui est largement suffisant pour la profondeur de canal désirée, qui va de 5.5μm à 45μm. L'oxyde est effectivement gravé beaucoup moins vite que le silicium par le KOH . Les motifs du canal sont ensuite transférés par photolithographie, et le masque est ouvert par une gravure au $BOE7.1$, qui est un mélange d'acide fluorhydrique tamponné. Une fois le masque ouvert, le substrat est fixé à un support, et trempé pendant 45min dans un bain de KOH concentré à 33% chauffé à 80°C pour une vitesse de gravure d'environ 1μm/min. Ces étapes sont visibles sur la figure 3.22.

⁸Le détail des paramètres des différentes étapes, gaz, etc. sont donnés en annexe

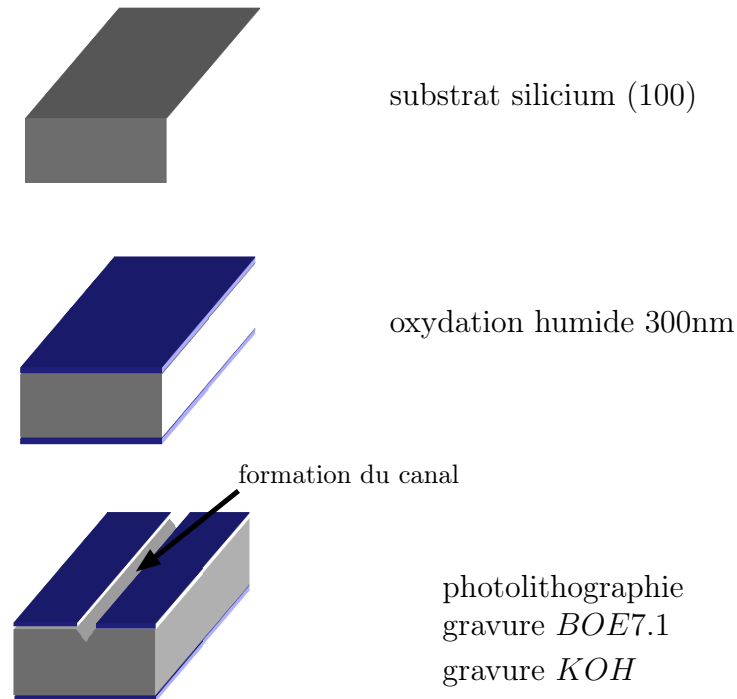


FIG. 3.22 – Formation du masque d'oxyde et gravure du canal

Si le masque est correctement positionné par rapport aux plans cristallins du substrat, les motifs de petites tailles ne sont que très peu altérés par une exposition prolongée aux réactifs. On peut observer le détail de cette gravure sur les images de la figure 3.23.

3.4.2 Passivation et formation de l'électrode de mesure

Une fois le canal terminé, on retire le masque d'oxyde par gravure humide au *BOE7.1*. Ensuite, pour éviter les pertes électriques et les courts-circuits à travers le substrat, on dépose une couche de nitrure de silicium peu contraint Si_xN_y de 200nm. Le nitrure de silicium n'est pas un excellent isolant, mais compte-tenu des opérations électriques envisagées (basses fréquences, faibles niveaux de tension, le champ électrique de claquage du nitrure de silicium

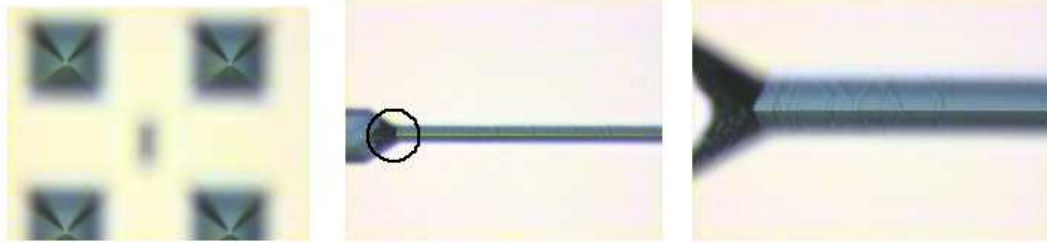


FIG. 3.23 – Images au microscope optique de la gravure KOH du silicium

étant de l'ordre de plusieurs centaines de $V/\mu m$), il est amplement suffisant. Le procédé est un procédé dit *chaud* : il implique de multiples passages dans les fours LPCVD, pour des étapes nécessitant typiquement entre $450^{\circ}C$ et $1150^{\circ}C$. Dans ces conditions, l'électrode du canal doit être constituée d'un matériau capable de résister à ces températures pendant le reste de la fabrication. Le polysilicium est la seule possibilité à disposition. Dopé, il est un bon conducteur. On dépose donc une couche de polysilicium dopé *in situ*, c'est-à-dire que les dopants sont inclus comme gaz pendant le dépôt, et le matériau est dopé et homogène. Un recuit d'activation est cependant nécessaire pour qu'ils prennent leur place dans la maille. Une couche de 500nm de polysilicium est donc déposée sur le substrat. Après une lithographie, elle est gravée par gravure sèche, dans un bâti de gravure *R.I.E.*⁹ de marque Oxford, avec les gaz SF_6 et O_2 . Le SF_6 est un gaz largement utilisé dans les gravures de silicium et dérivés. L' O_2 permet d'atténuer sa très forte isotropie naturelle. Ces étapes sont schématisées sur la figure 3.24.

Cette dernière étape de gravure est la première susceptible de devenir plus délicate. La gravure du canal est une grande variation de niveau, et il est tout-à-fait impossible de planariser la structure pendant l'étalement de la résine. Le risque est de voir le film de résine se déchirer au niveau de l'angle au bord du canal, comme on peut le voir sur la figure 3.25. La phase d'étalement est donc à effectuer avec soin.

⁹ «Reactive Ion Etching» Gravure à ions réactifs

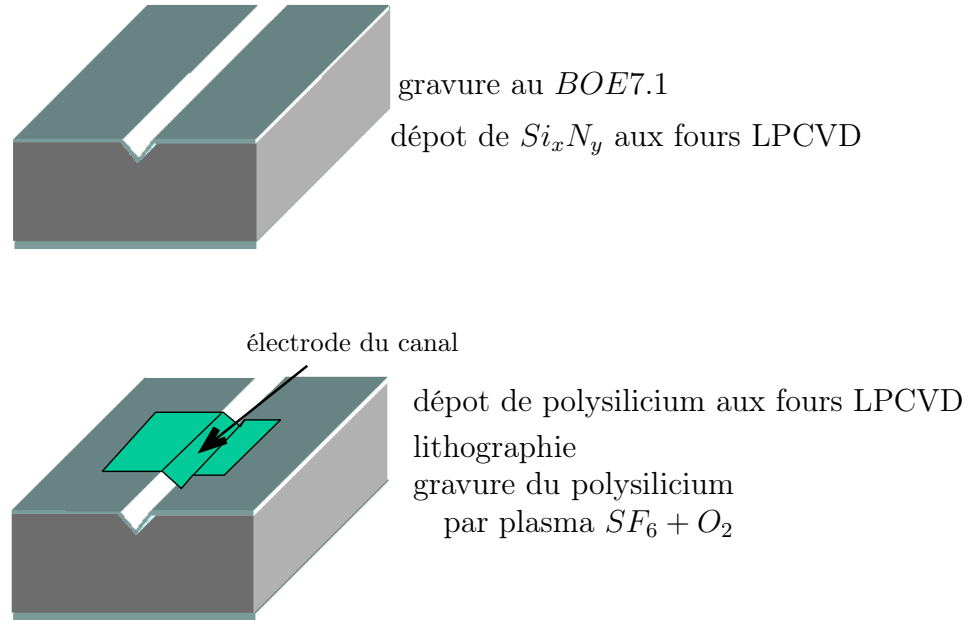


FIG. 3.24 – Retrait du masque d'oxyde et formation de l'électrode en polysilicium du canal

Le deuxième problème est l'accessibilité du polysilicium déposé au fond du canal. La gravure étant quelque peu isotrope malgré la présence de l' O_2 , on note la subsistance d'une ligne de polysilicium au fond du canal, elle est visible sur la figure 3.26. Cette ligne peut heureusement être éliminée en poussant plus avant la gravure, mais on atteint vite les limites du masque en résine.

3.4.3 Couche sacrificielle

La fabrication de l'électrode marque la fin de la conception des éléments fixes du système. Pour que les parties mobiles puissent bouger, il faut déposer une couche dite *couche sacrificielle*, c'est-à-dire une couche destinée à recevoir les parties mobiles, qui sera totalement enlevée en fin de procédé, pendant l'étape dite de *libération*.

Il doit donc exister pour cette couche des méthodes de gravures chimiques sélectives par rapport aux autres matériaux utilisés dans la structure. Le

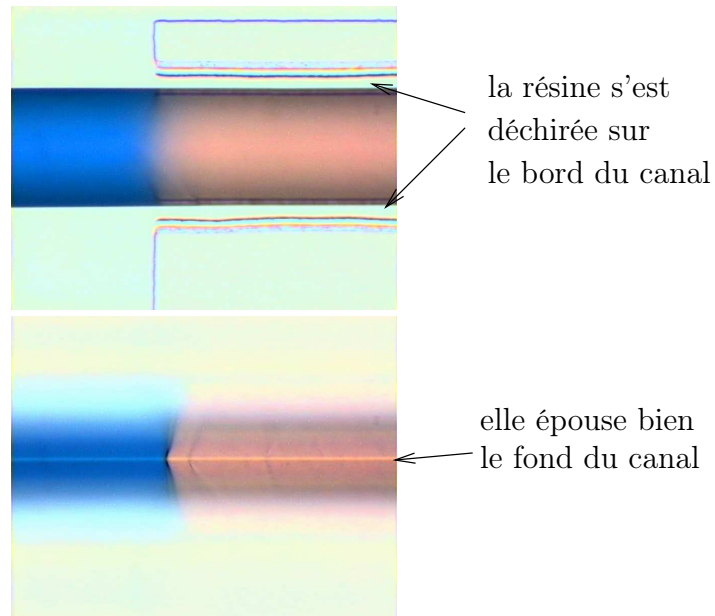


FIG. 3.25 – Image au microscope optique de lithographie définissant l'électrode dans le canal. Le film de résine s'est déchiré pendant les recuits. On peut voir que la résine couvre bien le fond du canal, mais s'est rétractée sur les bords.

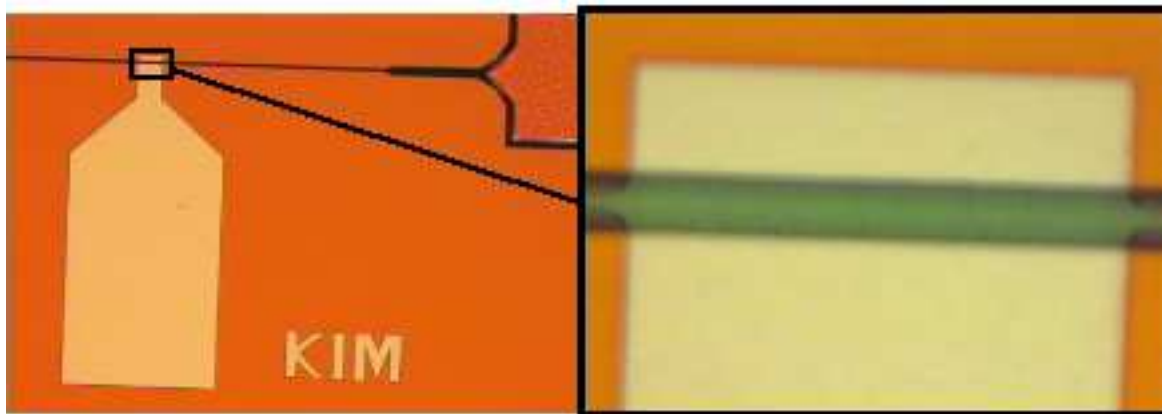


FIG. 3.26 – Image au microscope optique de l'électrode en polysilicium dans le canal. On note une fine ligne de polysilicium qui déborde largement hors du motif défini par le masque

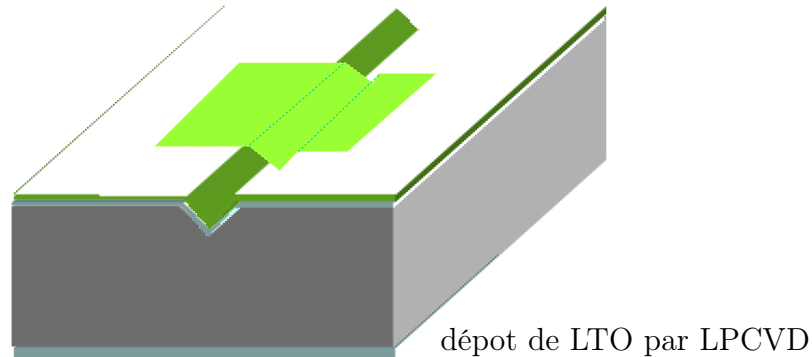


FIG. 3.27 – Dépôt de la couche sacrificielle. À noter que l'électrode du canal est toujours représentée, d'une part pour la lisibilité de la structure, d'autre part parce que l'oxyde est transparent

dioxyde de silicium, SiO_2 , est l'un des matériaux les plus utilisés à cet effet. Il est très rapidement attaqué par l'acide fluorhydrique, qui n'a pratiquement aucun effet sur la SU8, et attaque très lentement le silicium. Il sera déposé via les fours LPCVD. L'IEMN dispose également d'un bâti de dépôt par plasma, PECVD (pour «Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition»), mais l'oxyde obtenu est plus poreux et de moins bonne qualité. On choisit donc l'oxyde déposé dans les fours, dits *LTO* pour «Low Temperature Oxide». Il est déposé à $450^\circ C$, ce qui permet d'alléger le bilan thermique pour les matériaux en dessous. Ce dépôt est représenté figure 3.27.

Dans la plupart des procédés, la couche sacrificielle doit être gravée pour laisser des points d'ancrage aux parties mobiles, faute de quoi elles ne seraient pas solidaire du reste du substrat. Ici, une technique plus exotique a été utilisée. Le principe est d'utiliser de très larges ancrages pour les parties mobiles. Pendant la phase de libération, les structures sont faites de telle sorte que les parties destinées à être mobiles seront libérées bien plus vite que les ancrages. On arrête donc la gravure avant l'élimination complète de la couche sacrificielle, les ancrages restent donc solidaires du substrat par l'intermédiaire de la partie de la couche qui n'aura pas été attaquée. C'est donc une libération contrôlée en temps. Même si toute l'ancre n'adhère plus, à cause de la sous-

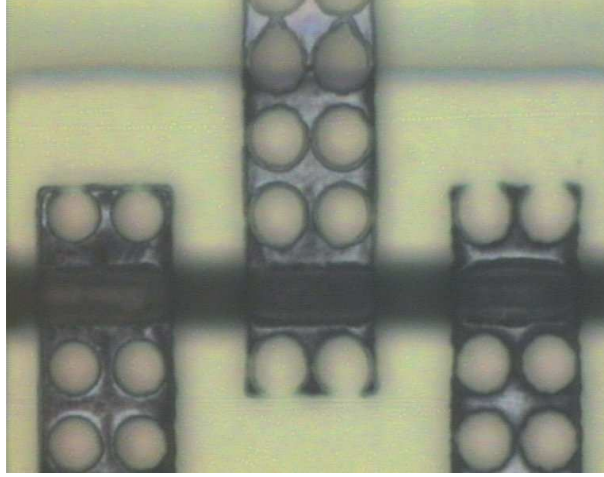


FIG. 3.28 – Image au microscope optique de la poutre en polysilicium. On note le canal en dessous et les trous pour l’adhésion de la SU8.

gravure, la surface d’adhérence reste suffisante pour maintenir le composant en place.

3.4.4 Partie structurelle

On a dit plus haut que l’actionneur était essentiellement un bicouche polysilicium-SU8. On dépose donc une couche de polysilicium dopé *in situ*, de $2\mu\text{m}$. Comme pour les précédentes étapes, une lithographie suivie d’une gravure sèche définissent la géométrie des poutres. Le masque de la poutre en polysilicium révèle une série de trous à travers la structure (figure 3.28). Ces trous sont destinés à former des ancres pour une meilleure adhésion de la SU8. Celle-ci étant une résine, elle peut s’y écouler pendant l’étalement.

La gravure du polysilicium pose une fois de plus problème dans cette étape, d’autant que la couche est beaucoup plus épaisse, et qu’avec les étapes successives, le substrat est de moins en moins lisse. Des images prises au microscope électronique à balayage (MEB) sur la figure 3.29 permettent de se rendre compte de la quantité de matériau qui échappe au plasma, parce que trop peu exposée dans le canal. Il ne sera malheureusement pas possible à l’époque des travaux de remédier à ce problème. Bien que considérablement

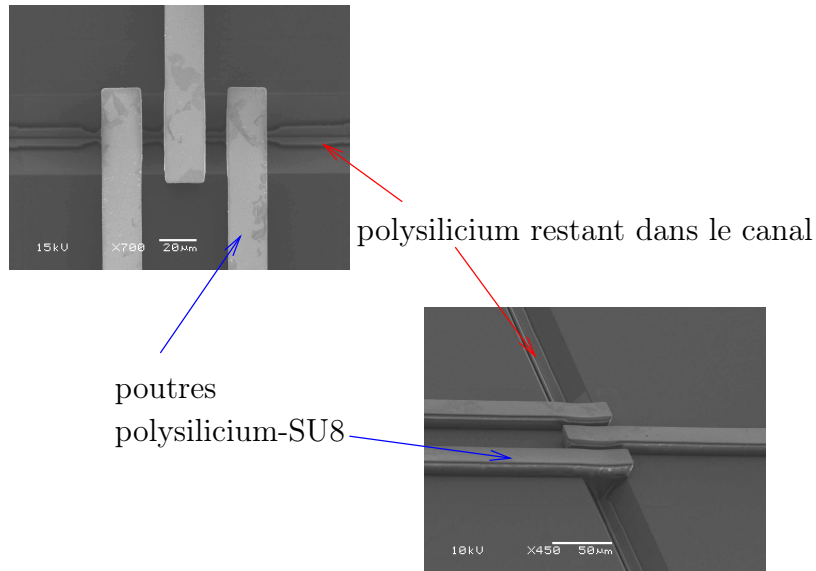


FIG. 3.29 – Images MEB des poutres polysilicium-SU8. Le polysilicium n’a pu être gravé jusqu’au fond du canal.

affinée par des gravures SF_6 et même CF_4 , les «fils» de polysilicium ne pourront jamais être éliminés sans détériorer gravement les poutres elles-mêmes, par sous-gravure, ou en gravant complètement le masque.

On verra plus loin comment le problème de la gravure du polysilicium dans un canal a été résolu, à l’occasion de l’étude d’une autre structure.

Juste après le dépôt de polysilicium, et donc avant celui de SU8, une gravure partielle de LTO est faite. Le but est de creuser un peu le LTO à travers les trous des poutres en polysilicium. On obtient ainsi un système d’ancrage de la SU8 sur le polysilicium. Enfin, on dépose la SU8 par simple lithographie. La SU8 est une résine qui peut être facilement fabriquée en grande épaisseur. L’étalement de résine se fait ici suivant les paramètres correspondant à une épaisseur de $10\mu\text{m}$. On a donc bien un bicouche polysilicium-SU8. Les étapes décrites ici sont résumées sur la figure 3.30.

La lithographie de la SU8 ne présente pas de problème particulier, tout d’abord parce qu’elle est épaisse et donc moins sensible aux variations géométriques de la surface ; ensuite parce qu’elle est directement travaillée sans étape de gravure supplémentaire. La lithographie de l’électrode dans le canal

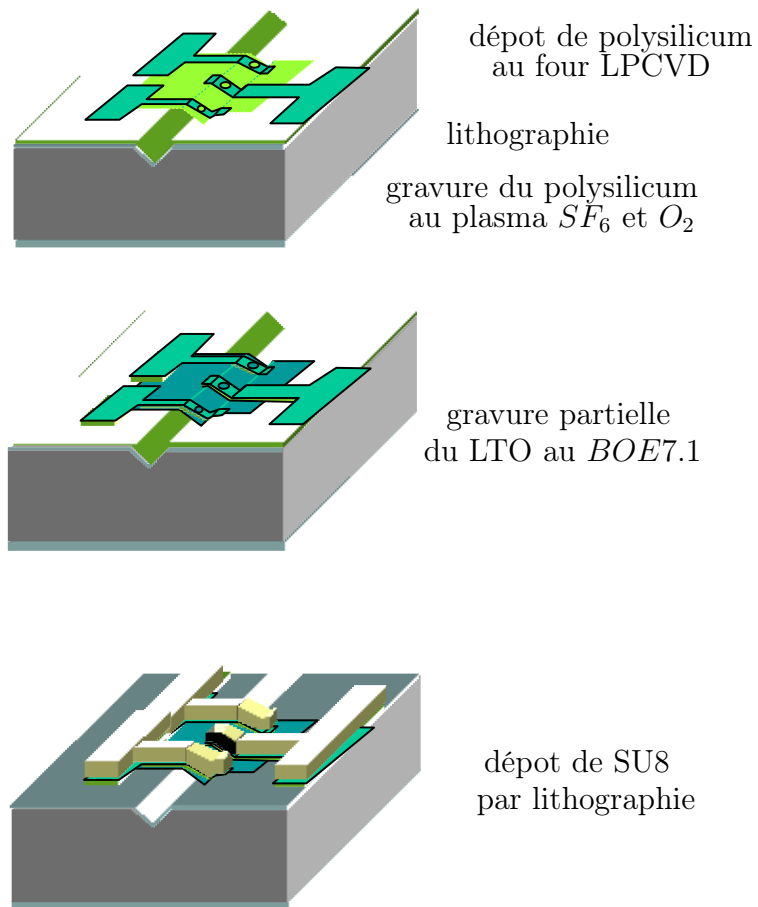


FIG. 3.30 – Fabrication des parties structurales du système

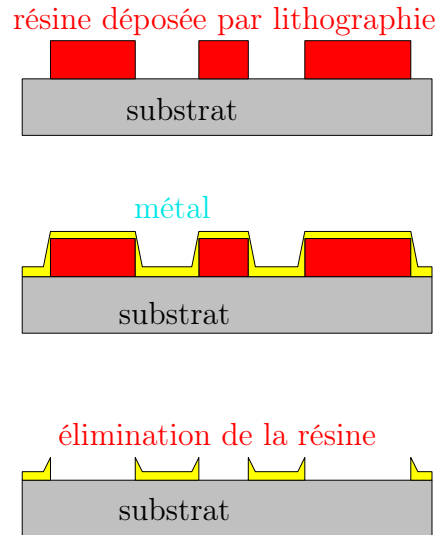


FIG. 3.31 – Principe du lift-off

et celle de la partie polysilicium de la poutre ont pu être optimisée, celle de la SU8 se révèle finalement plus simple, ce malgré ses contraintes résiduelles en tension connues.

3.4.5 Métallisation

La dernière étape de fabrication avant la libération est le dépôt et la mise en motifs de l'or. Celle-ci doit servir à actionner thermiquement le bicouche par effet Joule. L'or est structuré par *lift-off*.

Le lift-off est un procédé qui consiste à faire d'abord la lithographie, contrairement au schéma classique dépôt, lithographie, gravure. Une fois la lithographie terminée, on dépose le métal sur tout le substrat. Enfin, on élimine la résine avec les produits appropriés, que ce soit de l'acétone pour les résines habituelles, ou des agents de retrait de résines plus spécialisés. Ainsi, partout où la résine est restée sur le substrat après la lithographie, le métal va être retiré avec elle, et partout où la résine a été éliminée sur le substrat après la lithographie, le métal va rester (figure 3.31).

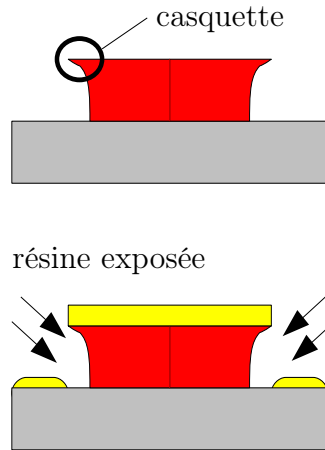


FIG. 3.32 – Schéma du profil casquette pour lift-off

En pratique, pour que l'agent chimique puisse éliminer la résine, il faut qu'il puisse y accéder, les métaux n'étant généralement pas assez poreux pour ça. Pour laisser un espace d'accès, on donne à la résine un profil «casquette». En vue de coupe, idéalement, le profil de la résine est une casquette à l'envers. Si le métal se dépose de manière non conforme, il se dépose au-dessus et autour de la casquette, mais pas sous la barrière (figure 3.32).

Il existe deux manières de former cette casquette. La première consiste à appliquer un traitement chimique de surface sur la résine avant de l'insoler. Typiquement, tremper certaines résines positives dans leur développeur pendant quelques secondes avant de l'insoler donne souvent de bons résultats. La deuxième solution est d'utiliser deux couches de résine, et de jouer sur les paramètres pour que la couche supérieure soit légèrement plus large que celle inférieure. C'est la première solution qui est retenue ici. Étant donné la complexité de déposer une résine sur le substrat, les recuits supplémentaires qu'auraient requis une deuxième couche n'auraient pas été favorables.

La difficulté du lift-off est donc de donner à la résine une bonne forme pour pouvoir enlever facilement le matériau indésirable avec la résine. Les hauts rapports d'aspect compliquent la tâche, en exigeant une casquette efficace pour les motifs au niveau du substrat et pour ceux au niveau de la structure. Le motif initial prévoyait que la ligne d'or devait former un «U» jusqu'à

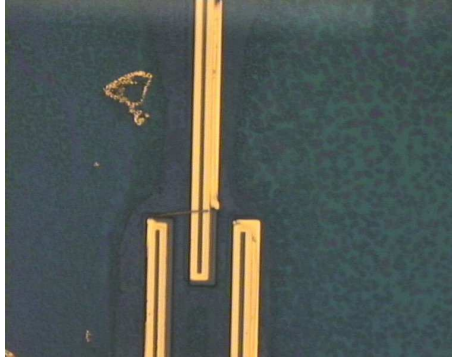


FIG. 3.33 – Image au microscope optique du lift-off conforme au masque pour les électrodes

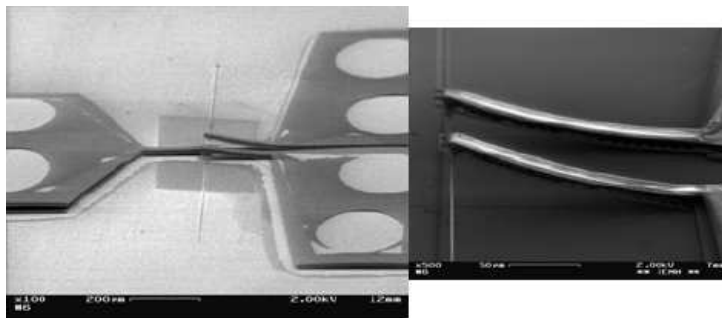


FIG. 3.34 – Image MEB des poutres libérées

l'extrémité de la poutre. En pratique, cette forme n'a pu être obtenue qu'une fois (figure 3.33), le reste du temps, le «U» s'arrêtait au début de la poutre et le reste était couvert d'une couche uniforme d'or.

Cette différence s'explique par la porosité de l'oxyde. Si on choisit un temps court, l'acide ne pénètre pas dans le matériau, et se contente d'une réaction purement surfacique. Si on laisse le substrat baigner plus longtemps, l'acide pénètre le matériau et la gravure est accélérée. Ainsi, deux bains de 20min seront moins efficaces qu'un seul de 40min. Compte-tenu de l'épaisseur de l'oxyde et de la largeur des structures à libérer, le temps de libération est fixé à 60min. Ce temps est suffisant pour libérer les structures tout en gardant une marge de sécurité par rapport à la sous-gravure.

Sur les images de la figure 3.34, on peut observer l'élévation des poutres due aux contraintes résiduelles, tel que prévu par la théorie. On remarque également la présence des résidus de polysilicium qui n'avait pas été éliminés dans le canal. Ces résidus posent un problème pour l'application pratique. Si l'actionnement thermique n'est pas perturbé par leur présence, étant donné que l'or n'est jamais en contact avec le polysilicium, la mesure électriques d'objets est elle compromise, parce que toutes les électrodes de mesure de la partie mobile d'un même canal se retrouvent reliées. De plus, il faut maintenant supposer que l'objet à mesurer réussisse à se positionner sous le résidu de polysilicium, pour faire contact avec l'électrode du canal.

L'actionneur en lui-même est fonctionnel, mais la fonctionnalité du micro-système est largement compromise par les difficultés technologiques rencontrées pendant la fabrication. Une nouvelle série de fabrication menée au Japon par le professeur Beomjoon Kim et Mr Y. Cho, alors doctorant, a permis de mieux définir les poutres, et donnera une structure fonctionnelle[72; 73].

3.5 Caractérisation et tests

Le système complet étant non fonctionnel en raison des problèmes liés à la fabrication exposés ci-dessus, seul l'actionneur a pu être caractérisé.

On a tout d'abord tenté de mesurer l'évolution de la résistance des éléments chauffants suivant l'excitation. Comme l'application d'une tension ou d'un courant entraîne un échauffement de l'or, sa résistance évolue légèrement au cours de l'actionnement. On ne parlera pas ici d'effet piézorésistif, étant donné que suite aux problèmes de définition des électrodes, le circuit électrique de chauffage s'arrête à la limite de la poutre, et la part de la résistance qui est déformée est trop faible pour être mesurable.

Le problème posé est la géométrie des lignes liant les électrodes d'accès aux éléments chauffants, qui présente une zone de faible largeur (figure 3.35), donc, de haute résistivité, et qui, en raison des problèmes technologiques rencontrés lors de la définition des motifs de métallisation, voit sa largeur très variable d'un composant à l'autre, y compris sur le même substrat (voir figure 3.36).

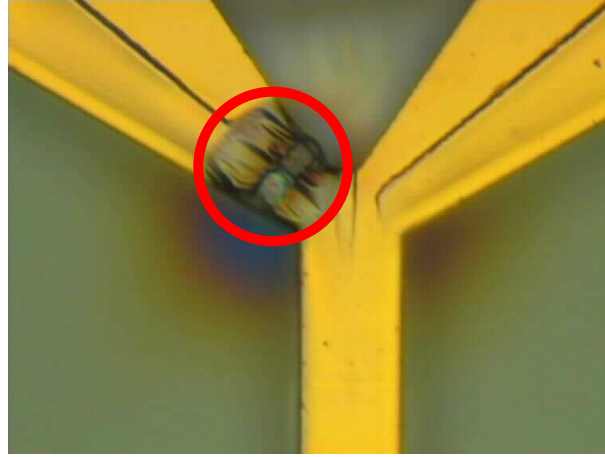


FIG. 3.35 – Image au microscope optique du détail de l'électrode d'actionnement des microstructures. On note la zone de faible largeur, qui est donc hautement résistive et constitue un point chaud lors du passage du courant. Sur la structure montrée ici, le point chaud a entraîné un claquage de l'or.

Cette large variation de la résistance au point de haute densité de courant peut aller jusqu'à rendre le composant inutilisable, étant donné la surchauffe locale qui ne se propage pas jusqu'à la poutre. Dans ce cas de figure, l'électrode claque avant d'avoir pu observer un actionnement (figure 3.35).

Une caractérisation de la déflexion suivant le courant a tout de même été effectuée, comme on peut le voir sur la figure 3.37, mais celle-ci est à prendre avec précaution, étant donné que seule l'allure de la courbe est généralisable à toutes les structures, le courant d'excitation dépendant fortement de la résistance d'accès à la partie chauffante.

On note cependant que la tension d'excitation est très faible par rapport à ce qui était prévu dans les simulations (facteur 2.5). L'hypothèse la plus vraisemblable quant à cette différence est la géométrie de l'électrode après fabrication. La ligne électrique est réduite de toute la longueur de la poutre, ce qui génère un courant plus élevé pour une tension plus faible. De plus, l'or étant un excellent conducteur thermique, on peut supposer que le chauffage est important au niveau de la définition de la ligne chauffante au début de la poutre, et que la conductivité thermique de l'or permet de chauffer la SU8

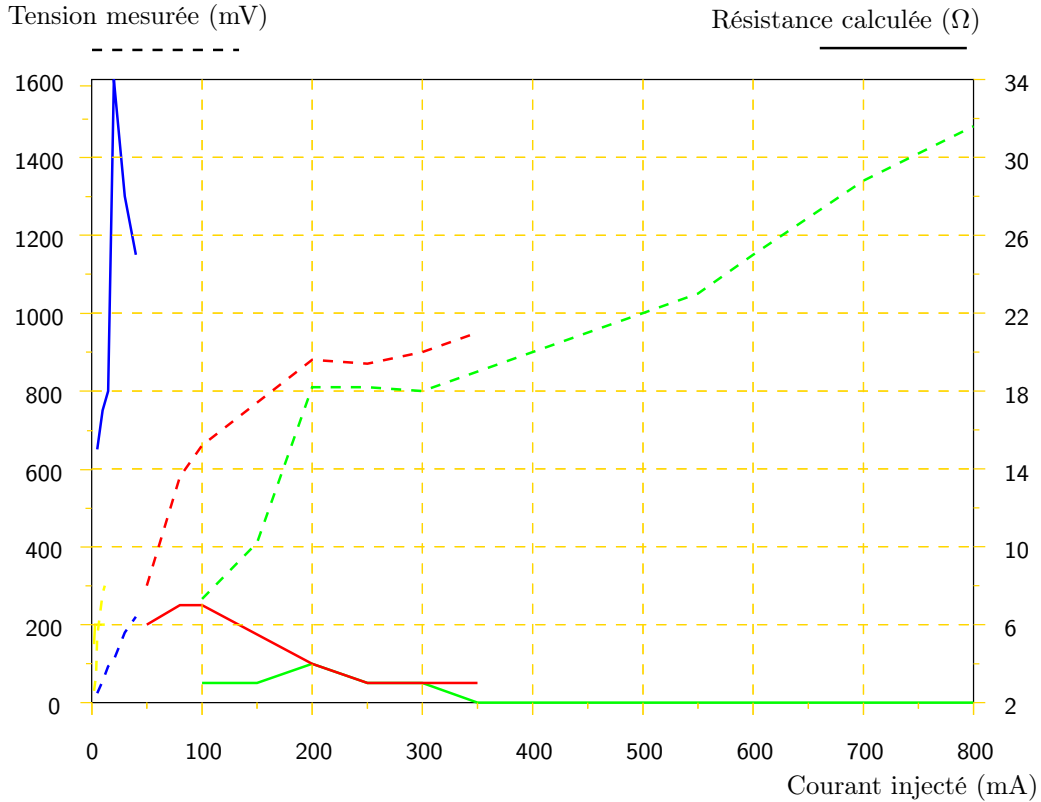


FIG. 3.36 – Mesures de tension suivant le courant d’entrée appliqué à plusieurs actionneurs microsondes sur un même échantillon

sous-jacente de manière efficace, les pertes par convection étant, comme on l’a dit plus haut, relativement faibles devant la conduction thermique.

L’autre point remarquable est la pente variable de la déflexion suivant la tension. D’abord faible, elle devient constante localement sur une large zone, pour une déflexion comprise entre 4 et $30\mu\text{m}$, ces trois modes sont notés zone 1, 2 et 3 sur la figure 3.37. La zone 1 de la courbe correspond à un chauffage faible. Étant donné la résistance d’accès, on peut supposer que le chauffage effectif de la partie située sur la poutre même est réduit, et que la chaleur générée n’est pas assez grande devant la dissipation thermique combinée de la conduction par les ancrés et la convection. Durant la zone 2, qui est relativement linéaire, on estime que le chauffage est suffisant pour obtenir un bon transfert thermique sur la surface de l’or malgré la convection, et on passe à

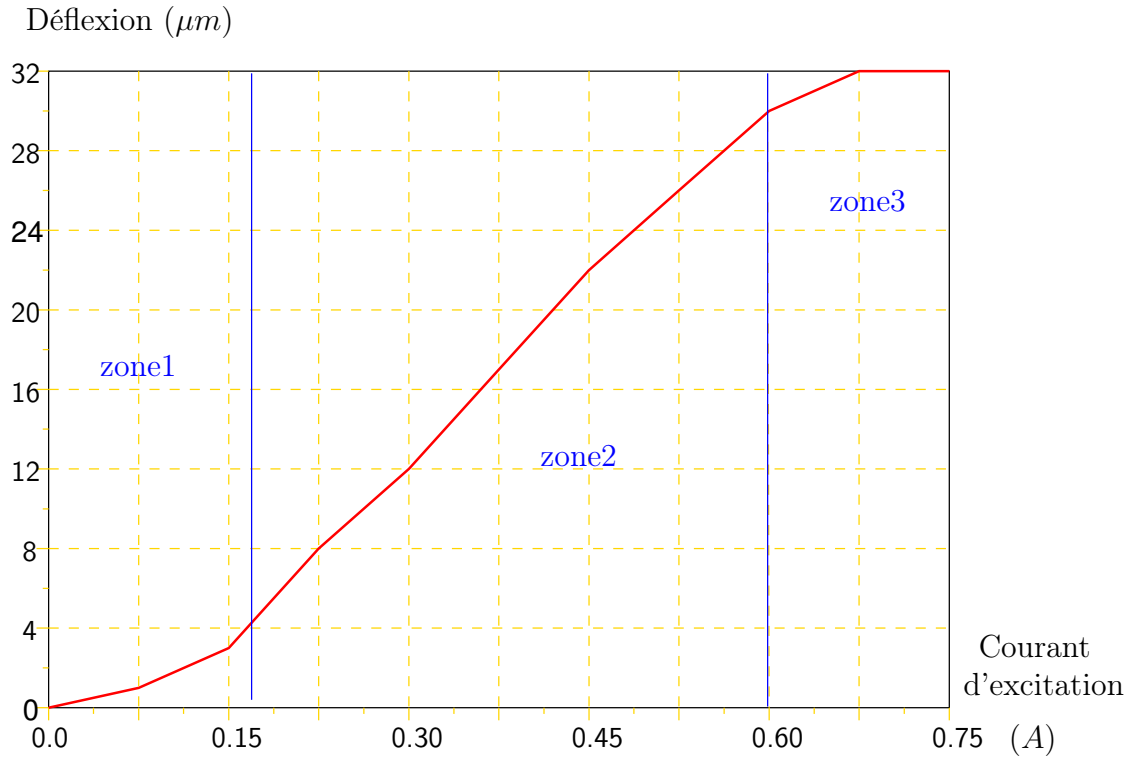


FIG. 3.37 – Déflexion de l'extrémité de l'actionneur suivant l'excitation en courant

un chauffage où la convection devient négligeable, et l'écart de température suffisant entre l'or et la SU8 pour créer une différence significative dans la dilatation thermique de la SU8. La zone 3 semble correspondre à une «saturation» du chauffage. On peut supposer qu'en zone 3, on commence à réussir un échauffement significatif des couches les plus profondes de la poutre, donc, celles situées en dessous de la fibre neutre équivalente, leur expansion joue contre la déflexion en créant un couple de sens opposé.

3.6 Bilan du travail sur les microsondes

Les microsondes ont pu être fabriquées et actionnées à l'IEMN. Des modèles et simulations ont été développées à la fois à l'IEMN et à l'IIS, à Tokyo, qui correspondent aux mesures effectuées sur les structures.

Le résidu de polysilicium a toutefois interdit des tests de caractérisation d'objets. De nouveaux masques ont été dessinés et des structures optimisées à partir de l'expérience de la précédente réalisation. Les problèmes de résidus de polysilicium ont pu être résolus, en combinant deux étapes lithographiques avec le même masque. Ainsi, la résine au fond du canal a pu être totalement éliminée, et le polysilicium intégralement gravé dans le canal.

Bien que cette solution fonctionne, l'enchaînement des deux lithographies pour la même gravure pose un problème d'alignement, rendant l'opération délicate et susceptible de dégrader la qualité géométrique des structures.

Les nouvelles séries de tests effectués à l'IIS sous la direction du Pr. Kim ont finalement permis d'obtenir une caractérisation électrique de globules rouges avec les microsondes[72].

Chapitre 4

Conception d'un système d'extraction d'objets d'un milieu liquide vers un milieu sec

4.1 Introduction et concept

Après avoir réalisé les microsondes en polysilicium et SU8, il a été décidé de poursuivre plus loin la réalisation d'actionneurs compatibles avec des applications biologiques, sans pour autant s'enfermer dans un système trop spécialisé, qui mènerait à un usage ponctuel unique.

Beaucoup de microsystèmes apparaissent pour piéger, caractériser électriquement et mécaniquement des cellules biologiques. On a vu durant l'étude bibliographique que le champ d'applications devient relativement large. Toutefois, comme notifié précédemment, l'impossibilité de migrer des objets d'un environnement vers un autre fait encore défaut, à une exception près.

Or, les actionneurs micromécaniques sont dans leur très grande majorité destinés à une utilisation en environnement quasi-sec. Un système complet intégrant manipulation et traitement de micro-objets doit donc avoir la possibilité de transférer une cible initialement en milieu liquide pour l'amener en milieu quasi-sec.

L'idée est donc apparue de réaliser un système capable de remédier à ce manque. Le micro-système présenté ici a donc pour tâche de pouvoir attirer et extraire un micro-objet hors de son environnement liquide pour l'amener vers un milieu sec, ou à défaut un milieu quasi-sec, les cellules biologiques supportant assez peu un séchage complet.

Comme constaté également dans la bibliographie, la méthode actuelle la plus acceptable en terme d'efficacité et de neutralité vis-à-vis de l'objet ciblé pour le faire se déplacer est la diélectrophorèse.

Le développement des microsondes a permis d'acquérir une certaine expérience avec les matériaux utilisés, notamment la SU8. Le système de poutre encastrée-libre actionnée mécaniquement est donc conservé. Cependant, pour pousser plus loin le principe du procédé de fabrication le plus simple possible, on élimine cette fois la couche de polysilicium structurel, nécessitant une étape chaude supplémentaire. La couche de SU8 est, elle, amincie, et ainsi la couche d'or pour l'actionnement thermique joue cette fois un rôle de premier plan dans le bilan des contraintes résiduelles.

Le système doit donc prélever, dans un canal, un objet amené par diélectrophorèse. La solution retenue pour l'extraire est tout simplement de fabriquer une zone à l'extrémité de l'actionneur dans laquelle l'objet pourra glisser. Ensuite, l'actionneur se relève en emmenant l'objet avec lui. Une fois cette étape franchie, le liquide est évacué, et l'objet peut être redescendu dans le canal pour y faire des mesures. Connaissant la nature des contraintes de la SU8, on implémente également un système d'actionnement électrostatique afin de garantir un bon plaquage de l'actionneur lors du ramassage de l'objet dans le canal, faute de quoi celui-ci pourrait bien se retrouver sous l'élément de récupération de l'actionneur.

On décompose donc le système en deux éléments :

- Le canal et le jeu d'électrodes destinés à la diélectrophorèse
- L'actionneur thermique SU8-or chargé de l'extraction de la cible

Ces deux parties seront abordées séparément tout au long des sections qui vont suivre. La modélisation et la simulation numérique seront développées en premier, la réalisation technologique et les caractérisations seront abordées ensuite.

actionneur permettant l'extraction de la cible

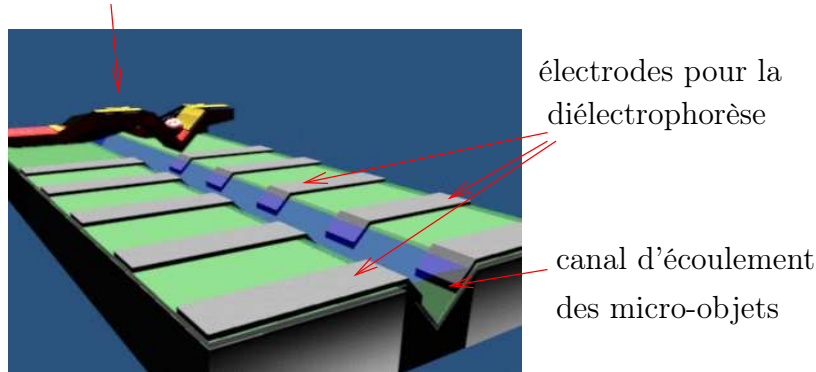


FIG. 4.1 – Schéma de synthèse général du système

4.2 Le convoyeur diélectrophorétique

4.2.1 Topographie des électrodes

L'étude et l'optimisation de la configuration topographique des électrodes représentent à elles seules un travail de longue haleine. L'objet de ce travail n'étant pas de redémontrer quelle disposition, ou quelle autre disposition des électrodes sera optimale. La trajectoire des micro-objets souhaitées est connue, et l'unique fonction désirée est le convoyage, en ligne droite. Le canal aura, pour des raisons technologiques autant que pour des raisons pratiques (plus grande facilité à contrôler le positionnement des micro-objets latéralement), une section en forme en «V».

Les électrodes sont disposées le long du canal, formant des lignes orthogonales à la trajectoire voulue des objets. Les lignes sont interrompues au milieu du canal, zone la plus profonde puisqu'il est en «V». Ceci permet une plus grande flexibilité au niveau de l'excitation électrique, mais également ouvre la voie à la mesure d'impédance pour détecter la présence de particules passant entre les électrodes, ce qui est un point essentiel pour l'automatisation. Une détection optique sous microscope serait bien plus compliquée à mettre en oeuvre, et totalement impossible à intégrer.

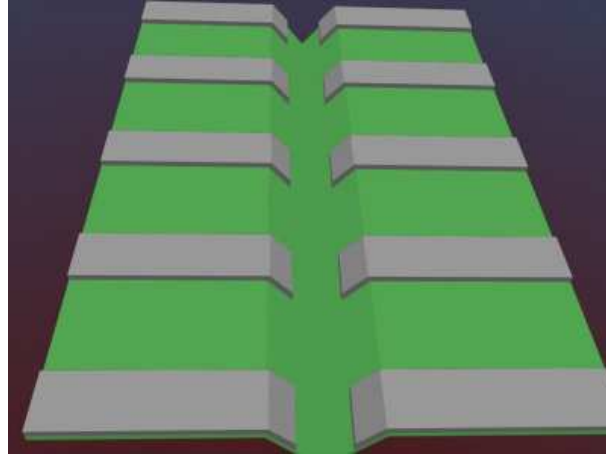


FIG. 4.2 – Vue de synthèse de la disposition des électrodes dans le canal. Le canal est en «V», des paires d'électrodes en vis-à-vis descendent sur ses flancs

La disposition des électrodes est visible sur la figure 4.2. Les dimensions et l'espacement entre les électrodes sont du même ordre de grandeur que la taille des objets ciblés, à savoir des largeurs de $20\mu\text{m}$ et des espacements de $20\mu\text{m}$ pour des micro-objets d'une dizaine de μm de large. Ceci correspond à ce qu'on peut trouver dans la littérature.

4.2.2 Simulations par éléments finis des champs électriques

Comme vu au Chapitre 2, la modélisation analytique de la diélectrophorèse implique la connaissance du champ électrique autour du micro-objet. Si ce champ est déjà complexe à déterminer dans un cas simple, la prise en compte de tous les paramètres tels que le nombre d'électrodes, le liquide ambiant, et les micro-objets rendent une tentative de modélisation analytique complètement absurde, tant elle serait longue à mettre en oeuvre, et peu fiable suite aux approximations indispensables pour l'appréhender. Pour ces raisons, et étant donné que seule la cartographie du champ électrique est intéressante, on utilisera directement une modélisation numérique par éléments finis. La simulation par éléments finis est actuellement l'outil le plus approprié pour les prédictions basées sur modèles concernant la diélectrophorèse. L'approche au niveau local que permet la décomposition en élément, et la puissance de

calcul des ordinateurs modernes offrent des possibilités de prédictions relativement fiables. Cependant, le calcul par éléments finis, mal implémenté, ou sur un système mal modélisé, peut conduire à des erreurs numériques et donner des résultats incohérents. Il convient donc de rester prudent dans l'approche.

Implantation du modèle dans le simulateur

Le calcul d'une topographie de potentiels ou de champs électriques sur le simulateur AnsysTM est assez simple. L'idée est ici de modéliser l'influence des électrodes contenues dans le canal sur la répartition des potentiels, et donc, des champs électriques dans le fluide présent. On considère ici ce fluide statique, afin de ne pas accroître inutilement les temps de modélisation et de calcul. Il est possible de modéliser une excitation statique des électrodes, et une conductivité nulle du milieu visé. Cependant, pour appréhender les pertes dans le milieu liquide, on privilégie une excitation sinusoïdale. Dans le reste des simulations, la fréquence d'excitation est fixée à 1MHz, ce qui est en principe suffisant pour s'affranchir des problèmes de conductivité de l'eau.

On modélise 8 électrodes réparties par paires autour d'un canal en «V». De plus, pour tenir compte du réceptacle de l'actionneur SU8-or, on ajoute une zone correspondant aux parties métalliques de cet actionneur, pour lesquelles le potentiel est nul. En théorie, il est envisageable d'utiliser ces zones métalliques au même titre que toute électrode de diélectrophorèse. Elles ne sont toutefois pas recouvertes d'une couche de passivation en nitrure et sont exposées à la conduction de courant. On préférera donc ici ne pas tenir compte de cette solution difficilement utilisable en pratique.

Le milieu ambiant utilisé ici est de l'eau. On modélise donc un matériau doté d'une permittivité électrique relative de 78, et une résistivité de $500\Omega.\mu m$, qui sont des valeurs typiques pour de l'eau courante. On écarte les propriétés de l'eau distillée, bien mieux connues, mais dont on sait que la conductivité ne reflètera pas les propriétés d'un liquide réel.

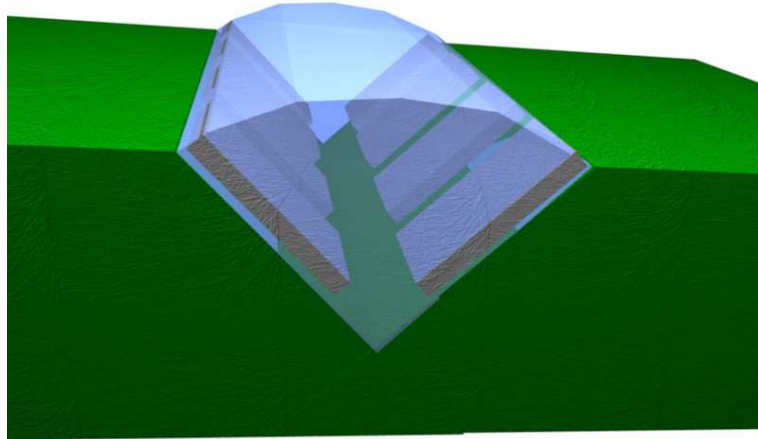


FIG. 4.3 – Schéma du modèle implanté dans le simulateur AnsysTM pour les calculs sur la diélectrophorèse. 8 électrodes sont placées le long d'un chemin composé d'un volume représentant le milieu

Résultats des calculs

La figure 4.4 présente une vue en oblique de la distribution de potentiels dans le canal. On peut observer la présence des électrodes sur les flancs du canal par des surfaces équipotentielles de forme vaguement rectangulaires.

La tension d'excitation choisie ici (-10V – +10V) est purement arbitraire, étant donnée qu'elle n'a aucun impact sur les résultats au point de vue qualitatif et distribution des potentiels. Il s'agit bien ici de cartographier les champs, non d'évaluer la force diélectrophorétique sur un micro-objet. Un tel calcul est possible, mais représente une charge de travail bien trop lourde pour être envisagée dans le cadre de ces travaux.

On va s'intéresser maintenant à la distribution des champs électriques au coeur même du canal, suivant les coupes définies sur la figure 4.5.

La table 4.1 montre le cycle d'évolution du champ électrique au cours du temps en vue latérale.

La position des électrodes de détection apparentes est évidente sur la structure. Cependant, on constate que leur zone d'influence est faible au delà

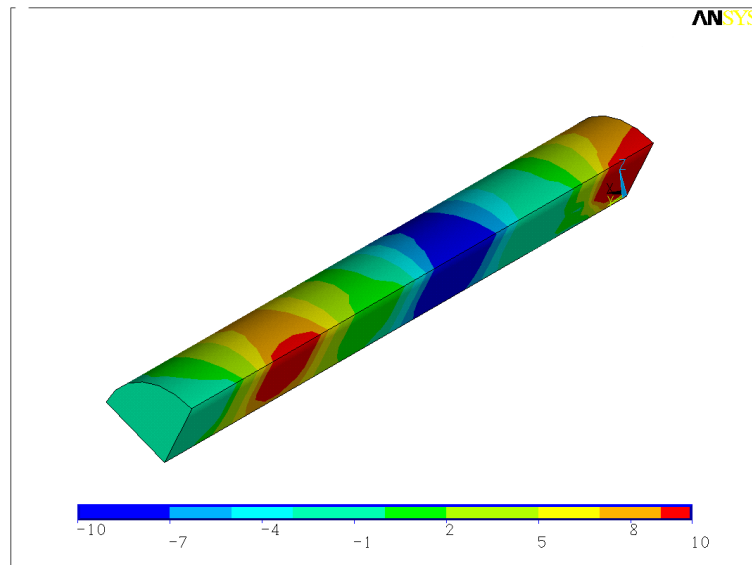


FIG. 4.4 – Simulation de la distribution de potentiels dans le canal pour une excitation différenciée des électrodes

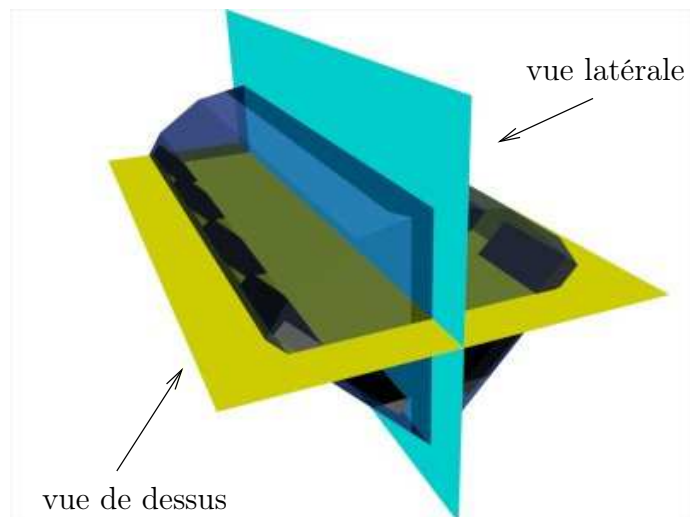
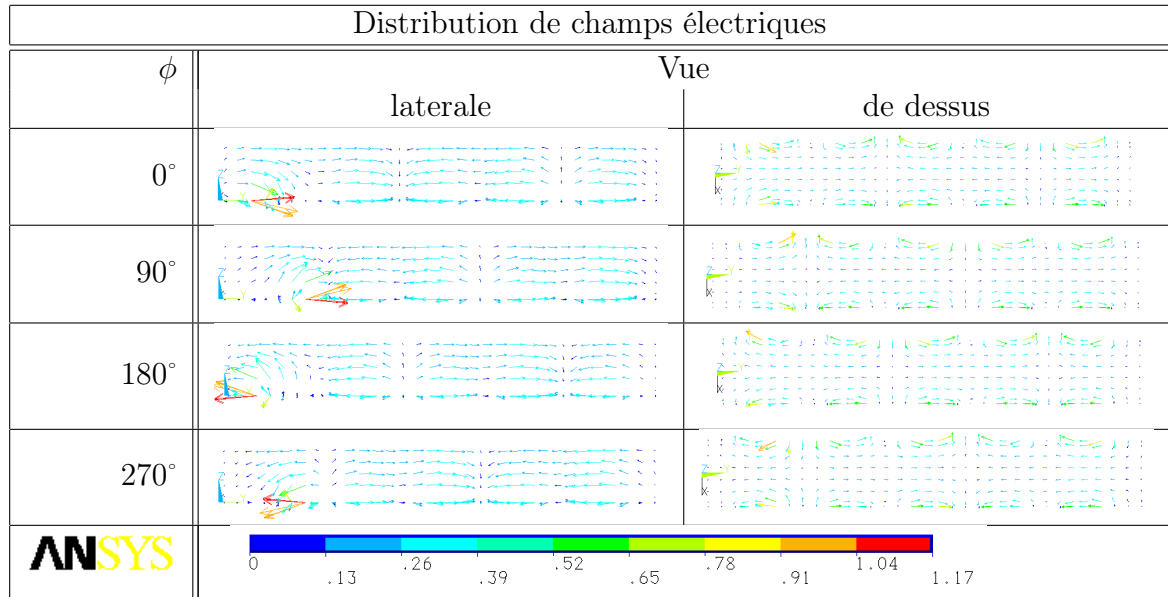


FIG. 4.5 – Schéma des vues en coupe dans le canal pour l'étude des champs électriques



TAB. 4.1 – Simulation de la distribution des champs électriques dans le canal

d'une hauteur de $4\mu\text{m}$ dans le canal. La taille des micro-objets à déplacer est de l'ordre de $10\mu\text{m}$, et $4\mu\text{m}$ d'altitude dans le canal sont bien peu comparées à la hauteur de sa section. On peut dire que le déplacement des micro-objets ne devrait être que très peu perturbé par cette anomalie.

Afin de mieux appréhender l'effet diélectrophorétique, on trace l'évolution du gradient de champ électrique le long de la ligne médiane du canal (mi-largeur et mi-hauteur de sa section droite). L'évolution du gradient de champ peut être observée sur la figure 4.6.

Si les courbes semblent quelque peu chaotiques, il faut bien noter qu'il s'agit uniquement du différentiel d'une composante suivant un chemin. Les autres composantes du champ électrique, tout comme les différentielles dans les autres directions du repère ne sont pas représentées. On retrouve bien la présence des plaques métalliques (anomalie dans la période). On note également que les extrema de champs électriques suivent effectivement un déplacement avec la phase. Le signal étant périodique, un micro-objet présent dans le champ subirait une polarisation et serait entraîné par le gradient de champ.

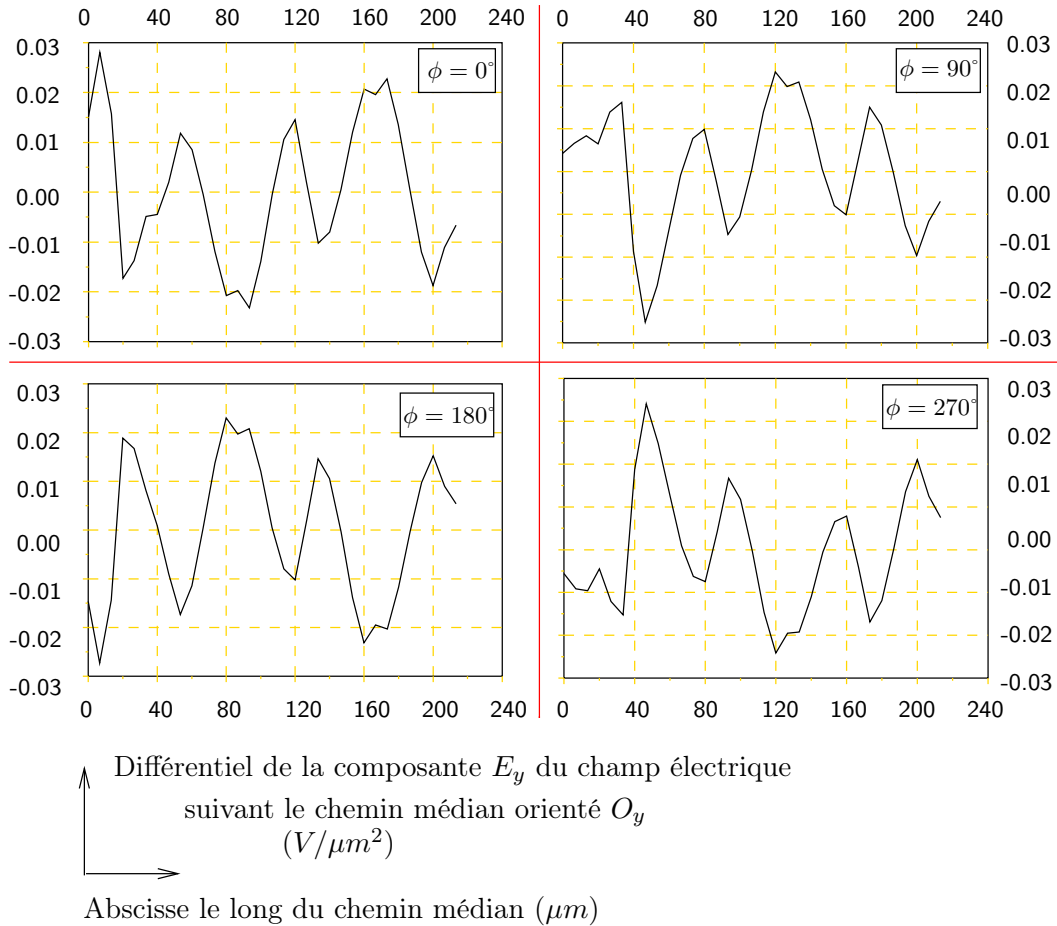


FIG. 4.6 – Composante du gradient de champ électrique E_y suivant la ligne médiane dans le canal. Les calculs ont été faits à partir des résultats donnés par Ansys

4.3 Modélisation de l'actionneur SU8-or

4.3.1 Géométrie de l'actionneur

Pour conserver un procédé de fabrication simple, l'actionneur thermique-électrostatique sera réalisé en deux couches or et SU8. Les parties thermiques et électrostatiques seront donc parallèles. La figure 4.7 présente l'architecture envisagée.

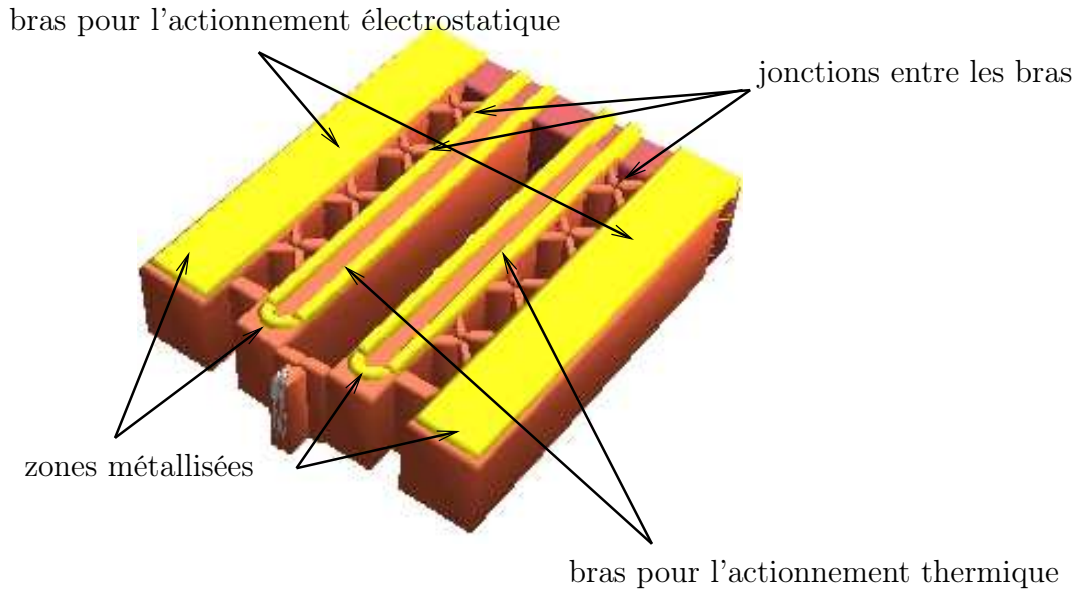


FIG. 4.7 – Image de synthèse schématique de l'actionneur thermique-électrostatique

Des études sur le fonctionnement des bicouches en actionnement thermique ont déjà été réalisées dans le chapitre précédent. Ici, la différence majeure vient de la disparition du polysilicium et de l'importance nouvelle que prend l'or dans la structure.

Or, le dépôt d'or est précédé d'une couche d'accroche ultra fine en alliage de nickel et chrome, et obtenu par évaporation à faisceau électronique. Sa contrainte résiduelle, si elle est non nulle, n'a jamais été suffisante pour affecter la déformation des microsondes, et même avec une couche de SU8 beaucoup plus réduite, son épaisseur est toujours très faible devant celle du polymère. Le polymère donne à lui seul deux tendances opposées :

D'un côté, sa contrainte résiduelle en tension, et sa position inférieure vont avoir tendance à courber la structure vers le bas (direction $-O_z$).

D'un autre côté, son gradient de contraintes en tension ont l'effet inverse, et devraient courber la structure vers le haut (direction $+O_z$).

Ceci amène à considérer deux points :

- L'actionnement électrostatique jouera donc un rôle important dans la fonctionnalité de la structure.
- Il est nécessaire de connaître les propriétés des matériaux utilisés pour prévoir et tenter de contrôler dès la conception la forme initiale de l'actionneur

4.3.2 Modélisation de la géométrie de la structure sous contraintes résiduelles arbitraires

On considère ici n'avoir aucune connaissance initiale sur la géométrie de la poutre au repos, c'est-à-dire pas d'information sur les contraintes relatives des deux matériaux.

Un calcul analytique long et fastidieux tenant compte de la section variable de la structure suivant les axes serait d'une utilité limitée. On va considérer comme pour la structure polysilicium-SU8 une section équivalente et on va travailler sur une structure simplifiée. La figure 4.8 présente la structure équivalente telle qu'on va la retenir pour les calculs pour l'instant. Les largeurs indiquées ne sont pas les largeurs réelles des structures, mais correspondent à la largeur cumulée des couches de SU8 et d'or sur les deux bras, thermique et électrostatique. L'important n'est pas la largeur totale, mais bien la prise en compte du recouvrement équivalent de la SU8 par l'or sur les deux bras. Les données concernant l'épaisseur sont elles, par contre, les épaisseurs utilisées durant la fabrication.

Il est évident que la différence de recouvrement de la SU8 par l'or entre les bras thermiques et électrostatiques implique une différence proportionnelle dans leurs déflexions initiales. Cependant, les deux structures étant liées structurellement, et la géométrie des bras étant symétrique, la déformation initiale correspond effectivement à une déflexion dans le plan O_xO_z , et une courbure dans le plan O_yO_z d'après les axes définis sur la figure 4.8.

La courbure n'est pas calculée ici. La position des bras d'actionnement thermique fait qu'ils restent quasiment droits suivant l'axe O_y , et le calcul de courbure au niveau des électrodes d'actionnement électrostatique ne ferait

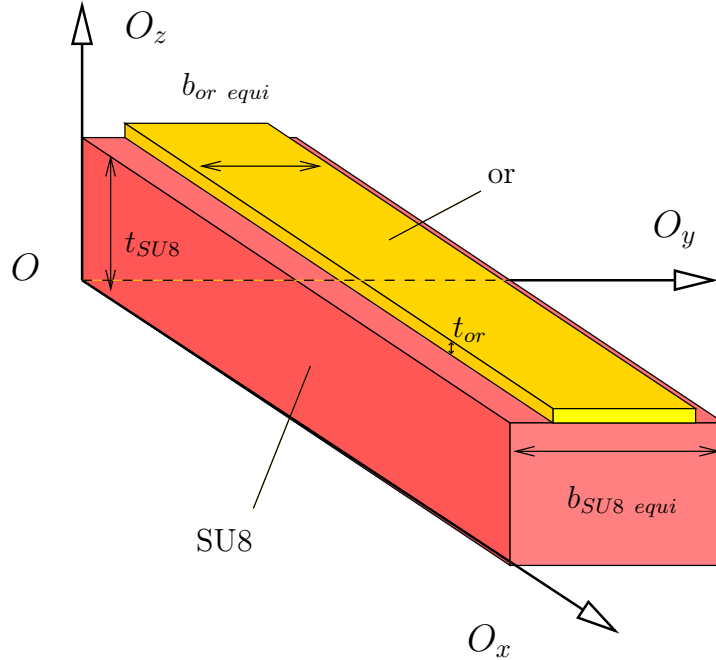


FIG. 4.8 – Schéma de la poutre équivalente pour les calculs analytiques

que compliquer un problème déjà non simple de calcul d'actionnement par effet «zip».

Le calcul de la déflexion initiale est, en revanche, indispensable à la modélisation analytique.

On prend toujours comme origine la base de la poutre. Celle-ci est de longueur L . Les autres données sont déjà indiquées ci-dessus. On retrouve donc notre jeu d'équation vu au chapitre précédent.

On commence donc par retrouver la position de la fibre neutre de la structure, en se basant sur (3.18) et en notant $\eta = \frac{E_{or}}{E_{SU8}}$ et $b = b_{SU8}$ pour alléger l'écriture.

$$\bar{S} = \frac{1}{2} \cdot \frac{t_{SU8}^2 + 2\eta t_{SU8} t_{or} + \eta t_{or}^2}{t_{SU8} + \eta t_{or}} \quad (4.1)$$

Ainsi, le théorème des axes parallèles (3.21) nous donne :

$$I_{equi} = \left(\frac{b t_{SU8}^3}{12}\right) + \left(\frac{t_{SU8}}{2} - \bar{S}\right)^2 \cdot (b t_{SU8}) + \left(\frac{\eta b t_{or}^3}{12}\right) + \left(t_{SU8} + \frac{t_{or}}{2} - \bar{S}\right)^2 \cdot (\eta b t_{or}) \quad (4.2)$$

Les contributions au couple fonctionnent également de la même manière, on retrouve ainsi sur le même modèle que pour (3.31) :

$$M_{SU8} = b \cdot t_{SU8} \left\{ \sigma_0 \cdot t_{SU8} \left(\frac{t_{SU8}}{2} - \bar{S} \right) + \sigma'_{SU8} \left(\frac{t_{SU8}^2}{12} \right) \right\} \quad (4.3)$$

Le contribution au couple de l'or est plus simple (on considère que l'or n'a pas de gradient de contraintes résiduel, ce qui n'est pas vérifié, mais la faible épaisseur de la couche implique une influence quasi-nulle d'un tel gradient de toute façon).

$$M_{or} = \eta b \cdot t_{or} \cdot \sigma_{or} \left(t_{SU8} + \frac{t_{or}}{2} - \bar{S} \right) \quad (4.4)$$

On note le couple total $M_{contraintes} = M_{SU8} + M_{or}$, ce qui, avec I_{equi} , permet de retrouver le rayon de courbure R_0 par (3.11).

Enfin, la déflexion initiale ν_0 à l'extrémité de la poutre est donnée par (3.16).

4.3.3 Étude de la SU8

Comme pour les microsondes, des calculs sous Scilab ont pu être réalisés pour donner une idée de la géométrie initiale de la structure.

Pour mieux représenter les paramètres des matériaux dans les calculs, une caractérisation en est faite.

Celle-ci ne sera pas parfaite, d'une part parce que les conditions de dépôt dans un procédé complet peuvent affecter la manière de les fabriquer, donc leurs propriétés ; et d'autre part, parce que la SU8 a une certaine tendance à ne pas permettre des procédés totalement reproductibles, notamment au niveau de ses contraintes résiduelles, qui peuvent amplement varier entre deux essais.

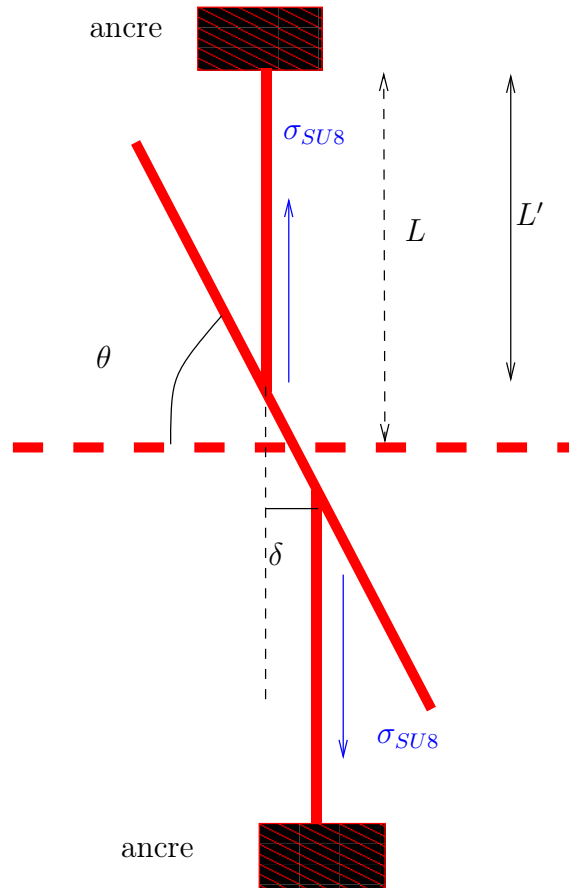


FIG. 4.9 – Schéma de principe de la structure de mesure de contraintes

Cependant, afin de travailler avec des valeurs numériques, des essais sont réalisés sur des structures de tests. Les deux paramètres inconnus sont la contrainte résiduelle constante et le gradient de contraintes.

La contrainte résiduelle constante a pu être obtenue à partir d'une structure de tests classique décrite figure 4.9. Deux bras ancrés d'un côté tirent (ou poussent, selon le type de contrainte) sur un troisième bras. Les deux bras ancrés sont légèrement décalés, et créent se faisant un couple sur le troisième. En connaissant la longueur de ces bras, l'écartement de leurs points d'attache, et l'angle formé par le troisième après déformation, on peut remonter jusqu'à la contrainte résiduelle d'un matériau :

Les bras ancrés subissent une déformation longitudinale qu'il va falloir calculer :

$$\frac{L' - L}{L} = \epsilon \iff L' - L = \epsilon L \quad (4.5)$$

Géométriquement, on peut dire :

$$\tan \theta = \frac{\epsilon L}{\frac{\delta}{2}} \quad (4.6)$$

on peut donc en sortir ϵ :

$$\epsilon = \frac{\delta}{2} \tan \theta \quad (4.7)$$

et en suivant la loi de Hooke :

$$\sigma = E \cdot \frac{\delta}{2} \tan \theta \quad (4.8)$$

La figure 4.10 illustre le concept par la pratique. Cette structure est constituée d'une poutre en SU8 et d'une couche d'or très réduite uniquement destinée à la visibilité de la structure, la SU8 étant transparente au microscope optique et un diélectrique étant délicat à observer au microscope électronique. La longueur des bras est : $L = 600\mu m$, l'écartement des points d'ancrage est de $\delta = 10\mu m$, et l'angle formé et mesuré à l'aide d'un logiciel de traitement d'image est de $\theta = 33.5^\circ$.

On obtient finalement, pour la SU8, une contrainte en tension de

$$\sigma_{SU8} = 25MPa$$

Le calcul est imprécis : on n'a pas tenu compte ici de la déformation mécanique au niveau des joints entre les poutres, qui affecte le résultat final. Mais compte tenu du rétrécissement de la largeur des poutres ancrées, prévu pour réduire l'impact de cet effet, on peut considérer que son influence est très faible. Il est évidemment possible de mesurer directement la longueur modifiée d'une poutre enastree-libre, mais on peut aisément constater que l'effet amplificateur de mouvement du bras central réduit considérablement les erreurs de mesure, et donne une bien meilleure précision.

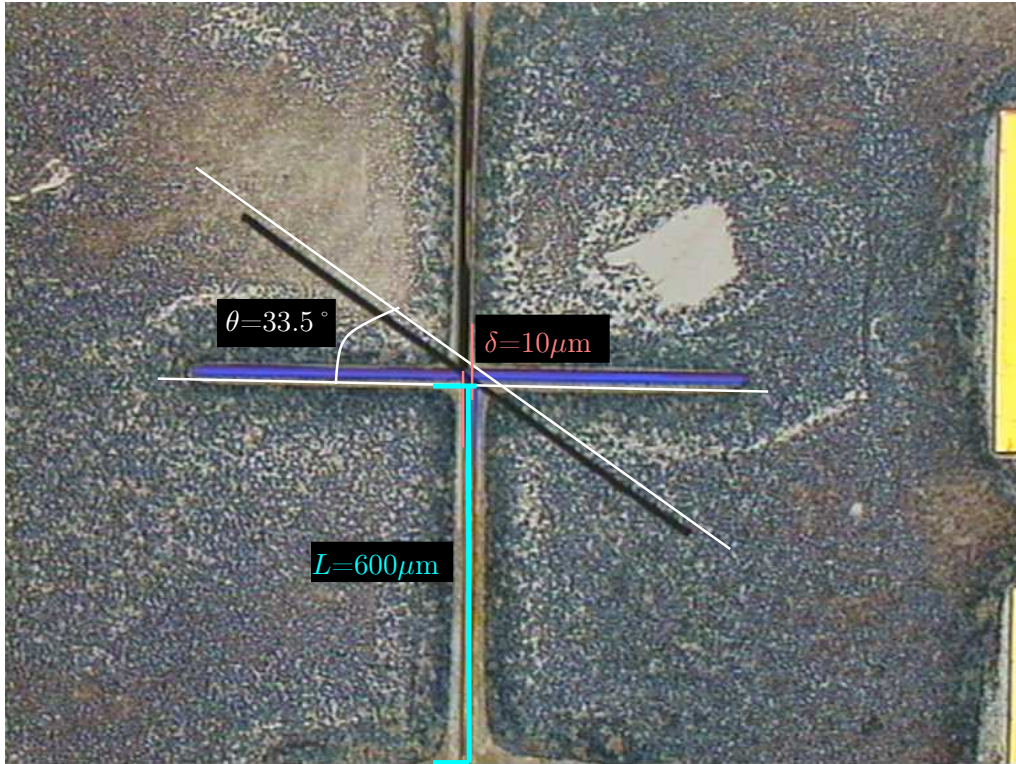


FIG. 4.10 – Image au microscope optique de la structure de test SU8

La mesure du gradient de contrainte se fait sur des structures plus simples. Un jeu de poutres encastrées-libres en SU8 sont fabriquées pour étudier leur rapport déflexion sur longueur. Il est ainsi possible de retrouver le gradient de contraintes.

La figure 4.11 permet d'observer le résultat du test : des poutres en SU8 encastrées-libres en fléchissement. Bien qu'on constate ici clairement la difficulté à maîtriser la configuration géométrique de la SU8, les dimensions des poutres étant connues, on a pu en extraire une mesure de gradient de contrainte de

$$\sigma'_{SU8} = 1.96\text{MPa}/\mu\text{m}$$

On récapitule donc les informations à notre disposition pour la suite de la modélisation. Les données des matériaux utiles sont indiquées dans le tableau 4.2.

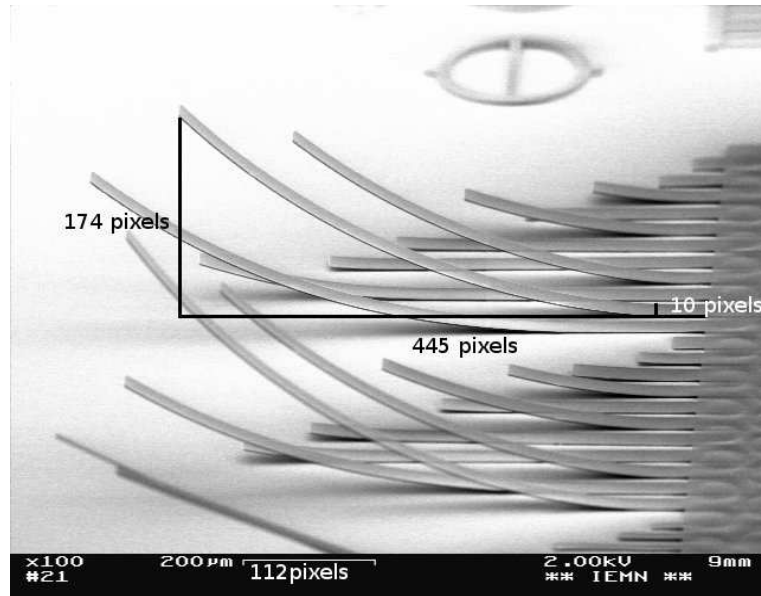


FIG. 4.11 – Image au microscope optique de poutres encastées libres en SU8 (réalisées par Jean-Baptiste Bureau)

Les propriétés de l'or sont issues de la littérature et des expériences propres menées à l'IEMN au fil des travaux de l'équipe Microsystèmes Silicium.

Beaucoup des propriétés de la SU8 sont données dans la littérature, on peut supposer que les seuls facteurs vraiment susceptibles de varier d'une recette de dépôt à l'autre sont les données de contraintes résiduelles. Celles-ci ayant été mesurées, on peut considérer les informations suffisamment fiables pour un modèle analytique et un calcul numérique.

4.3.4 Géométrie initiale

La géométrie initiale de l'actionneur est donnée par l'influence des contraintes résiduelles. Il convient tout d'abord de les calculer.

Le calcul numérique de la déflexion initiale sous Scilab est facilité par la reprise des scripts ayant servi aux calculs concernant les microsondes. On simplifie l'approche de l'actionneur en le ramenant à un équivalent poutre encastée-libre composite, l'influence du bras électrostatique est conservée

Propriétés des matériaux		SU8	Or
Mécaniques	E - module d'Young (MPa)	4.5e3	78e3
	ν - coefficient de Poisson (-)	0.3	0.42
	σ_0 - contrainte résiduelle (MPa)	25	-20
	σ' - gradient de contrainte (MPa/ μm)	1.96	-
	ρ - densité massique (kg/m ³)	19	1.2
Thermiques	α - expansion thermique (ppm)	52	14.1
	λ - conductivité thermique (W/m.K)	0.2	315
	C_p - chaleur spécifique (J/kg.K)	1200	129
Électriques	ρ - résistivité électrique ($\Omega.\mu\text{m}$)	-	22e-9
	ϵ_r - permittivité électrique relative	3	

TAB. 4.2 – Tableau résumé des propriétés des matériaux utilisés dans la partie mobile de l'actionneur

pour le calcul de la déflexion globale. L'échauffement des bras d'actionnement thermique est représenté dans leur contribution au couple total appliqué à la structure.

La figure 4.12 donne le profil de la poutre équivalente. On constate une déflexion dans la direction $-O_z$ de $37\mu\text{m}$ environ. Cette déflexion amène la poutre très en dessous du niveau du substrat. En pratique, la courbure obtenue et le support de l'ancre et du substrat amènent l'extrémité de la poutre à «reculer» le long du substrat. Ce recul pourrait jouer un rôle important, car il implique qu'initialement, le réceptacle ne sera pas dans la zone de réception du canal.

La représentation des contraintes résiduelles sous Ansys peut être calculée en appliquant des pressions sur les éléments composant le maillage de l'actionneur. Ces contraintes peuvent être enregistrées dans un fichier externe pour être ensuite appliquées pendant les simulations d'actionnements thermique et électrostatique, pourvu que les modèles reprennent le même maillage. Pour cette simulation, comme pour les suivantes, afin de réduire les temps de calcul, on met à profit les fonctions de symétrisation de Ansys, et on ne modélise que la moitié de l'actionneur.

La figure 4.13 donne la déformation initiale due aux contraintes résiduelles, sans aucune excitation électrique ni thermique de la structure. On

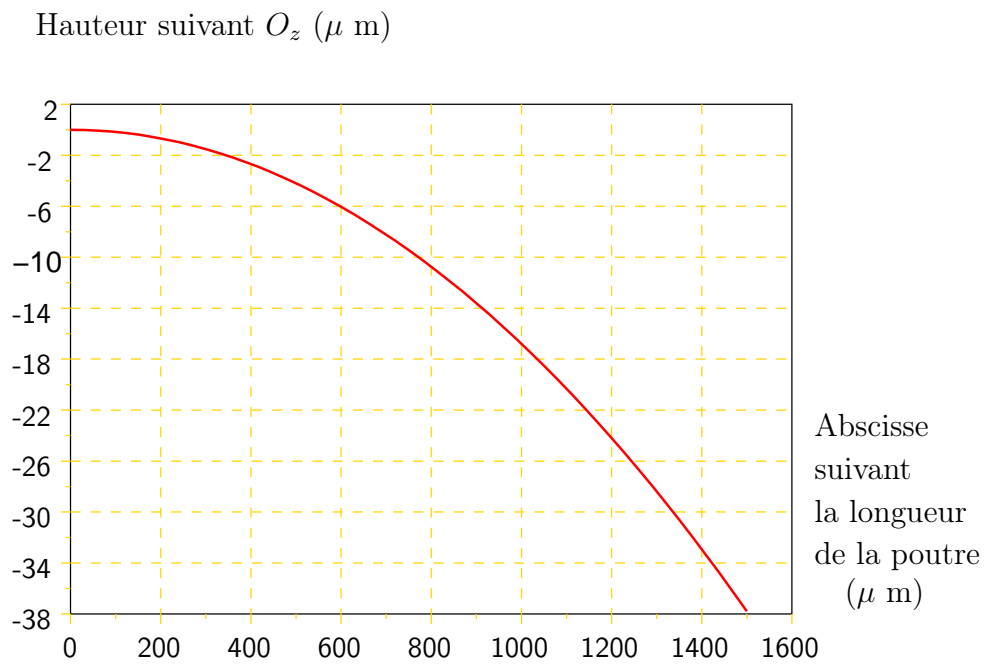


FIG. 4.12 – Simulation du profil de la poutre équivalente soumise aux contraintes résiduelles

ANSYS

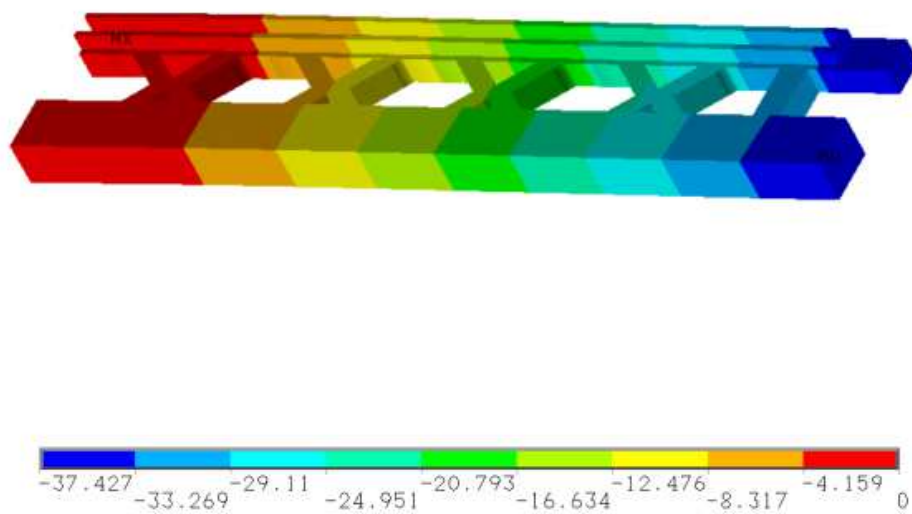


FIG. 4.13 – Simulation sous Ansys de la déformation initiale de l'extracteur due aux contraintes résiduelles

note que la déflexion maximale est d'environ $38\mu\text{m}$ suivant $-z$. Comme expliqué plus haut, ceci signifie que l'extracteur aura tendance à appuyer sur le substrat au repos. Cependant, avec une telle déflexion, il est certain aussi que l'actionneur adoptera une forme courbe et non plus droite. On observe sur la figure 4.14 le déplacement suivant l'axe de la longueur de la poutre.

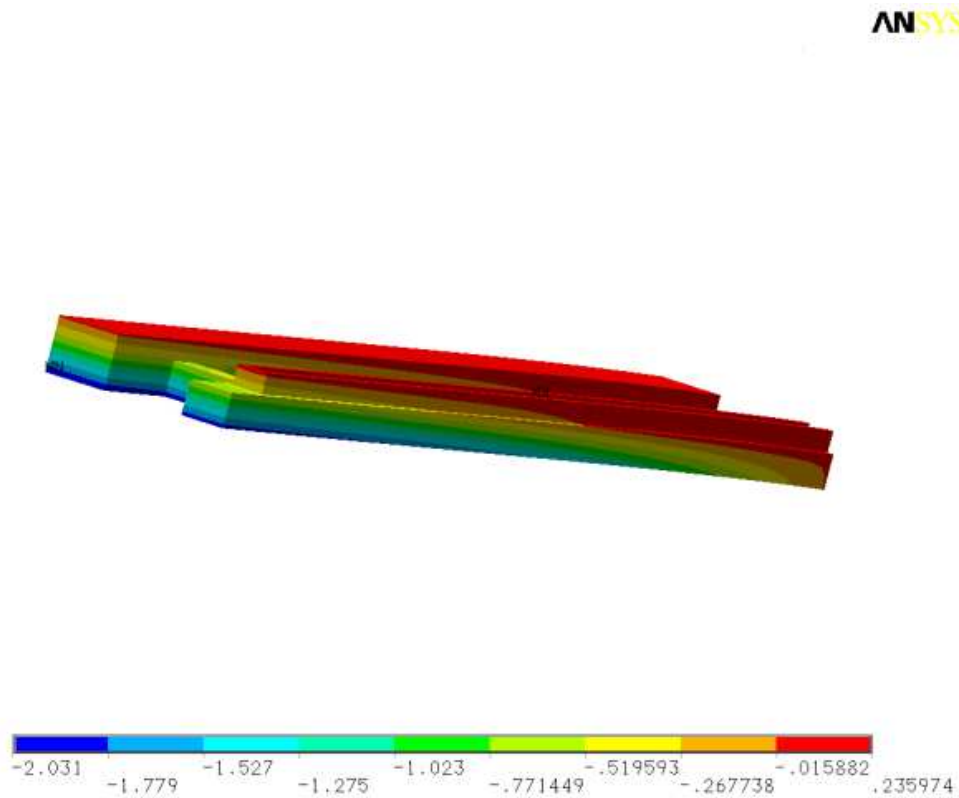


FIG. 4.14 – Simulation de la rétraction de l'actionneur au repos

La variation maximale est ici de $2\mu\text{m}$. Elle peut sembler faible, mais elle sera couplée à l'effet de recul apporté par le support de l'actionneur par le substrat.

Afin d'éviter le risque de voir l'actionneur sortir complètement du canal au repos, on ajoute un dispositif de rappel sur les côtés de l'actionneur, qui sera ancré directement sur le réceptacle, afin de limiter ses déplacements suivant sa longueur. Cette sécurité a cependant l'inconvénient qu'elle complique également la montée hors plan du réceptacle. Le dispositif est schématisé sur

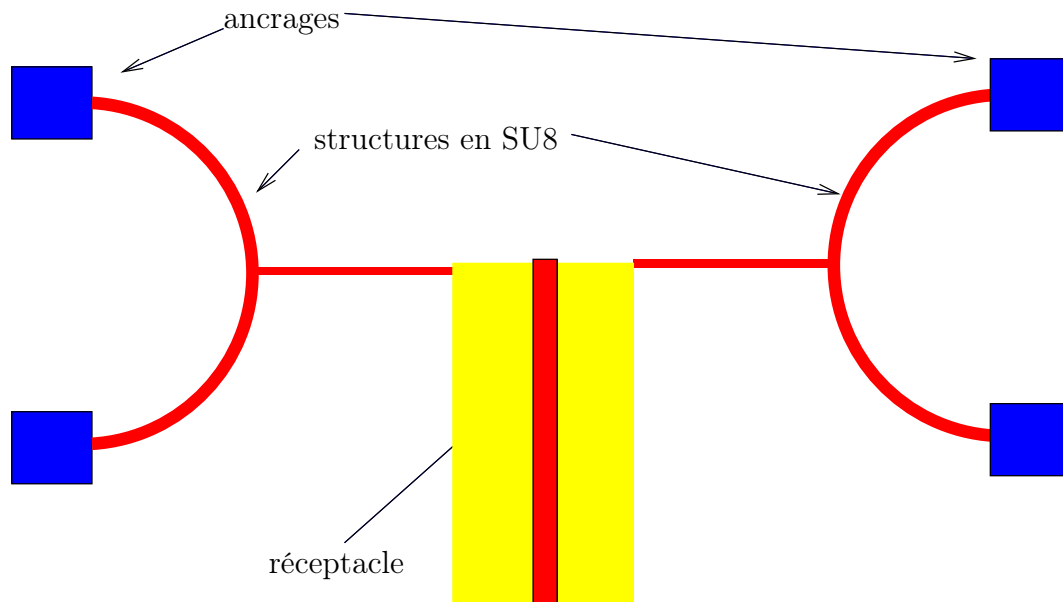


FIG. 4.15 – Schéma du dispositif de rétention du réceptacle

la figure 4.15. Les arcs en SU8 vont avoir tendance à se rétracter sous l'effet des contraintes résiduelles, exerçant une traction sur le réceptacle, et contribuant à le maintenir proche de la zone de réception du canal. Ces «rappels» constituent une assurance supplémentaire de pouvoir faire descendre effectivement le réceptacle dans le canal.

Le recul de l'actionneur n'est pas sans risque pour la fonctionnalité du dispositif. En effet, s'il s'avère impossible de ramener par excitation thermique et/ou électrostatique le réceptacle au niveau de la zone de réception dans le canal, l'extraction n'est plus envisageable. Cependant, pour obtenir un maximum de chances de réussite, un ensemble d'opérations ordonnées combinant l'excitation thermique et électrostatique est imaginé. Celui-ci est visible sur la figure 4.16.

Un tel cycle n'est possible qu'à condition bien sûr que les actionnements thermiques et électrostatiques soient pleinement opérationnels, et bien avant le test des structures réalisées, il convient de vérifier leur fonctionnement au plan théorique.

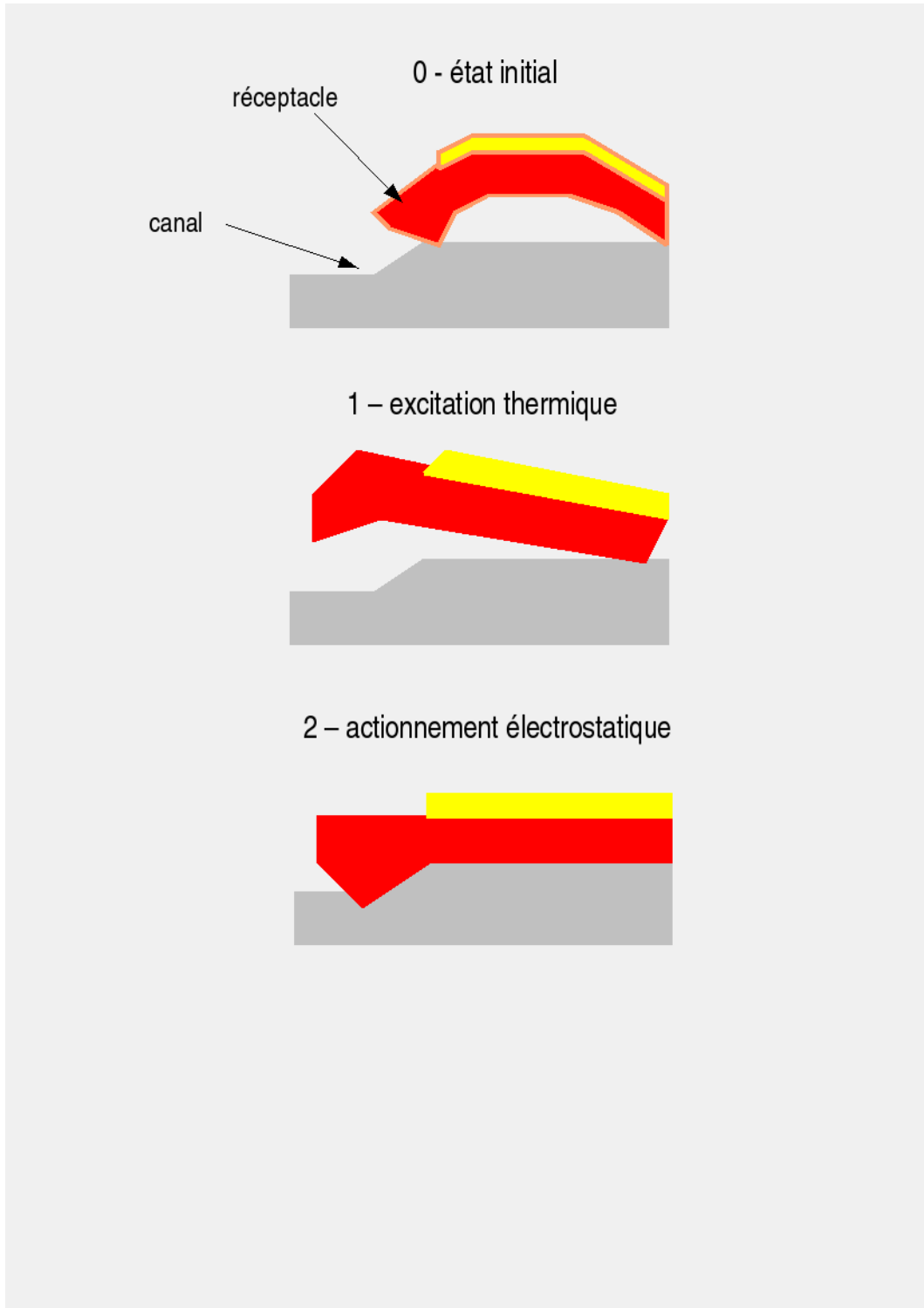


FIG. 4.16 – Schémas représentatifs du cycle d'actionnement nécessaire à l'extraction d'un micro-objet

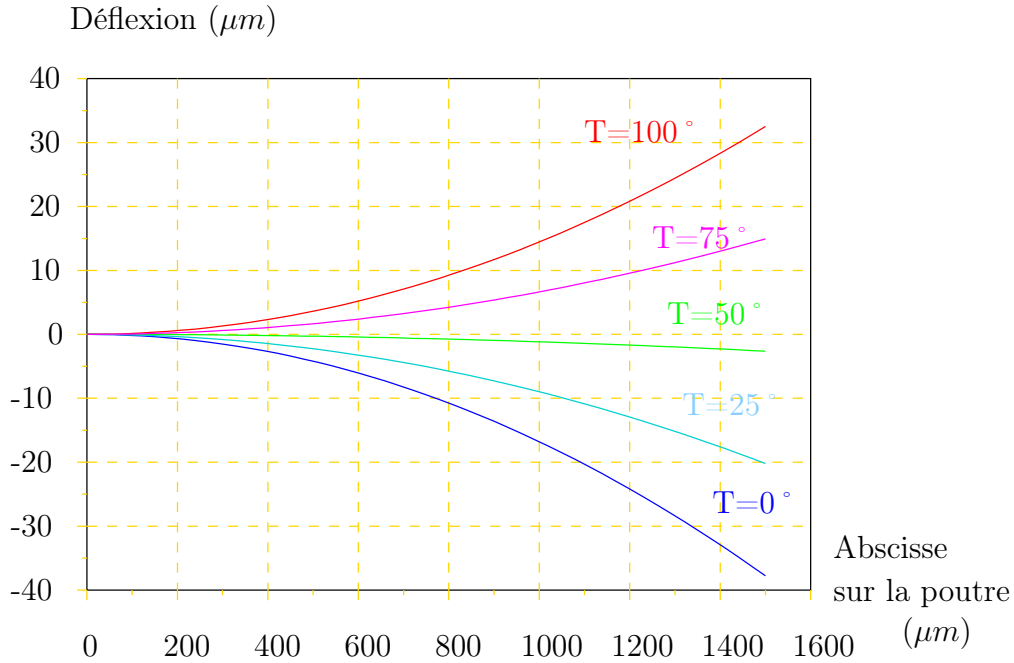


FIG. 4.17 – Courbes représentant le profil de l'actionneur suivant la température

4.3.5 Actionnement thermique

L'actionnement thermique est, dans les formulations, similaire à celui étudié au Chapitre 3 sur les microsondes. La différence est qu'ici, il n'y a pas de couche de matériau à température ambiante pour dissiper la chaleur traversant la SU8. On considère donc qu'elle subit intégralement, sur toute son épaisseur, l'échauffement donné par l'or, la dissipation se faisant au niveau des ancrages. En pratique, ce fait est naturellement faux : l'or est plus chaud que la SU8. Cette approximation est cependant quelque peu compensée par la dissipation thermique plus importante aussi au niveau de l'or, qui peut dissiper la chaleur par ses pistes d'accès, au contraire de la SU8, ancrée sur une couche de nitrure, à la conduction thermique faible.

Le résultat de la modélisation est visible sur la figure 4.17. On constate une inversion forte du fléchissement de l'actionneur pour des températures

de 60K environ. La variation de l'extrémité de la poutre elle-même est importante.

On représente sur la figure 4.18 la hauteur du réceptacle par rapport aux ancres suivant la température.

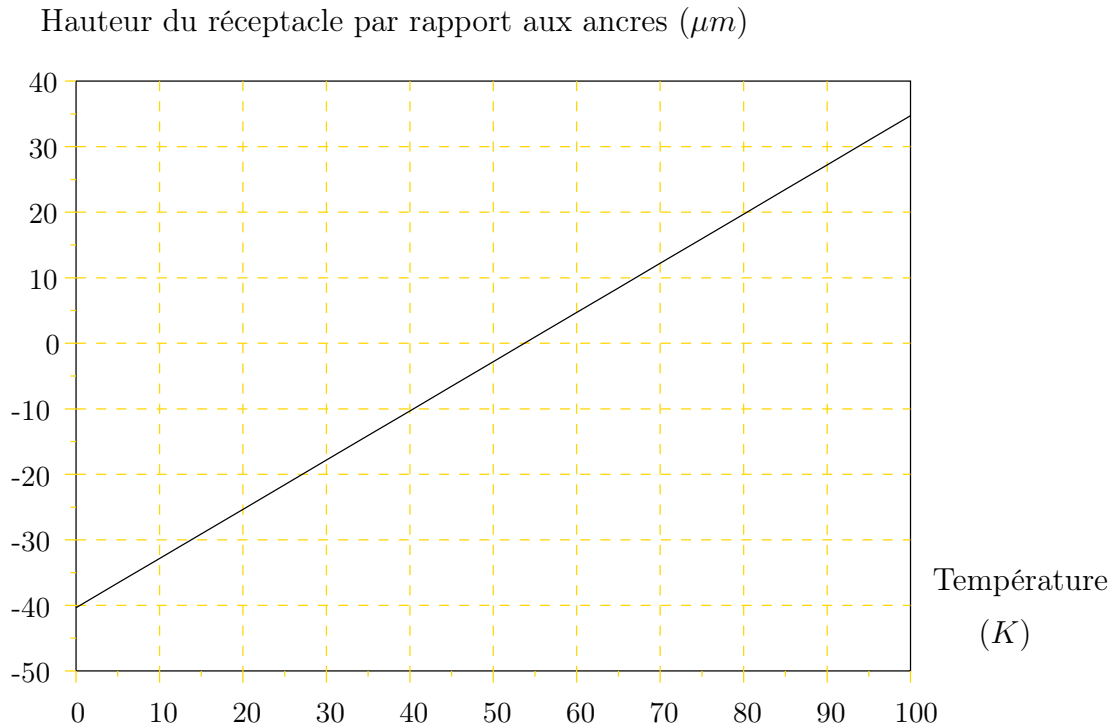


FIG. 4.18 – Courbe représentant la hauteur du réceptacle de l'actionneur suivant la température

La variation de l'extrémité s'inscrit dans une plage de $-37\mu m$ à $+33\mu m$ par rapport aux ancres, ce qui semble très important, il faut toutefois se rappeler que d'une part, la résistance à la déflexion donnée par le bras électrostatique n'est pas entièrement prise en compte (on se contente de modifier, dans le script Scilab, les contributions aux contraintes du bras d'actionnement thermique), l'attache du bras électrostatique au bras thermique, et la largeur de celui-ci doivent dans la pratique restreindre cette amplitude; d'autre part, la modélisation de la distribution de température est optimiste, la température uniforme dans la structure est invalide, elle est supérieure dans l'or,

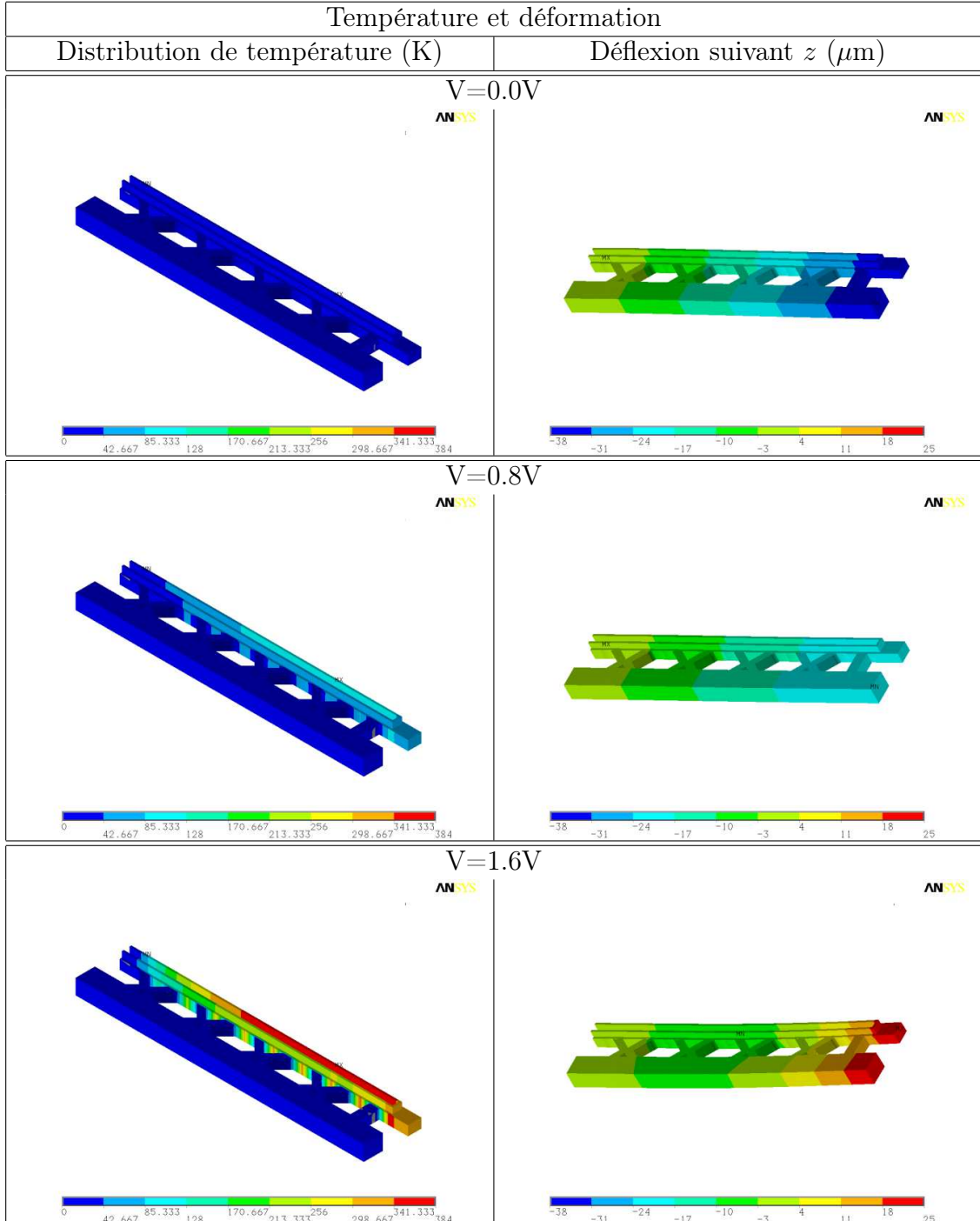
réduisant le différentiel de dilatation thermique. Ces calculs rendent toutefois compte qu'un échauffement en température uniforme de 55K est suffisant pour ramener la structure droite, et donc replacer le réceptacle au-dessus de la zone de réception. Ceci est compatible avec le cycle décrit sur la figure 4.16, mais laisse aussi une marge suffisante pour une excitation plus importante et une déflexion du réceptacle l'emmenant au-dessus du canal, pour soulever le micro-objet.

Les simulations sous Ansys se font en utilisant un couplage séquentiel : électro-thermique et structurel (comme au chapitre 3). Les variations des propriétés des matériaux n'étant pas modélisés dans notre cas, un couplage séquentiel simple suffit (le phénomène d'échauffement par effet Joule n'est pas affecté par la déformation dans le modèle). Il est cependant intéressant d'observer la distribution de température dans la structure. La table 4.3 représente les résultats des différents calculs numériques effectués par Ansys.

On peut constater que pour une tension d'excitation de 1.6V, on obtient une inversion du fléchissement de l'actionneur, ce qui donne une amplitude totale de mouvement «dans le vide» de plus de $60\mu\text{m}$ suivant O_z . Comme expliqué plus haut, ceci est à relativiser en raison de la présence du substrat sous l'actionneur dans le cas pratique, mais confirme la possibilité de soulever un micro-objet largement au-dessus du niveau du canal. Ce résultat est également à mettre en réserve en raison des fortes températures (élévation supérieure à 300K) associée dans les matériaux. Il convient de dire qu'en pratique, un tel échauffement réduit la durée de vie du dispositif à quelques secondes. Quoi qu'il en soit, une excitation de 1.2V donne, pour une élévation de température maximale d'environ 150K dans la SU8, une déflexion positive de $4\mu\text{m}$, ce qui signifie qu'il est possible d'actionner l'extracteur sans détruire le composant.

On note également que la plage de variation obtenue sous Ansys est légèrement plus faible que celle obtenue à partir du modèle analytique implanté dans Scilab. On peut le justifier par l'effet expliqué plus haut du bras électrostatique, plus large et lié latéralement, alors qu'il ne subit quasiment aucune variation de température. Il agit comme une résistance au déplacement pen-

4.3 - Modélisation de l'actionneur SU8-or



TAB. 4.3 – Résultats des simulations Ansys de l'actionnement par effet Joule de l'extracteur

dant l'excitation thermique. En revanche, au repos, on retrouve sensiblement les mêmes valeurs de déflexion initiale.

4.3.6 Actionnement électrostatique

Considération sur l'actionnement électrostatique

La partie électrostatique de l'actionnement a pour but de plaquer l'actionneur sur le substrat, la finalité étant de garantir que le réceptacle soit au fond du canal, pour que les micro-objets déplacés par diélectrophorèse arrivent au-dessus, et non au-dessous.

La géométrie de l'extracteur est de type poutre encastrée-libre, ce qui signifie que, toute contrainte résiduelle écartée, la dynamique de l'actionnement fera poser la partie la plus éloignée des ancrés en premier, puis un effet «zip» plus ou moins accentué suivant la tension d'excitation entraînera un plaquage progressif de l'actionneur jusqu'au bras.

Choix de l'approche pour le simulateur

Sous Ansys, il existe plusieurs méthodes pour modéliser un actionnement électrostatique.

Les éléments électromécaniques : *Trans109* et *Trans126* sont des éléments à une ou deux dimensions capables de représenter un lien électrostatique entre deux géométries. Ils ont un ou deux degrés de liberté pour le déplacement, plus un degré de liberté pour le niveau de tension. Ils sont très bien adaptés pour les simulations à une ou deux dimensions, et les simulations à trois dimensions avec un déplacement suivant les degrés de liberté autorisés. Leur utilisation est simple et assez souple, mais dans le cas qui nous intéresse, la configuration de l'actionneur ne garantit pas un déplacement dans deux dimensions seulement : le déplacement suivant \vec{u}_z est évident, le déplacement suivant \vec{u}_y est naturel, à cause de la déflexion du bras, mais il faut également tenir compte d'un éventuel déplacement suivant \vec{u}_x , en raison du fait que seule une partie de l'actionneur est concernée par la sollicitation électrostatique, et que

les contraintes résiduelles déforment les bras entièrement métallisés de l'actionneur, celui-ci n'est donc pas parfaitement plan au repos.

L'élément *ROM144* : Il s'agit d'un élément destiné à une modélisation d'ordre réduit. Il est particulièrement intéressant dans le cadre d'une mise en interface avec logiciel de simulation électrique externe (tel que Spice ou VHDL-AMS), et pour les calculs modaux sur des résonateurs électromécaniques, par exemple. Dans le cas qui nous concerne, il est moins intéressant.

La simulation multiphysique : Comme il a été vu pour la simulation thermique, c'est une solution bien plus générale que le simple cas électrostatique. Les outils multiphysiques d'Ansys permettent de coupler à peu près tout type de simulations, combinant fluide, électrique, thermique, etc. Elle permet un remaillage du gap à chaque étape, et s'avère très intéressante pour le cas qui nous intéresse, par sa très grande universalité. Un autre avantage majeur est que cette séparation nous permettrait éventuellement de coupler l'excitation thermique et électrostatique.

On retiendra donc l'approche multiphysique, qui permet de séparer distinctement la partie électrostatique et la partie mécanique du problème.

À l'actionneur seul, utilisé pour la simulation thermique, on ajoute un volume représentant l'isolant du substrat (en nitrure de silicium), sous lequel on applique la tension d'excitation, et un volume d'air. Le volume d'air englobe largement le volume d'isolant. Ceci permet de déformer les mailles composant l'air et effectuer un remaillage correct quand le plaquage intervient (le simulateur ne peut spontanément réduire le volume d'air défini, et chercherait à remailler une épaisseur infinitésimale au moment du contact, entraînant une erreur). On définit également un contact entre la surface inférieure de la SU8 et la surface supérieure de l'isolant.

Le temps de calcul en pratique se révèle être assez long. Pour simplifier le problème, on considère le cas pratique où l'excitation thermique est suffisante pour compenser les contraintes résiduelles, et on n'inclut pas les déformations initiales, ni le chauffage du bras thermique. Ceci correspond à une excitation

électrique simultanée de 1.1V, et les simulations confirment que l'échauffement au niveau du bras d'actionnement électrostatique est négligeable.

Résultats de simulation

Le calcul de simulation est assez long, puisqu'il doit coupler à chaque pas une simulation électrostatique, mécanique, en incluant la détection du contact et le remaillage de l'air. On va donc finalement travailler sans l'inclusion de contraintes ni d'excitation thermique.

On obtient une évolution du plaquage de la structure avec la tension d'actionnement (figure 4.19).

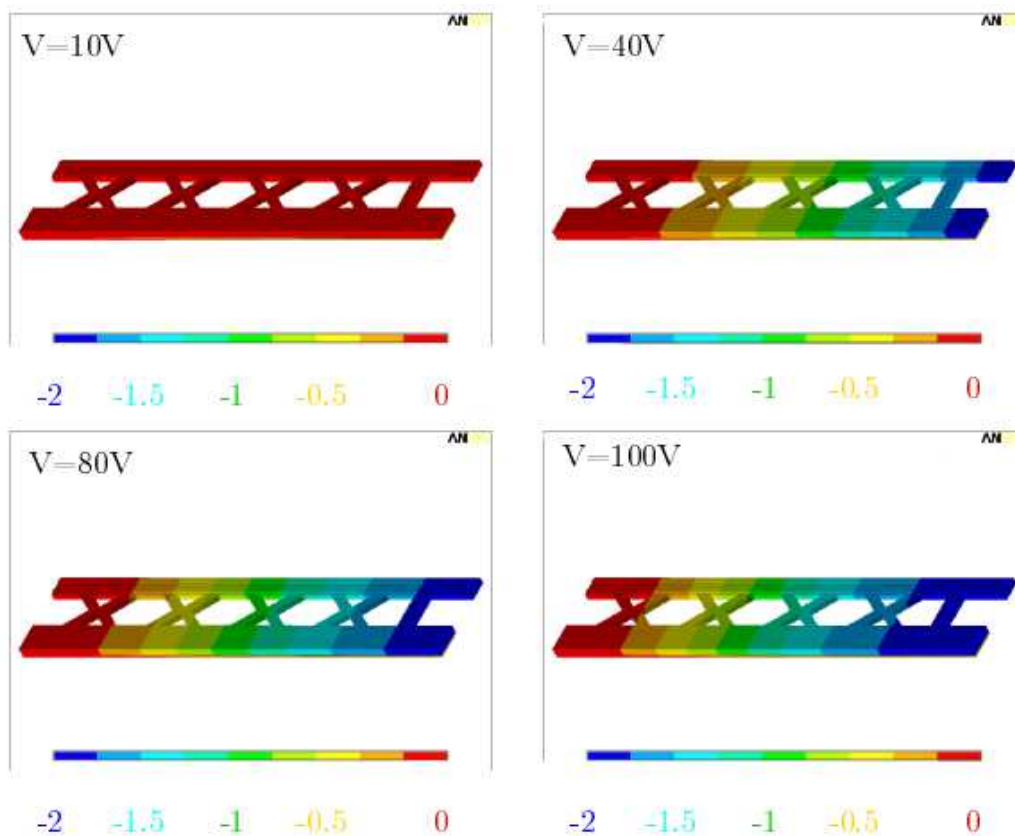


FIG. 4.19 – Simulation du plaquage de la structure par actionnement électrostatique. Le gap entre la structure et le substrat étant de $2\mu\text{m}$, une altitude de $-2\mu\text{m}$ correspond à un plaquage sur le substrat des éléments concernés

Sur ces résultats, le plaquage de l'extrémité de la structure apparaît pour une tension d'excitation de 40V. Il convient de se rappeler qu'en pratique, ceci n'est possible qu'une fois la déformation initiale liée aux contraintes réduite par l'excitation thermique. On peut donc s'attendre à un niveau de tension nécessaire légèrement plus élevé.

4.4 Bilan de la phase de conception

Un modèle analytique, comme une simulation par éléments finis, n'étant jamais parfait, le résultat n'est en aucun cas garanti à l'avance. Cependant, un système qui ne fonctionne pas sur le papier n'a aucune chance d'être exploitable en pratique. Les prédictions données par les modèles utilisés sont suffisamment acceptables pour fabriquer les dispositifs, tout en tenant compte du fait que les aléas technologiques, ou la simple mise en pratique de principes théoriques peuvent aboutir à une dérive du comportement réel du composant par rapport à son modèle. La fabrication joue un rôle important dans la sauvegarde des performances prévues par les modèles théoriques. La partie qui suit détaille cette fabrication et certains points particuliers qui ont posé problème.

Chapitre 4. Conception d'un système d'extraction d'objets d'un milieu
liquide vers un milieu sec

Chapitre 5

Réalisation technologique du système d'extraction de cellules

5.1 Du modèle à la réalisation

Aussi soigné soit-il, un modèle, aussi bien analytique que numérique, ne peut garantir à l'heure actuelle le fonctionnement d'un microsystème. La fabrication reste un domaine où de nombreux événements peuvent intervenir et affecter le fonctionnement des composants.

Tout l'enjeu de la fabrication est de respecter au mieux possible ce qui était prévu pendant la conception, tout en contournant les difficultés technologiques rencontrées.

Bien entendu, le développement du procédé facilite plus ou moins cette tâche, en essayant d'anticiper sur les problèmes afin de trouver des solutions préalables. Un procédé technologique mal pensé peut conduire à la non-faisabilité d'un système pourtant validé par les calculs et les simulations. Un soin tout particulier est donc apporté lors de cette étape, qui est présentée ici.

5.2 Quelques mots sur la fabrication en micro-technologie

Le système d'extraction dont l'étude préliminaire a été présentée au chapitre précédent a pu être fabriqué dans la centrale technologique de l'IEMN.

La fabrication d'un microsystème peut révéler des problèmes non prévus durant les étapes de conception, notamment au niveau des difficultés à obtenir certains motifs, pouvant contraindre à la révision des épaisseurs prévues, voire au changement de matériau.

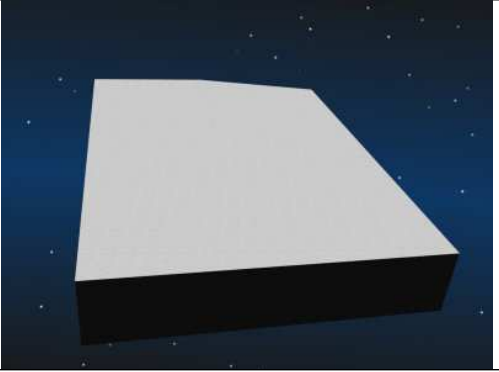
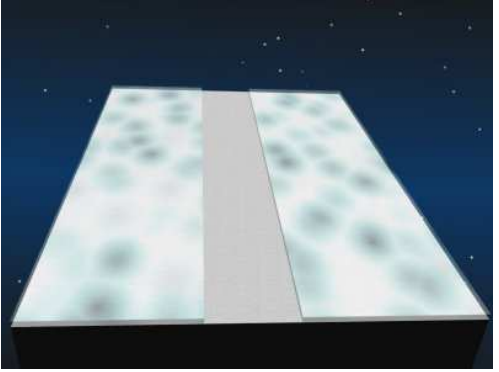
De plus, reproduire les contraintes obtenues dans un matériau entre une structure de test et la réalisation finale n'est pas toujours simple. Les différents traitements thermiques, exposition aux plasmas, gravures etc. peuvent affecter des matériaux et changer leurs propriétés. Ce point est particulièrement sensible dans la réalisation d'actionneurs microsystèmes, où les performances, voire la fonctionnalité des éléments mobiles reposent sur certaines propriétés mécaniques du ou des matériaux utilisés.

Pour anticiper au maximum les difficultés potentielles, un procédé de fabrication le plus simple possible est presque toujours préférable pour une fonction donnée. Dans le cas présent, les couches de SU8 et d'or utilisées dans la partie mobile sont incluses en dernier. Ceci limite les possibilités d'affectations des matériaux par traitement thermique dues à d'autres étapes ultérieures. De plus, un procédé simple est plus intéressant d'un point de vue valorisation des travaux, dans la mesure où il sera plus facilement transférable vers une autre centrale de technologie, et plus fiable, parce que présentant statistiquement moins de possibilités d'avoir une erreur au cours d'une des étapes.

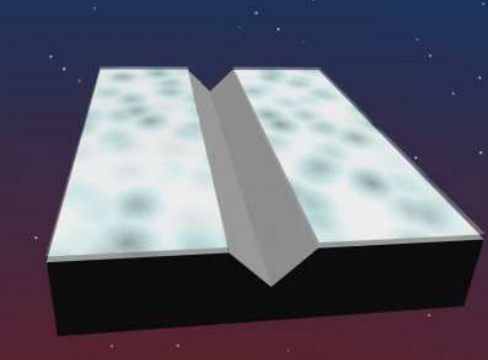
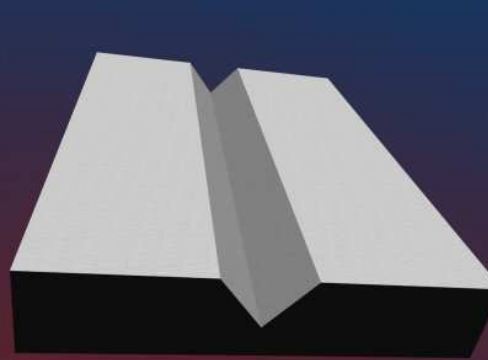
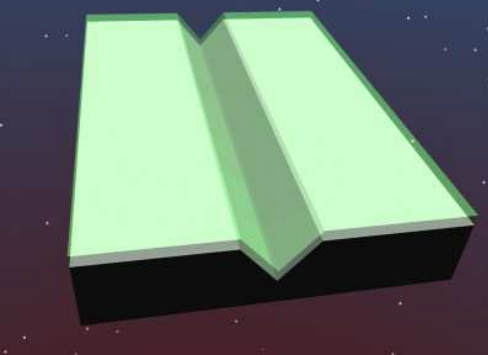
C'est dans cet état d'esprit que le procédé de fabrication du micro-extracteur a été conçu. Il devait être simple, utiliser des matériaux biocompatibles, et si possible être compatible avec une future co-intégration avec un composant micro-électronique. Le procédé présenté ci-après est le plus proche possible de ces considérations, comme il va l'être présenté.

5.3 Description du procédé technologique

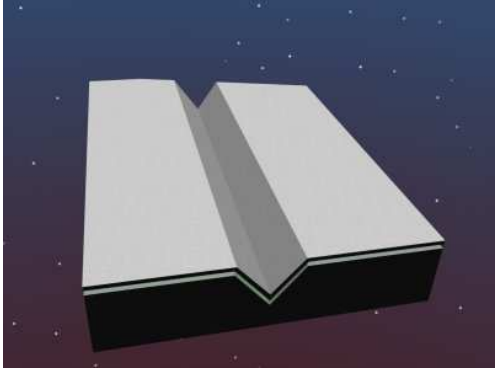
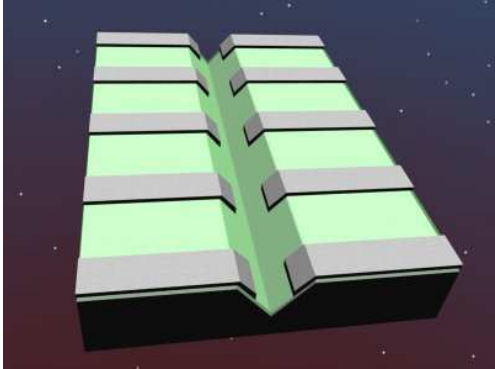
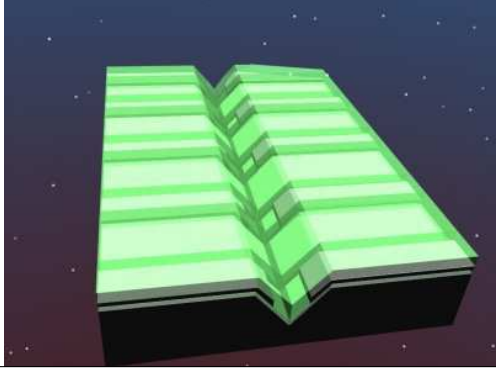
5.3.1 Procédé technologique étape par étape

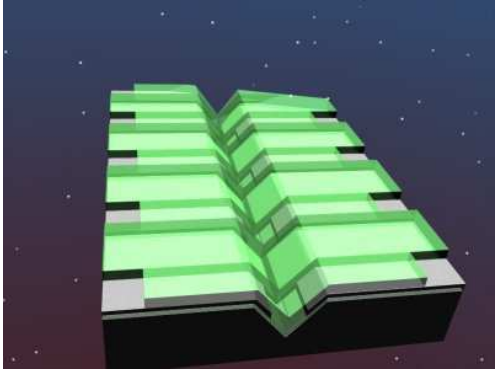
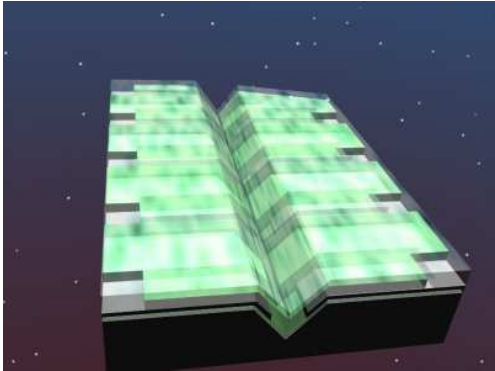
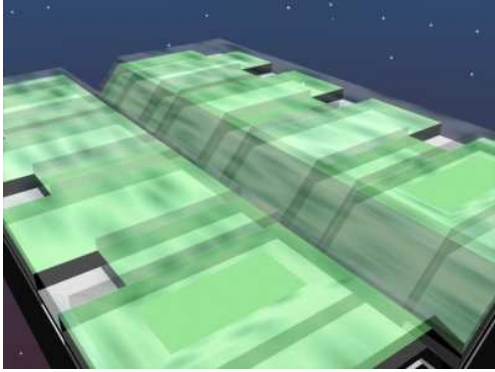
Procédé technologique	
Étape et paramètres	Image synthétique du procédé
<p>Nettoyage du substrat silicium 3"</p> <p>Bain «piranhas»¹ 10min Bain <i>HF</i> 1% : 5 min</p>	
<p>Masque pour la gravure des canaux</p> <p><i>500nm d'oxyde thermique humide</i></p> <p>Gaz-O_2 1.5 sccm Gaz-H_2 3.5 sccm Température 1050 °C Pression 100 mTorr Temps 60 min</p> <p><i>Lithographie optique</i></p> <p><i>Gravure de l'oxyde</i></p> <p>Bain <i>B.O.E.7.1</i> 12min</p>	

¹Un bain *piranhas* est un mélange d'acide sulfurique H_2SO_4 et d'eau oxygénée H_2O_2 connu pour être très agressif envers les matériaux organiques

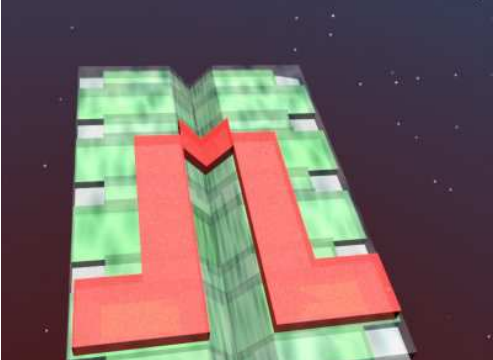
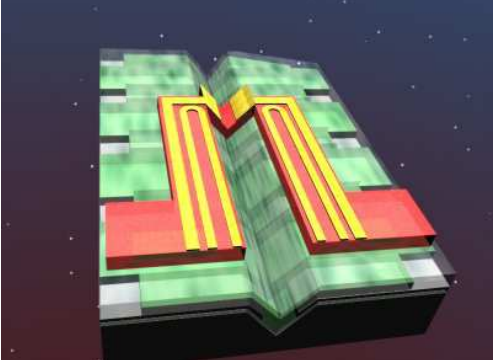

Étape et paramètres	Image synthétique du procédé
<p>Gravure des canaux <i>Gravure de 30μm</i> Concentration <i>KOH</i> 40 % Température 80 °C Temps 40 min</p>	
<p>Retrait du masque <i>Gravure humide de l'oxyde</i> Bain <i>B.O.E.7.1</i> 12 min</p>	
<p>Passivation <i>350nm de Si_xN_y au four LPCVD</i> Gaz-<i>SiH₂Cl₂</i> 20 sccm Gaz-<i>NH₃</i> 10 sccm Température 800 °C Pression 100 mTorr Temps 120 min</p>	

5.3 - Description du procédé technologique

Étape et paramètres	Image synthétique du procédé
<p>Dépôt couche conductrice <i>500nm de polysilicium LPCVD dopé in-situ</i></p> <p>Gaz-SiH_4 50 sccm Gaz-PH_3 10 sccm Gaz-H_2 10 sccm Température 700 °C Pression 100 mTorr Temps 85 min</p>	
<p>Gravure des électrodes <i>Lithographie optique</i> <i>Gravure sèche du polysilicium au bâti Trion</i></p> <p>Gaz-Cl_2 4 sccm Gaz-He 8 sccm Puissance R.F. 180 W Pression 150 mTorr Temps 5 min</p>	
<p>Isolation <i>500nm de Si_xN_y au four LPCVD</i></p> <p>Gaz-SiH_2Cl_2 20 sccm Gaz-NH_3 10 sccm Température 800 °C Pression 100 mTorr Temps 200 min</p>	

Étape et paramètres	Image synthétique du procédé												
<p>Ouverture des contacts</p> <p><i>Lithographie optique</i> <i>Gravure sèche du nitrure au bâti</i> <i>Trion</i></p> <table border="0"> <tr> <td>Gaz-CF_4</td> <td>17 sccm</td> </tr> <tr> <td>Gaz-CHF_3</td> <td>12 sccm</td> </tr> <tr> <td>Puissance R.F.</td> <td>200 W</td> </tr> <tr> <td>Puissance I.C.P.</td> <td>300 W</td> </tr> <tr> <td>Pression</td> <td>35 mTorr</td> </tr> <tr> <td>Temps</td> <td>29 min</td> </tr> </table>	Gaz- CF_4	17 sccm	Gaz- CHF_3	12 sccm	Puissance R.F.	200 W	Puissance I.C.P.	300 W	Pression	35 mTorr	Temps	29 min	
Gaz- CF_4	17 sccm												
Gaz- CHF_3	12 sccm												
Puissance R.F.	200 W												
Puissance I.C.P.	300 W												
Pression	35 mTorr												
Temps	29 min												
<p>Dépôt de la couche sacrificielle</p> <p><i>2μm de LTO au four LPCVD</i></p> <table border="0"> <tr> <td>Gaz-SiH_4</td> <td>70 sccm</td> </tr> <tr> <td>Gaz-O_2</td> <td>150 sccm</td> </tr> <tr> <td>Gaz-N_2</td> <td>25 sccm</td> </tr> <tr> <td>Température</td> <td>410 °C</td> </tr> <tr> <td>Pression</td> <td>150 mTorr</td> </tr> <tr> <td>Temps</td> <td>95 min</td> </tr> </table>	Gaz- SiH_4	70 sccm	Gaz- O_2	150 sccm	Gaz- N_2	25 sccm	Température	410 °C	Pression	150 mTorr	Temps	95 min	
Gaz- SiH_4	70 sccm												
Gaz- O_2	150 sccm												
Gaz- N_2	25 sccm												
Température	410 °C												
Pression	150 mTorr												
Temps	95 min												
<p>Définition des ancrages</p> <p><i>Lithographie optique</i> <i>Gravure sèche de l'oxyde au bâti</i> <i>Trion</i></p> <table border="0"> <tr> <td>Gaz-CF_4</td> <td>17 sccm</td> </tr> <tr> <td>Gaz-CHF_3</td> <td>12 sccm</td> </tr> <tr> <td>Puissance R.F.</td> <td>200 W</td> </tr> <tr> <td>Puissance I.C.P.</td> <td>300 W</td> </tr> <tr> <td>Pression</td> <td>35 mTorr</td> </tr> <tr> <td>Temps</td> <td>42 min</td> </tr> </table>	Gaz- CF_4	17 sccm	Gaz- CHF_3	12 sccm	Puissance R.F.	200 W	Puissance I.C.P.	300 W	Pression	35 mTorr	Temps	42 min	
Gaz- CF_4	17 sccm												
Gaz- CHF_3	12 sccm												
Puissance R.F.	200 W												
Puissance I.C.P.	300 W												
Pression	35 mTorr												
Temps	42 min												

5.3 - Description du procédé technologique

Étape et paramètres	Image synthétique du procédé
<p>Fabrication de l'actionneur <i>Lithographie optique SU8 5μm</i></p>	
<p>Métallisation <i>Lithographie optique</i> <i>Dépôt Ni/Cr 50nm par évaporation à faisceau électronique</i> <i>Dépôt Au 250nm par évaporation à faisceau électronique</i> <i>Lift-off</i></p>	
<p>Libération <i>Gravure humide de l'oxyde</i> bain B.O.E. 7.1 50 min</p>	

5.3.2 Au-delà de la description...

Un procédé technologique n'est jamais aussi facile à mettre en oeuvre pratiquement qu'à planifier et détailler. Qu'elles aient été prises en compte ou non repérées préalablement, les difficultés ne sont pas surmontées simplement. Ce procédé n'ayant pas la prétention d'être parfait, il n'échappe pas à la règle et pose quelques questions concernant l'optimisation, voire la définition de certains motifs. Premièrement, la gravure du canal peut en réalité

être effectuée par deux agents chimiques disponibles dans la centrale technologique de l'IEMN : le *KOH*, et le *TMAH*. Ces deux produits ont été testés pour comparer leur efficacité. Ensuite, la fabrication des électrodes pose le même problème que décrit au Chapitre 3 lors de la définition des électrodes dans le canal. Le problème est d'autant plus important ici que les électrodes sont plus fines (10 à 20 μm de large), et assez nombreuses sur chaque composant pour oublier l'idée d'une réussite «statistique». La structure en SU8 présente un fort rapport d'aspect, mais doit s'adapter au canaux creusés, ce qui la rend délicate à déposer. Mais plus encore, la métallisation d'une structure à fort rapport d'aspect qui doit donner les motifs adéquats à la fois dans la partie au fond du canal et celle située en surface du substrat n'est pas plus anodine. Enfin, pour les microsystèmes, la libération est toujours une étape considérée comme extrêmement critique, car elle peut ruiner un procédé complet en quelques minutes...

Ces étapes technologiques vont donc être détaillées en particulier ci-après.

5.4 La gravure du canal

5.4.1 Problématique et faces cristallines

Le canal dans lequel doit s'écouler le liquide contenant les micro-objets doit accueillir les électrodes de diélectrophorèse. La fabrication par micro-usinage de surface nécessitant des surfaces apparentes quand le substrat est vu «de dessus», le canal ne peut être gravé verticalement dans le substrat.

Le silicium est un matériau *cristallin*, c'est à dire que l'agencement des ses atomes suit un motif tridimensionnel régulier, l'ensemble des atomes formant un motif élémentaire qui est reproduit est appelé *maille*. Par conséquent, en fonction de la direction (figure 5.1) suivant laquelle on observe un échantillon de silicium, la densité d'atomes, et leur agencement dans le plan de la face apparente sont différents. Le silicium a une structure cristalline dite «diamant», qui est une combinaison de deux structures «cubiques à faces centrée», c'est à dire que les atomes forment des cubes dont les faces possèdent un atome

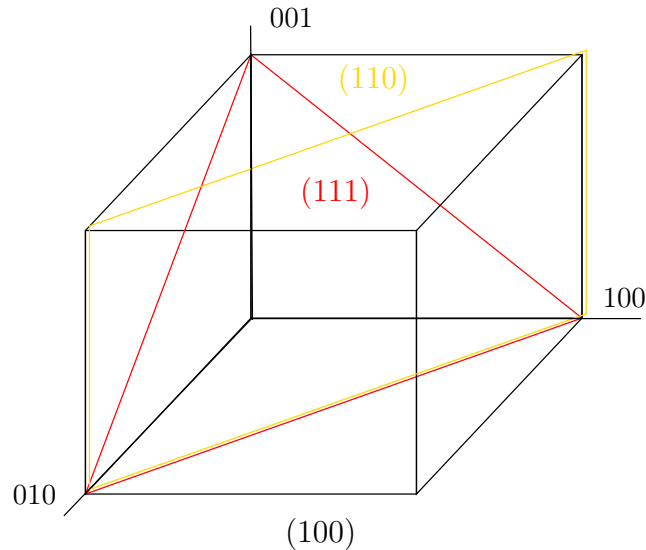


FIG. 5.1 – Schéma de repérage des faces d'un réseau cristallin

supplémentaire au centre des carrés. La structure diamant est illustrée sur la figure 5.2. Ce caractère cristallin est utilisé dans le procédé.

On utilise, pour obtenir un canal régulier, une gravure chimique à préférence suivant la maille cristalline. Certains agents chimiques ont en effet la propriété de graver plus vite certaines faces cristallines que d'autres. Ainsi, le silicium $\langle 100 \rangle$ utilisé habituellement dans les réalisations en microélectronique et en microsystème présente, comme son nom l'indique, une face $\langle 100 \rangle$ en vue de dessus. Les autres faces qui se découvrent au cours de la gravure se voient attaquées moins vite que la face $\langle 100 \rangle$. On a une gravure quasiment auto-contrôlée, donc, très robuste aux aléas des manipulations.

Le canal formé par ce type de gravure aura une forme en «V» vu en coupe. L'angle formé entre la surface du substrat et les flancs du canal est de 54.7° , il est déterminé par la structure cristalline du silicium.

5.4.2 Agents de gravure chimique

La centrale de technologie de l'IEMN dispose de deux produits permettant une gravure à préférence suivant la face cristalline : le *KOH*, et le *TMAH*.

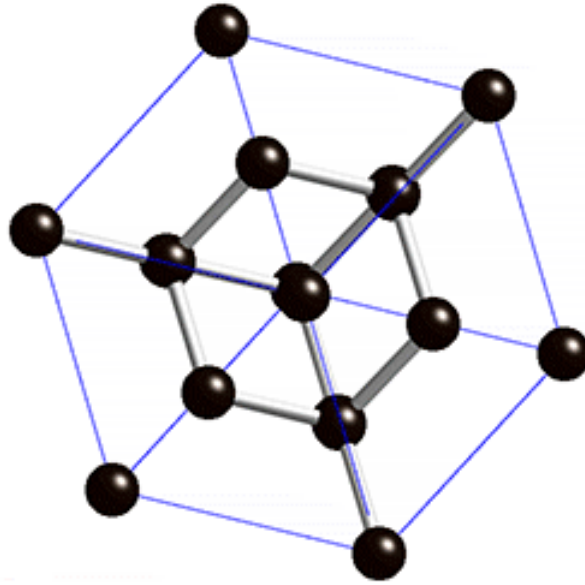


FIG. 5.2 – Schéma de la structure cristalline du silicium. Le motif ci-dessus est une «période spatiale» d'un motif régulier dans tout l'espace.

Ces deux produits sont courants et ont donné lieu à de nombreuses études[74], tant sur le plan théorique, que pratique, incluant de nombreux travaux sur les simulations.

Le KOH

Le KOH , ou *hydroxyde de potassium*, est sans doute le produit le plus utilisé pour ce genre de travaux. Il est connu depuis longtemps[71]. On peut trouver des données sur son paramétrage dans la littérature (ex :[75]). La figure 5.3 montre le résultat d'une attaque découvrant les faces $\langle 111 \rangle$ du silicium. Sa vitesse d'attaque sur face $\langle 100 \rangle$ peut atteindre $1.4\mu\text{m}/\text{min}$ dans des conditions optimales de température et de concentration. Cependant, sa sélectivité sur les autres matériaux, mais surtout sur la face $\langle 111 \rangle$ dépend de sa concentration. On utilise donc un bain à 80°C et une concentration d'environ 40%, qui correspond à la meilleure sélectivité entre les faces, avec un rapport de 1 pour 100, on obtient alors une vitesse d'attaque d'environ $1\mu\text{m}/\text{min}$ sur la face $\langle 100 \rangle$.

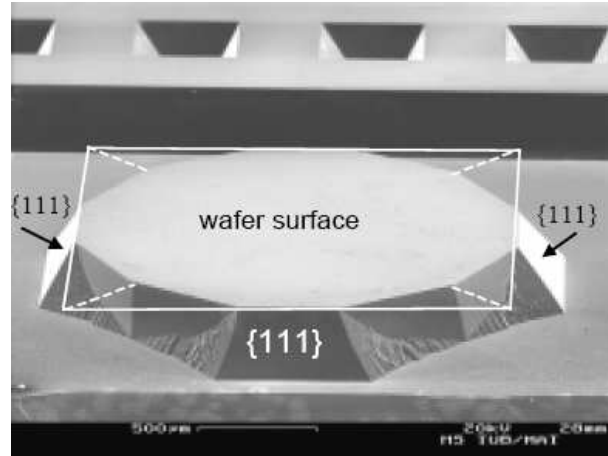


FIG. 5.3 – Image MEB d'une gravure au KOH de silicium monocristallin[76]

Les masques utilisables pour une gravure au KOH sont le dioxyde de silicium et le nitrure de silicium, en raison de la haute sélectivité de l'attaque, la gravure de l'oxyde étant déjà 150 fois plus lente que celle de la face $\langle 100 \rangle$, et celle du nitrure non mesurable sur des gravures de $60\mu\text{m}$ de silicium ! La résine peut être utilisée pour des gravures courtes, mais elle a tendance à se dissoudre dans le bain et le polluer en plus de laisser le substrat sans masque.

Le $TMAH$

L'autre agent de gravure chimique disponible est l'*hydroxyde de tétraméthyl ammonium*, ou plus simplement $TMAH$. Par rapport au KOH , le $TMAH$ révèle une vitesse d'attaque plus lente dans les conditions d'utilisation pratiquées en centrale technologie. Les vitesses d'attaque sur silicium $\langle 100 \rangle$ peuvent également être trouvées dans la littérature[77; 78; 79; 80]. On trouve aussi des études sur l'optimisation des surfaces à l'issue des gravures par ajout de surfactant dans les mélanges[81]. Les résultats sont intéressants mais non utilisés ici, l'état de surface étant important pour l'écoulement de liquide, mais n'étant pas pour ce système un obstacle au déplacement par diélectrophorèse.

Dans les conditions d'utilisation pratiquées dans la centrale de technologie, le $TMAH$ est concentré à 20%, et utilisé à une température de 80°C .

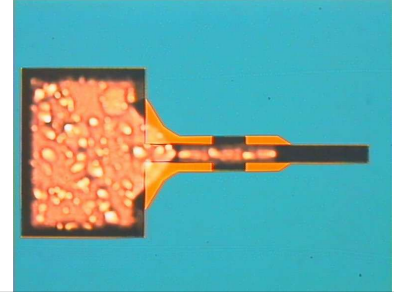
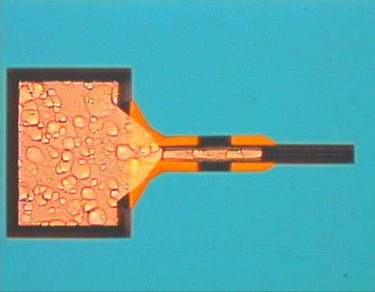
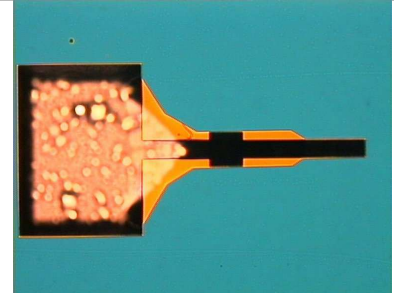
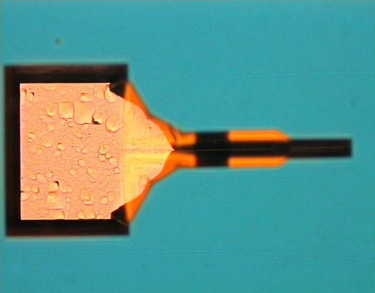
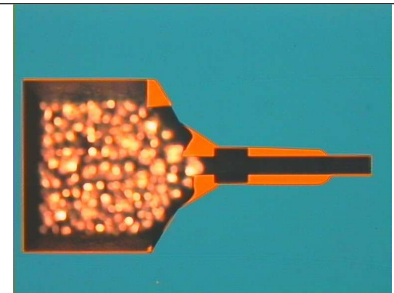
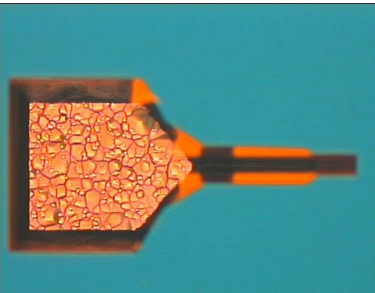
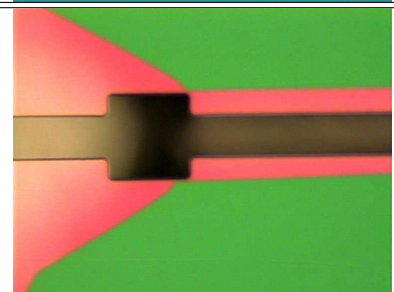
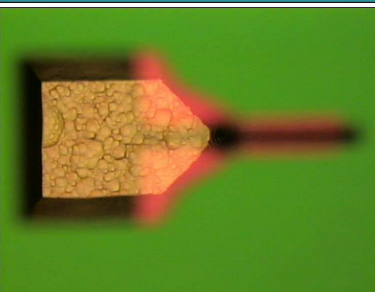
Ces conditions donnent une vitesse de gravure de $0.6\mu\text{m}/\text{min}$ sur du silicium. La vitesse de gravure sur oxyde ou nitrure de silicium est pratiquement nulle, ces deux matériaux sont donc utilisables comme masques. En revanche, le *TMAH* dissout très efficacement les résines (certains développeurs en contiennent dans des proportions modestes). Celles-ci sont donc inutilisables en tant que masque.

5.4.3 Résultats des tests

Des tests de gravure ont été effectués sur plusieurs substrats, afin de comparer la qualité des motifs et l'état de surface apparent. Les tests expérimentaux concernent l'exposition au *KOH* ou au *TMAH* d'échantillons pendant des durées plus ou moins longues, avec des masques identiques.

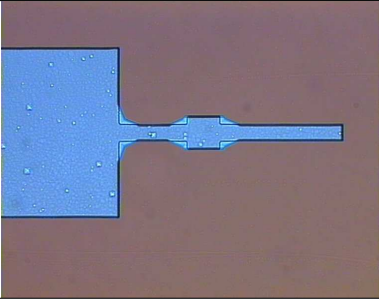
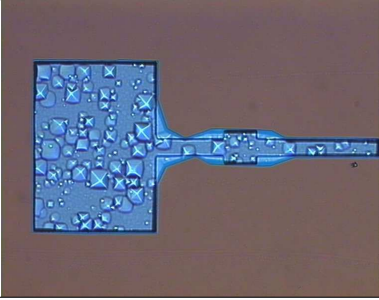
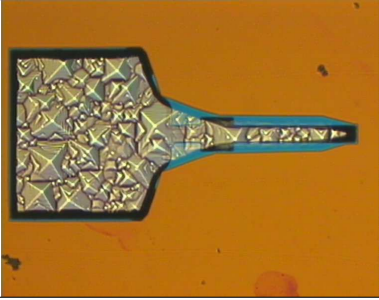
La table 5.2 permet d'évaluer visuellement la dégradation de l'état de surface du fond du canal avec l'allongement du traitement au bain *KOH*. Ceci est naturellement un résultat prévisible. Les points remarquables sont la dégradation des motifs au niveau des coins. Ceci est un phénomène connu, dû au fait que les faces $\langle 110 \rangle$ sont gravées plus vite que les faces $\langle 100 \rangle$, et une fois le coin «entamé», la dégradation du motif se propage très vite. Plusieurs solutions sont proposées dans la littérature pour remédier à ce problème, soit en utilisant des motifs particuliers[82; 83; 84], soit en ajoutant des étapes de gravure physique profonde[85] autour des motifs désirés. Ces techniques, apparemment efficaces, sont pour certaines complexes à mettre en oeuvre, et pour d'autres adaptées uniquement à des formes de base simples. On a considéré dans la conception du masque de gravure qu'une telle optimisation n'apporterait pas grand chose comparé au besoin final et aux difficultés supplémentaires que ces compensations pourraient apporter. On note également qu'avec un traitement de 40 minutes, la profondeur obtenue est déjà suffisante pour graver totalement le fond du canal, et à établir une différence de profondeur entre les zones où le motif est élargi et les zones où il est plus fin (ce qui correspond, dans la structure complète, au lieu de descente de l'actionneur, afin qu'il puisse passer sous le niveau des micro-objets malgré l'épaisseur de la SU8). On peut même constater, pour des temps de traite-

5.4 - La gravure du canal

Focale sur		Traitement <i>KOH</i>	
Masque	Fond de gravure	Temps (min)	Profondeur (μm)
		30	22.8
		40	30.8
		50	38.0
		60	45.5

TAB. 5.2 – Tableau des images au microscope optique de gravures au *KOH* avec les temps de traitement et les profondeurs mesurées

ment trop longs, une destruction du masque, fragilisé par la sous-gravure. On peut dire q'une exposition trop longue au KOH va se traduire par une dégradation plus profonde encore des motifs.

Image de la gravure	Traitement $TMAH$	
	Temps (min)	Profondeur (μm)
	30	4
	50	7
	60	20

TAB. 5.3 – Tableau des images au microscope optique de gravures au $TMAH$ avec les temps de traitement et les profondeurs mesurées

Comme on peut le constater sur le tableau 5.3, la profondeur de gravure obtenue par gravure $TMAH$ en fonction du temps semble non-linéaire à partir de 60 minutes. L'explication est en réalité toute autre. Les bains KOH comme $TMAH$ sont librement utilisables par tout opérateur ayant reçu la

formation adéquate en centrale de technologie. Or, ces bains ne sont pas renouvelés après chaque opération, par souci d'économie des produits. Les conséquences de ce protocole sont un degré de saturation des produits variable, une concentration non constante (les liquides ont tendance à s'évaporer pendant l'utilisation, malgré les précautions prises), et d'éventuelles impuretés laissées par un opérateur indelicat dans le bain sans avertissement. Cette remarque est également applicable aux essais en bain *KOH*, bien que dans ce cas, il a été possible de réaliser les expériences sur les échantillons pratiquement simultanément, ce qui évite les variations de condition de l'expérience au cours de son déroulement.

Ici, le test à 60min a été réalisé dans un bain *TMAH* tout juste renouvelé, d'où sa vitesse de gravure bien plus élevée. Quoi qu'il en soit, la profondeur de gravure, même à 60 minutes, reste inférieure à celle obtenue avec une gravure *KOH* à 30 minutes, pour un état de surface bien plus dégradé au fond du canal. Ce résultat est conforme à ce que l'on peut trouver dans la littérature[86] et comme il a été dit plus haut, des solutions ont été proposées pour y remédier[81], mais celles-ci ont été jugées trop lourdes à mettre en oeuvre rapidement, les priorités dans la qualité de la réalisation du composant étant bien ailleurs. D'autre part, bien que ce résultat fût attendu, les conditions d'utilisation réelle des manipulations étant différentes de celles utilisées pour une étude purement académique, il était utile de vérifier ces assertions dans l'environnement réel dans lequel sera fabriqué le dispositif.

5.4.4 Paramètres retenus

Le *TMAH* étant moins sélectif, donnant une qualité de surface inférieure au *KOH*, et qui plus est étant plus lent, le choix se fait sans aucune difficulté en faveur de ce dernier. On établit le temps de gravure à 40 minutes, sachant que la profondeur de gravure visée est de $30\mu\text{m}$ environ. Les essais effectués donnent des résultats concluants en ce sens.

5.5 Électrodes dans le canal

5.5.1 Géométrie de surface

La définition des électrodes pour la diélectrophorèse en elle-même est simple. Sur une surface plane, elle serait triviale. Il en est tout autrement en raison des dénivelés apportés par le canal, dénivelés dans lesquels les électrodes doivent «descendre». Ce problème a déjà été rencontré lors de la fabrication des microsondes (voir Chapitre 3). Les problèmes viennent à la fois de la définition des motifs du masque en résine aux abords du canal celui-ci ayant tendance à se déchirer au niveau de l'arête, mais aussi de la gravure du polysilicium dans le canal. Les recettes de gravure utilisées usuellement ont en effet tendance à la sous-gravure. Or, le polysilicium est un peu plus épais dans une structure à confinement telle que le canal en V qu'ailleurs, et il faut ainsi allonger les temps de gravure pour l'éliminer totalement au fond du canal. Cette prolongation de durée d'attaque est à la fois problématique pour la largeur des électrodes, les plus étroites pouvant totalement disparaître, mais aussi au niveau des arêtes : même en réussissant à couvrir l'arête de résine, l'épaisseur de cette dernière sera toujours plus faible à cet endroit, et une gravure plus longue peut proprement ouvrir le masque et graver le polysilicium à cet endroit.

Ces problèmes ont conduit à l'élaboration d'une recette optimisée spécifiquement pour ce cas précis, comprenant une lithographie, et deux recettes de gravures sèches.

5.5.2 Lithographie

Comme on l'a vu au Chapitre 3, la lithographie n'est pas aisée aux abords du canal. Le problème est exactement le même ici. Précédemment, le Pr. Kim avait réussi à transférer correctement le motif avec une résine peu épaisse de type S1818, en réduisant considérablement les paramètres d'accélération de la tournette lors de l'étalement. Si beaucoup de dispositifs voyaient effectivement leurs arêtes bien recouvertes par la résine au niveau des électrodes,

on en comptait également une quantité substantielle qui subissait les effets de la forte non-uniformité résultante de ce changement de paramètres.

Une solution alternative a été étudiée pour ce procédé. La résine fluide S1818 a été remplacée par une résine épaisse AZ4562, qui permet d'atteindre des épaisseurs de 5 à 6 μm . La plus forte épaisseur naturelle de cette résine permet de mieux «remplir» le fond du canal, et on suppose que même réduite au bord du substrat, la viscosité supérieure de cette résine réduira les risques de déchirement du film au niveau des arêtes du canal.

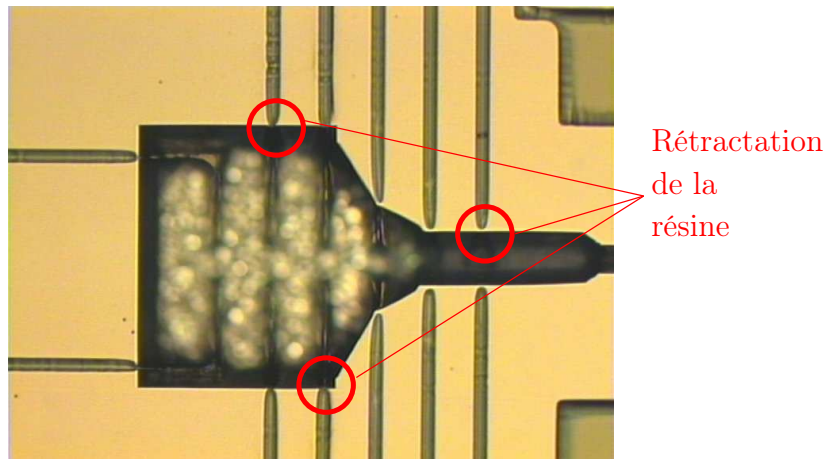
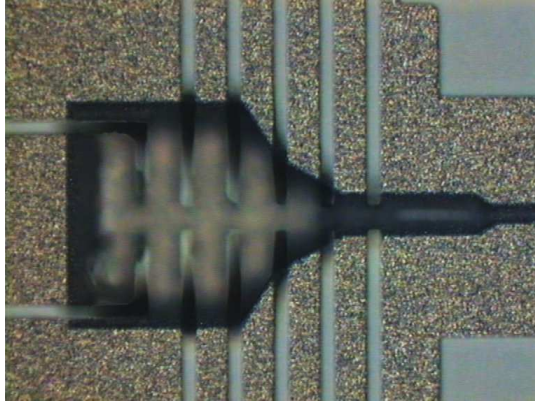
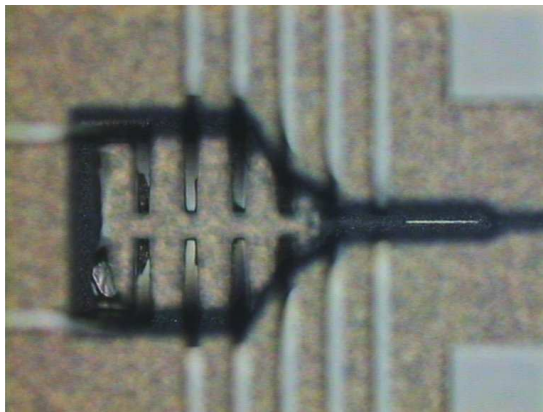


FIG. 5.4 – Image au microscope optique d'une lithographie échouée à cause de la rétractation de la résine AZ4562 au niveau des arêtes du bord du canal.

Après quelques essais, il s'est avéré que l'AZ4562 avait une forte tendance à se rétracter (figure 5.4) pendant son premier recuit (*i.e.* avant insolation). Ceci amenait à nouveau un problème de rupture du film de résine. Pour éviter l'apparition de ces contraintes avec la température, la recette du premier recuit a été optimisée au cours de multiples essais, pour passer d'une température constante de 110°C pendant 3min30 à une rampe en température de 60°C à 100°C pendant 4min30. L'enjeu est de conserver les propriétés de la résine, sa sensibilité à l'exposition sous U.V., et sa sensibilité au développeur utilisé ensuite. Un recuit trop faible laisse des solvants dans la résine, un recuit trop fort la rend plus résistante au développeur, et il devient impos-



mise au point sur la surface



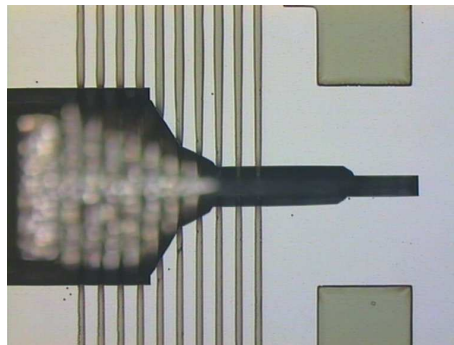
mise au point sur le fond de gravure

FIG. 5.5 – Images au microscope optique du masque de résine utilisé pour la gravure des électrodes de diélectrophorèse

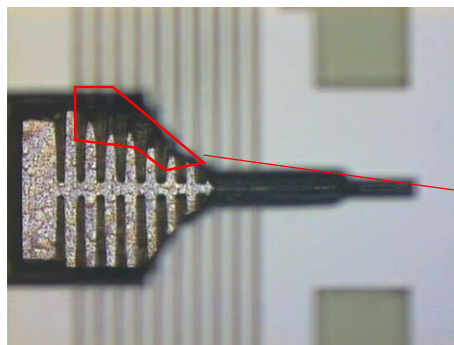
sible de développer correctement les motifs au fond du canal sans dégrader de façon critique ceux à la surface du substrat.

Les paramètres établis à la fin du procédé répondent à ces problèmes, comme on peut le constater sur la figure 5.5. On peut cependant noter sur les images que la largeur des électrodes dans le canal n'est pas parfaitement respectée, en raison de la diffraction des faisceaux lumineux entre le masque et le fond du canal. Les électrodes sont donc plus étroites que sur le masque (il s'agit d'une résine positive ; avec une résine négative, les motifs se seraient vus élargis).

Dans le cas des électrodes les plus fines ($10\mu\text{m}$ de large, espacées de $10\mu\text{m}$), il fut impossible de réaliser un jeu d'électrodes complets sans erreur sur un



mise au point sur
la surface



mise au point sur
le fond du canal

mauvaise
séparation
des électrodes

FIG. 5.6 – Images au microscope optique du masque de résine des électrodes en polysilicium de $10\mu\text{m}$ de large, espacées de $10\mu\text{m}$. On peut obtenir un motif correct pour les électrodes situées dans le canal même, mais une mauvaise séparation des électrodes dans les zones d'entrée des systèmes.

dispositif (figure 5.6). Les électrodes dans les zones régulières du canal ont pu être fabriquées, mais pas celles situées au niveau du point d'entrée pour le liquide. Le développement sélectif trop critique ne permet pas de révéler entièrement les électrodes en profondeur sans détruire les motifs en surface.

Cependant, suffisamment d'électrodes étant correctement réalisées pour tenter une diélectrophorèse, il a été décidé de ne pas s'acharner sur un problème apparemment difficilement résolvable. D'après la littérature[87; 88; 89], la réalisation de ce genre de motif requiert un équipement spécialisé pour recouvrir le substrat de résine avec un spray² plutôt qu'avec une tournette conventionnelle. Cette technologie donne une couche relativement uniforme de résine sur toute la surface du substrat, y compris dans les zones profondes, contrairement à la méthode classique, dans laquelle l'uniformité est mise à mal par les reliefs. On peut alors envisager des canaux bien plus profonds (de l'ordre de la centaine de micromètres). L'étalement de résine conventionnel utilisé ici s'est révélé suffisant pour les 30 μ m de profondeur retenus au cours du paramétrage de la gravure des canaux.

5.5.3 Gravure du polysilicium

Une fois le problème de la lithographie écarté, il reste à graver le polysilicium. Tout comme pour la résine, la configuration géométrique en «V» des canaux entraînent une non uniformité du dépôt. Pour les microsondes, une recette de gravure isotropique à base de SF_6 a été utilisée, avec des résultats mitigés (le polysilicium au fond du canal ne pouvait être complètement gravé sans détériorer les motifs).

Au cours du développement de ce procédé, des recettes de gravure hautement anisotropiques ont été testées. Ces recettes ont toutes les deux été développées dans un bâti de gravure fourni par Trion TechnologyTM. Ce réacteur comporte deux chambres et est installé dans la centrale de technologie de l'IEMN.

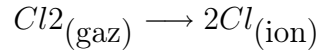
²Cette technique est appelée *spray-coating*

Gravure au dichlore

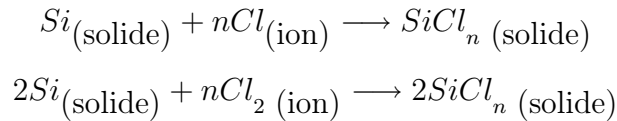
La première recette est basée sur une gravure au dichlore (Cl_2) du silicium. Cette technique a déjà largement été étudiée [90; 91; 92; 93; 94; 95], tant sur le plan des réactions chimiques que sur le plan des résultats pratiques.

Le mécanisme de gravure aux gaz chlorés implique des réactions chimiques et le phénomène de gravure physique (l'énergie cinétique des ions accélérés par le champ électrique arrache les molécules du substrat). C'est la combinaison quasi-simultannée de ces effets qui lui donne son efficacité :

- Le dichlore se décompose sous l'effet de l'excitation haute fréquence :

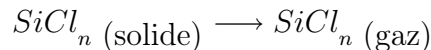


- Le silicium en surface adsorbe les ions chlorés, et une réaction chimique se fait :



On forme alors une couche de $SiCl_n$ à la surface du silicium.

- Le bombardement ionique physique arrache les composés formés en surface :



Dans ce procédé, le dopage du silicium (ou, ici, du polysilicium) joue un rôle important lors de l'adsorption des ions chlorés et de la formation du composé $SiCl_n$. En effet, un dopage de type n implique une certaine quantité d'électrons libres dans le matériau, qui facilitent l'adsorption des ions chlore (figure 5.7). À contrario, un dopage de type p ou un silicium non dopé ne permettent pas d'augmenter cette densité d'ions adsorbés. Les atomes de silicium étant très rapprochés, il devient difficile aux ions de se déposer à la surface. Dans le cas qui nous intéresse, le dopage est de type p (les atomes de phosphore utilisés pour le dopage *in situ* ne comportent que 3 électrons libres sur leurs dernières couches, contre 4 pour le silicium, il y a donc déficit d'un électron). Ce dopage réduit l'efficacité de la gravure au chlore, mais une

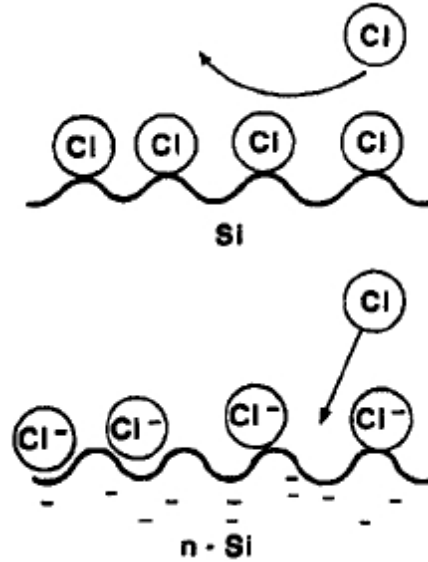


FIG. 5.7 – Schéma de l'influence du dopage type n sur l'adsorption des ions Cl^- . Le silicium dopé permet une densité d'ions adsorbés plus importante, et donc une gravure plus rapide du silicium[96].

grande vitesse de gravure n'étant pas ici recherchée, on ne considère pas ce paramètre comme un problème.

Un procédé de gravure anisotropique au chlore a été mise au point pour le bâti Trion, essentiellement par Bernard Legrand, chargé de recherche CNRS au sein de l'équipe Microsystèmes Silicium de l'IEMN. Cette recette a été mise à profit pour le développement d'un moteur rotatif incluant des actionneurs électrostatique en peigne[97]. L'anisotropie de la gravure chlore étant particulièrement forte, la réussite du procédé dépend très fortement de la propreté de la surface du substrat, sans quoi un phénomène de micromasquage³ entraîne l'apparition de silicium noir (les reliefs formés en surface par les particules parasites font que celle-ci ne réfléchit plus la lumière). On peut observer les effets de ce phénomène sur la figure 5.8.

Pour éviter de façon systématique l'apparition de ce problème, un protocole opératoire a été imaginé pour garantir la propreté du substrat :

³Le micromasquage est une gravure anisotropique dans laquelle des particules de taille microscopique forment un masque

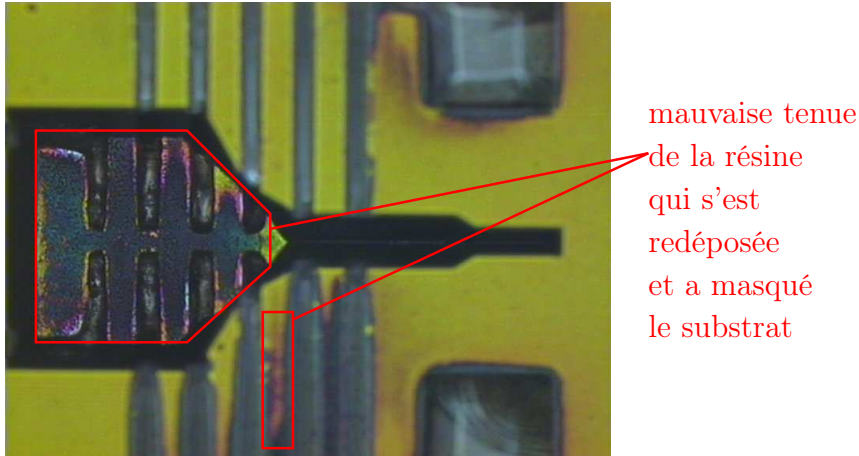


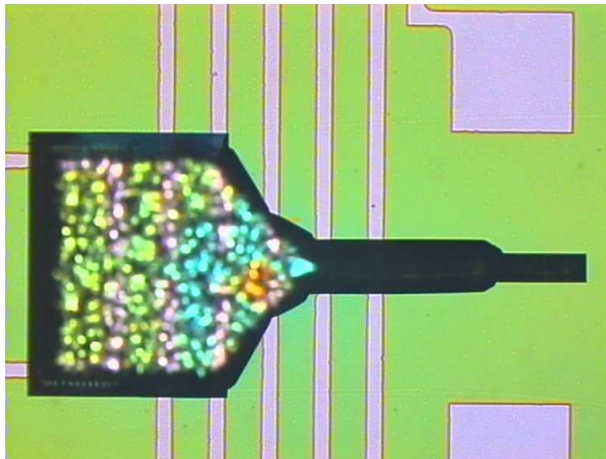
FIG. 5.8 – Images au microscope optique de gravure au Cl_2 avec l'effet de micromasquage. Les zones sombres correspondent à des structures formées par des particules parasites en surface du substrat.

1. Un recuit préliminaire sur plaque chauffante permet d'évaporer toute trace résiduelle d'eau présente sur le substrat.
2. Une gravure au CF_4 de quelques secondes élimine les particules parasites susceptibles d'être restées en surface et l'oxyde natif. Cette gravure est très courte, étant donné que le CF_4 est connu pour graver pratiquement tous les matériaux utilisés au cours du procédé, y compris le masque de gravure!
3. La gravure au Cl_2 elle-même, incluant une dose d'hélium (He). Celle-ci ne nécessite pas l'usage du plasma de couplage induit⁴.

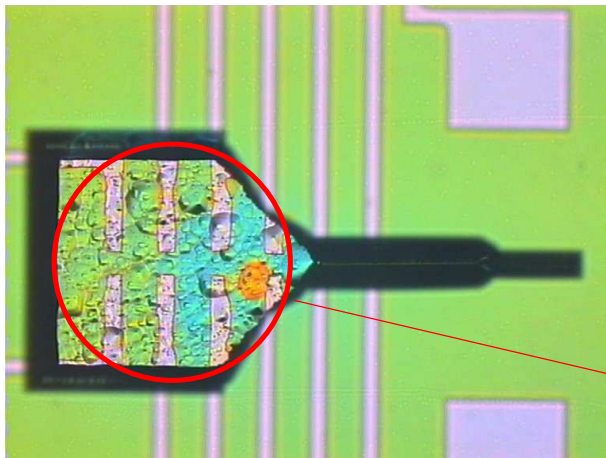
Le résultat des gravures est visible sur la figure 5.9. L'épaisseur de polysilicium est de 500nm. Au-delà, la résine ne résiste plus assez longtemps au plasma, et on voit apparaître les problèmes de micromasquage dus à sa redéposition autour des motifs, tel qu'expliqué ci-dessus.

Si les motifs sont bien conservés à la surface du substrat, on constate également que le dessin des électrodes dans les zones profondes est moins

⁴Inductively Coupled Plasma, *i.e.* I.C.P., un système permettant de densifier le plasma au-dessus du substrat



mise au point sur
la surface du substrat



mise au point sur
le fond de gravure

le dessin des électrodes
au fond du canal
est imprécis

FIG. 5.9 – Images au microscope optique d'électrodes en polysilicium gravées dans les canaux au Cl_2

régulier. Cependant, une telle irrégularité ne pose pas un problème majeur pour leur fonction.

Il est théoriquement possible d'utiliser des épaisseurs plus importantes de polysilicium, il faut pour cela utiliser un autre matériau en tant que masque. Ceci est possible, bien que les masques habituels en métaux pour ce genre d'opérations auraient nécessité un procédé de lift-off⁵, et compte-tenu des contraintes auxquelles on a abouti pour reproduire les motifs avec une lithographie conventionnelle, on peut facilement imaginer la difficulté à donner un profil «casquette» à la résine, et à réussir un lift-off au fond des canaux. Les métaux peuvent également être gravés chimiquement, mais les gravures humides sont très isotropes, ce qui ramène aux problèmes d'uniformité rencontrés entre les épaisseurs aux arêtes et au fond du canal.

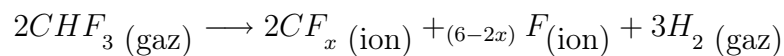
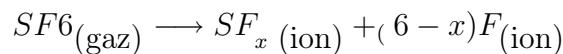
En conclusion, on peut dire que la gravure au Cl_2 est satisfaisante pour la gravure des électrodes au fond du canal, à condition d'être raisonnable quant à l'épaisseur de polysilicium déposée, et d'être rigoureux dans le suivi du protocole opératoire.

Gravure à l'héxafluorure de soufre

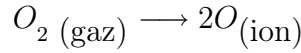
Le SF_6 est largement utilisé pour les gravures sèches du silicium et du polysilicium. On connaît ses effets directs, et on connaît le moyen de contrôler son isotropie soit par procédé cryogénique[98], soit en utilisant le procédé industriel et breveté dit procédé Bosch©[99], qui alterne des étapes de gravures et de passivations pour obtenir une anisotropie.

Les recettes de gravure anisotropes à base de SF_6 utilisent une combinaison dans laquelle on trouve du CHF_3 et de l' O_2 , qui à eux trois entraînent un jeu de réactions chimiques :

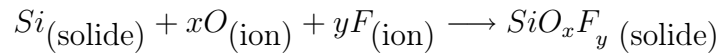
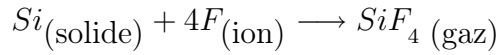
- Ionisation des molécules dans le plasma



⁵voir Chapitre 3 pour la description du principe de lift-off

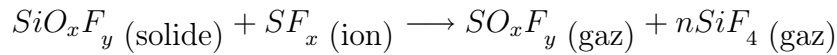
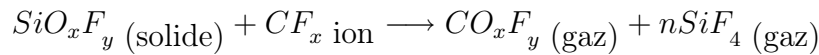


- Réactions directes du Silicium :



Dans ces réactions apparaissent un gaz SiF_4 suite à l'élimination directe du silicium, et un élément solide SiO_xF_y , qui est un élément clé à la fois de la gravure, mais aussi de la passivation.

- Les réactions secondaires sont :



et on obtient bien une évacuation de gaz électriquement neutres. À noter que la dernière réaction est minoritaire devant celle impliquant le CF_x .

Une combinaison optimale des débits de gaz, de la pression, des puissance fournies pour la génération de plasma (R.I.E.⁶) et de densification de ce plasma (I.C.P.⁷) permet de contrôler parfaitement l'isotropie, ou l'anisotropie de la gravure (figure 5.10). Ces paramètres permettent de jouer sur l'attraction des ions négatifs vers le substrat, les ratio entre la passivation et la gravure, etc.

Des techniques[101], utilisant justement l'apparition de silicium noir, sont connues pour paramétrer efficacement les recettes de gravure, qui varient d'une machine à l'autre suivant la géométrie de la chambre, la disposition des électrodes, les arrivées et évacuation de gaz, etc., mais cette mise au point reste une opération lourde, nécessitant beaucoup d'essais.

Dans le cadre de ses travaux de thèse[100], Philippe Muller a développé une recette de gravure profonde anisotropique à base de SF_6 , CHF_3 et O_2 sur

⁶ *Reactive Ion Etching* en anglais

⁷ *Inductively Coupled Plasma* en anglais

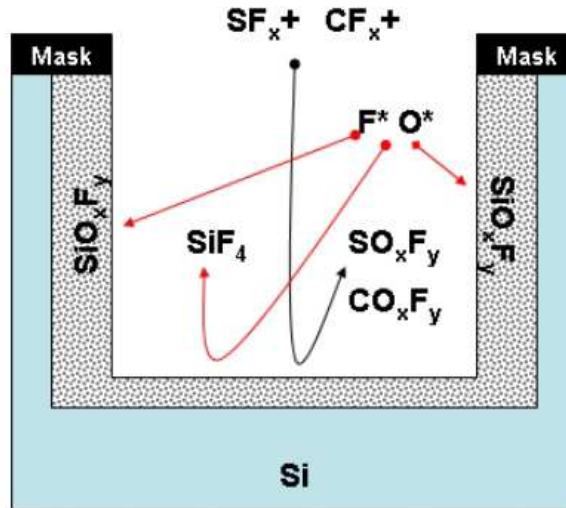
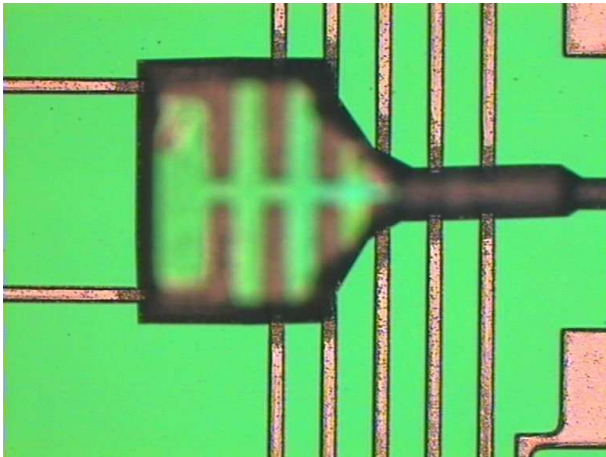


FIG. 5.10 – Schéma de la combinaison de réactions chimiques de la gravure anisotrope du silicium à base de $\text{SF}_6\text{-CHF}_3\text{-O}_2$ [100]

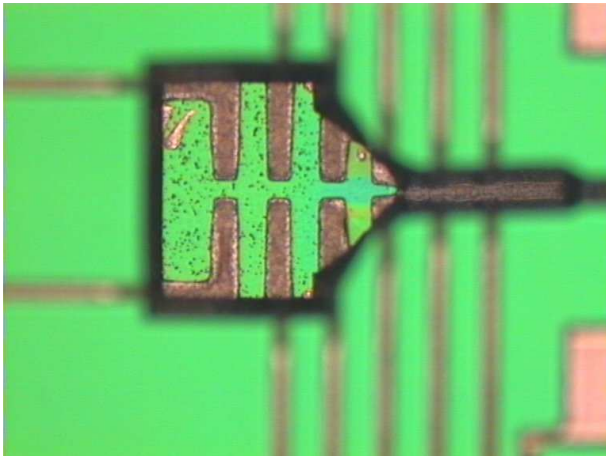
le bâti Trion de la centrale technologie de l'IEMN. Cette recette lui a permis de réaliser des gravures profondes, traversant intégralement des substrats silicium de $300\mu\text{m}$ d'épaisseur.

Ces performances sont bien plus qu'il n'en faut pour graver les 500nm de polysilicium pour les électrodes. Les essais de Muller montrent une sous-gravure importante, de l'ordre de 13 à 25% de l'épaisseur gravée (la sous-gravure augmente plus vite que l'épaisseur). Cependant, pour une épaisseur très réduite, cette sous-gravure ne posera aucun problème, les électrodes les plus étroites mesurant $10\mu\text{m}$ de large.

Les résultats sont concluants, comme l'illustre la figure 5.11. Les électrodes sont bien définies, aussi bien en surface qu'au fond du canal. Contrairement aux essais de gravure au chlore, les bords des électrodes obtenues au fond du canal sont bien réguliers. La résine a supporté la gravure, mais comme pour la gravure au chlore, l'épaisseur de polysilicium a été limitée à 500nm par précaution. On peut supposer également que dans cette recette, une épaisseur plus importante ne permettrait pas à la résine de tenir jus-



mise au point sur
la surface du substrat



mise au point sur
le fond de gravure

FIG. 5.11 – Images au microscope optique d'électrodes en polysilicium gravées au SF_6

qu'à la fin de la gravure, ce d'autant que la présence d'oxygène dans les gaz constitue un vecteur d'attaque directe.

À la fin du procédé, on remarque même que la résine a été pratiquement éliminée au niveau des arêtes du canal. La lithographie utilisée est la même que pour le chlore, avec une épaisseur de résine de $6\mu\text{m}$. Le masque, pour de faibles épaisseurs à graver, n'est donc pas non plus ici un problème.

Comparaison des techniques

Les deux recettes ont permis une bonne définition des électrodes par rapport aux motifs de la lithographie. Des images au microscope électronique (figure 5.12) permettent de mieux observer la descente des électrodes dans les canaux des différentes structures.

Les deux gravures étant très anisotropiques, il faut, dans les deux cas, veiller à la propreté du substrat avant la gravure, mais aussi s'assurer de la propreté de la chambre du bâti. En effet, une pollution de la chambre due aux nombreuses et diverses opérations qui y sont effectuées peut réduire à néant l'efficacité de la recette, dans un cas, comme dans l'autre.

La résine a été utilisée avec succès comme masque pour les deux recettes, bien que les gravures de polysilicium soient plutôt réalisées avec des masques métalliques habituellement. Ce succès s'explique cependant par la faible épaisseur déposée, ce qui élimine toute souplesse quant à une modification du procédé technologique à ce niveau.

La gravure au chlore donne une sous-gravure sensiblement plus réduite. Comme on l'a dit plus haut, ce paramètre est pratiquement négligeable au vu des épaisseurs gravées, mais puisqu'une des deux options doit être choisies pour la réalisation du procédé, on considèrera que c'est le critère le plus pertinent trouvé... C'est donc la gravure au chlore qui est privilégiée dans le procédé technologique, bien qu'en cas d'indisponibilité de celle-ci, une alternative tout aussi acceptable peut être mise en oeuvre.

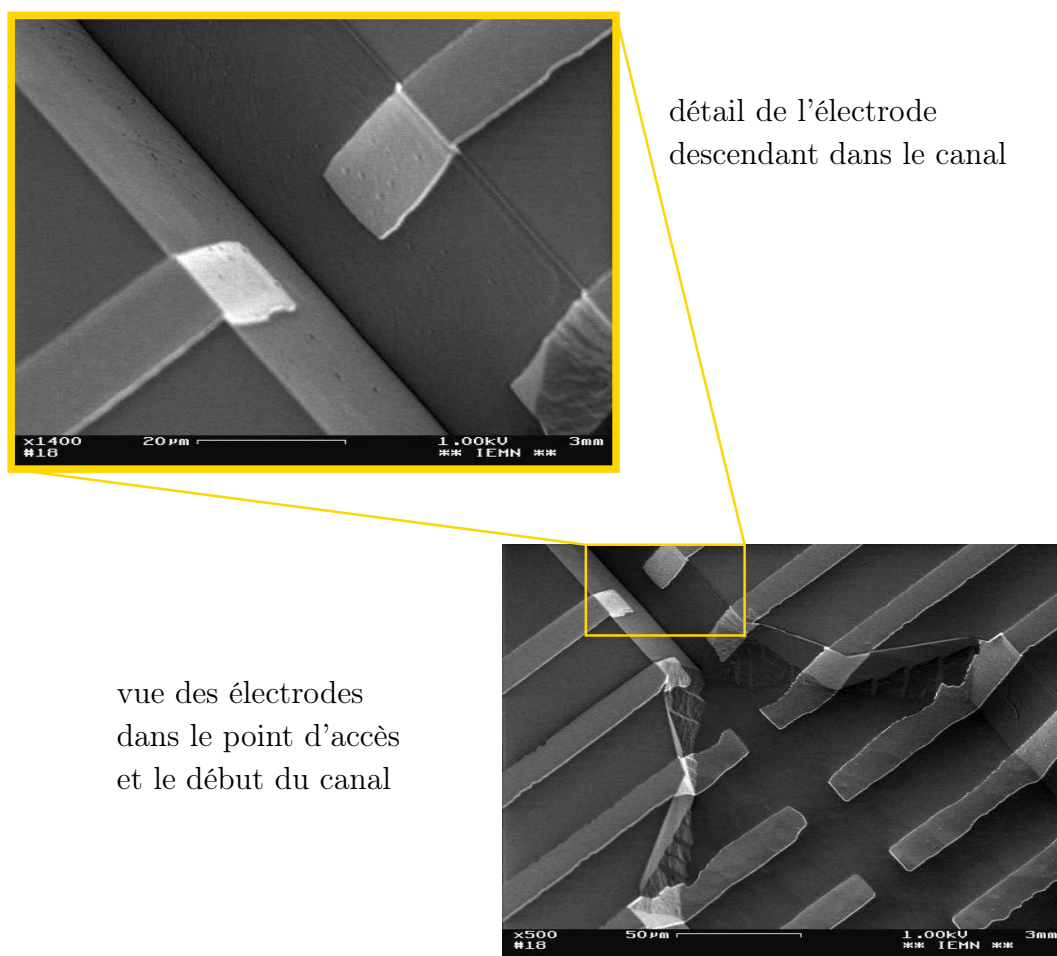


FIG. 5.12 – Images MEB des électrodes en polysilicium dans les canaux

5.6 Réalisation de l'actionneur

La réalisation de la partie structurelle est naturellement, et pour tous les microsystemes en général, une étape critique de la fabrication, plus particulièrement quand l'effet recherché dépend des propriétés intrinsèques du matériau, auquel cas un imprévu lors de la fabrication peut remettre en cause la faisabilité du système.

Ici, la dépendance des propriétés de la SU8 avec son épaisseur, en raison du gradient de contraintes résiduelles, fait que la lithographie de la SU8 ne peut être trop modifiée pour s'adapter aux contraintes topographiques du substrat, et mécanique du procédé d'actionnement.

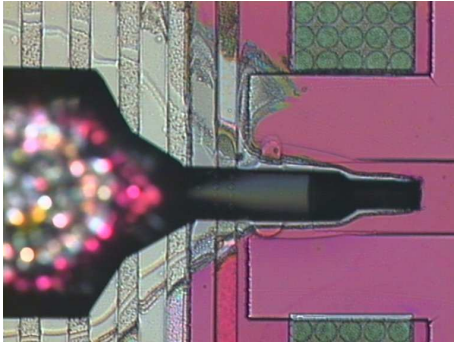
5.6.1 La résine SU8

La résine SU8 est une résine épaisse, ce qui est de bon augure, sachant que les autres lithographies problématiques ont été réussies en utilisant l'AZ4562, une résine photosensible épaisse. Cependant, la SU8 est naturellement en tension, et son recuit inclut déjà une rampe en température, ce qui signifie que si le film se déchire, il n'y aura pas d'amélioration possible à apporter de cette façon.

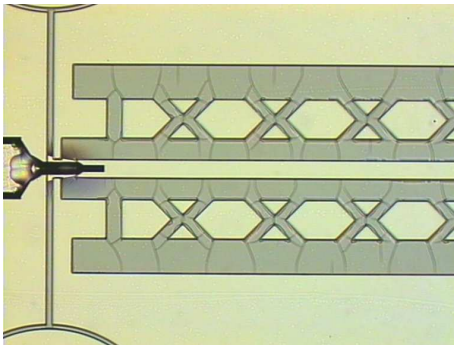
5.6.2 Essais préliminaires pour $2\mu\text{m}$ d'épaisseur

À l'origine, il était voulu que plusieurs séries de structures soient fabriquées, avec une variation de l'épaisseur de SU8 comprise entre 2 et $5\mu\text{m}$. Des essais préliminaires de dépôt dans des canaux sur les premiers substrats ont été faits en vue de permettre un dépôt de $2\mu\text{m}$. Il s'est avéré que le film de résine se rompait une fois de plus au niveau des arêtes. Par la suite, des dépôts de $5\mu\text{m}$ suivis de gravure plasma ont été tentés, infructueusement (figure 5.13). En outre, des expériences ont montré que ces plasmas avaient une forte influence sur les contraintes résiduelles de la SU8[66], ce qui rendait le succès de ce procédé impossible.

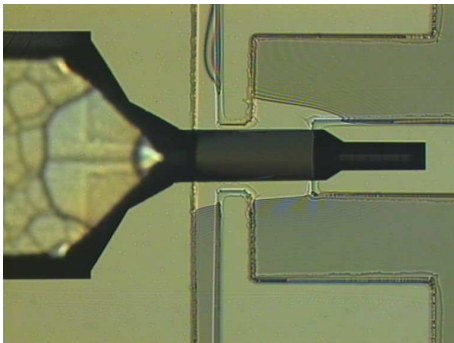
Par la suite, une épaisseur fixe de $5\mu\text{m}$ a été décidée. Au-delà, l'actionneur devient relativement épais au vu de ses fonctions de descente dans le canal,



la résine est trop peu épaisse au bord du canal : elle est détruite pendant la gravure au plasma, et le film est déchiré



la SU-8 s'est craquelée sous l'effet d'un plasma trop intense



les variations de couleur sont dues à un amincissement trop important

FIG. 5.13 – Images au microscope optique des essais d'amincissement de la SU8. L'épaisseur étant beaucoup plus faible au niveau des arêtes, celles-ci sont proprement débarassées de la résine.

et la possibilité de réussir les motifs de petites dimensions est trop largement compromise.

5.6.3 Réalisation à $5\mu\text{m}$ d'épaisseur

Avec une telle épaisseur, comparable à celle utilisée pour l'AZ4562, il devient bien plus aisé de réaliser les structures. En revanche, les motifs les plus petits (perçages dans les réceptacles à micro-objets) sont quasiment éliminés, étant donnée leur position en fond de canal et l'épaisseur plus importante nécessitant donc un temps d'exposition plus important.

La figure 5.14 montre les dépôts de SU8. Le dépôt est cette fois réussi, avec une bonne couverture de l'arête dans le canal en SU8. L'agrandissement montre le détail de la partie devant recevoir le micro-objet à manipuler. Les trous doivent permettre une meilleure adhérence de l'objet cible sur la structure.

5.6.4 Métallisation

Contraintes dans la réalisation

La métallisation doit répondre à un certain nombre d'exigences :

- La SU8 est sensible aux hautes températures et aux plasmas. Il est vital que le dépôt se fasse dans des conditions «douces» pour que les propriétés du matériau ne changent pas.
- Les rapports d'aspect sont toujours aussi importants. Il faut réussir un lift-off dans un canal, ce qui est loin d'être évident.
- La libération se fait en gravant un oxyde basse température, le choix du matériau pour la métallisation doit se restreindre aux matériaux inoxydables sous atmosphère normale, ou dans l'eau.

Lithographie

Pour la lithographie, on se base sur la recette utilisée pour les électrodes, et on applique un traitement avant l'insolation de la résine en trempant le substrat dans un développeur. Les résultats sont probants.

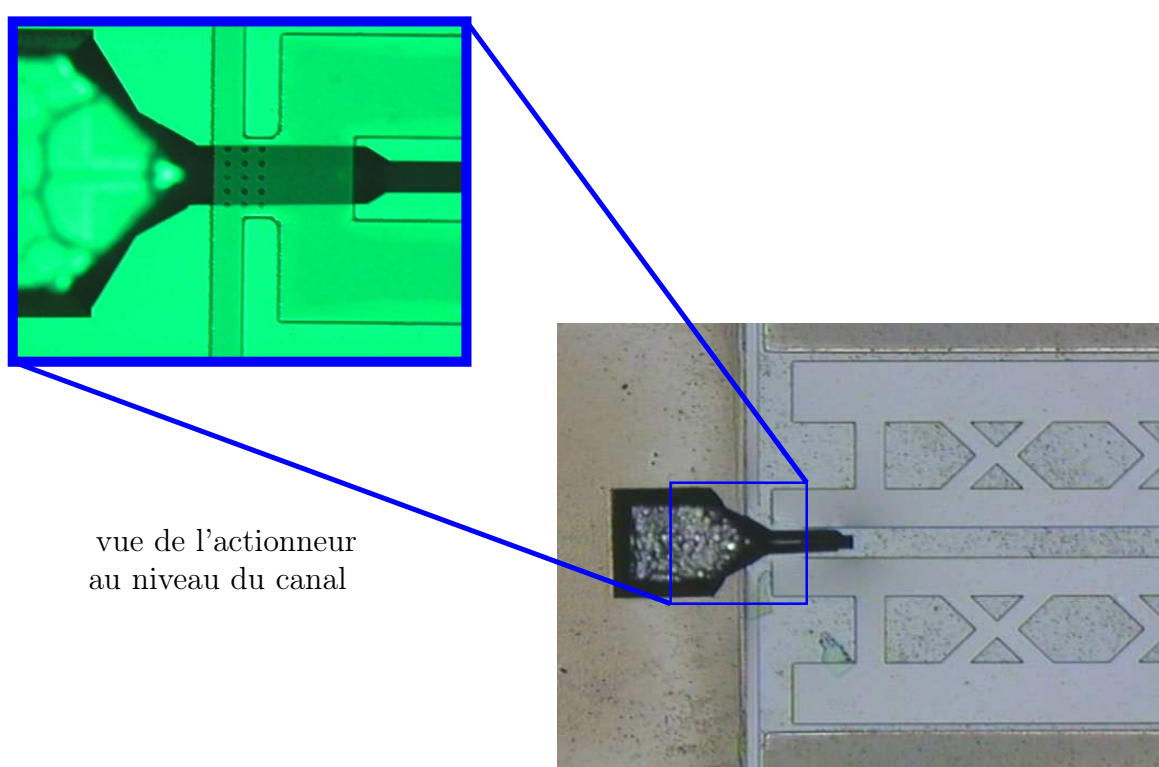


FIG. 5.14 – Images au microscope optique de la couche SU8 développée. L'épaisseur de couche est ici de $5\mu\text{m}$.

Le choix du métal

Le métal utilisé pour les éléments chauffants et l'actionnement électrostatique doit répondre à plusieurs critères :

- La biocompatibilité, pour la cohérence du système vis-à-vis de ses applications possibles dans le domaine de la biologie.
- La résistance aux acides attaquant l'oxyde, étant donné que ceux-ci seront utilisés pour la libération.

Les métaux oxydables sont ainsi éliminés d'office. L'acide utilisé pour la libération étant dilué, l'eau aurait eu comme effet leur oxydation, et les molécules d'oxyde auraient été éliminées par l'acide.

De tous les candidats restant, l'or reste le plus approprié, inoxydable et connu pour être biocompatible, il est le métal idéal pour la réalisation.

Le dépôt

Trois outils de dépôt d'or sont disponibles dans les centrales technologiques de l'IEMN. Elles offrent toutes certains avantages et inconvénients. On s'intéressera notamment à leur bilan thermique, leur contrainte résiduelle, et leur capacité de recouvrement (en vue du lift-off).

L'évaporation thermique : Elle consiste simplement à chauffer sous vide une charge d'or, de telle sorte que les molécules sont vaporisées et se déposent sur le substrat. C'est la technique qui donne le moins de recouvrement, ce qui facilite amplement le lift-off. En revanche, de par sa nature, elle expose l'échantillon traité à des températures relativement élevées, ce qui est nuisible pour la SU8.

L'évaporation par faisceau d'électrons : Un bombardement d'électrons évapore les molécules de la cible qui viennent se déposer sur le substrat. Elle recouvre un peu plus les bords des motifs. Elle permet cependant d'obtenir un bilan thermique plus faible.

La pulvérisation cathodique : Un plasma d'argon arrache les molécules pour les déposer sur le substrat. L'or est de bonne qualité, en revanche, des études[66] ont montré les effets secondaires des plasmas sur la SU8.

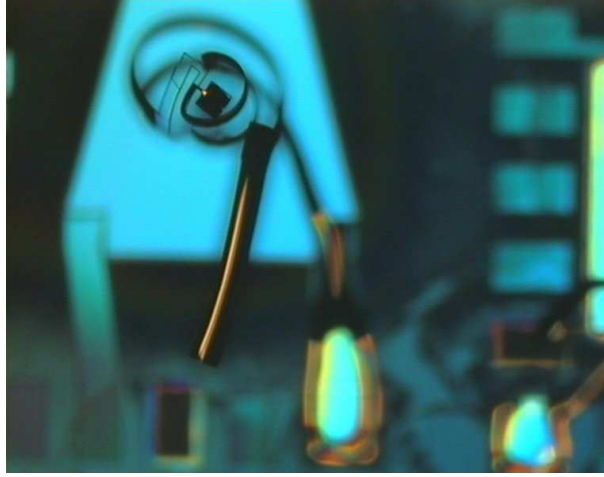


FIG. 5.15 – Image au microscope optique de structures réalisées avec un dépôt d'or par pulvérisation cathodiques puis libérées. Il s'agissait sur les motifs des masques d'une structure de pince plane.

Un essai sur les structures présentées dans ce mémoire a confirmé ces effets, qui rendent les composants totalement inutilisables une fois libérés (figure 5.15).

Il existe une dernière méthode pour obtenir de l'or sur la structure, il s'agit de l'électrodéposition, qui est également disponible en centrale de technologie. Cependant, l'électrodéposition est plus appropriée pour les dépôts de couches de métal épaisses, et implique une utilisation des zones cibles comme cathode d'un bain électrolytique. La nécessité de déposer du métal sur les structures en SU8 rend son application difficile, et complique inutilement le procédé. Cette dernière solution est donc écartée.

Couche d'accroche

Les métaux n'ont pas toujours de bonnes propriétés d'adhérence avec le matériau sur lequel ils sont déposés. Ceci peut entraîner un décollement des couches métalliques au cours du procédé de fabrication. Pour y remédier, on utilise des *couches d'accroche*, qui sont des métaux possédant de

bonnes propriétés d'adhérence avec les autres matériaux. Les couches d'accroche communément utilisées sont le chrome et le titane.

Le choix se porte donc sur un dépôt par faisceau d'électrons. Afin de garantir l'adhérence de l'or sur la SU8, une couche d'accroche est préalablement déposée. La technique de dépôt prime cette fois sur toute autre considération quant au choix de cette couche d'accroche : les évaporations thermiques comme les pulvérisations sont néfastes pour la SU8. Cependant, étant donné la faible épaisseur nécessaire de la couche d'accroche, on pourrait être tenté de dire qu'une exposition très courte à la pulvérisation n'aurait que peu d'influence sur la SU8. On écarte encore cette possibilité : les matériaux utilisés comme couche d'accroche ne sont pas biocompatibles, et la différence de recouvrement entre l'évaporation par faisceau d'électrons et la pulvérisation cathodique expose inévitablement le matériau non bio-compatible. On utilise donc le seul matériau capable de remplir la fonction disponible comme cible dans le bâti concerné, qui est un mélange de nickel-chrome.

Bilan des choix de la métallisation

La couche d'accroche est programmée pour une épaisseur de 50nm, et la couche d'or pour 250nm, ainsi, on peut pratiquement garantir que l'or englobera totalement le nickel-chrome, réduisant les risques de réactions chimiques parasites de ce dernier pendant l'application.

Le résultat du recouvrement des parties de SU8 concernées par le métal est visible sur les figures [5.16](#) et [5.17](#). L'or étant un conducteur, le reste des parties exposées étant isolantes (SU8, nitrure et oxyde de silicium), le métal est bien visible et on distingue les différents éléments composant l'actionneur.

5.7 Libération

5.7.1 La libération, une étape hautement critique...

La libération s'effectue en éliminant l'oxyde sacrificiel. Un des principaux problèmes liés à la libération est l'arrachement des structures finalisées, soit

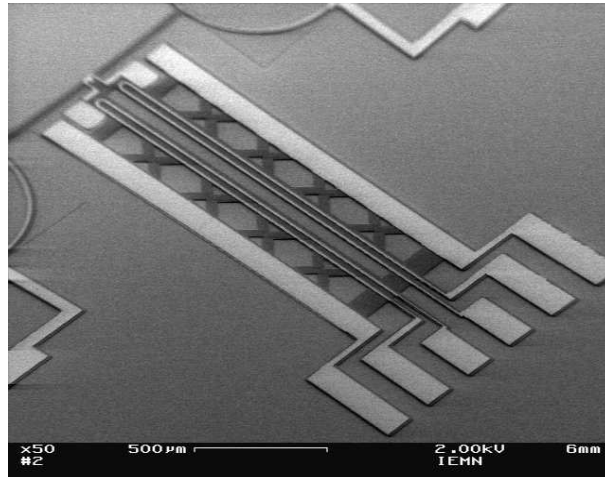


FIG. 5.16 – Image MEB d'un actionneur complet avec la SU8 et la métallisation

Lift-off sur la SU8 en vue de dessus et d'étail sur le canal

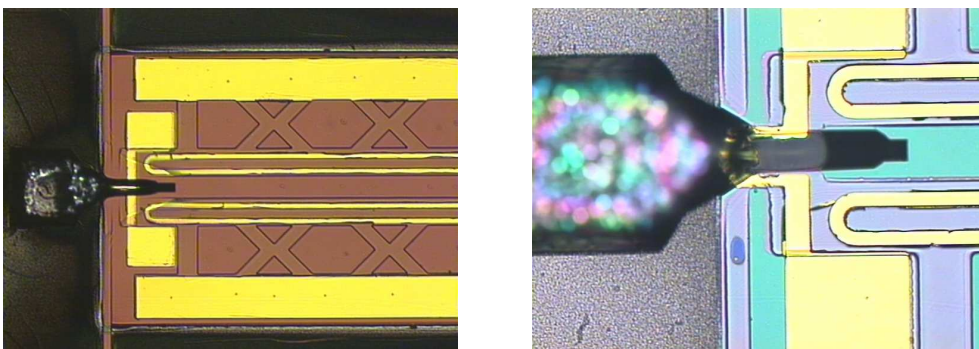


FIG. 5.17 – Images au microscope optique de la structure incluant la métallisation

à cause de flux de liquide (acide, eau de rinçage, alcool, etc.) dû aux inévitables manipulations de l'opérateur, soit à cause d'un défaut de conception géométrique (ancrage trop petite par rapport au reste de la structure), soit encore à cause de l'acide utilisé lui-même, qui attaque les produits composant le microsysteme.

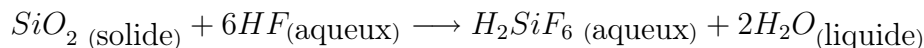
En théorie, une libération échouée ne nécessite que la reprise du procédé à partir de la couche sacrificielle seulement. En pratique, on ne peut garantir que les couches relevant de la partie «fixe» du système pourront résister plusieurs fois aux traitements nécessaires à cette refabrication (bilan thermique, gravures, exposition à l'acide pendant la libération, etc.)

5.7.2 Les agents de gravure de la couche sacrificielle

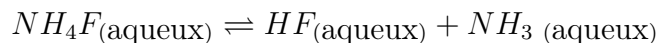
Le but de la libération est d'éliminer la couche sacrificielle intégralement, sans affecter aucune autre partie du dispositif. En pratique, les lois de la chimie ne permettent pas d'inventer ce produit idéal. On peut cependant utiliser des agents de gravure dont la sélectivité permet d'éliminer totalement l'oxyde sacrificiel tout en ayant une influence faible sur le matériau sur le temps de gravure nécessaire à la libération.

Pour graver l'oxyde, les moyens disponibles sont :

L'acide fluorhydrique (HF), en concentrations de 1, 10, ou 50% :



Le B.O.E. ⁸ **7.1** , un mélange d'attaque à base d'acide fluorhydrique et de fluorure d'ammonium NH_4F , ce dernier ayant un effet tampon :



Les recettes de gravure sèche , par plasmas.

Ces dernières peuvent être éliminées tout de suite, d'une part parce qu'une libération nécessite une parfaite isotropie de l'attaque pour éliminer l'oxyde sous les structures à libérer, et sur ce point un bâti de gravure conventionnel

peut rarement rivaliser avec un agent de gravure humide ; d'autre part, parce que les gaz utilisés en gravure sèches gravent indifféremment les oxydes et les nitrures de silicium, avec une vitesse de gravure accrue pour ces derniers. L'isolation étant faite avec du nitrure de silicium faiblement contraint, il n'est pas envisageable de faire la libération dans une chambre à plasma. On note que l'acide fluorhydrique est également agressif avec le nitrure, mais sa vitesse d'attaque est très faible devant celle de l'oxyde. En prenant les précautions adéquates, il peut être utilisé sans problème.

5.7.3 Expérimentations et résultats

L'acide fluorhydrique et le B.O.E ont tous les deux été testés. Si l'acide fluorhydrique, plus encore s'il est à 50%, est bien plus rapide à libérer les structures, on constate aussi malheureusement qu'il a une forte tendance à attaquer l'adhérence entre la SU8 et le nitrure de silicium qui sert d'ancrage. Ainsi, de nombreuses structures ont été perdues au cours de la libération.

Le B.O.E. 7.1 a heureusement permis de faire une libération complète des structures sans les arracher à leurs ancrages (figure 5.18). Il a donc été retenu pour toutes les autres séries de fabrication. Sa vitesse d'attaque sur oxyde basse température est estimée dans une fourchette comprise entre 120nm/min et 200nm/min. Cette différence est la conséquence de la porosité de l'oxyde. Il faut un certain temps au produit pour pénétrer l'oxyde. La gravure se fait donc dans un premier temps exclusivement en surface, et est donc plus lente. Ensuite, la pénétration permet d'avoir une attaque sur une épaisseur plus profonde, et la densité de réactions chimiques au niveau moléculaire est plus élevée, on augmente alors progressivement la vitesse de gravure, jusqu'à un point de saturation.

La maîtrise de la vitesse de gravure est importante, car même si le B.O.E. 7.1 n'attaque pas les zones d'adhésion, la versatilité de l'acide qui le compose permet, suivant le temps de traitement, d'attaquer beaucoup de matériaux existants, notamment, par exemple, le nitrure. Or, la SU8 est ancrée sur du nitrure, une exposition trop longue attaque la surface de celui-ci, et décolle progressivement les structures en SU8. D'un autre côté, un temps

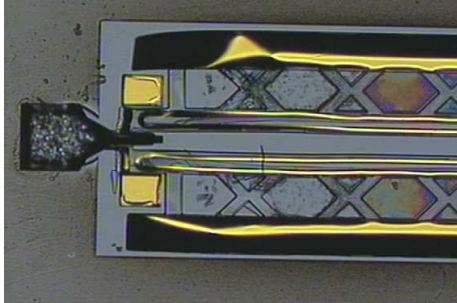


image au microscope optique
en vue de dessus

les zones noires correspondent
à une élévation des structures,
la lumière est déviée

image MEB d'une vue
d'ensemble de la structure

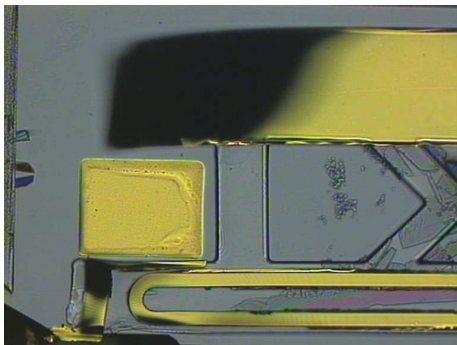
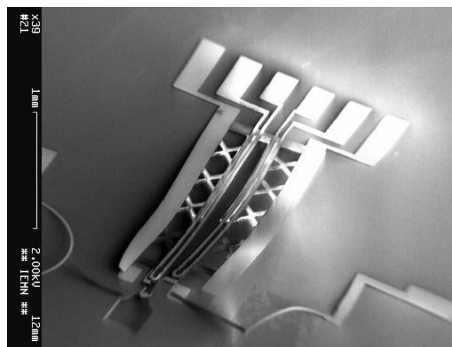


image au microscope optique
du détail du bras électrostatique

image MEB du détail
de la zone au niveau du canal

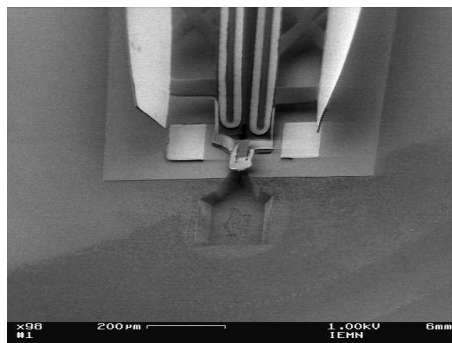


FIG. 5.18 – Structures libérées

d'exposition au produit trop court ne permet pas la libération complète de la structure, qui ne peut alors être actionnée, ou pire : se détruit dès la première sollicitation.

Une calibration a permis d'établir le temps de libération dans une fourchette de 45 à 50min. Ce paramètre est relativement sensible, est il est facile de perdre les structures en débordant à 55min, ou de laisser des structures inutilisables à 40min !

5.8 Bilan des réalisations technologiques

Malgré les difficultés rencontrées, la fabrication a pu être menée jusqu'à la fin. Les structures ont pu être libérées et sont restées attachées à leurs points d'ancrage. Sauf non fonctionnement pendant les tests, on peut dire que le procédé technologique a été validé pour un prototypage.

Au final, la fabrication ne requiert que peu d'étapes dites chaudes, c'est-à-dire peu de dépôts aux fours nécessitant des températures élevées. Ces étapes sont un frein à la co-intégration, car les hautes températures peuvent perturber les matériaux déjà présents (diffusion de dopants, oxydations, etc.). La partie mobile est elle totalement froide, avec un dépôt de SU8 et un dépôt d'or.

En dépit de ses atouts indéniables, la difficulté à maîtriser la SU8 rend le procédé délicat à reproduire, et donc non fiable pour un transfert de technologie ou une production en petites séries. Les contraintes résiduelles fortement variables de la SU8 peuvent même conduire à un décollement des ancrages des structures, ce qui détruit totalement les composants présents sur le substrat.

Pour pouvoir conserver une utilisation de la technique de l'actionneur thermique-électrostatique, il faudrait trouver un matériau de substitution à la SU8, plus facilement maîtrisable, tout en conservant ses propriétés thermiques et une certaine contrainte résiduelle permettant l'application. Cette démarche est loin d'être simple, et il n'y a, à l'heure actuelle, aucun candidat susceptible de la remplacer en conservant ces propriétés.

La fiabilisation de la réalisation passerait donc par une refonte complète du procédé, peu de matériaux étant assez malléables pour être déformés

par 300nm d'or. À l'heure actuelle, il n'y a pas de solution envisagée à ce problème.

Toutefois, suffisamment de structures ayant été libérées, et étant donné que ces structures sont fonctionnelles et utilisables, des tests et mesures peuvent être effectués indépendamment des problèmes technologiques préalables. L'ensemble des expérimentations réalisées sur les composants fabriqués sont présentées dans le chapitre suivant.

Chapitre 6

Tests et caractérisation du micro-extracteur

6.1 Problématique des tests

Ce chapitre présente les résultats de mesures et caractérisation des dispositifs d'extraction de micro-objets présentés dans les chapitres précédents.

Une fois le composant fabriqué, la phase de test et de caractérisation permet de vérifier son fonctionnement et ses performances, pour les comparer avec ce qu'a établi la théorie, mais aussi pour valoriser le travail accompli.

Pour des composants au fonctionnement relativement ouvert, tel que celui étudié ici, le problème se pose alors de choisir un mode opératoire, et déterminer comment caractériser au mieux le composant.

Pour ne rien oublier, on récapitule d'abord les aspects du système.

6.1.1 L'actionneur

Le point de vue électrique

Il s'agit d'un ensemble d'électrodes et de lignes chauffantes. Dès lors, il paraît évident de mesurer les impédances, et leurs variations. L'impédance de l'élément chauffant, notamment, est un facteur à surveiller, non seulement parce qu'elle pourra donner des informations sur le comportement du

système mécaniquement, mais aussi parce qu'une variation d'impédance dépendant de la déformation de l'actionneur pourrait permettre d'ajouter une information pour l'automatisation. Les capacités en régime stationnaire des électrodes d'actionnement électrostatiques seront également mesurées. Enfin, tout naturellement, l'impédance des bornes de mesure sera évaluée à vide dans toutes les configurations possibles (à froid, sous excitation thermique et/ou électrostatique de l'actionneur, après plusieurs cycles de fonctionnement, etc.)

Le point de vue thermique

Évidemment lié à la mécanique, puisque c'est la chaleur qui déforme l'actionneur, on peut estimer la température à laquelle il est exposé lors des sollicitations électriques, et même exciter thermiquement directement l'actionneur, pour comparer les résultats avec une sollicitation d'origine électrique.

6.1.2 Le convoyeur diélectrophorétique

Beaucoup plus «primaire» dans son utilisation, le convoyeur ne réclame qu'une étude électrique, mais poussée, de l'impédance de ses électrodes : à l'air, dans l'eau, quand un ou plusieurs objets sont aux alentours. L'idéal serait qu'on puisse détecter le passage des micro-objets devant les électrodes, ce qui permettrait de pouvoir détecter leur traversée du canal et prédire leur arrivée sur l'actionneur. On aurait alors un système prêt pour une complète automatisation.

6.2 De la précision sur les mesures

Si la mesure repose sur une théorie mathématique rigoureuse, la mesure pratique n'est jamais parfaite. Les protocoles employés peuvent induire des erreurs, les appareils sont imprécis, et souvent les conditions d'expérimentation ne sont pas optimales, on admet naturellement qu'elles ne sont jamais idéales.

Toutefois, les outils de mesure actuels combinés aux sciences de la mesure, ainsi qu'au recoupement avec les résultats analytiques et numériques offrent une certaine garantie sur ce qu'on observe. Une simple relevé de valeur sur un matériel non maîtrisé concernant une expérience peu rigoureuse n'a la plupart du temps aucune crédibilité. Mais une série de mesures, reproductibles, sur une expérience précise, menée à partir d'un protocole rigoureux, qui corrobore des études préalables, peut être considérée comme étant «vraie».

Il est donc important de connaître à la fois ce qu'on cherche, mais aussi ce qu'on utilise pour le chercher. On va donc s'intéresser au matériel utilisé pour les mesures, et aux protocoles opératoires adéquats pour les rendre reproductibles et pertinentes.

6.3 Outils de caractérisation

Les appareils disponibles sur les bancs de test de l'IEMN sont majoritairement achetés dans le commerce. Il s'agit d'appareils électriques courants, tels des multimètres, des générateurs de tension et courant continu ou alternatifs, des oscilloscopes, etc. En plus de cet ensemble de matériel standard, le test de microsystèmes requiert quelques équipements plus particuliers, et plus spécialisés. Et comme chaque microsysteme peut être différent d'un autre, il arrive souvent de devoir construire quelques éléments nécessaires au test de sa propre structure.

Le système sera caractérisé à l'aide d'un banc de test comprenant une station sous pointes *Karl Süss*, dotée d'une table à déplacements en X , Y , Z et Θ , et d'un support pour microscope. Ce dernier vient du fabricant *Hirox* et peut recevoir des optiques classiques à grossissement variable, mais aussi des optiques moins usuelles, telle qu'une optique avec un jeu de miroir permettant un angle de vision à 45° . Ce dernier est très utile pour mesurer le déplacement hors plan de microstructures.

Cette station peut être utilisée directement, conjointement à un jeu de micromanipulateurs, équipés d'une micropointe. Cette configuration est très souple et permet d'envisager pratiquement tout type de manipulation. On reste cependant limité par la quantité de manipulateurs pour établir des

contacts, et certaines optiques ont une distance focale très faible, ce qui rend impossible le passage des micropointes entre l'optique et le composant à tester.

Il existe deux solutions à ce problème : la première est d'avoir un substrat et une géométrie des composants prévus pour la découpe et le collage de fils sur le composant. Cette méthode est très efficace, mais aussi très lourde, chaque composant devant être traité séparément par un opérateur.

L'autre méthode est de recourir à une carte à pointes. Celle-ci consiste en fait en un circuit imprimé sur lequel sont montées un ensemble de micropointes, le circuit imprimé possédant un connecteur pour récupérer les contacts. Cette solution présente un bas profil, ce qui permet l'utilisation d'optiques à faibles focales, mais propose également un accès plus aisé à un grand nombre de contacts.

C'est cette dernière solution qui a été retenue pour le test des structures. Une carte à 44 pointes a été commandée à cette occasion, et un boîtier de connexion artisanal a été fabriqué pour manipuler facilement les accès électriques aux structures.

Les détails techniques concernant l'équipement de test sont donnés dans l'Annexe B.

En plus du matériel de test proprement dit, pour valider le fonctionnement du système, des billes de latex phosphorescentes seront utilisées comme échantillons de test pour la manipulation d'objets. Celles-ci ont été fournies par *Polysciences*.

Elles ne seront pas utiles dans un premier temps, puisqu'il s'agit avant tout de caractériser l'actionneur seul.

6.4 Déformation initiale de la structure

Les photos de la figure 6.1 montrent différentes structures à l'état initial. Une première constatation s'impose : l'actionneur est bien plus déformé que ne le laissait présager la théorie. On trouve sur l'actionneur non retenus par les ajouts en SU8 un rayon de courbure de $632\mu\text{m}$, soit, en l'absence de support, une déflexion initiale dans la direction $-O_z$ de $454\mu\text{m}$, au lieu des

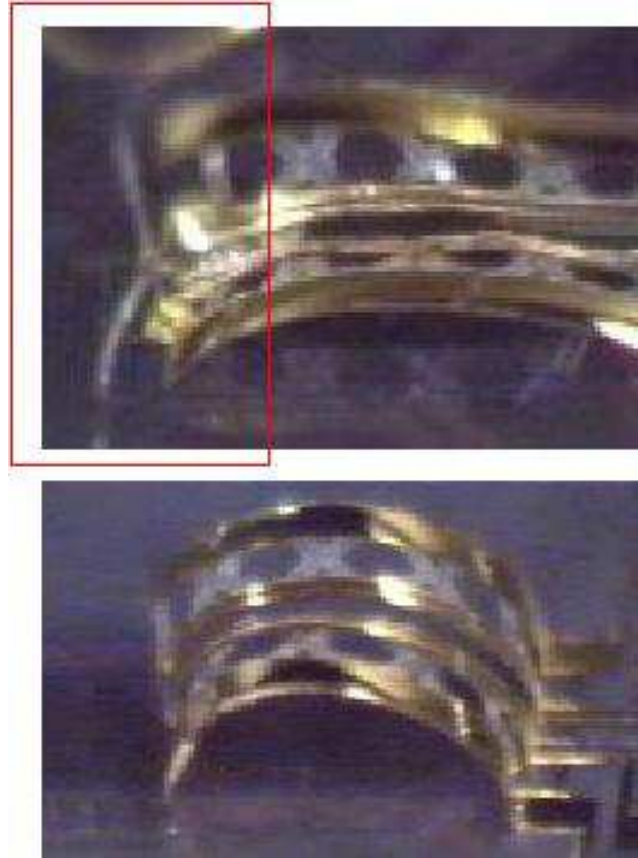


FIG. 6.1 – Images au microscope optique en vue de trois-quart des actionneurs au repos

$37\mu\text{m}$ prédits. Cette différence est explicable par une sous-estimation des contraintes résiduelles de l'or, et peut-être aussi de la couche d'accroche de 50nm de nickel-chrome.

Les systèmes de rétention ajoutés au réceptacle prennent ici toute leur importance, puisqu'ils permettent de conserver celui-ci à un niveau très proche de la zone de réception.

Un nouveau calcul effectué à partir de ces mesures donne en réalité une contrainte résiduelle de 46MPa , au lieu des 30MPa estimés auparavant. Bien que cette différence puisse sembler faible, elle est suffisante, étant donné la très grande raideur de l'or devant la SU8, pour augmenter considérablement la déformation initiale.

L'actionnement est néanmoins parfaitement possible, et malgré la déformation initiale plus importante que prévue, les tests sont poursuivis.

6.5 Caractérisation de l'actionnement électrothermique

L'actionneur est l'élément clé de la fonction d'extraction entre milieu liquide et milieu sec. Son bon fonctionnement est fondamental pour considérer l'étude du système comme un succès. Ses deux composantes électrothermiques et électrostatiques ne sont pourtant pas d'importance égale : L'actionnement thermique doit permettre au réceptacle de glisser dans la zone de réception des micro-objets, puis de lever ce dernier hors du canal. La partie électrostatique est censée être plus une sécurité pour optimiser le plaquage de la structure sur le substrat, et donner donc de meilleures chances au réceptacle de passer sous l'objet cible.

6.5.1 Excitation électrique

Dans un premier temps, on va étudier l'actionneur thermique en régime statique, puis on évaluera son temps de réponse à une excitation électrique.

Régime statique

Chacun des deux bras de l'actionneur possèdent des lignes de chauffage destinées à l'actionnement thermique. On utilise une alimentation stabilisée pour tester les composants. Afin de rester pertinent sur l'alimentation en tension ou en courant, une caractérisation de la résistance des lignes est donnée sur la figure 6.2. D'une structure à l'autre, on peut observer une très bonne régularité des valeurs de résistance, avec des variations de l'ordre de 5%.

La résistance évolue de 12Ω au repos à 34Ω en régime normal. Au-delà d'un certain seuil, il est toujours possible de mesurer une résistance, mais elle n'est valable que quelques secondes avec la dégradation de la structure,

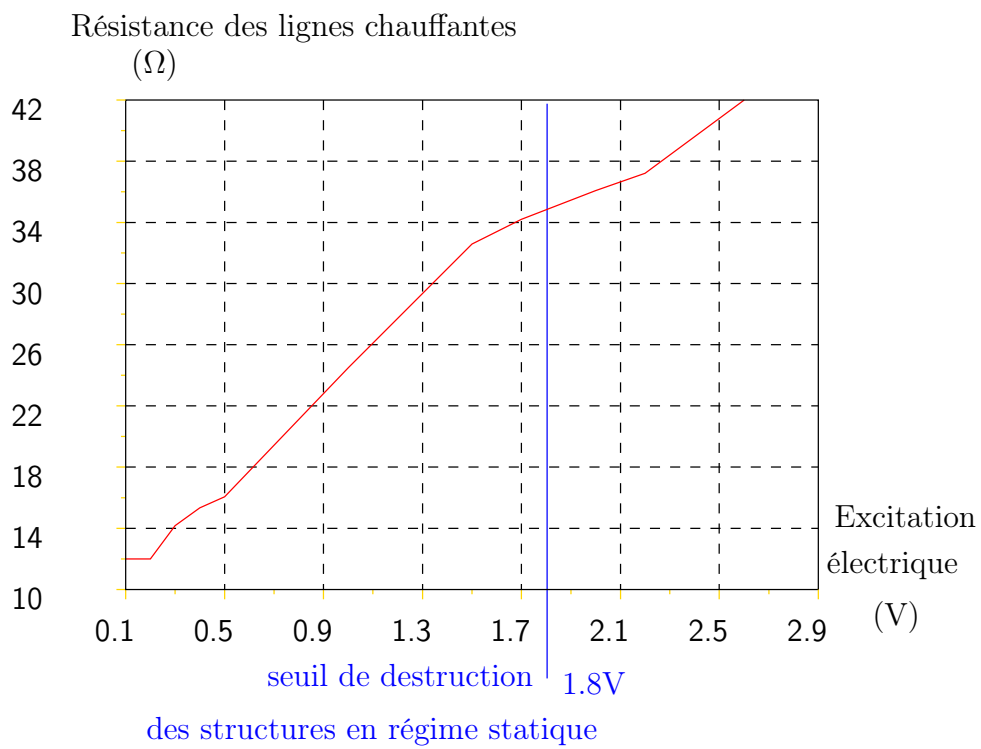


FIG. 6.2 – Évolution de la résistance en fonction du courant d'excitation

plus ou moins rapide selon le niveau d'excitation. On parvient cependant à mesurer des valeurs stables pendant ces quelques instants pour des tensions atteignant 2.9V, et des courants atteignant 70mA environ. Toutes ces mesures ont été effectuées sur des actionneurs dont les 2 bras étaient fonctionnels. La dégradation de l'or est visible à vue d'oeil.

Le point problématique soulevé par cette destruction pour des excitations relativement faibles au vu des nécessités de déplacement et la durée de vie des structures en fonctionnement. Si la dégradation est très rapide pour des tensions connues, il est évident qu'une structure utilisée légèrement en deça de sa température critique ne pourra prétendre à une longue durée de vie.

Le test réalisé en durée, avec un actionnement intermittent (1s d'actionnement, 1s de refroidissement systématiquement) a permis à un des actionneurs d'effectuer des cycles de déformation pendant 16min, soit environ 480 excitations/relâchements. Ce chiffre est faible au regard d'actionneurs pour des applications de commutations, etc. Mais il s'agit ici de récupérer des micro-objets séquentiellement. Si un dispositif est capable d'extraire 480 micro-objets, on peut déjà considérer que sa durée de vie pratique sera bien plus longue.

Le test de déformation pure est réalisé sur des actionneurs non attachés aux dispositifs de retenue de réceptacle. On donne le rayon de courbure comme donnée de référence pour appréhender la déformation progressive de l'actionneur (il n'est que peu sujet à l'influence du substrat). La déformation de l'actionneur lui-même est observable sur la figure 6.3.

La figure 6.4 donne la courbe d'évolution de la déflexion équivalente sans surlequel l'actionneur vient s'appuyer.

Des tests de chauffage direct du substrat ont été tentés pour établir une relation précise entre l'excitation électrique et l'échauffement de l'actionneur. Cependant, la dissipation thermique trop importante par le substrat, sous forme de convection et de radiation, a donné des résultats par trop absurdes pour être jugés présentables. Ils ne seront donc pas repris ici.

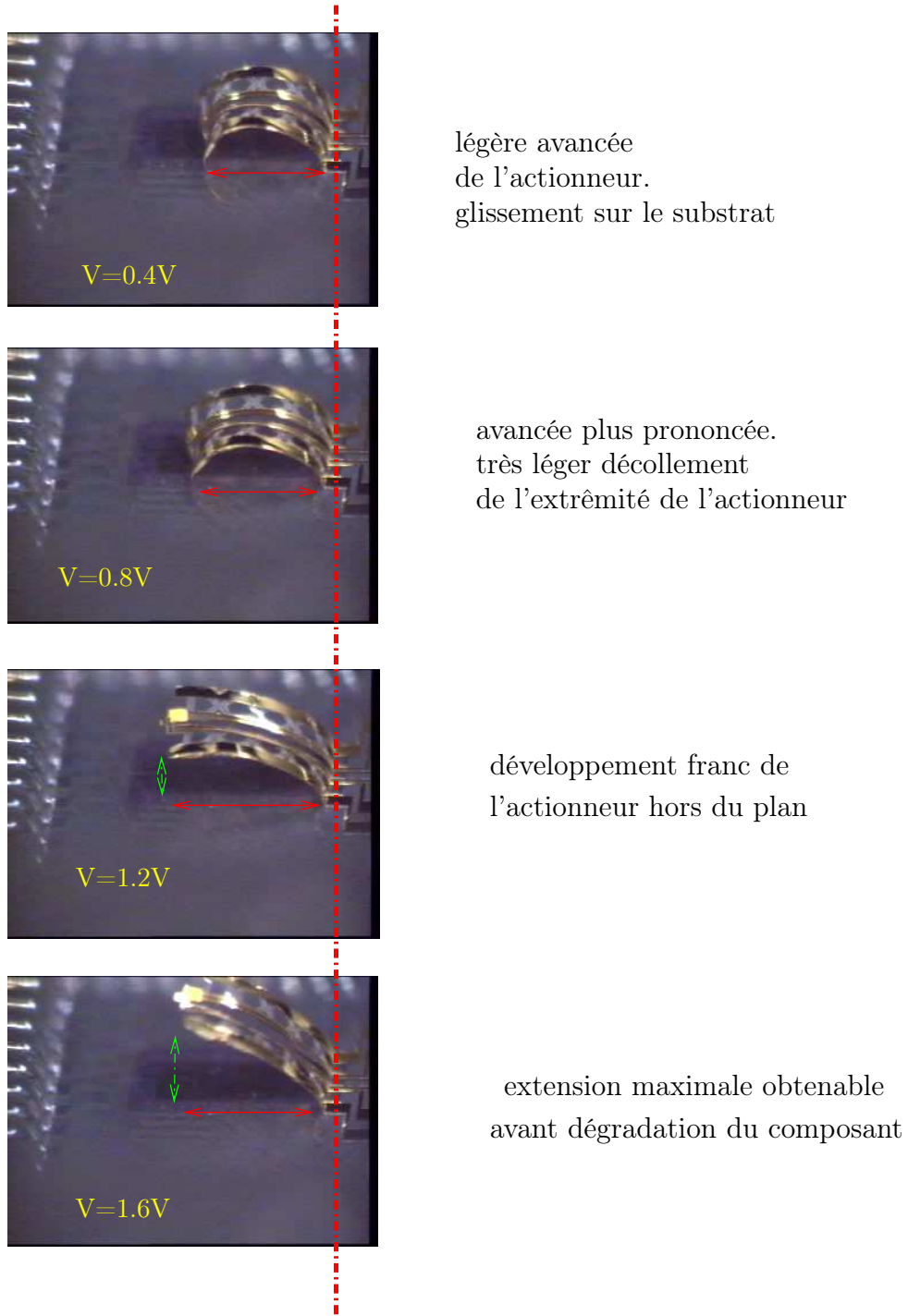


FIG. 6.3 – Images au microscope optique en vue de trois-quart de l'actionneur déformé sous l'effet de l'excitation thermique

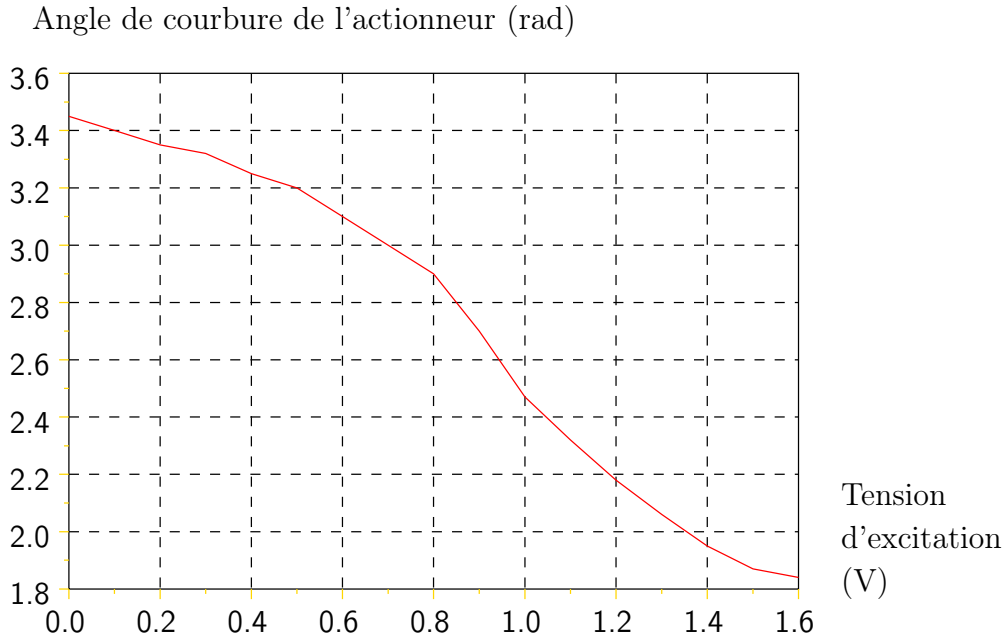


FIG. 6.4 – Courbe représentant la variation de l'angle de courbure de l'actionneur suivant son excitation en tension

Régime dynamique

L'actionnement thermique est relativement lent, en effet, l'actionneur n'est stable qu'une fois que la SU8 a atteint sa température finale. On peut observer, à partir d'une certaine tension, en utilisant un signal créneau en entrée, que l'actionneur a tendance à s'étendre rapidement, avant de réduire légèrement sa déformation, environ 1.4s plus tard. Cette variation étant faible, elle n'est pas prise en compte pour mesurer la fréquence de coupure de l'actionneur. Afin d'observer plus distinctement les amplitudes, on effectue également la mesure de la réponse en fréquence sur les actionneurs non-attachés aux dispositifs de rétention. Il convient de prendre en compte le fait que leur charge ralentit l'actionneur, et que la fréquence de coupure pratique des actionneurs complets est légèrement plus faible.

La figure 6.5 présente la variation de l'angle de courbure minimal que peut adopter l'actionneur suivant la fréquence d'excitation, pour une tension de 1.6V. On note une coupure à partir de 2.4Hz. Cette fréquence de coupure est

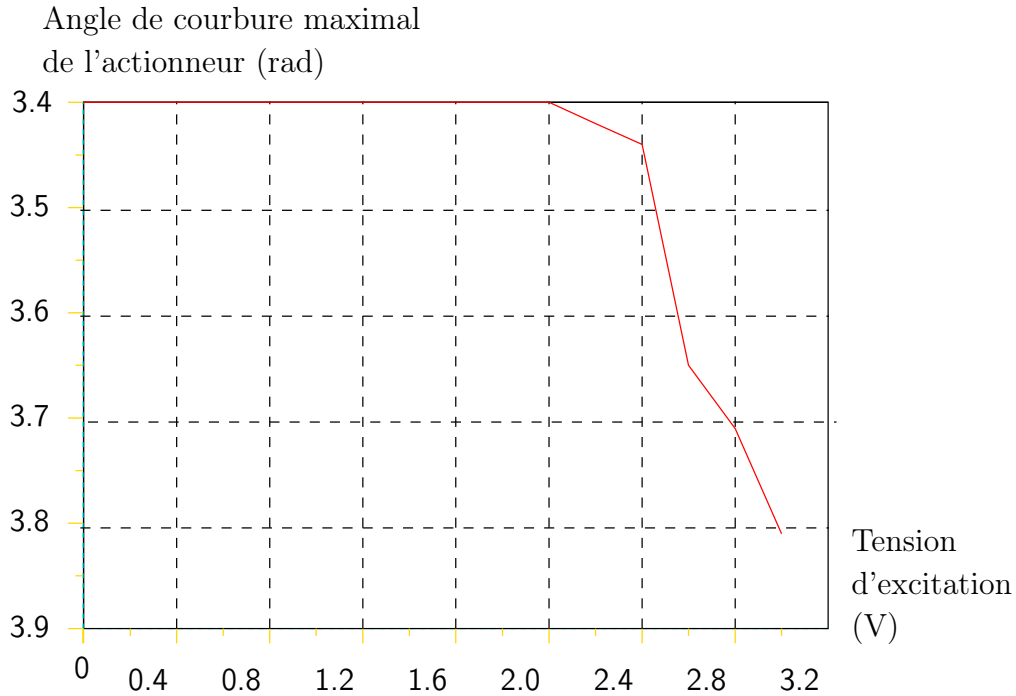


FIG. 6.5 – Variation de l'angle minimal de courbure de l'actionneur suivant la fréquence d'excitation pour une tension d'excitation thermique constante de 1.6V

très faible, mais l'application ciblée ne nécessite aucunement un actionnement rapide : le but est d'extraire des micro-objets ponctuellement. L'étape de diélectrophorèse elle-même est relativement lente, comme on va le voir plus bas.

6.6 Caractérisation de l'actionnement électrostatique

L'actionnement électrostatique est obligatoirement couplé à l'actionnement thermique pour avoir un effet observable. En effet, la géométrie initiale de la structure rend les surfaces en vis-à-vis extrêmement faibles, au point que la capacité entre les électrodes est non mesurable par les appareils électroniques à disposition. Pour obtenir des résultats intéressants, on consi-

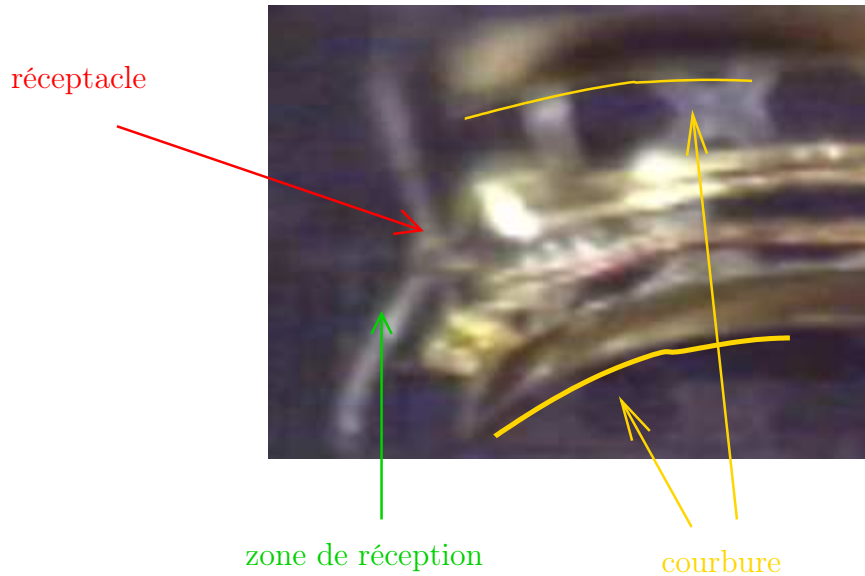


FIG. 6.6 – Image au microscope optique en vue de trois-quart d’un actionneur excité thermiquement pour optimiser le placement de son réceptacle

dèrera toujours une excitation thermique à même d’aplanir le plus possible les bras de l’actionneur, tout en gardant comme priorité une proximité avec le substrat.

6.6.1 Géométrie et contrôle des déformations

Obtenir une bonne géométrie par rapport au substrat est délicat, certaines structures étant largement déformées, à tel point que le bras d’actionnement ne revient jamais en position plane parallèlement au substrat. De plus, la forme courbe adoptée par l’actionneur place l’extrémité du bras bien plus près de l’électrode enterrée que la partie située au niveau des ancrés (voir figure 6.6).

Les conséquences sont plutôt lourdes pour la fonctionnalité du système, puisque l’actionnement électrostatique a tendance à attirer l’extrémité des parties métallisées de l’actionneur. Le résultat est que le bras d’actionnement électrostatique se déforme encore d’avantage pour venir poser le bord de

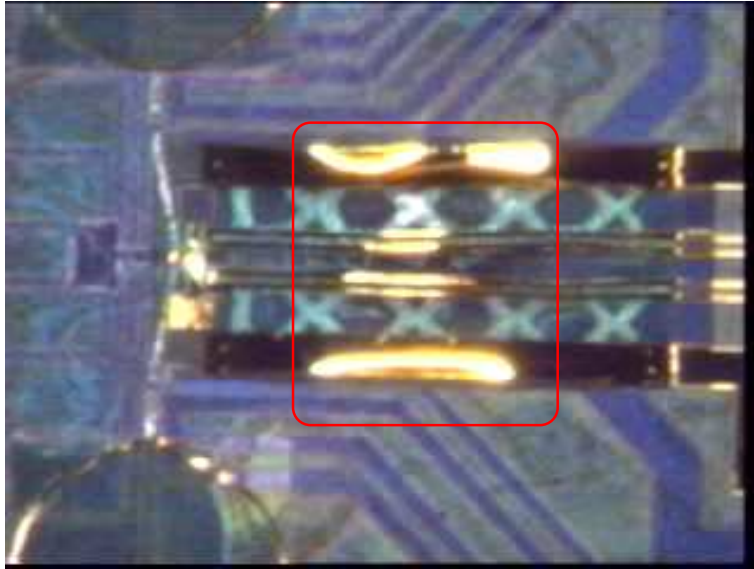
l'actionneur le plus éloigné des ancrages en premier, l'effet «zip» escompté n'est donc pas visible, comme il va être exposé.

L'actionnement électrostatique implique la présence d'un champ électrique important entre une électrode enterrée et la partie mobile. L'électrode fixe, sur le substrat, est protégée par un isolant, pour éviter un court-circuit quand la partie mobile vient toucher le substrat. Cependant, cette couche est souvent sujette au phénomène de charge électrique : des charges apparaissent aux bords de la couche isolante, et constituent une barrière à la propagation du champ électrique, réduisant, voire éliminant l'effet électrostatique. Afin d'éviter ce phénomène de charge, l'excitation se fait à l'aide d'un générateur de tension sinusoïdale couplé à un amplificateur haute-tension fabriqué conjointement avec l'ISEN et l'équipe Microsystèmes Silicium, capable de délivrer des tensions de plus ou moins 200V.

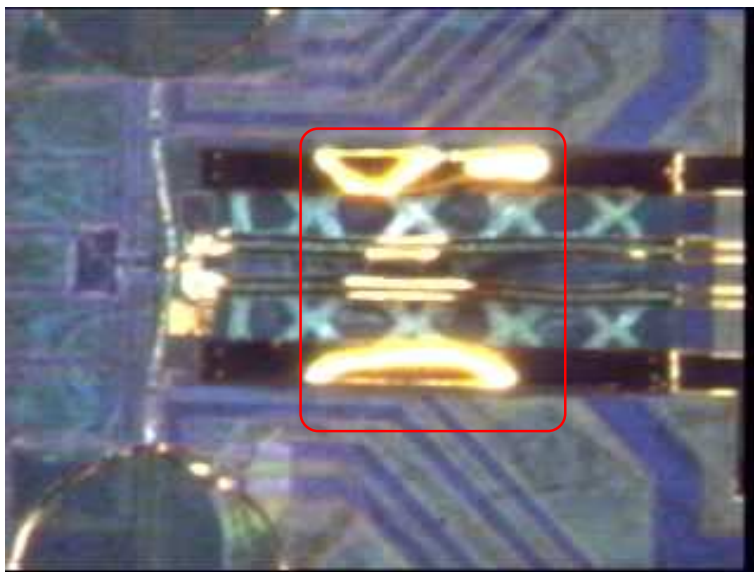
Des tests préliminaires confirment, sur toutes les structures essayées, que l'actionnement électrostatique seul n'a absolument aucun effet sur les actionneurs si ceux-ci ne sont pas déjà soumis à une déformation d'origine thermique.

Pour les actionneurs liés aux dispositifs de rétention du réceptacle, une tension d'excitation thermique de 1.4V donne le meilleur compromis entre mouvement du réceptacle vers le canal, et l'élévation de la structure hors du plan du substrat.

Dans ces conditions, on observe un début d'effet au microscope optique à partir d'un signal sinusoïdal de 80V d'amplitude crête-à-crête, à une fréquence de 1kHz. Si les effets sont peu sensibles à la fréquence, on peut en revanche observer la très grande influence de la tension d'excitation. La figure 6.7 montre un phénomène d'aplanissement du bras électrostatique sur le substrat. Il faut cependant noter que le réceptacle n'a pas, comme il aurait été souhaitable, atteint la zone de réception. Sur les images, les zones noires de l'actionneur correspondent à une déformation de la surface, dont la normale n'est pas orientée vers l'optique du microscope. Les zones lumineuses correspondent à l'or qui réfléchit la lumière dans la direction de l'optique, donc dont la surface est plane en prenant le substrat comme référentiel. On constate sur la seconde image que la surface lumineuse est plus large que sur la première.



actionneur soumis
à une excitation
thermique



actionneur soumis
à une excitation
thermique
et
à une excitation
électrostatique

FIG. 6.7 – Images extraites d’une vidéo au microscope durant un essai d’actionnement électrostatique. Les lignes chauffantes sont excitées à une tension de 1.4V.

C'est le signe de l'actionnement électrostatique. Sur la première image, la zone lumineuse est présente en raison de la forme courbe de l'actionneur, il s'agit de l'apex des bras métallisés. Sur la seconde image, l'actionnement électrostatique a pu plaquer cette zone sur le substrat et l'étendre. Un autre signe révélateur de ce phénomène est que le réceptacle a légèrement avancé, en raison de la réduction de la courbure de l'actionneur. Ce résultat a été obtenu pour une tension d'actionnement de 100V.

Sur d'autres structures, le champ électrique a eu pour conséquence de plaquer en premier l'extrémité trop incurvée de la poutre, accentuant un peu plus sa déformation, et éloignant encore le reste de l'électrode du substrat. Cet effet a plutôt tendance à faire reculer le réceptacle, ou pire, à exercer un effet de levier qui l'oriente vers le haut.

Sur aucune des structures testées il n'a pu être possible de combiner actionnement thermique et actionnement électrostatique de telle sorte que le réceptacle se retrouve bien au niveau de la zone de réception.

Il est par conséquent impossible de réussir à capturer et extraire un micro-objet à l'aide du réceptacle.

6.6.2 Forces des modes d'actionnement

L'actionnement thermique est connu pour développer une force non négligeable. Sur les premières structures réalisées, un problème de temps de libération a maintenu les réceptacles attachés au substrat. L'excitation thermique a largement permis d'arracher le réceptacle en SU8. Dans le même ordre d'idées, suite à une erreur de manipulation, un actionneur s'est retrouvé immergé dans une gouttelette. L'actionnement a été tenté, et l'actionneur a pu vaincre les forces de capillarité du liquide pour adopter un comportement normal. La force de l'actionnement électrostatique est beaucoup plus ténue. En effet, le simple fait de diminuer l'excitation thermique, suffit à faire perdre l'adhérence de l'actionneur au substrat. La pression électrostatique n'est pas suffisante pour maintenir l'actionneur en place, et encore moins pour provoquer une déformation d'un objet.

6.6.3 Fiabilité de l'actionnement

En dehors des structures visiblement détériorées, voire arrachées durant la phase de développement, quasiment tous les actionneurs peuvent fonctionner, au moins pour la partie thermique. L'actionnement électrostatique est plus délicat, en raison de la géométrie variable des structures, qui peut empêcher le bon fonctionnement.

À noter aussi que des structures sont restées dans une atmosphère normale pendant 8 mois, et qu'il était toujours possible de les actionner ensuite. Le vieillissement de la SU8 en utilisation, par contre, donne des temps de vie de structures bien moindres, de l'ordre du quart d'heure pour une excitation assez forte.

6.6.4 Conclusion sur l'actionneur

Au final, l'actionneur est non fonctionnel vis-à-vis de l'application visée. Il ne peut assumer sa fonction d'extracteur. L'actionnement thermique est tout de même viable, et sûr. Il présente des caractéristiques intéressantes, et a notamment prouvé la viabilité d'une solution peu coûteuse. On peut envisager une reprise du projet, ou une autre utilisation du potentiel qu'à présenté l'actionneur en SU8.

6.7 Test de la diélectrophorèse

La diélectrophorèse est testée à l'aide de 4 signaux déphasés de 90° , sur un liquide contenant des microbilles en latex de $10\mu\text{m}$ de diamètre environ. Un problème rencontré est qu'il a été impossible pour le fabricant de fournir les caractéristiques en termes de permittivité électrique du liquide et des microbilles. Les fréquences de fonctionnement ont donc été établies par balayage et observation. Un autre problème a été la difficulté à déposer une goutte de solution dans le réservoir prévu à cet effet. La figure 6.8 présente des images extraites d'une vidéo de test de diélectrophorèse.

La fréquence d'actionnement est ici de 130kHz, pour une tension d'excitation de 15V crête-à-crête sur les électrodes. Dans ces conditions, la vitesse

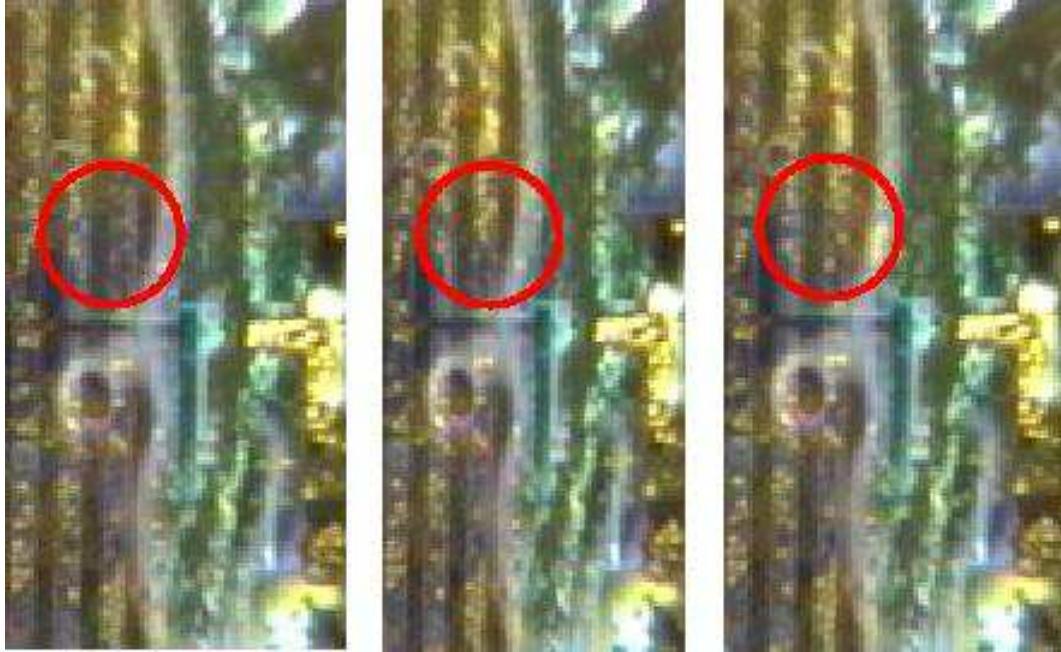


FIG. 6.8 – Images au microscope optique du canal et du réceptacle pendant un essai de diélectrophorèse

de déplacement des micro-objets mesurée est de $6\mu\text{m/s}$ environ. Il s'agit ici d'un effet de diélectrophorèse positive : les microbilles se déplacent vers les maxima de champs électriques. Sur les images, on constate un déplacement essentiellement hors du canal, autour des pistes menant aux électrodes. Il semble en effet que l'affinement des électrodes de diélectrophorèse au niveau de la descente dans le canal influe largement sur la propagation des champs électriques, ce en raison d'une augmentation locale de la résistivité. Néanmoins, la diélectrophorèse fonctionne également dans le canal.

6.8 Test combinant l'actionneur et la diélectrophorèse

Malgré l'impossibilité pour l'actionneur d'atteindre une place où il pourrait récupérer des micro-objets venant du canal, on tente tout de même de combiner la diélectrophorèse et l'actionnement mécanique de l'extracteur.

Le résultat est très peu probant. Les images de la figure 6.9 montrent un phénomène inattendu : la chaleur de l'actionneur se propage suffisamment pour évaporer le liquide contenant les micro-objets.

Ceci est un autre élément compromettant pour trouver des solutions viables pour le fonctionnement du système.

Cependant, il existe des pistes pour résoudre ces problèmes :

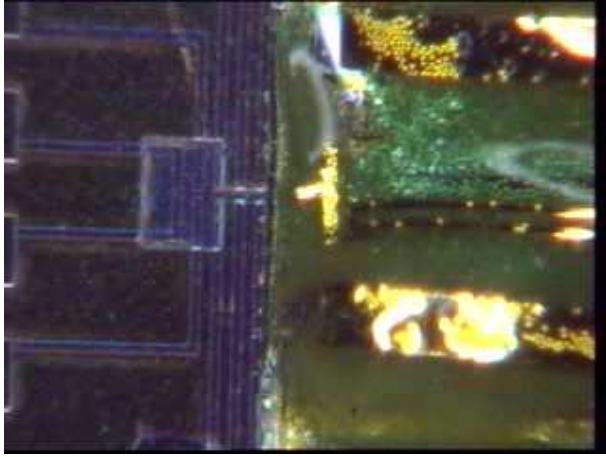
- Un changement de géométrie, de configuration à la fois de l'actionneur et du canal devrait permettre de résoudre le problème du «recul», le but étant de pouvoir libérer un actionneur qui soit serait retenu sur place, soit serait entièrement opérationnel une fois libéré, en prévoyant la zone de réception ailleurs que sous le réceptacle avant la libération.
- Le problème de la dissipation thermique peut également être résolu, en imaginant des ajouts à la structure pour évacuer la chaleur, ou encapsuler les zones sensibles dans un matériaux thermiquement isolant, ce qui permettrait aussi de travailler avec des niveaux tensions plus faibles.

6.9 Conclusion sur la caractérisation

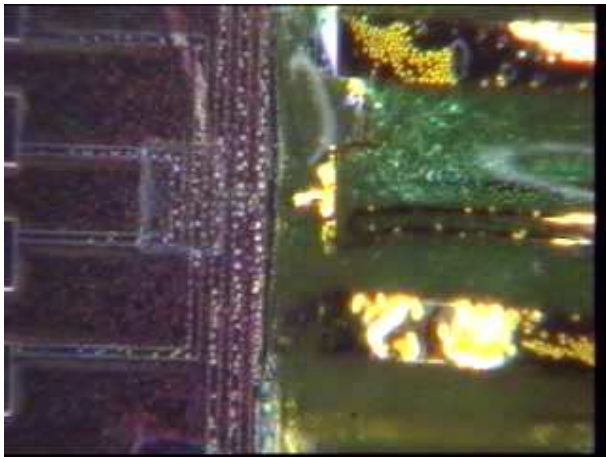
En conclusion, il existe des possibilités à envisager pour permettre au système d'être fonctionnel, ce qu'il n'est pas à l'heure actuelle.

Ceci étant, l'actionnement thermique de la SU8 s'est montré à plus d'un titre intéressant, tant par sa capacité de longévité que par la force qu'il peut déployer, et son faible coût de fabrication.

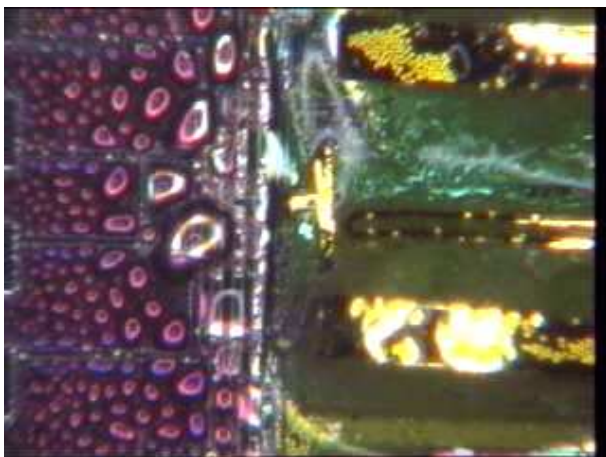
De même, le convoyeur diélectrophorétique, s'il est encore loin d'être optimal, peut être considéré comme fonctionnel.



actionneur au repos



début de l'excitation thermique



la chaleur se propage dans le liquide du canal

FIG. 6.9 – Images extraites d'un film sous microscope optique d'actionnement de structure avec présence de liquide dans le canal de diélectrophorèse

Conclusion générale

La première partie de cette étude a présenté les différents outils et techniques actuels pour manipuler des micro-objets, que ce soit par voie mécanique ou par voie électromagnétique.

Au vu du panel de dispositifs existants, l'idée est apparue de se concentrer sur des dispositifs peu coûteux, capables d'appréhender des micro-objets variés, y compris du matériel biologique.

Un premier composant est donc fabriqué, une microsonde capable d'aller mesurer des grandeurs électriques de cibles circulant dans un canal. Les microsondes sont fonctionnelles et ont permis d'aboutir à une publication en conférence. Elles sont faites de polysilicium et de SU8.

La technologie de la SU8 étant assimilée, on se penche alors sur un autre problème : il existe toute sorte de systèmes pour déplacer, attrapper, manipuler mesurer des objets en milieu liquide ou sec, mais il n'existe quasiment aucun dispositif, à une exception près, capable de passer une cible d'un milieu liquide vers un milieu sec ou vice-versa.

Dès lors, un nouveau système est imaginé, dont le but est d'appréhender un micro-objet dans un milieu liquide et l'amener dans un milieu sec. Ce système est composé d'un outil de convoi en milieu liquide, la diélectrophorèse, et d'un actionneur en résine SU8 et or. Après une étude théorique et une fois la phase de fabrication terminée, le système est testé. Il s'avère qu'il n'est pas à même de remplir sa fonction, tant à cause du manque de contrôle sur la géométrie de l'actionneur que sur d'autres problèmes inattendus (dissipation thermique, etc.).

Pour résoudre ces problèmes et rendre le système fonctionnel, il faudrait revoir la conception du jeu de masques, en prévoyant le recul de la SU8, et en imaginant des solutions pour dissiper correctement la chaleur.

L'actionneur en SU8 a cependant montré de remarquables propriétés pour sa partie thermique. Sa fabrication est robuste, il est peu cher, et l'actionnement thermique a fait preuve d'une certaine efficacité. On peut donc envisager d'autres applications, en tenant compte des limitations trouvées.

Bibliographie

- [1] J. Krüger, K. Singh, A. O'Neill, C. Jackson, A. Morrison, et P. O'Brien. Development of a microfluidic device for fluorescence activated cell sorting. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 12, pages 486–494, 2002.
- [2] H. Thielecke, T. Stieglitz, H. Beutel, T. Matthies, et J.-U. Meyer. A novel cell-positioning technique for extracellular recording and impedance measurements on single cells using planar electrodes substrate. *Proceedings of the International Conference of the IEEE Engineering in Medicine and Biology Society*, 20(6), pages 2872–2875, 1998.
- [3] A. Tixier, L. Griscorn, K. Cozic, H. Nagai, B. Le Pioufle, Y. Murakami, E. Tarniya, et H. Fujita. Catching and attaching cells using an array of microholes. *Proceedings of the International Conference of the IEEE Engineering in Medicine and Biology Society*, pages 106–110, 2000.
- [4] H. Döhler, G. Haslain, et J. N. Miller. In situ grow-in selective contacts to n-i-p-i superlattice crystals using molecular beam epitaxial growth through a shadow mask. *Applied Physics Letter*, 49(12), pages 704–706, 1986.
- [5] J. Kepler. *Mysterium cosmographicum*, 1596.
- [6] J. C. Maxwell. *Theory of heat*, 1871.
- [7] A. Ashkin. Acceleration and trapping of particles by radiation pressure. *Physical Review Letter*, 24(4), pages 156–159, 1970.

BIBLIOGRAPHIE

- [8] A. Ashkin. Atomic-beam deflection by resonance-radiation pressure. *Physical Review Letter*, 19(9), pages 1321–1324, 1970.
- [9] A. Ashkin, J. M. Dziedzic, J. E. Bjorkholm, et S. Chu. Observation of a single-beam gradient force optical trap for dielectric particles. *Optics Letter*, 11(5), pages 288–290, 1986.
- [10] A. Ashkin. Forces of a single-beam gradient laser trap on a dielectric sphere in the ray optics regime. *Journal of Biophysics*, 61, pages 569–582, 1992.
- [11] T. C. Bakker Schut, G. Hesselink, et B. G. de Groot et J. Greve. Experimental and theoretical investigations on the validity of the geometrical optics model for calculating the stability of optical traps. *Journal of Cytometry*, 12, pages 479–485, 1991.
- [12] S. Nemoto et H. Togo. Axial force acting on a dielectric sphere in a focused laser beam. *Journal of Applied Optics*, 32(27), pages 6386–6394, 1998.
- [13] W. H. Wright, G. J. Sonek, et M. W. Berns. Parametric study of the forces on microspheres held by optical tweezers. *Journal of Applied Optics*, 33(9), pages 1735–1748, 1994.
- [14] K. F. Ren, G. Gréhan, et G. Gouesbet. Prediction of reverse radiation pressure by generalized lorenz-mie theory. *Journal of Applied Optics*, 35(15), pages 2702–2710, 1996.
- [15] J. Guck, R. Ananthakrishnan, C. Casey Cunningham, et J. Käs. Stretching biological cells with light. *Journal of Physics*, 14(19), pages 4843–4856, 2002.
- [16] A. Ashkin. Optical trapping and manipulation of neutral particles using lasers. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the USA*, 94, pages 4853–4860, 1997.

- [17] L. M. Walker, A. Holm, A. Oberg, T. Sundqvist, et A. J. El Haj. Mechanical manipulation of human osteoblast and chondrocyte cells with optical tweezers. *Proceedings of the International Conference of the IEEE Engineering in Medicine and Biology Society*, 6, pages 2957–2959, 1998.
- [18] N. G. Dagalakis, T. Lebrun, et J. Lipiatt. Micro-mirror array control of optical tweezer trapping beams. *Proceedings of the IEEE International Conference on Nanotechnology*, 2, pages 177–130, 2002.
- [19] K. Castelino, S. Satyanarayana, et M. Sitti. Manufacturing of two and three-dimensional micro/nanostructures by integrating optical tweezers with chemical assembly. *Proceedings of the IEEE International Conference on Nanotechnology*, 1, pages 56–59, 2003.
- [20] E. K. Boyda, S. P. Smith, et M. Prentiss. Demonstration of a long working distance optical tweezer, 2003.
- [21] M. E. J. Friese, A. G. Trucsott, H. Rubinsztein-Dunlop, et N. R. Henckenberg. Three-dimensional imaging with optical tweezers. *Journal of Applied Optics*, 38(31), pages 6597–6603, 1999.
- [22] F. Arai, M. Oganawa, T. Fukuda, K. Horio, T. Sone, K. Itoigawa, et A. Maeda. High speed random separation of microobject in microchip by laser manipulation and dielectrophoresis. *Proceedings of the IEEE International Conference on Microelectromechanical Systems*, 13, pages 727–732, 2000.
- [23] F. Crick et A. F. W. Hughes. The physical properties of cytoplasm : a study by means of the magnetic particle method, Part I : Experimental. *Exerimental Cell Research*, 1, pages 37–80, 1950.
- [24] S. B. Smith, L. Finzi, et C. Bustamante. Direct mechanical measurements of the elasticity of single DNA molecules by using magnetic beads. *Science*, 258, pages 37, 1992.

BIBLIOGRAPHIE

- [25] F. Ziemann, J. Radler, et E. Sackmann. Local measurements of viscoelastic moduli of entangled actin networks using an oscillating magnetic bead micro-rheometer. *Biophysical Journal*, 66(6), pages 2210–2216, 1994.
- [26] T. R. Strick, J.-F. Allemand, D. Bensimon, A. Bensimon, et V. Croquette. The elasticity of a single supercoiled DNA molecule. *Science*, 271(5257), pages 1835–1837, 1996.
- [27] C. Haber et D. Wirtz. Magnetic tweezers for DNA micromanipulation. *Review of scientific instrument*, 71(12), pages 4561–4570, 2000.
- [28] C. Gosse et V. Croquette. Magnetic tweezers : micromanipulation and force measurement at the molecular level. *Biophysical Journal*, 82, pages 3314–3329, 2002.
- [29] C.-H. Chiou, Z.-F. Tseng, et G.-B. Lee. A novel magnetic tweezers for manipulation of a single DNA molecule. *Proceedings of the IEEE International Conference on Microelectromechanical Systems*, pages 613–616, 2004.
- [30] A. H. B. de Vries, J. S. Kanger, et R. van Driel. Patterned electroplating of micrometer scale magnetic structures on glass substrates. *Journal of MicroElectroMechanical Systems*, 13(3), pages 391–395, 2004.
- [31] G. Greitmann et R. A. Buser. Tactile microgripper for handling of microparts. *Sensors and Actuators A*, 53, pages 410–415, 1996.
- [32] M. C. Carrozza, A. Menciassi, G. Tiezzi, et P. Dario. The development of a liga-microfabricated gripper for micromanipulations tasks. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 8, pages 141–143, 1998.
- [33] M. C. Carrozza, A. Eisinberg, A. Menciassi, D. Campolo, B. Micera, et P. Dario. Toward a force-controlled microgripper for assembling biomedical microdevices. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 10, pages 271–276, 2000.

-
- [34] H. Fujita T. Akiyama. A quantitative analysis of scratch drive actuator using buckling motion. *Proceedings of the IEEE International Conference on Microelectromechanical Systems*, pages 310–315, 1995.
- [35] O. Millet, P. Bernardoni, S. Régnier, P. Bidaud, D. Collard, et L. Buchaillot. Micro gripper driven by SDAs coupled to an amplification mechanism. *Proceedings of the International Conference on Sensors and Actuators*, 2, pages 280–283, 2003.
- [36] E. Quévy, L. Buchaillot, et D. Collard. Realization and actuation of continuous membrane by an array of 3D self-assembling for adaptive optics. *Proceedings of the IEEE International Conference on Microelectromechanical Systems*, pages 329–332, 2001.
- [37] M. Kohl, E. Just, W. Pflöging, et S. Miyazaki. SMA microgripper with integrated antagonism. *Sensors and Actuators A*, 83, pages 208–213, 2000.
- [38] N. Chronis et L. P. Lee. Thermally activated SU-8 microgripper for single cell manipulation in solution. *Journal of MicroElectroMechanical Systems*, 14(4), pages 857–863, 2005.
- [39] A. Baldi, J. N. Fass, M. N. De Silva, D. J. Odde, et B. Ziaie. A microtool for in vitro cell array manipulation. *Proceedings of the International Conference of the IEEE Engineering in Medicine and Biology Society*, pages 180–183, 2002.
- [40] H. A. Pohl. *Dielectrophoresis : The behaviour of neutral matter in NonUniform Electric Fields*. Cambridge University Press, 1978.
- [41] S. Masuda, M. Washizu, et M. Iwadare. Separation of small particles suspended in liquid by non-uniform travelling field. *IEEE Transaction on Industrial Applications*, 23(3), pages 474–480, 1987.
- [42] S. Masuda, M. Washizu, et I. Kawabata. Movement of blood cells in liquid by non-uniform travelling field. *IEEE Transaction on Industrial Applications*, 24(2), pages 217–222, 1988.

BIBLIOGRAPHIE

- [43] G. H. Markx, R. Pethig, et J. Rousselet. The dielectrophoresis levitation of latex beads, with reference to field-flow fractionation. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 30, pages 2470–2477, 1997.
- [44] J. Vykouka, F. F. Becker, et P. R. C. Gascoyne. A combined dielectrophoretic and field-flow microsystem for biomedical separation and analysis. *Proceedings of the IEEE International Conference on Micro Total Analysis System*, pages 127–130, 2000.
- [45] P. R. C. Gascoyne, X.-B. Wang, Y. Huang, et F. F. Becker. Dielectrophoretic separation of cancer cells from blood. *IEEE Transaction on Industrial Applications*, 33, pages 670–678, 1997.
- [46] H. Li et R. Bashir. Dielectrophoretic separation and manipulation of live and heat-treated cells of listeria on microfabricated devices with interdigitated electrodes. *Sensors and Actuators B*, 86, pages 215–221, 2002.
- [47] K. Ratanachoo, P. R. C. Gascoyne, et M. Ruchirawat. Detection of cellular responses to toxicants by dielectrophoresis. *Biochimica et Biophysica Acta*, 1564, pages 449–458, 2002.
- [48] M. Frénéa, H. Lhermite, B. Le Pioufle, et H. Fujita. Design of biochip microelectrode arrays for cell arrangement. *Proceedings of the International Conference of the IEEE Engineering in Medicine and Biology Society*, pages 140–143, 2002.
- [49] G. Medoro, N. Manaresi, A. Leonardi, L. Altomare, M. Tartagni, et R. Guerrieri. A lab-on-chip for cell detection and manipulation. *IEEE Sensors Journal*, 3(3), pages 317–325, 2003.
- [50] N. Manaresi, A. Romani, G. Medoro, L. Altomare, A. Leonardi, M. Tartagni, et R. Guerrieri. A CMOS chip for individual cell manipulation and detection. *Journal of Solid-State Circuit*, 38(12), pages 2297–2305, 2003.

- [51] D. R. Albrecht, R. L. Sah, et S. N. Bhatia. Dielectrophoretic cell patterning within tissue engineering scaffolds. *Proceedings of the International Conference of the IEEE Engineering in Medicine and Biology Society*, pages 1708–1709, 2002.
- [52] C.-F. Chou, J. O. Tegenfeldt, O. Bakajin, S. S. Chan, E. C. Cox, N. Darnton, T. Duke, et R. H. Austin. Electrodeless dielectroporesis of single- and double-stranded DNA. *Journal of Biophysics*, 83, pages 2170–2179, 2002.
- [53] C.-F. Chou et F. Zenhausern. Electrodeless dielectrophoresis for micro total analysis system. *IEEE Engineering in Medicine and Biology Magazine*, 22(6), pages 62–67, 2003.
- [54] A. Desai, S.-W. Lee, et Y.-C. Tai. An air-to-liquid particle transportation system. *Proceedings of the IEEE International Conference on Microelectromechanical Systems*, pages 733–738, 2000.
- [55] Y. Huang, J. A. Tame, et R. Pethig. Electrokinetic behaviour of colloidal particles in travelling electric fields : studied using yeast cells. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 26, pages 1528–1535, 1993.
- [56] X.-B. Wang, Y. Huang, F. F. Becker, et P. R. C. Gascoyne. A unified theory of dielectrophoresis and travelling wave dielectrophoresis. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 27, pages 1571–1574, 1994.
- [57] X. Wang, X.-B. Wang, F. F. Becker, et P. R. C. Gascoyne. A theoretical method of electrical field analysis for dielectrophoretic electrode arrays using green’s theorem. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 29, pages 1649–1660, 1996.
- [58] H. Morgan, A. G. Izquierdo, D. Bakewell, N. G. Gree, et A. Ramos. The dielectrophoretic and travelling wave forces generated by interdigitated electrode arrays : analytical solution using Fourier series. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 34, pages 1553–1561, 2001.

BIBLIOGRAPHIE

- [59] E. Cen, L. Qian, et V. I. S. Kaler. An integrated microchip for dielectrophoresis based characterization and manipulation tools. *Proceedings of the International Conference of the IEEE Engineering in Medicine and Biology Society*, pages 3344–3347, 2003.
- [60] H. Morgan, N. G. Green, M. P. Hughes, W. Monaghan, et T. C. Tan. Large-area travelling-wave dielectrophoresis particle separator. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 7, pages 65–70, 1997.
- [61] G. Voskerician, M. S. Shive, R. Shawgo, H. von Recum, J. M. Anderson, M. Cima, et R. Langer. Biocompatibility and biofouling of MEMS drug delivery devices. *Biomaterials*, 24, pages 1959–1967, 2003.
- [62] O. Ruiz, S. Marco, J. Sarnitier, J. R. Morante, et J. Baussels. Effect of boron implantation on the structure and residual stress of LPCVD polysilicon films. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2, pages 170–172, 1992.
- [63] D. Maier-Schneider, A. Köprülülü, S. Ballhausen Holm, et E. Obermeier. Elastic properties and microstructure of LPCVD polysilicon films. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 6, pages 436–446, 1996.
- [64] H. Kahn, S. Stemmer, K. Nandakurnar, A. H. Heuer, R. L. Mullen, R. Ballarini, et M. A. Huff. Mechanical properties of thick, surface micromachined polysilicon films. *Proceedings of the IEEE International Conference on Microelectromechanical Systems*, pages 343–348, 1996.
- [65] O. Millet. *fiab.—A CHANGER*. PhD thesis, Université des Sciences et Technologies de Lille, 2003.
- [66] J.-B. Bureau, B. Legrand, D. Collard, et L. Buchailot. 3D self-assembling of SU8 microstructures on silicon by plasma induced compressive stress. *Proceedings of the International Conference on Sensors and Actuators*, 1, pages 19–22, 2005.

-
- [67] H. Lorenz, M. Despont, N. Fahrni, N. LaBianca, P. Renaud, et P. Vettiger. SU-8 : a low-cost negative resist for MEMS. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 17, pages 121–124, 1997.
- [68] E. H. Conradie et D. F. Moore. SU-8 thick photoresist processing as a functional material for MEMS applications. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 12, pages 368–374, 2002.
- [69] Y. Cho. *A study on development of MEMS device for electrical and physical characterization of single-cell*. PhD thesis, University of Tokyo, 2005.
- [70] J. B. Price. Anisotropic etching of silicon with KOH-H₂O-Isopropyl Alcohol. *ECS Semiconductor Silicon*, page 339, 1973.
- [71] K. E. Bean. Anisotropic etching of silicon. *IEEE Transaction on Electronic Devices*, 25, pages 1185, 1978.
- [72] Y. Cho, D. Collard, L. Buchaillot, B. Legrand, et B. Kim. Characterization of individual bio-cells with thermally actuated probe arrays. *Proceedings of Symposium on Design, Test, Integration and Packaging of MEMS/MOEMS*, pages 473–476, 2004.
- [73] Y. Cho, D. Collard, L. Buchaillot, F. Conseil, et B. Kim. Fabrication and optimization of bimorph micro probes for the measurement of individual bio-cells. *Journal of Microsystem Technologies*, page en cours d'impression, 2005.
- [74] T. J. Hubbard et E. K. Antonsson. Emergent faces in crystal etching. *Journal of MicroElectroMechanical Systems*, 3(1), pages 19–28, 1994.
- [75] B. Kim et D. Cho. Aqueous KOH etching of silicon(100)-etch characteristics and compensation methods for convex corners. *Journal of Electrochemical Society*, 145(7), pages 2499–2508, 1999.
- [76] A. Horn, H. Schröder, E. Obermeier, et G. Wachutka. Simulation of orientation-dependant etching of silicon using a new step flow model of

BIBLIOGRAPHIE

- 3D structuring. *Technical Proceedings of the International Conference on Modeling and Simulation of Microsystems*, pages 63–66, 2000.
- [77] U. Schnakenberg, W. Benecke, et P. Lange. TMAHW etchants for silicon micromachining. *Proceedings of the International Conference on Sensors and Actuators*, pages 815–818, 1991.
- [78] O. Tabata, R. Asashi, H. Funabashi, K. Shimaoka, et S. Sugiyama. Anisotropic etching of silicon TMAH solutions. *Sensors and Actuators A*, 34(1), pages 51–57, 1992.
- [79] K. Sato, M. Shikida, T. Yamashiro, K. Asaumi, Y. Iriye, et M. Yamamoto. Anisotropic etching rates of single-crystal silicon for TMAH water solutions as a function of crystallographic orientation. *Sensors and Actuators A*, 73(1), pages 131–137, 1999.
- [80] A. R. Charbonnieras et C. R. Tellier. Characterization of the anisotropic chemical attack of $\{hk0\}$ silicon plates in a TMAH solution. determination of a database. *Sensors and Actuators A*, 77(2), pages 81–97, 1999.
- [81] C.-R. Yang, C.-H. Yang, et P.-Y. Chen. Study on anisotropic silicon etching characteristics in various surfactant-added tetramethyl ammonium hydroxide water solutions. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 15, pages 2028–2037, 2005.
- [82] X. P. Wu et W. H. Ko. Compensating corner undercutting in anisotropic etching of (100) silicon. *Sensors and Actuators*, 18, pages 207–215, 1989.
- [83] H. L. Offereins, H. Sandmaier, K. Maruscyk, K. Kühl, et A. Plettner. Compensating corner under-cutting of (100) silicon in KOH. *Sensors and Materials*, 3(3), pages 127–144, 1992.
- [84] P. Enoksson. New structure for corner compensating in anisotropic KOH etching. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 7, pages 141–144, 1997.

-
- [85] B. A. Parviz et K. Najafi. Fabrication of bulk-si microstructures using a trench-assisted etch-stop process. *Proceedings of the International Conference on Sensors and Actuators*, page 534, 1999.
- [86] M. Shikida, K. Sato, K. Tokoro, et D. Uchikawa. Differences in anisotropic etching properties of KOH and TMAH solutions. *Sensors and Actuators A*, 80(2), pages 179–188, 2000.
- [87] V. K. Singh, M. Sasaki, S.-H. Jong, et K. Kane. Spray coated photoresist over anisotropically etched deep *Si* cavities. *Proceedings of the International Conference on Microprocesses and Nanotechnology*, pages 188–189, 2002.
- [88] V. K. Singh, M. Sasaki, Y. Watanabe, M. Kawakita, H. Hayashi, et K. Kane. Improved spray coating of photoresist for three-dimensional photolithography over deep structure. *Proceedings of the International Conference on Microprocesses and Nanotechnology*, pages 306–307, 2004.
- [89] S.-H. Choe, S. Fujimoto, S. Tanaka, et M. Esashi. A matched extension probe card for high temperature lsi testing. *Proceedings of the International Conference on Sensors and Actuators*, pages 1259–1262, 2005.
- [90] R. A. Barker, T. M. Mayer, et W. C. Pearson. Surface studies on and a mass balance model for Ar^+ ion-assisted Cl_2 etching of *Si*. *Journal of Vacuum Science and Technology - B*, 1(1), pages 37–42, 1983.
- [91] H. H. Sawin, A. D. Richards, et B. E. Thompson. Plasma-assisted processing : the etching of polysilicon in a Cl_2 discharge. *Proceedings of the Symposium on Chemical and Physical Processing of Integrated Circuits*, page 164, 1984.
- [92] H. H. Sawin, B. E. Thompson, et A. D. Richards. The kinetics of polysilicon etching in Cl_2 discharges. *Proceedings of the Symposium on Plasma Processing*, pages 534–544, 1985.

BIBLIOGRAPHIE

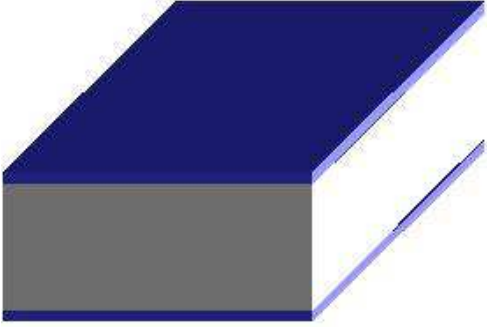

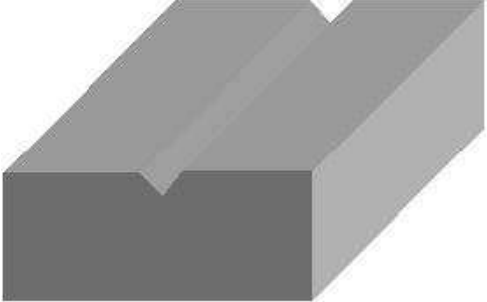
- [93] K. T. Sung et S. W. Pang. Etching of *Si* with Cl_2 using an electron cyclotron resonance source. *Journal of Vacuum Science and Technology - A*, 11(4), pages 1206–1210, 1993.
- [94] J. P. Chang et H. H. Sawin. Kinetic study of low-energy ion-enhanced polysilicon etching using Cl , Cl_2 , and Cl^+ beam scattering. *Journal of Vacuum Science and Technology - A*, 15(3), pages 610–615, 1997.
- [95] J. W. Weigold, W. H. Juan, et S. W. Pang. Dry etching of deep si trenches for released resonators in a Cl_2 plasma. *Journal of Electrochemical Society*, 145, pages 1767–1771, 1998.
- [96] D. L. Flamm. Mechanisms of silicon etching in fluorine- and chlorine-containing plasmas. *Pure and Applied Chemistry*, 62(9), pages 1709–1720, 1990.
- [97] B. Legrand, L. Buchaillet, et D. Collard. Stiction drive operation of micromotors : direct and reverse rotation control. *Proceedings of the International Conference on Sensors and Actuators*, 1, pages 56–60, 2005.
- [98] J. W. Bartha, J. Greschner, M. Puech, et P. Maquin. Low temperature etching of *Si* in high density plasma using SF_6/O_2 . *Microelectronic Engineering*, 27(4), pages 453–456, 1995.
- [99] F. Laermer et A. Schilp. Method of anisotropically etching silicon. US-Patent n° 5501893 accorded to Robert Bosch GmbH, 1996.
- [100] P. Muller. *Conception, Fabrication et Caractérisation d'un Microcommutateur Radio Fréquences pour des Applications de Puissance*. PhD thesis, Université des Sciences et Technologie de Lille, 2005.
- [101] H. Janser, M. de Boer, R. Legtenberg, et M. Elwenspoek. The black silicon method : a universal method for determining the parameter of a fluorine-based reactive ion etcher in deep silicon trench etching with profile control. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 5, pages 115–120, 1995.

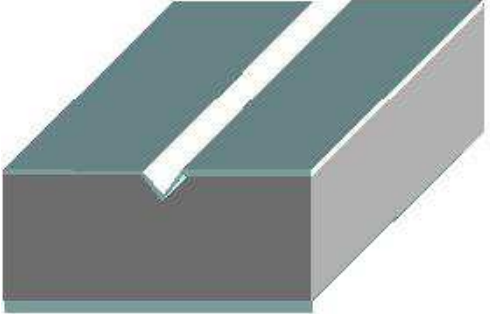
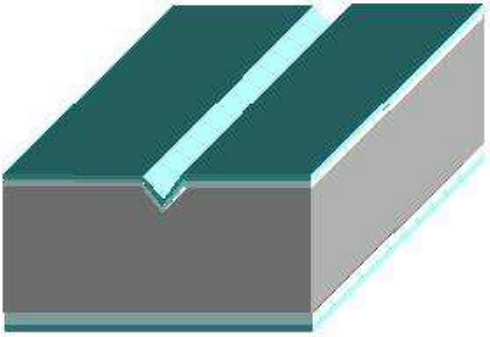
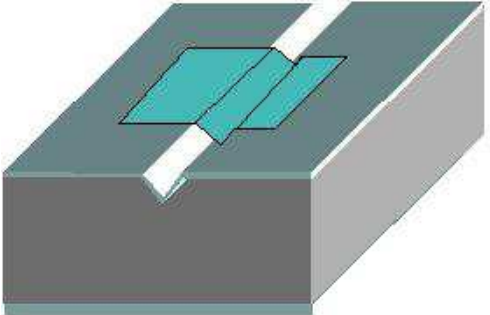

Annexe A

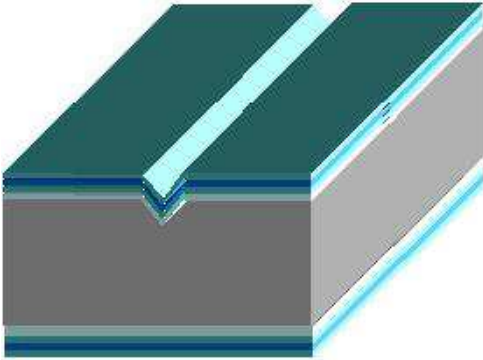
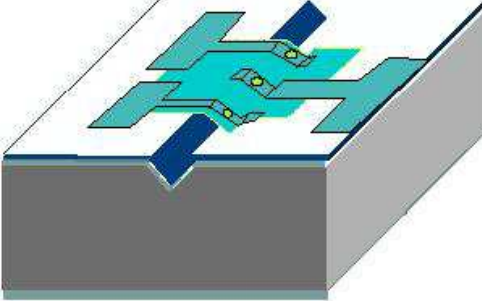
Procédé de fabrication des microsondes

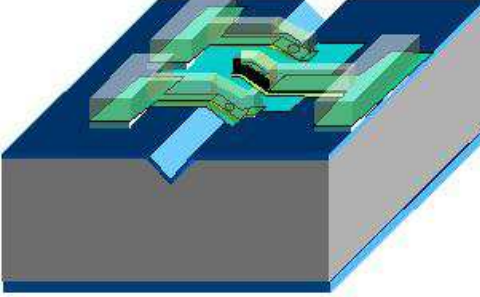
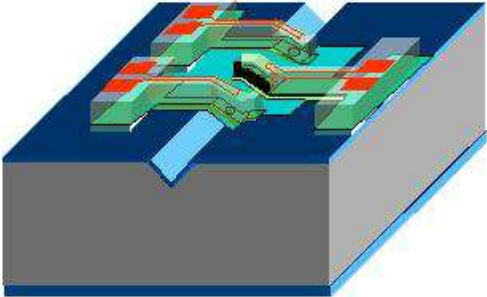
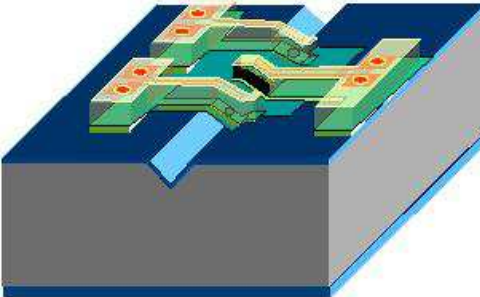
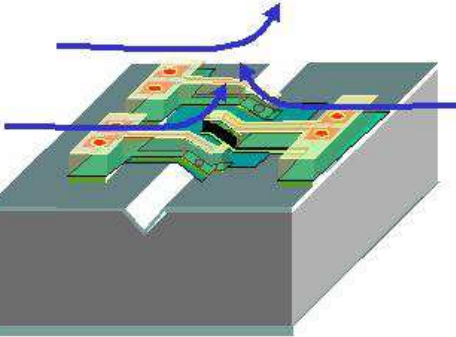
Le procédé de fabrication présenté au chapitre 3 est une version synthétique du procédé complet. Celui-ci est donc redonné ici.

Procédé technologique	
Étape et paramètres	Image synthétique du procédé
Nettoyage du substrat silicium 3" Bain «piranhas» 10min Rinçage EDI 10min Bain <i>HF</i> 1% : 5 min Rinçage EDI 10min	

Étape et paramètres	Image synthétique du procédé
<p>Masque pour la gravure des canaux <i>300nm d'oxyde thermique humide</i> Gaz-O_2 1.5 sccm Gaz-H_2 3.5 sccm Température 1050 °C Pression 100 mTorr Temps 40 min <i>Lithographie optique</i> <i>Gravure de l'oxyde</i> Bain <i>B.O.E.7.1</i> 10min</p>	
<p>Gravure des canaux <i>suitant la maille cristalline</i> Concentration <i>KOH</i> 40 % Température 80 °C Temps 40 min</p>	
<p>Retrait du masque <i>Gravure humide de l'oxyde</i> Bain <i>B.O.E.7.1</i> 10 min</p>	

Étape et paramètres	Image synthétique du procédé
<p>Passivation <i>300nm de Si_xN_y au four LPCVD</i></p> <p>Gaz-SiH_2Cl_2 20 sccm Gaz-NH_3 10 sccm Température 800 °C Pression 100 mTorr Temps 100 min</p>	
<p>Dépôt couche conductrice <i>500nm de polysilicium LPCVD</i></p> <p>Gaz-SiH_4 50 sccm Gaz-PH_3 10 sccm Gaz-H_2 10 sccm Température 700 °C Pression 100 mTorr Temps 85 min</p>	
<p>Gravure de l'électrode <i>Lithographie optique</i> <i>Gravure sèche du polysilicium au bâti Oxford</i></p> <p>Gaz-SF_6 20 sccm Puissance R.F. 50 W Pression 50 mTorr Temps 4.5 min</p>	
<p>Dépôt de la couche sacrificielle <i>2µm de LTO aux fours LPCVD</i></p> <p>Gaz-SiH_4 70 sccm Gaz-O_2 150 sccm Gaz-N_2 25 sccm Température 410 °C Pression 150 mTorr Temps 95 min</p>	

Étape et paramètres	Image synthétique du procédé
<p>Dépôt couche structurale <i>2μm de polysilicium LPCVD</i> <i>dopé par diffusion</i> Gaz-SiH_4 50 sccm Température 585 °C Pression 200 mTorr Temps 413 min</p> <p><i>2μm de PSG LPCVD</i> Gaz-SiH_4 20sccm Gaz-O_2/PH_3 10/100sccm Température 410°C Pression 200mTorr Temps 120min</p> <p><i>Recuit</i> Gaz-N_2 2.5sl/min Température 1000°C Temps 60min</p> <p><i>Retrait PSG</i> Bain <i>B.O.E.</i> 9min</p>	
<p>Gravure de la couche structurale <i>Gravure sèche au bâti Oxford</i> Gaz-SF_6 25sccm Gaz-CF_4 25sccm Gaz-O_2 2sccm Puissance R.F. 125W Pression 30mTorr Temps 10min</p>	

Étape et paramètres	Image synthétique du procédé
<p>Couche structurelle SU8 1 <i>Lithographie optique SU8 10μm</i></p>	
<p>Métallisation <i>Lithographie optique</i> <i>Dépôt Ni/Cr 50nm par évaporation à faisceau électronique</i> <i>Dépôt Au 250nm par évaporation à faisceau électronique</i> <i>Lift-off</i></p>	
<p>Couche structurelle SU8 2 <i>Lithographie optique SU8 500nm</i></p>	
<p>Libération <i>Gravure humide de l'oxyde</i> Bain B.O.E. 7.1 65 min</p>	

Annexe B

Banc de test

Les tests des microsystèmes développés dans ce mémoire ont nécessité l'utilisation d'appareillages spécifiques. Ces équipements comportent du matériel usuel pour des mesures en électronique, mais également des équipements plus spécialisés pour les composants intégrés. Ce sont ces équipements qui sont présentés ici.

B.1 La station sous pointes

La petite taille des composants réalisés en microtechnologie interdit, et on le comprend, d'y intégrer de la connectique standard. Et contrairement à l'environnement industriel, il n'est pas toujours nécessaire de mettre le composant en boîtier pour déterminer si les objectifs fixés sont atteints. Pour tester des composants directement sur un substrat, des bancs de tests sous pointes (figure B.1) sont apparus dans le commerce. Il s'agit de centrales de test comprenant un support pour des optiques suspendu au dessus d'une table de déplacement en X, Y, Z, Θ_{Oz} . Autour de cette table, on trouve des supports physiques ou magnétiques capables de recevoir des micromanipulateurs, qui sont des outils de précision, comportant un bras contrôlable sur des déplacements de l'ordre du micromètre, sur lequel on vient fixer une pointe. Le manipulateur comporte lui une connectique adapté à l'électronique ma-

FIG. B.1 – Photographie du banc de test sous pointes

FIG. B.2 – Photographie d'une carte à pointe et de son boîtier de connexion

croscopique, afin de pouvoir établir une liaison électrique entre la pointe et l'équipement électronique.

B.2 Carte à pointes

Aux manipulateurs, relativement universels, puisque quel que soit la disposition des contacts électriques sur le composant, les pointes peuvent venir s'y poser, s'ajoutent des cartes à pointes (figure B.2). Celles-ci sont des cartes PCB sur lesquelles sont montées des micropointes, disposées suivant une géométrie précise. Ces cartes à pointes disposent généralement, elles, directement d'une connectique permettant d'adresser facilement les pointes. Elles ne permettent par contre de tester que les dispositifs dont la conception inclut le même schéma géométrique que la carte, mais celle-ci a l'avantage certain de pouvoir intégrer bien plus de pointes que des manipulateurs isolés répartis autour de la table de déplacement.

Les cartes à pointes utilisées sont des exemplaires uniques, et le boîtier de connexion associé est artisanal. La réutilisation de ces outils est possible, tant que la géométrie des contacts sur le composant intégré est respectée.

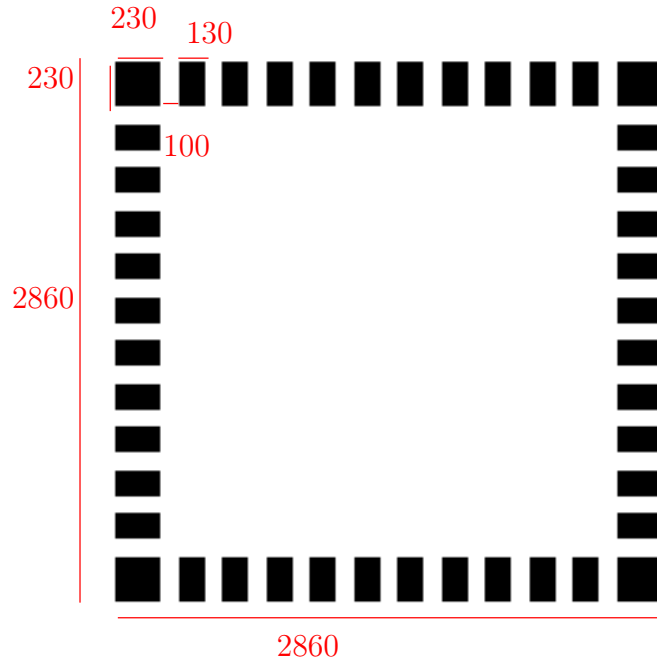


FIG. B.3 – Schéma de la géométrie des contacts pour la carte à 44 points

B.3 Plans et schémas de l'ensemble carte+boîtier

B.3.1 Géométrie des contacts

La carte a été fabriquée pour être utilisée sur des ensembles de contacts tels que spécifiés sur la figure B.3.

B.3.2 Schémas de connexion du boîtier et de la carte

La carte et le boîtier sont reliés par une nappe. Le connecteur est à 3 rangées de 32 points, dont 2 sont réellement utilisées.

Le câblage de la nappe n'est pas inversible ! Le sens de câblage de la nappe est opposé sur la carte et sur le connecteur.

Les schémas de câblage de la carte et du boîtier sont donnés respectivement sur les figures B.4 et B.5

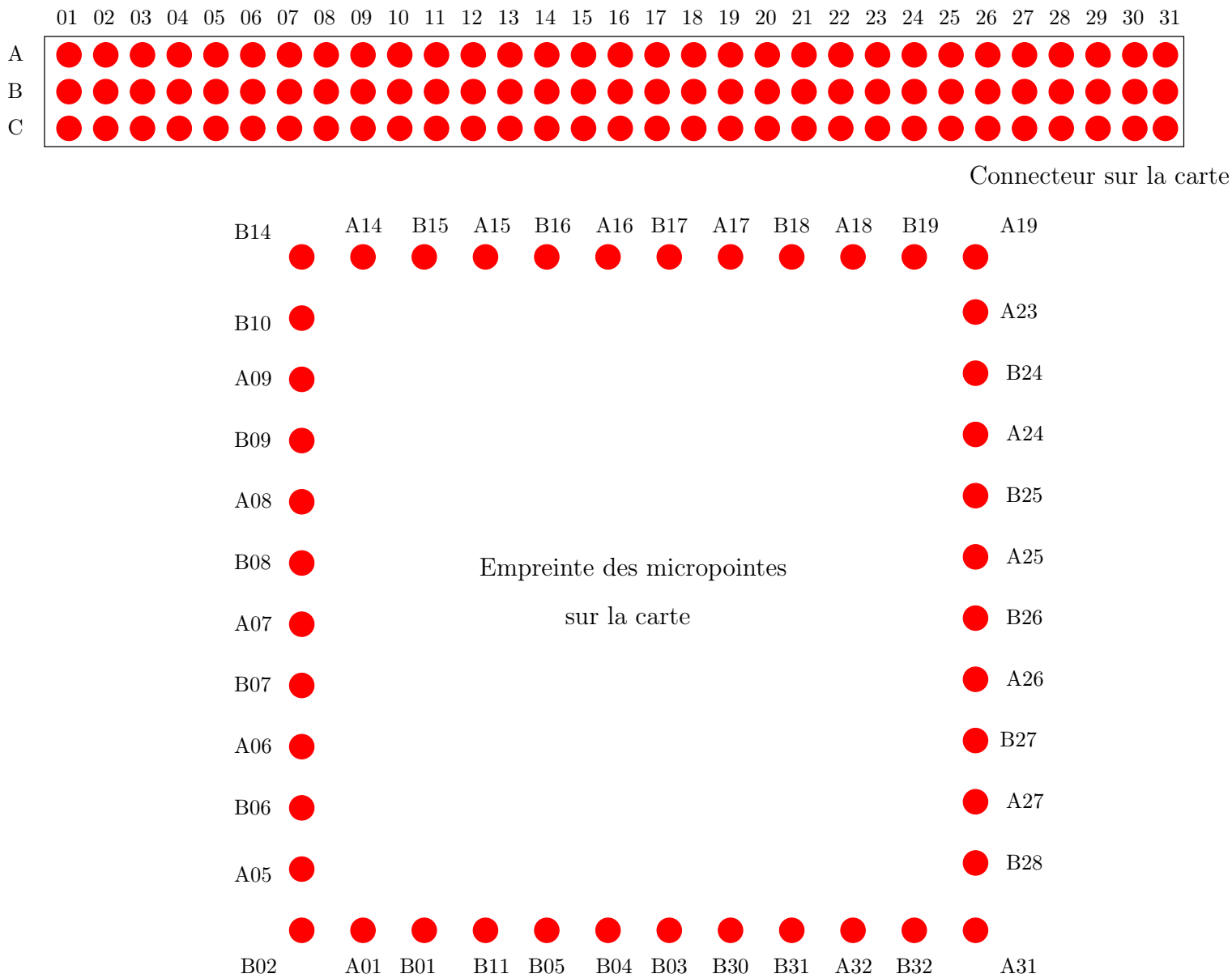


FIG. B.4 – Schéma de connexion de la carte à pointes
276

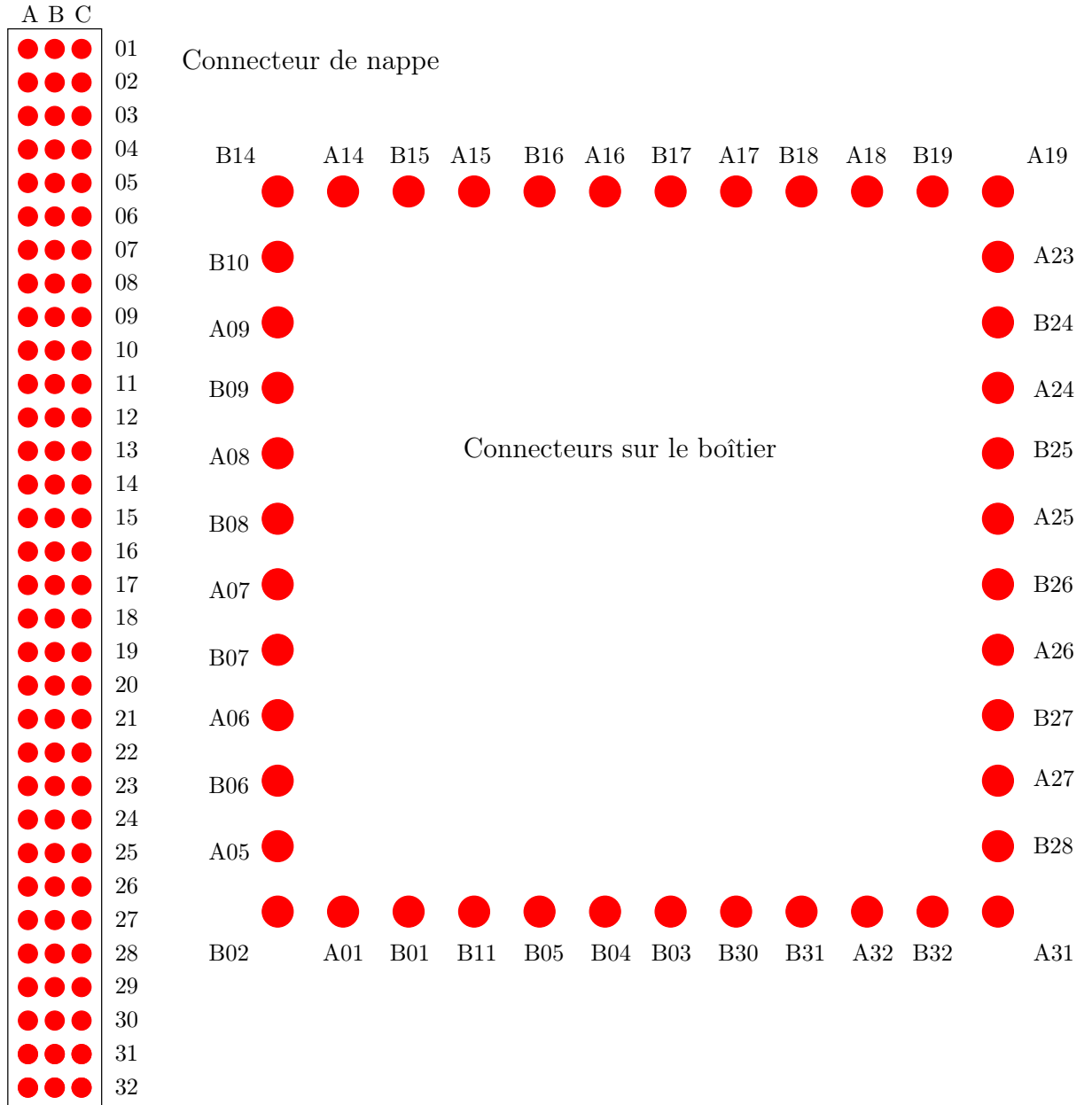


FIG. B.5 – Schéma de connexion du boîtier de liaison

Résumé

Le développement des technologies microsystemes a permis l'apparition de composants capables de manipuler et d'effectuer des mesures sur des micro-objets, en utilisant des techniques variées. Ces travaux présentent une contribution aux outils de manipulation de micro-objets, en s'appuyant sur des actionneurs en résine SU8 et des micro-canaux gravés dans le silicium.

Le premier système proposé est une microsonde en silicium polycristallin et en résine SU8 dotée d'une pointe, dont la fonction est de descendre dans un microcanal et effectuer des mesures électriques sur des micro-objets. Après une phase de conception, un compte-rendu de la fabrication et des tests sont proposés.

Cette première étape permet de poursuivre sur un système d'extraction de micro-objets d'un milieu liquide vers un milieu sec. Celui-ci comporte un système de convoyage diélectrophorétique et un actionneur en résine SU8 et or. La conception, la fabrication, et les tests ont permis finalement de démontrer le potentiel en terme d'automatisation d'un tel microsysteme.

Abstract

The development of microsystems technologies has enabled the emergence of devices able to manipulate and make measurements on micro-objects using different techniques. This study proposes a contribution to micro-object manipulation tools, built using SU8 photoresist made actuators and microchannels etched in silicon.

The first proposed system is a polycrystal silicon and SU8 photoresist based microprobe, equipped with a tip, that is designed to enter into a microchannel and perform electrical measurements on micro-objects. After an initial design stage, the fabrication process and testing of the device are proposed.

This first step allows to go on on a micro-object extraction system, from wet to dry environment. This system includes a dielectrophoretic conveying system and a SU8 resist and gold based actuator. The design, fabrication and testing shows a high potential in terms of automatization for this kind of microsystem.