

Conception et Réalisation de Micro-capteurs de Force à base de Jauges Piézorésistives pour la Caractérisation Mécanique d'Assemblages Cellulaires en Milieu Liquide

Jean-Baptiste Bureau

► To cite this version:

Jean-Baptiste Bureau. Conception et Réalisation de Micro-capteurs de Force à base de Jauges Piézorésistives pour la Caractérisation Mécanique d'Assemblages Cellulaires en Milieu Liquide. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université des Sciences et Technologie de Lille - Lille I, 2006. Français. NNT: . tel-00131024

HAL Id: tel-00131024 https://theses.hal.science/tel-00131024

Submitted on 14 Feb 2007 $\,$

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

Présentée à L'Université des Sciences et Technologies de Lille UFR d'Electronique

En vue de l'obtention du grade de :

Docteur de l'Université

Spécialité : ELECTRONIQUE

Conception, réalisation de micro-capteurs de force à base de jauges piézorésistives pour la caractérisation mécanique d'assemblages cellulaires en milieu liquide

Par

Jean-Baptiste Bureau Ingénieur ISEN

Soutenue le 15 décembre 2006 devant la commission d'Examen :

Président	T. Lasri	: Professeur de l'Université des Sciences et Technologies de Lille
Rapporteurs	G. Reyne S. Régnier	: Directeur de recherche au CNRS, LEG, ENSIEG, INPG : Maître de Conférence à l'Université Paris VI, LRP
Examinateurs	A. Rowe	: Chargé de recherche de l'Ecole Polytechnique
Directeur	D. Collard	: Directeur de recherche au CNRS, professeur de l'université de Tokyo
Invités	B. Legrand	: Chargé de recherche au CNRS, co-encadrant
	L. Buchaillot	: Directeur de recherche au CNRS, chef de groupe

TABLE DES MATIERES

I) INTRO	ODUCTION		11
I.1)	Apport des m	nicro-technologies pour l'étude du vivant	11
I.2)	Enjeux de l'é	tude de la cellule et de la mécanique cellulaire	12
I.3)	Objectifs de o	cette thèse	13
I.4)	Structure du	rapport	14
I.5)	Références		14
II) ETA	ΓDE L'ART :	TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION DE CELLULES	
APPORT	TÉES PAR LE	S MICROTECHNOLOGIES	17
II.1)	Caractérisa	ation Electrique	17
II.1.	1) Spect	roscopie diélectrique	
II.1.	2) L'Éle	ctro-cinétique	19
II	.1.2.1) Éle	ectrophorèses	19
II	.1.2.2) Éle	ectro-rotation	
II	.1.2.3) Ele	ectro-orientation	
II	.1.2.4) Di-	-électrophorèse à onde progressive	
II.2)	Caractérisa	ation Mécanique	
II.2.	1) Struc	tures à pince optiques	21
II.2.	2) AFM		
II.2.	3) Tech	niques dérivées de l'AFM	
II.2.	4) Les st	tructures à poutre encastrée-libre	
II.2.	5) Trans	ducteur de force	
II.2.	6) Struc	ture à micropiliers	
II.3)	Synthèse		
II.4)	Références	5	
		ES STRUCTURES	41
	Magura da	es SIRUCIURES	
$\mathbf{III.1}$	A rehitectu	roa des structures	
111.2)	Structure à	res des structures	43
	Structure a	a prateaux suspendus	
	Structure a	a lawier flowible	
III 2)	Effot piáza	régionif	43
111.3	Effet piezo	Mesisui	
	(2) Niode		
	(2) Factor	urs de jauge	
III.J	Concentio	n	
III.4) III /	(1) Práso	ll	
111.4 11	(1) riese $(1/1)$ $(1/1)$	ination des différences situetures de base étudices	
11	II.4.1.1 () () () () () () () () () () () () ()	Poutra anagetráa libra, contrainta normala	
	III.4.1.1.1) III.4.1.1.2)	Poutre encastrée libre, contrainte tongentielle	53
	III.4.1.1.2) III.4.1.1.3)	Poutra bi ancastráa, contrainte tangentielle	
	III.4.1.1.3) III.4.1.1.4)	Poutre encastrée guidée contrainte tangentielle	
	III.4.1.1.4) III.4.1.1.5)	Poutre bi encestrée, contrainte en traction	
	III.4.1.1.5) III.4.1.1.6)	Comparaison des sensibilités	
п	111.4.1.1.0)	wil de détection	50
11	$\frac{1.7}{112} = \frac{36}{112}$	Les différentes sources de bruits	
	III.4.1.1.7) III 4 1 1 8)	Structure d'une jauge	
	III. + . 1 . 1 . 0)	Détermination des seuils de détection	
	$\frac{111.7}{111.7}$	Comparaison des seuils de détection	
	Influence (lu donage	

Influence des dimensions de la jauge : longueur et épaisseur	65
III.4.2) Conclusion sur l'utilisation des jauges pour la détection tangentiel	le66
III.4.3) Optimisation des performances dans le cas d'une contrainte tangen	ntielle67
III.4.3.1) Jauge à architecture dissymétrique	67
III.4.3.2) Circuit de détection amélioré et jauge à deux brins	69
III.4.3.3) Jauge à deux niveaux superposés	70
III.4.3.4) Etude de la disposition des jauges à 2 niveaux : avec ou sans m	arges
extérieures et influence de l'erreur d'alignement	71
III.4.3.5) Conclusions sur l'architecture des jauges	
III.5) Réalisations	75
III.5.1) Contraintes technologiques	75
Largeur	75
Longueur	75
Épaisseur	
La jauge	
III.5.2) Caractéristiques des dispositifs dessinés	
III.6) Références	77
IV) TECHNOLOGIE DE FABRICATION	
IV.1) Description du procédé de fabrication	
IV.2) Fabrication des jauges	
IV.2.1) Encapsulation nitrure	
IV.2.2) Étude des contraintes dans les matériaux	
IV.2.3) Implantation ionique du bore	
IV.3) Fabrication des structures	
IV.3.1) Gravure profonde	
IV.3.1.1) La gravure ionique réactive	
IV.3.1.2) La gravure par couplage inductif	
IV.3.1.3) Gravure au chlore	
IV.3.1.4) Gravure par procédé Bosch	
IV.3.2) Libération au HF en phase gazeuse	
IV.3.3) Cavité en PDMS et Isolation des lignes en SU-8	
IV.4) Conclusion	
IV.5) Références	
V) TESTS DES STRUCTURES ET MESURES	
V.1) Structures testées : des cantilevers	
V.2) Dimensions des jauges	
V.3) Protocole de mesure	
V.4) Mesures statiques	
V.5) Mesures en charge	
V.5.1) Variation relative de la résistance	
V.5.2) Sensibilité en fonction du déplacement et de la force appliquée	
V.5.3) Évaluation du facteur de jauge	
V.6) Caractéristiques mécaniques	
V.7) Conclusion	
V.8) Références	
VI) CONCLUSION GÉNÉRALE	
VI.1) Travaux réalisés	
VI.2) Perspectives	
VI.2.1) Fiabilisation des gravures profondes	
VI.2.2) Fiabiliser l'alignement	
VI.2.3) Applications en vue	
/ II	

TABLE DES FIGURES

Fig.	1) Échelle des techniques de lithographie confondues avec l'échelle d'éléments	2
Fig	2) Speatra tunique de la permittivité d'un corps diélectrique en fonction de la fréquence 1	. <u>2</u>
Fig.	2) Sabéma da principa da la spectroscopia diáloctrique [8]	0
Fig.	4) Dringinglas architectures d'actionnement [5]	.9
Fig.	4) Principales architectures d'actionnement [5]	.9
Fig.	5) Principe de l'action des forces radiatives sur une micro-onne [12]	1
Fig.	b) vues au microscope d'un grobule rouge eure par des pinces opuques, au repos à gauche,	.
Ein	pour une force de 50 priva difinite [15]	-2
Fig.	7) Schema de principe du microscope a effet tunnel dont est issu le microscope a force	12
г.	atomique (a). Vue schematique de la detection par laser et photo-diodes (b)	.3
Fig.	8) Vue schematique de l'AFM (a) et des differentes phases pour la mesure des forces	
т.	d'adhesion et de de-adhesion d'un leucocyte sur une proteine (b) [22]2	24
Fig.	9) Principe de mesure (a) et image au microscope optique de l'extremite du cantilever (b)	
.	[23]	24
Fig.	10) Représentation schématique du principe de micro-indentation (a) et de la pointe (bleu)	~
	de l'AFM pénétrant la cellule (en jaune) (b) [22]2	25
Fig.	11) Vue schématique (a) et au MEB du capteur et de sa pointe. Vue complète du système	
	expérimental (c) [26]	26
Fig.	12) A gauche, réponse d'un fibroblaste du genou de singe à une indentation latérale. Les	
	points notés entre parenthèse traduisent des modifications d'attachement de la cellule au	
	substrat. A droite, photo montrant le large déplacement de la cellule [26]2	27
Fig.	13) Vue schématique du banc de mesure pour l'étude d'une cellule en compression.	
	L'insert est une image MEB de la pointe de l'indenteur [27]2	27
Fig.	14) Vue schématique du cantilever à gauche et photo au microscope d'une cellule <i>E-coli</i> . à	
	droite [29]	28
Fig.	15) Réponse en fréquence du cantilever sans (trait fin) et avec (trait épais) cellule déposée	
	à l'extrémité [29]2	:9
Fig.	16) Vue schématique du dispositif expérimental (a) et réponses en fréquence en fonction	
	du temps d'immersion (b)[30]2	:9
Fig.	17) Vue schématique à gauche et photo MEB à droite du système à transducteur de force.	
	[31]	60
Fig.	18) Schéma de principe (a): la cellule repose sur un tapis de mircopiliers. Les forces sont	
	mesurées par déformation des piliers (b). Image MEB des piliers [37]	51
Fig.	19) Déformation des piliers due à la traction de la cellule (cellule d'artère pulmonaire de	
	bovin). Cependant, celle-ci adhère aussi au fond entre les piliers rendant les mesures	
	erronées [37]	51
Fig.	20) Procédé de fabrication des micropiliers en silicium (a) et photo MEB (b) [38]	\$2
Fig.	21) Photos MEB des piliers. Le masque d'oxyde à la surface sera fonctionnalisé (a). Détail	
	de la base très étroite (b) [38]	\$2
Fig.	22) Extraction des vecteurs de déplacement pour des cellules épithéliales de vessie de porc.	
	Les carrés blancs indiquent la position initiale des plaques de support [38]3	33
Fig.	23) Micropiliers en PDMS. Une cellule isolée y est déposée (B), un tissu cellulaire y est	
	déposé. Les cellules restent à la surface des piliers [40]	33
Fig.	24) Procédé de fabrication des piliers en PDMS [37]	\$4
Fig.	25) Contrainte de traction moyenne en fonction de la distance au bord de la cellule [40]3	\$4
Fig.	26) Jauges de déformation (a) et rosettes d'extensiométrie (b) [41]	2
Fig.	27) Image MEB d'un levier AFM [50] (a) et d'un capteur de pression (b)[43]4	2
Fig.	28) Deux exemples d'implémentation de jauges pour la détection d'un déplacement dans le	
U	plan à l'aide de jauges piézorésistives : (Å) deux jauges parallèles à la surface [57], (B) des	
	jauges verticales dopées par diffusion [58]	3
Fig.	29) Schéma de la structure à plateaux suspendus (jauges en rouge et sens de déplacement	
U	en noir)	4

Fig.	30) Schéma de la structure à murs mobiles (jauges en rouge et sens de déplacement en noir)4	44
Fig.	31) Schéma de la structure à levier flexible (jauge en rouge et sens de déplacement en noir)) 45
Fig. Fig.	 32) Vue schématique d'un barreau de silicium	47 50
Fig.	34) Vue schématique de jauges en polysilicium en traction déposées entre un mobile et un cadre fixe [64]	51
Fig.	35) Facteurs de jauge en fonction du dopage [62]	52
Fig.	36) Vue schématique d'une poutre encastrée libre, recouverte d'une jauge, soumise à une contrainte normale	52
Fig.	37) Vue schématique d'une poutre encastrée libre, recouverte d'une jauge sur la moitié de la largeur, soumise à une contrainte tangentielle	53
Fig.	38) Représentation FEM de la déformation relative en x à l'ancrage d'une poutre de 300μ m de long, 10μ m de large et 10μ m d'épais, chargée à son extrémité par une force tangentielle de 10nN. Chaque plan de couleur correspond à une valeur de ϵ_{max}	54
Fig.	39) Vue schématique d'une poutre bi-encastrée, recouverte d'une jauge sur la moitié de la largeur, soumise à une contrainte tangentielle	55
Fig.	40) Vue schématique d'une poutre encastrée-guidée, recouverte d'une jauge sur la moitié de la largeur, soumise à une contrainte tangentielle	56
Fig. Fig.	41) Barreau de silicium avec contrainte en traction	57
Fig.	43) Déformation relative le long d'une poutre de 300μ m de long, 10μ m de large et 10μ m d'épais, pour une contrainte normale (a) et tangentielle (b), pour une poutre bi-encastrée (c), pour une poutre encastrée-guidée (d), ainsi que pour une jauge en traction de 1 μ m de large et 500nm d'épais (e).	59
Fig. Fig. Fig.	 44) Schéma du pont de Wheatstone pour la détection de variation d'impédance	50 51
Fig. Fig.	tangentielle (b)	53 64
C	jauge pour une épaisseur de jauge de 500 nm (A), et en fonction de l'épaisseur de la jauge pour une longueur optimale (B)	65
Fig.	49) Vue de dessus d'une jauge dissymétrique déposée sur une poutre soumise à une contrainte tangentielle. Le dégradé de couleur représente la variation de la déformation relative longitudinale.	68
Fig.	50) Déformation relative (A) et seuil de détection (B) des jauges symétriques (-) et dissymétriques (*) pour les trois cas de poutres en flexion par contrainte tangentielle	69
Fig.	implémentée au sein du pont de Wheatstone (b)	69
- 18.	actifs (rouge foncé).	70
Fig.	53) Déformation relative (A) et seuil de détection(B) en fonction de la largeur du brin actif, pour une jauge planaire déposée sur une poutre de $10\mu m$ de large (-), et une jauge superposée déposée sur une poutre de $7\mu m$ de large (*), pour les trois cas de poutre en flexion tangentielle	, 71
		• •

Fig.	54) Deux méthodes de réalisation de la jauge : jauge avec marges (a-c) et jauge sans marge (b-d) par rapport au bord de la poutre. Vues en coupe au niveau des vias (a-b) de l'empilement des couches de polysilicium (rouge) et isolant (vert) et résine de masquage (orange) pour la gravure de la poutre (gris). Vues de dessus (c-d) des brins actifs (rouge) déposés
Fig.	55) Déformation relative (A) et seuil de détection (B) en fonction de la largeur du brin actif, pour une jauge avec une marge de $1,5 \mu\text{m}$ (*) et sans marge (-), déposée sur un poutre de 7 μm de large, pour les trois cas de poutre en flexion tangentielle
Fio	56.) Illustration de l'erreur d'alignement δ pour une jauge avec (a) et sans (b) marge 73.
Fig	57) Frieur sur la tension de sortie du pont de Wheatstone, en fonction de l'erreur
I 1 <u>5</u> .	d'alignement δ pour une force fixe de 10 nN (A) et en fonction de la force appliquée pour
	une erreur d'alignement de 500nm (B) 74
Fig	58.) Schéma en coupe de la jauge au niveau des vias (échelle non respectée) 75.
Fig.	50) Schéma du dispositif à plateaux suspendus
Fig.	60) Principales étapes de fabrication des dispositifs (a-d g h) au niveau de la jauge (e f) au
1 ig.	niveau des lignes d'accès
Fig	61) Schéma d'une jauge : empilement des couches de nitrure de silicium et silicium
8.	polycristallin
Fig.	62) Photo MEB colorisée d'une jauge en coupe : empilement des couches de polysilicium
0	et nitrure
Fig.	63) Illustration de l'effet des contraintes internes d'un film mince déposé sur une poutre
U	libérée : film en tension (A) et film en compression (B)
Fig.	64) Représentation schématique de l'origine des contraintes résiduelles en tension lors
-	d'un dépôt à haute température
Fig.	65) L'empilement d'une couche en tension (vert) et d'une couche en compression (bleu) et
	représentation des forces développées (flèches)
Fig.	66) Vue en coupe d'une poutre d'épreuve et de la jauge (A), et structure équivalente
	rapporté à un matériau (B)
Fig.	67) Illustration d'une poutre en flexion
Fig.	68) Représentation des épaisseurs et des plans des fibres neutres de chaque couche
Fig.	69) Illustration de la déflection du cantilever (A) et modèle équivalent avec force
	ponctuelle (B)
Fig.	70) Profil de déflexion verticale d'une poutre de 500µm de long91
Fig.	71) Déflexion de l'extrémité du levier en fonction de l'épaisseur de polysilicium (rouge) et
	de nitrure (bleu)
Fig.	72) Schéma d'un implanteur ionique
Fig.	73) Représentation schématique du profil d'implantation Gaussien
Fig.	74) Concentration du bore (at/cm ³) dans les couches de silicium (500nm) et de nitrure
.	(200nm) en considérant l'élévation thermique (rouge) et sans la considérer (noir)
Fig.	75) Vue schématique en coupe d'un réacteur RIE
Fig.	76) Vitesse de gravure en fonction de la concentration des espèces d'un plasma CF_4/O_2
Б.	[/4]
Fig.	(1) image MEB d une gravure du sincium par du SF_6 seui, sous un masque de resine
E:-	$(1\mu III)$. 97
Fig.	78) Vue schemalique en coupe d'un reacteur ICP
гıg.	 79) Representation schematique de : la gravure au chiore (A), et de l'ener de charge (B)98 80) Dhoto MEP d'une gravure du gilioium au Cl (He. La magque d'avuda a été
гıg.	ou) r noto willo u une gravure du sincium au $Cl_2/\Pi e$. Le masque d'oxyde à ele
Fig	81) Fonds de gravure profonde (A) et vue en coupe d'une gravure en surface (B) 100
Fig.	82) Illustration des nhénomènes de nassivation (A) et de gravure (R et C) lors du procédé
1 1g.	Bosch
Fig	83) Photo MEB de la section d'une poutre réalisée par procédé Bosch dans du silicium
8.	massif

Fig. 84) Photo MEB de la section d'une poutre dont la passivation n'a pas eu lieu. La jauge est	2
Fig. 85.) Photo MFB des structures à plateaux avant libération 10	3
Fig. 86.) Illustration du phénomène de collage dû aux forces capillaires (a) : collage d'un poutre	5
sur le substrat (b) et implémentation d'un « dimple » (c)	4
Fig. 87) Diagramme schématique des étapes de la gravure [78]	5
Fig. 88) Vitesse de gravure d'un oxyde thermique en fonction de la température de	-
l'échantillon [79]	5
Fig. 89) Images MEB des résidus à la surface d'un échantillon suite à une gravure de nitrure	
LPCVD	6
Fig. 90) Schéma en coupe de l'empilement des couches au niveau des plots de contact (A) et	
structures finales avec la cavité avant découpe (B)10	8
Fig. 91) Image MEB d'un cantilever11	3
Fig. 92) Synoptique simplifié d'un amplificateur à détection synchrone (intérieur des pointillés)	
pour la mesure de courant11	4
Fig. 93) Dispositif de mesure pour la caractérisation des jauges11	5
Fig. 94) Photo d'une jauge statique (A) et soumise à une déformation à l'aide d'une	_
micropointe.(B)	5
Fig. 95) Banc de mesure	6
Fig. 96) Caractéristique I-V moyenne pour les jauges de longueur 160 μm	6
Fig. 97) Schéma d'un cantilever dont les jauges sont décalées	7
Fig. 98) Variation relative de la résistance des jauges gauches pour des cantilevers de 170 μ m	~
	8
Fig. 99) Variation relative des résistances des jauges droites pour des cantilevers de 170 μ m 11	8
Fig. 100) Sensibilité par rapport au déplacement pour des cantilevers de $1/0 \mu m$	9
Fig. 101) Evolution de la sensibilité pour les trois structures en fonction du désalignement 12	0
Fig. 102) Profil theorique (bleu) et reel (rouge) d'un cantilever de 500 µm avec jauge	I
Fig. 103) Structures vues du dessus : structures sans (A) et avec dummies(B) avant la gravure	-
de l'oxyde (rouge). Structure une fois l'oxyde gravé (C)	/

Notations utilisées :

AFM : Atomic Force Microscope. Microscope à force atomique.

BOX : Burried Oxyde. Oxyde enterré d'un substrat SOI.

ICP : Inductively Coupled Plasma. Plasma à couplage inductif. cf. Chap. IV

LPCVD : Low Pressure Chemical Vapour Deposition : procédé de dépôt d'un matériau par vapeurs chimiques à basse pression et hautes températures (de 500 à 1000°C).

LTO : Low Temperature Oxide : oxyde de silicium obtenu par technique LPCVD à environ 450°C.

MEB : Microscope Electronique à Balayage

PDMS : Poly(dimethylsiloxane). Polymère composé de silice, c'est un matériau présentant un faible module d'Young (E = 2MPa). Cf. Chap. IV

PECVD : Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition : procédé de dépôt d'un matériau par vapeurs chimiques excitées électrostatiquement (création d'un plasma) à basses températures (< 300°C)

Polysilicium : appelé aussi silicium polycristallin. C'est un silicium déposé par technique LPCVD à 560°C, qui présente une structure granulaire, dont chaque grain est un cristal propre.

RIE : Reactive Ion Etching. Procédé de gravure par plasma (gravure ionique réactive). cf.Chap. IV

SOI : Silicon On Insulator. Substrat constitué de l'empilement d'un substrat de silicium épais puis d'un oxyde (BOX) puis d'une couche de silicium fine (de qq microns à qq dizaines de microns)

SIMS : Secondary Ion Mass Spectroscopy. Méthode d'analyse de la composition d'un matériau massif (atomes, dopages, ...)

Strain = déformation relative, notée ε Grandeur sans unité.

Stress = contrainte mécanique σ , en [N/m²]

SU-8 : résine photosensible négative à base d'epoxy. Cf. Chap. IV

XPS : X-Ray Photoelectron Spectroscopy. Méthode d'analyse de la composition d'une surface (atomes, dopages, ...).

Notation des grandeurs utilisées :

Sont notées entre crochets, les unités du système international.

- α : position relative d'un point le long de la jauge
- δ : erreur d'alignement entre les jauges et la poutre d'épreuve [m]
- ϵ : déformation relative ($\epsilon = \Delta l/l$)
- Φ : dose de dopants pour l'implantation [cm⁻²]
- λ : longueur de la jauge [m]
- μ : mobilité des dopants [m²/V.s]
- ν : coefficient de Poisson
- π : coefficient piézorésistif [Pa⁻¹]
- ρ :résistivité [Ω .m]
- σ : contrainte [N/m²] ou [Pa]
- ξ : Energie électrique [J]
- E : module d'Young ou module d'élasticité d'un matériau [Pa]
- \vec{E} : champ électrique [V/m]
- \vec{F} : force [N]
- f : fréquence [Hz]
- I : moment d'inertie de la surface [m⁴]
- \vec{J} : flux de courant [A/m²]
- K : facteur de jauge
- k_B : constante de Boltzman ($k_B = 1,38.10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$)
- k : raideur mécanique [N/m]
- l : longueur de la poutre d'épreuve [m]
- M : moment fléchissant [N.m]

- q : charge de l'électron ($q = 1, 6.10^{-19} \text{ C}$)
- ΔR : variation de résistance électrique [Ω]
- R : résistance électrique $[\Omega]$
- S : densité spectrale de puissance de bruit $\left[V^2/Hz\right]$
- t : épaisseur de la poutre d'épreuve [m]
- t_j : épaisseur du brin de la jauge [m]

V : tension [V]

- w : largeur de la poutre d'épreuve [m]
- w_i : largeur de la jauge [m]
- w_0 : position relative du bord du brin neutre
- w_1 : position relative du bord interne du brin actif
- w₂ : position relative du bord externe du brin actif

I) INTRODUCTION

Le vingtième siècle a été marqué par de très nombreux progrès scientifiques qui ont notamment, engendré le développement des microtechnologies. La fabrication en masse de dispositifs de très petites tailles comme les composants électroniques discrets, les circuits intégrés, les capteurs d'accélération permettant le déclanchement de systèmes de sécurité passive pour automobile (Airbag), les systèmes d'éjection de l'encre des imprimantes ou encore les systèmes de projection d'images vidéo à micro-miroirs (DLP pour Digital Light Processing) montrent bien l'essor considérable des microtechnologies et la variété des domaines d'application.

Par ailleurs, chacune des étapes ayant contribué aux progrès de la science – depuis l'invention du microscope optique en 1665 jusqu'à l'explosion de la biologie moléculaire qui se poursuit depuis les années 1960 – a été en fait tributaire de la mise au point de nombreux outils et de nouvelles technologies dont les performances ont permis d'appréhender la réalité structurale, biochimique, fonctionnelle et aujourd'hui mécanique de la cellule.

Aujourd'hui, le monde des microtechnologies rejoint celui de la biologie, puisqu'il fournit des outils permettant l'étude des cellules, de l'ADN (acide désoxyribonucléique), des protéines ...

I.1) Apport des micro-technologies pour l'étude du vivant

Les microtechnologies émergentes permettent aujourd'hui de miniaturiser des systèmes d'analyses chimiques et en particulier les méthodes de séparation et d'analyse génétiques (exemple des puces à ADN) [1,2]. C'est d'ailleurs l'intérêt grandissant pour l'analyse de l'ADN qui fut un moteur de développement des recherches en microsystèmes pour la biologie (*BioMEMS* pour Biological Micro Electro Mechanical System¹). Aujourd'hui, l'analyse de protéines, de cellules vivantes isolées ou en colonie concentre l'intérêt des recherches en microtechnologie pour la biologie. La microfabrication permet d'obtenir des systèmes mettant en œuvre des techniques d'analyses communes aux sciences de la vie, mais offre aussi de nouvelles perspectives dans des domaines tels que la pharmacologie, neurobiologie, ingénierie des tissus, ...

¹ *MEMS* est l'acronyme américain désignant des systèmes de taille micrométrique alliant des parties partiellement libérées du substrat à une électronique d'excitation et de détection. En Europe, on utilise le terme *microsystème* alors qu'au Japon, on parle de *micromachine* ou *micromechatronics*



Fig. 1) Échelle des techniques de lithographie confondues avec l'échelle d'éléments biologiques

Le plus gros avantage qu'offrent les microtechnologies provient des dimensions des structures qu'elles permettent de réaliser. En effet, il est très aisé de fabriquer des objets ayant des tailles de l'ordre du micromètre avec les techniques de lithographie optique courantes (figure 1). De même, les grandeurs physiques (forces, tensions électriques, variation de température, ...) que l'on peut appliquer ou mesurer sont de ce même ordre de grandeur. Rappelons que les cellules eucaryotes ont typiquement un diamètre allant de quelques dizaines à quelques centaines de micromètres. Par ailleurs, de nombreux principes physiques présents à échelle micrométrique peuvent être mis a profit pour manipuler des objets de petites tailles tels que les molécules, les cellules ou des quantités infimes de liquide. Enfin, il est souvent souhaitable de recouper plusieurs résultats d'expérience afin d'obtenir des mesures les plus justes possible, ou d'effectuer plusieurs expériences avec différents paramètres. La nécessité de savoir fabriquer le même capteur en grand nombre est un réel besoin, dont les microtechnologies apportent une solution. Les techniques de fabrication empruntées à la microélectronique permettent de fabriquer en très grandes quantités donc à moindre coût, des structures fortement identiques. De plus, la possibilité d'intégrer des parties mécaniques mobiles à de l'électronique de commande et de détection permet d'avoir des systèmes intégrés très sensibles et très fiables.

Tous ces points jouent en la faveur d'un réel développement des microtechnologies pour des applications liées au monde du vivant (puces à cellules, puces à protéines, puces à ADN, ...). La manipulation et la caractérisation de cellules en est une des principales.

I.2) <u>Enjeux de l'étude de la cellule et de la mécanique cellulaire</u>

Le cadre général de ce projet de recherche concerne l'étude et la caractérisation des interactions biomécaniques à l'échelle cellulaire et leurs rôles dans le développement et le fonctionnement des organismes vivants. Il est maintenant qualitativement établi qu'en plus de facteurs purement biologiques ou chimiques, les effets mécaniques à l'échelle du micromètre sont primordiaux pour donner la fonctionnalité aux assemblages cellulaires intervenants dans les processus de morphogenèse (par exemple la croissance des organes de l'embryon), dans les processus de régénération tissulaire (par exemple lors des divisions cellulaires) ou dans le fonctionnement interne des organes (par exemple les mouvements des canalicules biliaires dans le foie). Au-delà du pur intérêt scientifique, une connaissance approfondie de ces phénomènes, impliqués dans

les mécanismes de réparation tissulaire, de développement des inflammations chroniques et l'apparition de tumeurs solides par exemple, trouve des applications dans le domaine biomédical.

Les objectifs précis de ce projet consistent à réaliser des dispositifs microsystèmes pour caractériser quantitativement les forces et les déplacements de cellules différenciées caractéristiques du foie² (hépatocytes) au sein d'assemblages cellulaires fonctionnels et ainsi déterminer les travaux des forces et les énergies mises en jeu, notamment dans des situations expérimentales mimant la réparation de l'organe par régénération tissulaire. Les objectifs concernent la caractérisation quantitative des énergies mécaniques au cours du cycle de division des hépatocytes, du rétablissement des communications cellulaires ou encore des mécanismes associés à l'expression de certaines fonctions :

- <u>Communication mécanique dans une dynamique de division cellulaire</u> : au cours de sa division, la cellule hépatique se détache de son support, rompt ses jonctions avec les cellules voisines puis lorsque les deux cellules filles apparaissent, l'assemblage cellulaire subit des mouvements qui conduisent à un réarrangement local pour intégrer les nouvelles cellules au sein de la colonie. Les énergies mises en jeu pour effectuer ces déplacements doivent être quantifiées et analysées.
- Communication mécanique pour la formation d'assemblages cellulaires fonctionnels : les hépatocytes cultivés *in vitro* ne présentent une activité fonctionnelle proche de celle que l'on trouve dans le foie *in vivo* qu'à condition de reconstituer des colonies ou agrégats et de restaurer des contacts avec des cellules biliaires. Le second objectif de ce projet consiste à déterminer l'énergie qu'est capable de dépenser un assemblage cellulaire pour se mettre dans une situation fonctionnelle et ainsi quantifier l'importance du contact mécanique dans la communication cellulaire. Des comparaisons des distances maximales d'interaction et d'affinité entre cellules seront possibles : hépatocyte-hépatocyte, hépatocyte-cellule biliaire, et pour comparaison hépatocytecellules d'autres organes. De plus, une étude similaire sera réalisée avec des cellules cancéreuses issues de lignées d'hépatocytes différenciées.
- <u>Étude de la dynamique fonctionnelle des canalicules biliaires</u>: Les assemblages d'hépatocytes différenciés en culture sont animés de mouvements réguliers de déformations afin d'excréter la bile. Le troisième objectif de ce projet consiste à caractériser mécaniquement le travail d'excrétion de la bile dans les canalicules biliaires localisés au pôle biliaire hépatocytaire.

I.3) Objectifs de cette thèse

L'objectif précis de cette thèse est de concevoir, de fabriquer et de caractériser des microdispositifs constitués de structures mobiles, qui permettent de mesurer par déformations mécaniques détectables électriquement, des forces d'intensité comprises entre 10 nN et

² Ce projet est réalisé en collaboration avec l'unité U522 de l'Institut National de la Santé et de la Recherche Médicale (INSERM). Ce laboratoire est situé à l'Hôpital PontChaillou de Rennes, et travaille sur l'étude du foie, la régénération hépatique, les pathologies du foie, … http://u522.rennes.inserm.fr/

quelques μ N, selon les dessins des structures. Ces structures, d'architecture originale, permettront de caractériser quantitativement les forces d'interaction cellule-cellule. Les dispositifs microsystèmes doivent répondre aux exigences liées à la culture de cellules et à leur observation : stérilité, adhésion cellulaire, fonctionnement à température de culture (37°C), et surtout compatibilité avec un milieu liquide – ce qui implique l'isolation électrique des parties conductrices.

I.4) <u>Structure du rapport</u>

Le manuscrit rapportant le travail effectué pendant ces années de thèse au sein de l'équipe « microsystèmes silicium » de l'Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie (IEMN) s'articule de la façon suivante :

Dans un premier chapitre sera présenté l'Etat de l'Art des techniques et des dispositifs offerts par les microtechnologies dans le domaine de la caractérisation électrique et mécanique des cellules. L'accent sera mis sur la caractérisation mécanique, avec la présentation en fin de chapitre, des structures les plus prometteuses concernant la facilité de réalisation et les caractéristiques qu'elles renseignent.

Le second chapitre intitulé « Conception des structures » présentera les structures qui ont été réalisées. Les différentes architectures, le principe de détection à base de jauges piézorésistives, ainsi que les calculs et les simulations permettant le dimensionnement et l'optimisation de ces capteurs de force seront exposés. L'architecture originale de la jauge sera approfondie.

Le troisième chapitre présentera le procédé de fabrication à base de substrat SOI (Silicon On Insulator) des dispositifs, ainsi que des précisions sur les étapes technologiques clés.

Le quatrième chapitre sera consacré aux tests des structures, afin de valider le fonctionnement et les performances des jauges piézorésistives pour la détection de forces appliquées dans le plan

I.5) <u>Références</u>

- [1] J.O.TEGENFELDT, C. PRINZ, H. CAO, R.L. HUANG, R.H. AUSTIN, S.Y. CHOU, E.C. COX, J.C. STURM, *« Micro- and Nanofluidics for DNA Analysis »*, Anal Bioanal Chem (2204) No. 378, pp. 1678-1692
- [2] H. ANDERSSON, A. VAN DEN BERG, « *Microfluidic devices for cellomics, : a review* », Sensors and Actuators B92, 2003, pp. 315-325.

II) <u>ETAT DE L'ART :</u> <u>TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION DE</u> <u>CELLULES APPORTÉES PAR LES</u> <u>MICROTECHNOLOGIES</u>

Dans son discours intitulé « *There's Plenty of Room in the Bottom* » [3] prononcé en 1959 (soit plusieurs années avant l'apparition des premiers circuits intégrés), Richard P. Feynman, génie visionnaire, annonce la possibilité de créer des systèmes à échelle micrométrique, basés sur des procédés de dépôt et « d'évaporation » de la matière. Si la plus grande partie de ce discours porte sur les possibilités apportées par la réduction de taille sur le stockage d'information, il aborde tout de même l'intérêt de créer des outils de petite taille pour manipuler des objets invisibles à l'œil nu, comme le sont les cellules. Trente-cinq ans plus tard, le domaine des microtechnologies offre une large gamme de solutions pour les biotechnologies, permettant de manipuler, stimuler, caractériser et bientôt façonner des tissus, des cellules, des protéines, des molécules, de l'ADN (acide désoxyribonucléique). La finalité étant d'intégrer des systèmes d'analyses complets, qui implémenteront toutes ces fonctions, qui portent déjà le nom de « μ TAS » (micro- Total Analysis Systems)

L'étude bibliographique suivante présente différentes techniques de caractérisation de cellules biologiques en rapport avec le domaine des microtechnologies. Beaucoup d'équipes de recherches en biologie ont utilisé ces techniques afin de dépeindre une multitude de cellules de types différents ; les résultats « d'aspect biologique » présentés ici sont donnés à titre d'information. Cette bibliographie n'est donc pas une liste exhaustive des propriétés de toutes les cellules du monde entier. Je laisse ce travail de titan à mes amis biologistes.

II.1) Caractérisation Electrique

La caractérisation électrique des cellules s'intéresse en majeure partie à la mesure de l'impédance et donc de la permittivité ε (capacité de polariser un matériau par accumulation de charges, exprimé en Farads par mètre) et la conductivité σ (possibilité pour des charges de traverser un milieu, exprimé en Siemens par mètre) de celles-ci. Ces deux propriétés dépendent par ailleurs de la fréquence du signal électrique d'excitation. Ainsi, on a pu mettre en évidence des phénomènes appelés dispersions qui se traduisent par une très forte baisse de la permittivité (figure 2), mais est difficilement remarquable sur la conductivité représentative du liquide extracellulaire. Le courant qui circule ne traverse que le milieu extracellulaire. Dans le cas de tissus biologiques, la dispersion α intervenant jusqu'à quelques kHz, trouve son origine dans un phénomène de diffusion ionique intervenant à la surface de la membrane cellulaire entraînant l'apparition d'un dipôle à l'échelle de la cellule. La dispersion β provient principalement de la polarisation de l'interface des membranes biologiques. Lorsque la fréquence augmente, la réactance due à la capacité membranaire diminue ce qui se traduit par la circulation d'un courant dans le milieu intra-cellulaire. La conductivité augmente et devient représentative du milieu extra et intra-cellulaire. Par ailleurs la polarisation membranaire n'a plus le temps de s'établir,

impliquant une diminution de la permittivité apparente. Ce comportement s'explique principalement par l'effet Maxwell-Wagner. La dispersion δ est produite par la rotation de macro-molécules et enfin, la dispersion γ est essentiellement due à la polarisation des molécules dipolaires intervenant à très haute fréquence. La membrane est alors court-circuitée d'un point de vue électrique et le milieu se comporte comme un électrolyte [4].



Fig. 2) Spectre typique de la permittivité d'un corps diélectrique en fonction de la fréquence.

Enfin, la mesure des paramètres électriques permet, en plus de l'intérêt scientifique, de créer un modèle mathématique de la matière vivante, de pouvoir faire de la différenciation de cellules par exemple, par identification des permittivités et conductivités. Une application phare étant le dépistage précoce de cancer du sein : un réseau d'électrode mesurant l'activité électrique des cellules mammaires se révèle être beaucoup plus sensible que les techniques conventionnelles (radiographie).

Plusieurs méthodes permettent de mesurer la bioimpédance de tissus cellulaires ou de cellule isolée. Le contenu présenté ici est en grande partie tiré de l'article de Markx *et al.* [5].

II.1.1) Spectroscopie diélectrique

La spectroscopie diélectrique est la mesure directe des propriétés électriques d'un matériau par la caractérisation courant /tension (en amplitude et en phase) de celui-ci. En général, on mesure la capacitance et la conductance en fonction de la fréquence d'excitation. Pour l'étude des cellules, les systèmes allient une partie microfluidique [6:8]. Les cellules sont placées en contact avec des électrodes d'excitation et de détection (figure 3).



Fig. 3) Schéma de principe de la spectroscopie diélectrique [8]

II.1.2) <u>L'Électro-cinétique</u>

L'électrocinétique est le mouvement induit par les forces électrostatiques sur des éléments mobiles lorsqu'ils sont placés dans un champ électrique qui peut être continu ou alternatif. La technique électro-cinétique se prête mieux à la caractérisation des cellules uniques. Les effets non linéaires dus aux interactions entre les cellules sont ici éliminés. Les principales architectures pour l'actionnement des cellules sont (figure 4) :



Fig. 4) Principales architectures d'actionnement [5]

II.1.2.1) Électrophorèses

La méthode de l'électrophorèse (figure 4.A) est basée sur la présence d'un champ électrique uniforme. Elle permet de manipuler des objets chargés grâce à l'action électrostatique du champ. Pour la di-électrophorèse (figure 4.B), la technique est un peu différente : en insérant un objet polarisable mais électriquement neutre, une réorganisation interne des charges va polariser cet objet qui va alors se comporter comme un dipôle, puis va être mis en mouvement sous l'action de ce même champ. Cette seconde technique nécessite un champ non uniforme, mais

est beaucoup plus utilisée puisqu'elle s'applique aux objets neutres comme les cellules. La diélectrophorèse est surtout utilisée pour manipuler des cellules ; cependant, la force s'appliquant sur celles-ci dépendant des propriétés diélectriques, il est donc possible de faire de la différenciation. Sohn *et al.* ont mis en évidence la relation entre la concentration en ADN et le changement d'impédance d'une cellule par cette technique[9].

II.1.2.2) Électro-rotation

L'électro-rotation est la mise en rotation d'une particule placée dans un champ électrique tournant appliqué sur quatre électrodes (figure 4.D). Le couple induit par la différence de phase du signal électrique dépend de la permittivité. À partir du spectre en fréquence de la vitesse de rotation, il est possible de calculer les caractéristiques électriques de la cellule. Cette technique se limite tout de même à des cellules de plus de 10 μ m de diamètre et n'est donc pas adaptée à l'étude de cellules procaryotes. Par ailleurs, les forces de frottement dues à la viscosité du milieu nutritif dans lequel sont placées les cellules limitent aussi ces structures à l'étude d'éléments dont la taille est supérieure à 100 μ m.

II.1.2.3) Electro-orientation

L'électro-orientation est (figure 4.C) l'orientation que prend un objet de forme allongée lorsqu'il est placé dans un champ électrique en fonction de la fréquence. Cette technique est peu utilisée par rapport aux autres. Cependant, elle se prête bien à l'étude de bactéries qui ont une forme allongée.

II.1.2.4) Di-électrophorèse à onde progressive

Les structures à déplacement (figure 4.E) par ondes progressives sont constituées d'un peigne d'électrodes dont les tensions appliquées à chaque brin sont déphasées. Il en résulte un champ non uniforme qui met l'objet en déplacement. La force exercée dépend de l'impédance de la cellule.

II.2) Caractérisation Mécanique

Le comportement mécanique d'une cellule est relié à plusieurs propriétés physiques intrinsèques que les microtechnologies cherchent à quantifier. C'est ainsi que plusieurs systèmes plus ou moins achevés ont été fabriqués. Cette étude présente les principales techniques utilisées pour mesurer la masse d'une cellule, son élasticité (module d'Young et module de cisaillement), les forces développées par la membrane lors de la migration cellulaire, la force de contact de la membrane sur une support (autre cellule, substrat fonctionnalisé, ...) et la résistance à la compression.

II.2.1) Structures à pince optiques

Les forces radiatives – ou exercées par la lumière – n'ont que peu d'effet à l'échelle macroscopique. Cependant, en 1873, James Clerk Maxwell démontre théoriquement que la lumière peut exercer des forces. De par leurs très faibles valeurs, il faut attendre le début des années 1960 et le développement des lasers pour que ces forces soient étudiées. C'est ainsi qu'en 1970, Ashkin à réussi à déplacer des objets de tailles micrométriques grâce à un faisceau laser. [10]. Une des applications de ce phénomène est les pinces optiques : en fixant des sphères transparentes actionnées par la pression de radiation du faisceau laser, à un objet quelconque –mais de taille micrométrique tout de même, il est possible de le manipuler. C'est ainsi qu'Ashkin développa le principe de pince optique pour manipuler des cellules [11].

Le principe de fonctionnement des pince optique est représenté sur la figure 5.



Fig. 5) Principe de l'action des forces radiatives sur une micro-bille [12]

En focalisant un laser présentant un gradient d'intensité (en plaçant une lentille de forte ouverture devant la sortie d'un laser de profil gaussien) sur une sphère réfringente d'indice optique supérieur à celui du milieu environnant, les rayons sont déviés à chaque interface, induisant un transfert de quantité de mouvement de la lumière vers la sphère. On rappelle que la quantité de mouvement p d'un photon s'exprime par :

$$p = \frac{h}{\lambda} \tag{II.1}$$

avec *h* la constante de Planck (6,626x10⁻³⁴ Joules seconde), et λ la longueur d'onde. Il résulte des forces (par exemple F_A et F_B) d'intensité différentes, qui mettent en mouvement la sphère jusqu'à un état d'équilibre. L'intensité des forces est proportionnelle à l'intensité lumineuse, le mobile ira donc dans la direction d'intensité lumineuse la plus élevée. Si on fait varier l'intensité lumineuse ou si on change le faisceau d'orientation, on met en mouvement la sphère.

D'un point de vue pratique, les sphères utilisées pour la manipulation de cellules sont des billes de silice ayant un diamètre de quelques μ m à quelques dizaines de μ m, et la puissance des lasers

employés est comprise entre 10mW et 1W, la longueur d'onde est elle assez élevée (700 nm à 1100 nm). Avec ces paramètres, les forces développées sont de l'ordre de 0,5 pN à 200 pN.

Les avantages de cette technique sont nombreux. Les forces appliquées sur les billes et donc les tensions appliquées sur la membrane sont contrôlées très précisément. De même, il est aisé de déformer les cellules largement ou infimement. De plus, en posant plusieurs billes, on peut étirer la cellule dans plusieurs directions. Hénon *et al.* [13] ont ainsi attaché deux billes de 1,05 μ m de rayon, diamétralement opposées sur un globule rouge humain, actionnées par un laser de 605 mW. La force développée est de 56 pN. Un module de cisaillement de 2,5 ± 0,4 μ N/m à été mesuré.



Fig. 6) <u>Vues au microscope d'un globule rouge étiré par des pinces optiques, au repos à gauche,</u> pour une force de 56 pN à droite [13]

Cette même équipe a par la suite étendu la mesure à trois billes, afin de mesurer le module d'expansion de surface, qui vaut ici $4.8 \pm 2.5 \ \mu$ N/m et un module de cisaillement quasiment identique à celui trouvé précédemment [14].

Un des inconvénients des pinces optiques est l'élévation locale de la température et les éventuels dommages qui pourraient en résulter. Ce problème est primordial parce que le laser utilisé est de relative grande puissance. Par ailleurs, la précision des mesures repose sur le bon calibrage du dispositif, qui s'avère être une étape délicate. Enfin, les caractéristiques mécaniques mesurées avec les pinces optiques peuvent aussi être évaluées par la technique de l'aspiration avec une micropipette; les résultats obtenus avec ces deux techniques sont assez différents pour être remarqués. Il n'existe cependant pas d'hypothèse satisfaisante permettant d'expliquer une telle différence [15].

II.2.2) <u>AFM</u>

Inventé par Binnig, Quate et Gerber en 1986 [16], le microscope à force atomique (ou AFM pour Atomic Force Microscope) est un dérivé du microscope à effet tunnel (ou STM), qui peut servir à visualiser la topographie de la surface d'un échantillon conduisant ou non l'électricité. Le principe se base sur les forces d'interactions de surface (forces de Van Der Waals, forces de capillarité, forces de friction, ...) entre l'échantillon et une pointe montée sur un microlevier. La pointe balaie la surface à représenter, et l'on agit sur sa hauteur selon un paramètre de rétro-action (figure 7.a). Il existe plusieurs principes de détection pour mesurer la déviation du levier. La technique la plus couramment utilisée est celle du laser : un faisceau laser est réfléchi par le levier supportant la pointe; lors de la déformation de celui-ci, l'angle de réflexion est modifié et le signal détecté par les photo-diodes change de cible (figure 7.b). L'intérêt de la mesure par laser est essentiellement la facilité de mise en œuvre, mais elle permet aussi d'accéder à une mesure secondaire qui est celle de la friction. En effet, la pointe balaie la surface à une certaine vitesse; à partir du moment où elle est en contact, ceci génère des frottements, et donc infléchit

le levier autour de son axe. Cette déviation implique une différence de tension non plus entre le haut et le bas du quadrant à photodiodes, mais entre la droite et la gauche. On peut ainsi avoir accès aux forces de frottement existantes entre la pointe et la surface, et donc de façon qualitative à la nature chimique de la surface [17]. Une seconde technique de détection est l'implantation d'une jauge piézorésistive à la base du levier qui permet d'obtenir des sensibilités de l'ordre de quelque 0,1 ppm/nN [18]. Dans ce cas, la déformation du levier modifie la résistance électrique de la jauge. Une simple mesure de la tension de sortie permet de calculer la hauteur de la pointe. L'effet piézorésistif et les jauges mettant en œuvre ce phénomène seront plus explicitement abordés au chapitre II.

À chaque fois, un ordinateur enregistre les mesures et peut ainsi reconstituer une image de la surface.



Fig. 7) <u>Schéma de principe du microscope à effet tunnel dont est issu le microscope à force</u> <u>atomique (a). Vue schématique de la détection par laser et photo-diodes (b)</u>

Comme il est basé sur les forces d'interactions entre la surface de l'échantillon et la pointe, le microscope à force atomique qui est largement utilisé pour décrire des surfaces non conductrices, peut fonctionner en milieu liquide [19] et ainsi caractériser des cellules biologiques dans un contexte de culture cellulaire [20-21]. Wojcikiewicz *et al.* [22] ont utilisé un AFM pour mesurer l'adhésion et la dé-adhésion entre des leucocytes 3A9 et la protéine ICAM-1 d'une part, et de mesurer les propriétés mécaniques de la membrane en utilisant l'AFM en tant que micro-indenteur d'autre part. Cette technique permet notamment de mesurer le module d'Young, grandeur caractérisant de la rigidité d'un matériau.

Pour la première étude, la pointe du levier a été fonctionnalisée afin de garantir la parfaite adhérence de la cellule sur celle-ci. Pour ce cas, les dimensions du levier sont 320 μ m de long par 22 μ m de large, impliquant une raideur mécanique d'environ 10 mN/m, et un seuil de détection de 20 pN. Le protocole de mesure est présenté sur la figure 8.



Fig. 8) <u>Vue schématique de l'AFM (a) et des différentes phases pour la mesure des forces</u> <u>d'adhésion et de dé-adhésion d'un leucocyte sur une protéine (b) [22]</u>

Après adhésion du leucocyte sur le tapis de protéine, le levier est déplacé vers le haut afin de séparer la cellule de ce substrat. La force appliquée pour séparer ces éléments est de 2nN. Benoit *et al.* [23] ont utilisé ce même type d'expérience pour mesure les force de dé-adhésion (figure 9) de deux cellules de même type (eucaryotes *dictyostelium discoideum*) et ont mis en évidence l'importance de la concentration en ions Ca⁺⁺ sur la résistance de ce contact, évaluée cette fois ci à 150pN. Cette force de contact diminue à 23 pN si le pH de la solution est adouci à l'EDTA (solution tampon). Pour ce cas, la raideur du levier est de 4.8 mN/m.



Fig. 9) <u>Principe de mesure (a) et image au microscope optique de l'extrémité du cantilever (b)</u>
[23]

Les forces à mesurer dépendent de plusieurs facteurs dont font partie le type de cellules, le type molécules utilisées pour fonctionnaliser les surfaces, la concentration en ions du liquide nutritif, le temps et la force de contact entre les deux cellules, Cependant, ces travaux donnent une idée de l'ordre de grandeur des forces à mesurer.

Un deuxième mode d'utilisation de l'AFM est la micro-indentation (figure 10.a). Cette technique qui permet de mesurer les propriétés élastiques de la cellule, consiste à appuyer à la surface de celle-ci avec le levier et ainsi exercer une force F qui tend à le fléchir, puis à mesurer la force de restauration de la forme initiale de la membrane. En supposant que la cellule soit un

solide isotropiquement élastique et que la pointe du levier est un cône formant un angle de contact θ , et qui pénètre la membrane de la cellule sur une longueur α (figure 10.b), la formule de Hertz donne alors :

$$F = \frac{E}{2(1-\upsilon^2)\pi} \frac{4}{\tan\theta} \alpha^2$$
(II.2)

avec E le module d'Young et v le coefficient de Poisson [22].



Fig. 10) Représentation schématique du principe de micro-indentation (a) et de la pointe (bleu) de l'AFM pénétrant la cellule (en jaune) (b) [22]

Les forces appliquées pour la technique de l'indentation sont relativement élevées par rapport aux forces d'adhésion des cellules (de quelques centaines de pico-newtons à quelques nanonewtons). Cependant ces forces doivent rester suffisamment faibles afin de garantir le comportement viscoélastique linéaire des cellules imposé par le modèle de Hertz. La profondeur d'indentation doit être inférieure à 10% du diamètre de la cellule [24]. Le module d'Young ainsi calculé est d'environ 1,5 kPa pour les leucocytes 3A9 sans traitement spécifique (le module d'Young est doublé si les cellules sont cultivées dans une solution riche en ions Mg⁺⁺).

Ainsi, par une très grande précision, un faible niveau de détection et une large gamme de mesure, l'AFM est un outil de caractérisation formidable pour l'étude des cellules.

II.2.3) Techniques dérivées de l'AFM

Fort des nombreux avantages cités précédemment, le microscope à force atomique est donc un appareil très utilisé par les physiciens, mais utilisé depuis peu par les biologistes. Outre l'aspect culturel, des considérations techniques viennent ternir le tableau. En effet, l'AFM - et les modèles mathématiques de cellules développés [25] –ne s'applique qu'à de faibles déformations et mesures de faibles forces de réaction. Par ailleurs, les déformations mécaniques imposées (compression ou tension) ainsi que les forces mesurées ne se font que sur une direction de l'espace : hors du plan. La cellule étant un élément en trois dimensions, la réponse à un stimulus se fait dans les trois directions. Même si l'AFM peut prétendre effectuer des mesures sur deux dimensions, aucun travail n'est recensé à ce jour dans cette voie. Enfin, bien que l'AFM soit un appareil offrant de multiples possibilités de mesures [16] dans différents modes (modulations, contact intermittent, ...) il est impossible de le combiner à d'autres appareils d'observation tel

que microscope optique ou microscope électronique à balayage (MEB). Pour toutes ces raisons, Yang *et al.* [26] proposent une alternative à l'AFM pour manipuler, indenter et étirer une cellule dans le plan. Le système (figure 11.a et b) est une pointe placée à l'extrémité d'un cadre, luimême suspendu au bout de poutres très longues et très fines, assurant une constante de raideur faible (3,4 mN/m). Le tout est ancré sur un substrat relié à un moteur piézo.



Fig. 11)<u>Vue schématique (a) et au MEB du capteur et de sa pointe. Vue complète du système</u> expérimental (c) [26]

Un microscope optique est ici utilisé pour enregistrer les images de la déformation des cellules et des poutres flexibles qui maintiennent la pointe et le cadre (« backbone » sur la photo). Bien que la résolution d'un microscope optique soit largement moindre que celle d'un AFM, celle obtenue ici est de $0,27\mu$ m par pixel (le système comprend un capteur d'acquisition vidéo) ce qui correspond à une résolution d'environ 0,5nN par pixel (figure 11.c). Comme le montre cette figure, la force appliquée sur la membrane de la cellule est située dans le plan. Cependant, cette technique présente le gros inconvénient dans la quantification des résultats. En effet, lors de la sollicitation dans cette direction, et pour des déplacements importants (on sort ici des conditions imposées par le modèle de Hertz citées plus haut), certains sites d'adhésion de la membrane sur le substrat se cassent. Cette modification est source de non-linéarités sur les mesures (figure 12).



Fig. 12) À gauche, réponse d'un fibroblaste du genou de singe à une indentation latérale. Les points notés entre parenthèse traduisent des modifications d'attachement de la cellule au substrat. A droite, photo montrant le large déplacement de la cellule [26]

Enfin, en combinant deux de ces systèmes sur une même expérience, on pourrait obtenir une des sollicitations dans deux direction du plan (en x et une en y) et ainsi avoir une idée plus précise des forces de réaction d'une cellule à la technique d'indentation.

Une autre mesure dérivée de l'indentation est proposée par Peeters *et al.* [27]. Partant du principe qu'une cellule en situation physiologique normale est constamment soumise à des forces mécaniques présentes en plusieurs points de la membrane, cette équipe à étendu la mesure par indentation à la compression totale de la cellule entre une pointe et le substrat (figure 13)



Fig. 13) <u>Vue schématique du banc de mesure pour l'étude d'une cellule en compression.</u> L'insert est une image MEB de la pointe de l'indenteur [27]

Les mesures effectuées permettent de caractériser la résistance d'une cellule soumise à une force compressive jusqu'à éclatement, ainsi que du module d'Young et module de cisaillement par mesure optique de l'élongation relative de celle-ci. Pour des myoblastes de souris (C2C12),

une force de rupture valant $8,7 \pm 2,5 \mu$ N à été mesurée, pour une élongation relative de 72 ±4 %. Le module d'Young vaut 1,14 ±0,32 kPa, dont la valeur est différente de celle obtenue par Collinsworth *et al.*, avec l'AFM sur les mêmes cellules : 11,5 kPa [28]. Cette différence pourrait s'expliquer par le fait que les mesures faites au microscope à force atomique sont affectées par les composants internes de la cellule (noyau, cytoplasme) dont la raideur de certains est beaucoup plus grande que la membrane. Par ailleurs, les conditions de mesures étaient différentes dans les deux cas : pour Peeters, les mesures ont été réalisées sur une cellule isolée, tandis que dans les travaux de Collinsworth, les cellules étaient en colonie. Le cytosquelette de cet assemblage cellulaire affecte à coup sûr la rigidité de chaque cellule. Ceci soulève un point important de sur l'étude de la mécanique des cellules : faut-il prendre les cellules isolées afin de comprendre comment réagit chacune d'elle de façon précise, ou faut-il considérer des assemblages cellulaires, conditions qui se rapprochent des conditions *in vivo* ? Si l'étude de l'unité permet de comprendre bien des choses, il m'apparaît tout de même plus pertinent d'étudier les cellules dans les conditions les plus proches de leur environnement naturel, donc en colonie.

II.2.4) Les structures à poutre encastrée-libre

Les structures à poutre encastrée-libre (appelées aussi cantilever), sont des capteurs microusinés en technologie silicium.

Le principe est ici de déterminer la masse d'une cellule déposée à l'extrémité d'un cantilever dont la surface a été fonctionnalisée, en mesurant la dérive de la fréquence de résonance de celui-ci (figure 14) [29].



Fig. 14) <u>Vue schématique du cantilever à gauche et photo au microscope d'une cellule *E-coli*. à <u>droite [29]</u></u>

La poutre résonante réalisée par usinage de volume en nitrure de silicium faiblement contraint. Plusieurs dimensions ont été réalisées. A titre d'exemple, pour une poutre de 5μ m de large, 320 nm d'épaisseur et respectivement 15 μ m et 25μ m de long, la sensibilité est de 1,1 Hz/fg et 7,1 Hz/fg. Les poutres de plus grandes longueurs présentent une meilleure détection puisque la fréquence de résonance propre (1^{er} mode) diminue. En utilisant la réponse en fréquence (figure 15) et la formule :

$$\Delta f = 0.279 \frac{x}{l} m_{cellule} \sqrt{EI/l^3 m_0^3}$$
(II.3)

où x est la distance entre la cellule et l'origine de la poutre, l la longueur, E le module d'Young du nitrure, I le moment d'inertie, m_0 la masse de la poutre sans la cellule et $m_{cellule}$ la masse de la cellule. Une variation de fréquence de 4,7 kHz correspondant à une masse de 665 fg ont été évaluées (les cellules *E-coli* étant de petites cellules : environ 1,5 μ m de long, 730 nm de large et 350 nm d'épais –figure 14.b). On remarque que les poutres sont actionnées par le bruit thermomécanique du milieu environnant ; la détection est optique.



Fig. 15) <u>Réponse en fréquence du cantilever sans (trait fin) et avec (trait épais) cellule déposée</u> à l'extrémité [29]

Ce type de capteur permet donc de mesurer avec précision la masse d'une cellule en milieu liquide. Cependant, si le principe de mesure est simple, il reste cependant très délicat de manipuler les cellules unes par unes pour les placer à l'extrémité de la poutre. Yi *et al.* [30] ont étendu ce principe à la détection de présence de cellule dans un liquide : en y plongeant une poutre en acier fonctionnalisée, actionnée par un PZT, les cellules adhèrent au cantilever, en modifient la masse et donc la fréquence de résonance (figure 16).



Fig. 16) <u>Vue schématique du dispositif expérimental (a) et réponses en fréquence en fonction</u> <u>du temps d'immersion (b)[30]</u>

II.2.5) Transducteur de force

Un autre composant MEMS dédié à la mesure de force développée par une cellule isolée est présenté par Lin *et al.* [31]. Ce système complet intègre la partie mécanique ainsi que le premier étage de l'électronique de traitement et est complètement immergé dans la solution nutritive. Il

est réalisé en usinage de surface compatible avec le procédé CMOS (procédé de fabrication de circuits à transistors <u>C</u>omplementary <u>M</u>etal <u>O</u>xide <u>S</u>emiconductor [32]), le principe de détection étant la mesure de variation de tension aux bornes d'une jauge de contrainte (jauge piézorésistive) (figure 17) :



Fig. 17) <u>Vue schématique à gauche et photo MEB à droite du système à transducteur de force.</u> [31]

Une cellule du myocarde est fixée à l'extrémité des deux bras de maintien par un système de clamps à charnières faites d'oxyde de silicium. Sur un des bras est implantée une jauge piézorésistive en silicium polycristallin, insérée dans un pont de Wheatstone. Lors des contractions de la cellule, les bras de maintien se courbent, induisant des contraintes mécaniques dans la jauge dont résistance électrique varie. Cette variation est source d'un déséquilibre entre les résistances qui constituent le pont de Wheatstone. La sensibilité de la jauge a été mesurée et vaut 1,6 ± 0,31 mV/ μ N. Le signal électrique est ensuite enregistré dans un ordinateur. Les contractions de la cellule sont générées par les interactions avec les protéines contractiles du liquide. La raideur des bras de maintien est évaluée à 2,8 N/m. Cette raideur peut sembler importante par rapport à un levier AFM, cependant, les cellules testées ici sont des cellules musculaires qui développent d'importantes forces : 5,8 ± 2,38 μ N. Cependant, pour ce type de mesure, il est plus intéressant de connaître la force développée par unité d'aire de la section de la cellule. En effet, les cellules du myocarde sont constituées de filaments contractiles dont le nombre peut varier, donc la taille de la cellule est affectée. En évaluant l'aire d'une telle cellule par [33]:

$$A = \left(\frac{1}{1.25}\right) \pi \left(\frac{w}{2}\right)^2 \tag{II.4}$$

avec w la largeur de la cellule, on obtient une quantité normalisée F/A qui vaut 14,7 ± 7,7 mN/mm².

II.2.6) Structure à micropiliers

Une autre méthode pour déterminer les forces d'adhésion des cellule est l'observation des déformation du substrat sur lequel elles reposent. Harris *et al.* [34] ont étudié les plis d'une gomme de silicone provoqués par le déplacement de fibroblastes. Dembo *et al.* [35] disposèrent des particules fluorescentes de taille sub-micrométrique sur un gel pour faciliter la mesure. Balaban *et al.* [36] ont employé la lithographie optique afin de façonner des microplots dont l'emplacement est maîtrisé contrairement aux particules fluorescentes disposées aléatoirement, et avoir une répartition homogène des points d'observation. Bien que de gros efforts aient été

faits dans l'interprétation et la quantification des résultats, toutes ces techniques souffrent de la présence d'un couplage entre les plots, dû au fait que le substrat soit continu. C'est pourquoi Tan *et al.* [37] proposent une architecture à base de micropiliers, indépendants les uns des autres, sur lesquels sont posées les cellules. (figure 18).



Fig. 18) <u>Schéma de principe (a): la cellule repose sur un tapis de mircopiliers. Les forces sont</u> mesurées par déformation des piliers (b). Image MEB des piliers [37]

Le substrat ainsi discrétisé permet de mesurer l'intensité et la direction des forces de traction développées par la cellule. Les piliers sont réalisés en PDMS (polydiméthylsiloxane) dont le module d'Young est très faible (E = 2MPa) comparé aux matériaux standards comme le silicium (E = 150 GPa). Ces piliers sont des cylindres de diamètre compris entre 2 et 10 μ m, et de hauteur allant de 3 à 50 μ m, permettant d'obtenir des supports très souples dont la rigidité va de 2,7 à 1600 nN/ μ m. Le seuil de détection, fixé en partie par la résolution optique du système d'acquisition des images, est de 12nN. Cependant, l'espace de 10 μ m entre les piliers, fait que les cellules « tombent », adhèrent au fond ou sur les côtés des piliers, ce qui rend les mesures erronées (figure 19).



Fig. 19) <u>Déformation des piliers due à la traction de la cellule (cellule d'artère pulmonaire de bovin)</u>. Cependant, celle-ci adhère aussi au fond entre les piliers rendant les mesures erronées [37]

Par ailleurs, la très grande souplesse des piliers ne limite pas les déformations à la simple courbure de ceux-ci : des contraintes de cisaillement sont aussi présentes et qui sont source d'erreurs. De même, l'expression de la force en fonction du déplacement, utilisée pour le calcul, n'est plus linéaire pour les grandes déformations comme il peut y avoir sur certains piliers. Petronis *et al.* [38] reprennent le principe du substrat discret, réalisé cette fois en silicium par gravure profonde (figure 20).


Fig. 20) Procédé de fabrication des micropiliers en silicium (a) et photo MEB (b) [38]

Le haut des piliers est constitué d'une fine couche de dioxyde de silicium qui est utilisé comme masque pour la gravure du silicium et comme couche d'accroche pour les cellules (après fonctionnalisation). Cette gravure est faite par procédé Bosch : alternance d'étapes de gravure au SF₆ et d'étapes de passivation au C₄F₈ [39]. En jouant sur le ratio entre la gravure et la passivation, les piliers peuvent être parfaitement rectilignes, ou avoir une forme de cône inversé (figure 21).



Fig. 21) <u>Photos MEB des piliers. Le masque d'oxyde à la surface sera fonctionnalisé (a). Détail</u> <u>de la base très étroite (b) [38]</u>

Dans ce dernier cas, les structures sont beaucoup plus souples, mais aussi plus fragiles : les contraintes sont alors concentrées à la base des piliers, là où ils sont les plus fragiles. Afin de garder une bonne sensibilité et donc une faible rigidité, la profondeur de gravure atteint les 100 μ m, pour une largeur de masque de 1 μ m x 1 μ m conférant aux piliers une raideur de 22nN/ μ m. La sensibilité est quasiment la même que celle obtenue par Tan *et al.*; cependant, la densité est beaucoup plus élevée (espace de 2 μ m entre chaque plaque) grâce au procédé de fabrication : la résine permettant de réaliser le masque pour la gravure profonde à une épaisseur bien plus fine que la couche de PDMS des structures de Tan *et al.* La résolution optique est donc meilleure et permet une plus grande densité de motifs. Le seuil de détection est par contre plus élevé : 44nN.

Suite à l'acquisition d'une image avant dépôt des cellules et après un temps de travail suffisant, les vecteurs de déplacements et de forces peuvent être extraits optiquement (figure 22).



Fig. 22) <u>Extraction des vecteurs de déplacement pour des cellules épithéliales de vessie de porc.</u> Les carrés blancs indiquent la position initiale des plaques de support [38].

Restant sur la base d'un substrat en polymère et fort de la technique de gravure profonde permise avec un substrat en silicium, Du Roure *et al.* [40] ont proposé un « tapis de fakir » à haute densité (figure 23). Fabriqués en PDMS, les piliers ont des dimensions plus petites que ceux de Tan *et al.* : le diamètre est de 1μ m pour une hauteur de 5 à 6 μ m, la raideur est évaluée de 1,3 à 21,8 nN/ μ m. L'écart entre les piliers est de 2 μ m. Les caractéristiques sont à peu de choses près les mêmes que Petronis *et al.* ; cependant, le procédé de façonnage du PDMS autorise, en plus d'un densité de plots élevée, une réplication des structures très facile (figure 24).



Fig. 23) Micropiliers en PDMS. Une cellule isolée y est déposée (B), un tissu cellulaire y est déposé. Les cellules restent à la surface des piliers [40]



Fig. 24) Procédé de fabrication des piliers en PDMS [37]

Un premier moule est réalisé en insolant une épaisse couche de SU-8 (résine epoxy représentée en jaune sur la figure 24). Après développement, une première couche de PDMS (bleu clair) est déposée puis cuite afin de réaliser le moule final. Les structures sont enfin réalisées avec un deuxième dépôt de PDMS (bleu foncé). Il est donc très facile de répliquer ce capteur.



Fig. 25) Contrainte de traction moyenne en fonction de la distance au bord de la cellule [40]

Il a été mis en évidence que la contrainte de traction développée lors de la migration cellulaire est plus élevée au bord qu'au milieu des cellules (figure 25 pour des cellules épithéliales de rein de chien).

Enfin, cette structure présente deux avantages par rapport aux piliers en silicium. Premièrement, les colonnes en PDMS sont des cylindres, la rigidité est donc la même dans toutes les directions du plan. Pour les piliers en silicium, la section étant carrée, la rigidité le long des diagonales est plus élevée que le long des axes parallèles aux arêtes et n'est donc pas isotrope. Deuxièmement, le PDMS est un matériau transparent, qui autorise l'utilisation de microscope inversé en transmission, outil d'observation plus souvent utilisé par les biologistes que le microscope en réflexion.

	Matériau	Dimensions -hauteur -surface	Périodicité	Raideur [nN/µm]	Seuil de détection
Than[37]	PDMS	3 à 50 um 2 à 10 um (Ø)	10 um	2,7 à 1600	12 nN
Petronis[38]	Silicium	100 um 1um x 1um	2 um	22	44 nN
Du Roure[40]	PDMS	5 um 1um (Ø)	2 um	1,3 à 21,8	10 nN

Table 1) Tableau récapitulatif des caractéristiques des différentes structures à piliers.

II.3) Synthèse

De nombreuses techniques sont ainsi aujourd'hui disponibles pour caractériser électriquement et mécaniquement les cellules, qu'elles soient isolées, ou en agrégat. La table suivante reprend les différentes structures présentées pour la caractérisation mécanique.

Mesures	Outil	Référence
Module d'Young	AFM, Pinces optiques	[12-15],[20-22], [24][26]
Module de cisaillement	Pinces optiques	[13,14]
Module d'expansion de surface	Pinces optiques	[14]
Force d'adhésion / dé-adhésion	AFM	[22,23]
Force de contraction	Transducteur de force	[31]
Force de traction	Structures à micropiliers	[37,38,40]
Force de rupture à la compression	Indenteur en compression	[27,28]
Masse	Cantilever	[29]

Table 2) Récapitulatif des techniques de caractérisation mécanique.

Il est ainsi possible de caractériser un grand nombre de propriétés mécaniques des cellules avec différents moyens. Le cadre de cette thèse s'intéresse à la mesure des force développées au niveau de la membrane des cellules. Les dispositifs présentés se rapprochant le plus de ce travail sont donc les transducteurs de force et les structures à micropiliers. Ces deux techniques présentent des sensibilités suffisantes pour caractériser les forces mises en jeu. Cependant, ces deux structures possèdent différents inconvénients d'utilisation : pour les transducteurs de force de Lin *et al*, il est nécessaire d'accrocher une cellule à l'extrémité des bras et de la clamper. Cette étape est délicate et la cellule peut être endommagée lors de la manipulation. De plus, cette structure ne permet de caractériser qu'une cellule unique. Les structures à micropiliers présentent l'avantage d'être facilement et hautement réplicatives quand elles sont en PDMS. Cependant, le système de détection optique ainsi que les appareils d'acquisition et de traitement présentent un certain investissement.

L'objet du travail qui va être présenté au chapitre suivant est la conception et la réalisation de structures permettant de mesurer des forces dans une gamme de 10nN à quelques μ N avec des sensibilités équivalentes aux structures à micropiliers, mettant en œuvre un principe de détection par mesure électrique faite sur des jauges de contrainte, qui fonctionnent en milieu liquide et dont l'utilisation soit relativement simple. Par rapport aux structures qui viennent d'être citées, l'objectif est de présenter une architecture originale mettant en œuvre des jauges piézorésistives pour la mesure de contraintes s'exerçant sur un axe parallèle au plan de dépôt de la jauge; une application intéressante mettant en œuvre ce type de capteur étant la caractérisation mécanique des cellules en agrégats.

II.4) <u>Références</u>

- [3] R.P. FEYNMAN, *« There's Plenty of Room at the Bottom »*, Journal of Microelectromechanical Systems, Vol.1, No.1, March 1992, pp.60-66
- [4] S. GRIMNES, O.G. MARTINSEN, *« Bioimpedance et Bioelectricity »*, Academic Press, 2000.
- [5] G.H. MARKX, C.L. DAVEY, « The dielectric properties of biological cells at radiofrequencies : Applications in biotechnology », Enzyme and Microbial Technology, No. 25, 1999, pp. 161-171
- [6] K. ASAMI, « *Characterization of biological cells by dielectric spectroscopy* », Journal of non cistalline solids, No. 305, 2002, pp.268-277
- [7] S.K. MOHANTY, S.K. RAVULA, K. ENGISCH, A.B. FRAZIER, « *Micro Electrical Spectroscopy of Bovine Chromaffin Cells* », IEEE EMBS Special Topic Conference on Microtechnologies in Medicine & Biology, Madison, WI, May 2002, pp 485-489.
- [8] H. HILLEBRANDT, A. ABDELGHANI, C. ABDELGHANI-JACQUIN, M. AEPFELBACHER, E. SACKMANN, « Electrical and optical characterization of thrombin-induced permeability of cultured endothelial cell monolayers on semiconductor electrode arrays », Applied Physics A 73, 2001, pp. 539-549
- [9] L.L. SOHN, O.A. SALEH, G.R. FACER, A.J. BEAVIS, R.S. ALLAN, D.A. NOTTERMAN, « *Capcitance cytometry : Measuring biological cells one by one »*, Proceedings of the National Academy of Science, vol. 97, No. 20, Feb. 2000, pp. 10687-10690
- [10] A.ASHKIN, « Acceleration and trapping of particles by radiation pressure », Physical Review. Letters, Vol. 24, 1970, pp. 156-59
- [11] ASHKIN, J.M. DZIEDZIC, T. YAMANE, « *Optical trapping and manipulation of single cells using infrared-laser beams* », Nature, vol. 330, 1987, pp. 769-771
- [12] C. COIRAULT, J.-C. POUMY, F. LAMBERT, Y. LECARPENTIER, « Les pinces optiques en biologie et en médecine », Médecine / Sciences, vol. 19, pp. 364-7, 2003.
- [13] S. HENON, G. LENORMAND, A. RICHERT, F. GALLET, « A new determination of the shear modulus of the human erythrocyte membrane using optical tweezers », Biophysical Journal, Vol. 76, 1999, pp.1145-1151
- [14] G. LENORMAND, S. HENON, A. RICHERT, J. SIMEON, F. GALLET, *« Direct messurement of the area expansion and shear moduli of the human red blood cell membrane skeleton »*, Biophysical Journal, Vol. 81, 2001, pp.43-56

- [15] J.P. MILLS, L.QUIE, M. DAO, C.T. LIM, S. SURESH, « Nonlinear Elastic and Viscoelastic Deformation of the Human Red Blood Cell with Optical Tweezers », Molecular and Cellular Biology, Vol. 1, No. 3, 2004, pp. 169-180
- [16] G. BINNIG, C.F. QUATE, C. GERBER, «*Atomic Force Microscopy* », Physical Review Letters, Vol. 56, No. 9, March 1986, pp.930-933.
- [17] R. GARCIA, R. PEREZ, *«Dynamic Atomic Force Microscopy Methods »*, Surface Science Reports, No. 47, 2002, pp. 197-301
- [18] R. JUMPERTZ, A. v.d. HART, O. OHLSSON, F. SAURENBACH, J. SCHELTEN, « *Piezoresistive sensors on AFM cantilevers with atomic resolution* », Microelectronic Engineerinig, Vol. 41/42, 1998, pp. 441-444
- [19] J. TAMAYO, A.D.L. HUMPHRIS, M.J. MILES, « Piconewton Regime Dynamic Force Microscopy in Liquids », Applied Physics Letters, Vol. 77, No. 4, July 2000, pp, 582-584
- [20] J.A. DVORAK, *« The Application of Atomic Force Microscopy to the study of living vertebrate cells in culture »*, Methods, No. 29, 2003, pp. 86-96
- [21] SIMON, T. COHEN-BOUHACINA, J.-P. AIME, M.C. PORTE, J. AMEDEE,
 C. BAQUEY, *« Heterogeneous Cell Mechanical Properties : an Atomic Force Microscopy Study »*, Molecular and Cellular Biology, No. 50, 2003, pp. 255-266
- [22] E.P. WOJCIKIEWICZ, X. ZHANG, V.T. MOY, «Force and Compliance Measurements on Living Cells Using AFM », Biological Procedures Online, Vol. 6, No.1, 2004, www.biologicalprocedures.com
- [23] M. BENOIT, D. GABRIL, G. GERISCH, H.E. GAUB, « Discrete Interactions in Cell Adhesion Measured by Single-Molecule Force Spectroscopy », Nature Cell Biology, Vol. 2, June 2000, pp. 313-317
- [24] K.D. COSTA, F.C. YIN, « Analysis of indentation: implications for measuring mechanical properties with atomic force microscopy », Journal of Biomechanical Engineering, No. 121, Vol. 5, April 1999, pp. 426-471
- [25] C.T. LIM, E.H. ZHOU, S.T. QUEK, « *Mechanical models for living cells* », Journal of Biomechanics, 2005, *In Press, Corrected Proof*
- [26] S. YANG, T. SAIF, *« Micromachined force sensor for the study of cell »,* Review of Scientific Instruments, Vol. 76, (2005), pp. 044301/1-044301-8
- [27] E.A.G. PEETERS, C.W.J. OOMENS, C.V.C. BOUTEN, D.L. BADER, F.p.T. BAAIJENS, « *Mechanical and Failure properties of single attached cells under compression* », Journal of Biomechanics, No. 38, 2005, pp.1685-1693
- [28] A.M. COLLINWORTH, S. ZHANG, W.E. KRAUS, G.A. TRUSKEY, « Apparent elastic modulus and hystheresis of skeletal muscle cells through differenciation », American Journal of Physiology : Cell Physiology, No. 283, 2002, pp. 1219-1227

- [29] B. ILIC, D. CZAPLEWSKI, M. ZALALUTDINOV, H.G. CRAIGHEAD, P. NEUZIL, C.CAMPAGNOLO, C. BATT, « Single Cell Detection With Micromechanical Oscillators », Journal of Vacuum Science Technology, No. 6, Nov/Dec 2001, pp.2825-2828
- [30] J.W. YI, W.Y. SHIH, R. MUTHARASAN, W.H. SHIH, « In situ cell detection using piezoelectric lead zirconate titanate-stainless steel cantilevers », Journal of Applied Physics, Vol.93,No. 1, January 2003, pp. 619-625
- [31] G. LIN, R.E. PALMER, K.S.J. PISTER, K.P. ROOS, « Miniature Heart Cell Force Transducer System Implemented in MEMS Technology », IEEE Transactions on Biomedical Engineering, Vol. 48, No. 9, September 2001, pp. 996-1006
- [32] Y.B. GIANCHANDANI, H. KIM, M. SHINN, B.HA, B. LEE, K. NAJAFI, « A fabrication process for integrating polysilicon microstructures with post-processed CMOS circuits », Journal of Micromechanics and Microengineering, Vol. 10, 2000, pp. 380-386
- [33] K.P. ROOS, A.J. BRADY, « Stiffness and shortening changes in myofilamant extracted rat cardiac myocytes », American Journal of Physiology, Vol. 256, 1989, pp. H539-H551
- [34] A.K. HARRIS, P. WILD, D. STOPACK, « Silicon rubber substrata : a new wrinkle in the study of cell locomotion » Science, No. 208, 1980, pp. 177-179
- [35] M. DEMBO, Y.L. WANG, « *Stresses at the cell to substrate interface during locomotion of fibroblasts* », Biophysical Journal, Vol. 76, 1999, pp.2307-2316
- [36] N. BALADAN & al., « Force and focal adhesion assembly: a close relationship studied using elastic micropatterned substrates », Nature Cell Biology, Vol.3, May 2001, pp. 466-472
- [37] J.L. THAN, J. TIEN, D.M. PIRONE, D.S. GRAY, K. BHADRIRAJU, C.S. CHEN, « Cells lying on a bed of microneedles: An approach to isolate mechanical forces », Proceedings of the National Academy of Science, vol. 100, No. 4, Feb. 2003, pp.1484-1489
- [38] S. PETRONIS, J. GOLD, B. KASEMO, «*Microfabricated force sensitive elastic substrates for investigation of mechanical cell-substrate interaction*», Journal of Micromechanics and Microengineering, Vol. 13, 2003, pp. 900-913
- [39] E. QUEVY, B. PARVAIS, J.-P. RASKIN, L. BUCHAILLOT, D. FLANDRE, D. COLLARD, « A modified Bosch-type process for precise surface micromachining of polysilicon », Journal of Micromechanics and Microengineering, Vol. 12, 2002, pp. 328-333
- [40] O. DU ROURE, A. SAEZ, A. BUGUIN, R.H. AUSTIN, P. CHAVRIER, P. SIBERZAN, « Force Mapping in Epithelial Cell Migration », Proceedings of the National Academy of Science, Vol. 102, No. 7, Feb. 2005, pp. 2390-2395

III) CONCEPTION DES STRUCTURES

Cette partie du manuscrit s'attache à présenter la conception des structures qui vont être réalisées. Ainsi, on présentera dans un premier temps les techniques mises en œuvre pour la détection de déplacement, et plus particulièrement les jauges de contraintes mécaniques, dans la mesure où le déplacement de la partie mobile d'un objet par rapport à une partie fixe induit des contraintes au sein du matériau qui les relie. On verra alors que les jauges piézorésistives déjà utilisées en microtechnologies apportent une bonne solution pour notre problème. On présentera en outre les structures réalisées. Puis, après une brève présentation de l'effet piézorésistif, on étudiera les performances obtenues avec une jauge placée à la surface de poutres encastrée-libre, bi-encastrée, encastrée-guidée. Ceci permettra de voir sur quels paramètres agir et dans quelles mesures pour obtenir les sensibilités requises. Ensuite, on proposera plusieurs modifications de l'architecture de la jauge afin d'améliorer les performances pour la détection d'une force appliquée le long d'un axe parallèle au plan de la jauge. Enfin, on présentera les structures dessinées, on donnera les dimensions et les performances théoriques des dispositifs réalisés.

III.1) <u>Mesure de contraintes</u>

L'application proposée pour ce travail de thèse est la mesure des forces mises en jeu au niveau de la membrane de cellules vivant en agrégats, immergées dans un milieu nutritif propice à la culture. Il faut donc réaliser un capteur de force dont la sensibilité soit suffisante pour mesurer de faibles forces. Une méthode couramment utilisée et présentée en partie I, est la détection optique : les cellules posées sur un substrat déforment une structure mécanique souple (que l'on appelle corps d'épreuve), et dont le déplacement est mesuré à l'aide d'un logiciel de traitement d'image. Cette technique présente toutefois une limitation : la résolution de mesure est fixée par la résolution optique du capteur d'image.

Pour cette thèse, des capteurs basés sur le même principe de mesure ont été fabriqués dans un premier temps. Les dimensions ainsi que le matériau utilisé pour réaliser les corps d'épreuve (résine epoxy SU-8 présentant un module d'Young d'environ 4 Gpa, donc très faible par rapport au silicium) ont permis d'obtenir des structures très sensibles. Cependant, ces capteurs étaient trop souples (rigidité de l'ordre de quelques mN/m) et se déformaient sous l'action des pressions exercées par le liquide, les rendant inutilisables. Il a donc été envisagé de rigidifier les structures pour qu'elles gardent leur forme initiale au repos. L'utilisation d'un matériau structurel plus dur et la modification des dimensions permettent alors de s'affranchir de ce problème. Cependant, les déplacements dus aux forces de faible intensité sont quasiment imperceptibles optiquement.

L'implémentation de jauges de contraintes sur le corps d'épreuve, sensibles à de faibles déformations, est alors impérative (une autre technique, la photoélasticimétrie basée sur la photoélasticité, permet de mesurer les déformations d'un corps présentant des propriétés de biréfringence accidentelle³; cependant, elle nécessite un équipement spécifique).

A échelle macroscopique, les jauges de déformations sont constituées d'une pellicule sur laquelle est déposé un fil métallique replié plusieurs fois sur lui même. Pour la mesure de

³ Les vitesses de propagation d'une lumière polarisée sont différentes le long de deux axes perpendiculaires propres au matériau lorsque celui-ci est sollicité mécaniquement.

contraintes uniaxiales, on utilise des jauges simples (figure 26.a) et pour la mesure de contraintes dans les trois direction de l'espace, on utilise des rosettes d'extensiométrie (figure 26.b).



Fig. 26) Jauges de déformation (a) et rosettes d'extensiométrie (b) [41]

Par ailleurs, les microtechnologies offrent déjà des jauges de contraintes pour la mesure de déformation. On trouve par exemple des jauges déposées à la surface de membranes afin de réaliser des capteurs de pression différentielle [42:44]. Les mêmes jauges peuvent aussi être déposées sur une poutre pour des leviers d'AFM [45,46] ou pour réaliser des capteurs d'empreintes tactiles [47], des accéléromètres [48,49].



Fig. 27) Image MEB d'un levier AFM [50] (a) et d'un capteur de pression (b)[43]

Ces cas sont en fait identiques puisque seul le corps d'épreuve change : une membrane dans un cas, une poutre dans l'autre. Les déformations mesurées sont les mêmes et les sollicitations mécaniques sont orientées le long du même axe : perpendiculaire au plan de dépôt de la jauge. Les sensibilités obtenues (annexe A) de l'ordre de quelque 0,1 ppm/nN justifient l'emploi de ce type de détection pour la microscopie à champ proche. Plusieurs types d'approche ont été reportés : jauges réalisées par implantation de dopants en surface d'une poutre de silicium [51, 52], silicium poly cristallin déposé sur un levier et encapsulé par du nitrure [53, 54] ou de l'oxyde [55], ou même dépôt d'un boucle d'or sur un levier en résine SU-8 [56]. Pour les cas des capteurs de pression, des capteurs d'empreintes tactiles et des leviers AFM, les dimensions des poutres sont optimisées pour la détection d'une force dirigée le long d'un axe perpendiculaire au plan de la jauge. Les leviers sont donc de très fine épaisseur (moins de 2 µm en général) mais sont assez larges (plusieurs dizaines de microns) pour permettre d'avoir des sensibilités élevées. Concernant les accéléromètres à plusieurs axes, la masse sismique est

généralement supportée par plusieurs poutres, ayant chacune plusieurs jauges réparties sur la longueur et sur la largeur des poutres. Les différentes mesures sont ensuite décorrélées afin de calculer les informations relatives à chaque axe. Encore une fois, les poutres qui soutiennent la masse sismique sont larges.

Pour le cas de la mesure de forces au niveau de la membrane de cellules biologiques, les déplacements et les sollicitations mécaniques développés par les cellules s'opèrent dans le plan du substrat. L'axe sensible n'est donc plus celui perpendiculaire au plan de la jauge. Les rosettes qui sont largement utilisées dans l'industrie ne le sont pas du tout en microtechnologies : l'encombrement important les rend rédhibitoires à échelle micrométrique. Une architecture alternative a été présentée récemment lors de la conférence MEMS 2006 par Duc *et al.* qui proposent d'implémenter deux jauges parallèles sur la poutre d'épreuve (figure 28.A) [57]. Encore une fois, la largeur doit être importante (différentes largeurs de poutre ont ici été dessinées, allant de 16 μ m à 30 μ m). Enfin, une autre solution présentée par Nguyen *et al.* lors de la même conférence, utilise des jauges implantées sur l'épaisseur de la couche structurelle [58] : des trous sont réalisés par gravure profonde et remplis d'une solution à base de phosphore. En chauffant, le phosphore diffuse dans le silicium qui devient ainsi dopé. Une couche d'or est ensuite déposée pour réaliser les contacts et les lignes en surface. La couche structurelle est gravée pour former les structures (figure 28.B).



Fig. 28) Deux exemples d'implémentation de jauges pour la détection d'un déplacement dans le plan à l'aide de jauges piézorésistives : (A) deux jauges parallèles à la surface [57], (B) des jauges verticales dopées par diffusion [58]

Pour notre part, on souhaite réaliser des capteurs à base de poutres d'épreuve, n'utilisant qu'une seule jauge par poutre déposée à la surface du wafer. Afin de valider cette approche, il faut donc faire une étude des performances d'une jauge simple, pour les capteurs dont la sollicitation est parallèle au plan de la jauge.

III.2) Architectures des structures

Plusieurs architectures de capteurs ont été dessinées, permettant de caractériser de différentes manières les forces d'interaction cellulaires.

Structure à plateaux suspendus

Deux plateaux mis en vis-à-vis, sont suspendus par des poutres attachées à un cadre fixe (figure 29). Les seuls degrés de liberté autorisés sont les translations sur les axes \vec{x} et \vec{z} , par flexion des poutres de suspension. Le rapport d'aspect de ces poutres (entre l'épaisseur et la largeur) fait que la rigidité en \vec{z} sera plus importante qu'en \vec{x} , limitant ainsi les déplacements uniquement sur cet axe. Les plateaux présentent une surface de 1,5 mm x 1,5 mm permettant de faciliter le dépôt des cellules lors de l'utilisation. Une jauge piézorésistive est implémentée à l'encastrement de chaque poutre.



Fig. 29) <u>Schéma de la structure à plateaux suspendus (jauges en rouge et sens de déplacement</u> <u>en noir)</u>

Deux colonies de cellules sont déposées, une dans chaque plateau. Au cours de la culture, les cellules se développent, se déplacent et se lient au niveau de l'entrefer. Une fois les cellules liées, les forces développées impliquent un déplacement des plateaux. Les poutres sont alors soumises à des contraintes, transcrites électriquement par les jauges.

<u>Structure à murs mobiles.</u>

Les cellules sont placées dans un réservoir dont les parois verticales sont faites de poutres biencastrées. Toutes les cellules en contact avec une paroi exercent une force dirigée dans le même sens. Les déplacements peuvent se faire sur un seul axe et dans un seul sens. Huit points de mesure sont possibles.



La surface délimitée par les murs est grande (2,4 mm x 2,4 mm). Une fois les cellules en contact avec les parois, les forces exercées sur celle-ci sont mesurées par deux jauges pour chaque mur. L'écart entre le substrat et les murs est suffisamment fin pour que les cellules ne glissent pas par dessous.

<u>Structure à levier flexible</u>

Une poutre encastrée libre est suspendue au-dessus du substrat. Les cellules sont déposées sur la poutre et débordent sur le substrat. Une fois les points de contact établis, les cellules à cheval entre la poutre et le substrat induisent un déplacement le long de l'axe z.



Fig. 31) Schéma de la structure à levier flexible (jauge en rouge et sens de déplacement en noir)

Cette architecture est similaire aux leviers AFM et permet en outre d'être caractérisée par un AFM. Plusieurs poutres sont mises en parallèle.

Pour toutes ces architectures, les jauges doivent être isolées électriquement du milieu extérieur afin d'être utilisées en environnement liquide. L'emploi de matériaux compatibles avec les cellules biologiques est primordial. Le silicium, l'oxyde de silicium ou des polymères comme le PDMS ou la SU-8 sont des matériaux bio-compatibles et éventuellement fonctionnalisables. Par ailleurs, le volume de la cavité où sont déposées les cellules doivent avoir un volume assez grand afin de garantir la présence de liquide nutritif pendant tout la durée d'un culture (évaporation du liquide).

III.3) <u>Effet piézorésistif</u>

La piézorésistivité est la capacité que possède un matériau à changer ses propriétés de conductivité électrique lorsqu'il est soumis à une contrainte mécanique. La variation de résistance électrique d'un barreau de silicium, par exemple, est majoritairement due aux contraintes - et donc aux déformations appliquées au réseau cristallin agissant sur la structure de bande, par rapport à la variation géométrique du barreau $\left(R = \rho \frac{L}{S}\right)$. Par ailleurs, la piézorésistivité met en jeu de nombreux phénomènes complexes, dont les origines restent aujourd'hui sujets à controverses. On retiendra qu'il est généralement admis que la variation de résistivité est due à la variation de la mobilité des porteurs, suite aux déformations imposées sur le réseau cristallin. Même si certains métaux présentent une telle propriété, de même que le germanium [59] ou le carbone amorphe [60], on utilise généralement du silicium mono- ou poly-cristallin pour réaliser des capteurs mettant à profit l'effet piézorésistif [56].

Basé sur la théorie de la piézorésistivité que nous ne décrirons que brièvement ici, l'essentiel de ce qui va être exposé dans cette partie s'inspire du livre de Göpel et *al*. [61]. Afin d'expliquer mathématiquement cet effet, on prend comme matériau de base le silicium monocristallin.

En considérant la relation liant le flux de courant \vec{J} au champ électrique \vec{E} d'un matériau sur trois dimensions, ainsi que les symétries que présente le cristal, on peut poser :

$$\begin{bmatrix} E_1 \\ E_2 \\ E_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \rho_1 & \rho_6 & \rho_5 \\ \rho_6 & \rho_2 & \rho_4 \\ \rho_5 & \rho_4 & \rho_3 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} J_1 \\ J_2 \\ J_3 \end{bmatrix}$$
(III.1)

On se place dans le cas d'un cristal orienté selon l'axe [100], alors la diagonale de la matrice ρ définit la dépendance du champ électrique le long de l'axe [100], les autres valeurs décrivent les dépendances du champ \vec{E} sur les autres axes. Dans les matériaux piézorésistifs, les résistivités dépendent des contraintes normales (stress noté σ_i) et des contraintes de cisaillement (shear noté τ_{ij}) appliquées à un élément cubique du matériau. En notant que les résistivités peuvent s'exprimer comme étant constituées d'une valeur ρ_0 correspondant au cas où il n'y a pas de contrainte, à laquelle on ajoute la variation $\Delta \rho_i$, on obtient alors l'expression finale en fonction du tenseur de piézorésistivité:

$$\frac{1}{\rho_{0}} \begin{bmatrix} \Delta \rho_{1} \\ \Delta \rho_{2} \\ \Delta \rho_{3} \\ \Delta \rho_{4} \\ \Delta \rho_{5} \\ \Delta \rho_{6} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \pi_{11} & \pi_{12} & \pi_{12} & 0 & 0 & 0 \\ \pi_{12} & \pi_{11} & \pi_{12} & 0 & 0 & 0 \\ \pi_{12} & \pi_{12} & \pi_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \pi_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \pi_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \pi_{44} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sigma_{1} \\ \sigma_{2} \\ \sigma_{3} \\ \tau_{23} \\ \tau_{13} \\ \tau_{12} \end{bmatrix}$$
(III.2)

Les coefficients π_{ij} sont les coefficients piézorésistifs exprimés en Pa⁻¹. Ils varient en fonction du dopage, de la température ainsi que de l'orientation du cristal [46].

Jusqu'à présent, les équations décrivaient la variation de résistivité d'un cristal dont le flux de courant est orienté le long de l'axe [100]. Cependant, il apparaît plus commode d'exprimer le flux de courant circulant le long d'un axe quelconque. On définit alors les facteurs π_{l} et π_{t} les coefficients piézorésistifs longitudinal et transversal tels que :

Direction longitudinale	$\pi_{ m l}$	Direction transversale	π_{t}
[1 0 0]	π_{11}	[0 1 0]	π_{12}
[0 0 1]	π_{11}	[1 1 0]	π_{12}
[1 1 1]	$1/3(\pi_{11}+2.\pi_{12}+2.\pi_{44})$	[1 1 0]	$1/3(\pi_{11}+2.\pi_{12}-\pi_{44})$
[1 1 0]	$1/2(\pi_{11}+\pi_{12}+\pi_{44})$	[1 1 1]	$1/3(\pi_{11}+2.\pi_{12}-\pi_{44})$
[1 1 0]	$1/2(\pi_{11}+\pi_{12}+\pi_{44})$	[0 0 1]	π_{12}
[1 1 0]	$1/2(\pi_{11}+\pi_{12}+\pi_{44})$	[1 1 0]	$1/2(\pi_{11}+\pi_{12}-\pi_{44})$

Table 3 : Coefficients longitudinaux et transversaux pour différentes directions [61]

En considérant les contraintes constantes dans tout le matériau, on peut alors définir la variation relative de résistance du silicium :

$$\frac{\Delta \rho}{\rho} = \pi_l \sigma_l + \pi_l \sigma_l \tag{III.3}$$

avec σ_t et σ_t les composantes longitudinales et transversales de la contrainte par rapport au flux de courant.

III.3.2) Facteurs de jauge

Dans le cas de jauges de contraintes mettant à profit l'effet piézorésistif, on peut calculer la variation relative de la résistance électrique de la jauge (cas d'un barreau du barreau de silicium – figure 32) de longueur L, de largeur W et d'épaisseur T, de la manière suivante :

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{\Delta \rho}{\rho} + \frac{\Delta L}{L} - \frac{\Delta W}{W} - \frac{\Delta T}{T}$$
(III.4)

On peut alors considérer deux cas : si les contraintes sont longitudinales ou transversales par rapport au flux de courant



Fig. 32) Vue schématique d'un barreau de silicium

Cas des contraintes longitudinales

En considérant le flux de courant le long de l'axe \vec{x} , ainsi que les contraintes σ uniquement sur ce même axe, on a alors :

$$\frac{\Delta R}{R} = \pi_l \sigma_x + \varepsilon_x - \left(\varepsilon_y + \varepsilon_z\right)$$
(III.5)

avec ε_i les déformations relatives dans les trois dimensions. En considérant la loi de Hooke à une dimension ($\sigma = E\varepsilon$) avec E le module d'Young, ainsi que l'expression du coefficient de Poisson $\left(v = -\frac{\varepsilon_i}{\varepsilon_i}\right)$ liant les déformations relatives longitudinales et transversales, on a alors :

$$\frac{\Delta R}{R} = \left[E\pi_{l} + 2\nu + 1\right]\varepsilon_{x} \tag{III.6}$$

On peut donc poser le facteur de jauge longitudinal K_1 :

$$K_l = E\pi_l + 2\nu + 1 \tag{III.7}$$

Cas des contraintes transversales :

Dans le cas où les contraintes mécaniques sont transversales au flux de courant, l'expression de la variation relative de résistance issue de l'équation (III.6) est :

$$\frac{\Delta R}{R} = \pi_t \sigma_t + \varepsilon_y (-\nu - 1 + \nu)$$
(III.8)

En suivant le même raisonnement que pour le cas précédent, on pose le facteur de jauge transversal K_t

$$K_t = E\pi_t - 1 \tag{III.9}$$

On peut ensuite exprimer la variation relative de résistance électrique en reliant les deux cas :

$$\frac{\Delta R}{R} = K_t \varepsilon_t + K_t \varepsilon_t \tag{III.10}$$

où ε_i sont les déformations relatives et K_i , les facteurs de jauge respectivement longitudinaux et transversaux. Cette équation est équivalente à l'équation (III.3). Le facteur de jauge est une grandeur remarquable mais sans dimension (contrairement à π). On utilise plus familièrement cette expression lorsque l'on se place dans un contexte de jauges de contraintes.

III.3.3) <u>Cas du silicium poly-cristallin</u>

Le silicium poly-cristallin est un matériau déposé à basse pression et haute température. Cependant, il se distingue du silicium par sa structure amorphe, puisque composé d'un agrégat de grains de silicium formant ainsi un matériau non cristallin. Les propriétés piézorésistives du polysilicium sont de ce fait, mal appréhendées mathématiquement, même si cet effet est bien observé. P.J. French [62] propose une explication sur la piézorésistivité du polysilicium, basée sur l'orientation cristalline de chaque grain d'une part, et sur les contribution des joints de

contact des grains d'autre part. F. Parrain [63] propose de calculer les coefficients piézorésistifs du polysilicium en moyennant ceux du silicium dans toutes les directions de l'espace, ce qui donne :

$$\begin{cases} \langle \pi_{l} \rangle \cong \pi_{11} + 0.504 (\pi_{12} + \pi_{44} - \pi_{11}) \\ \langle \pi_{l} \rangle \cong \pi_{12} - 0.238 (\pi_{12} + \pi_{44} - \pi_{11}) \end{cases}$$
(III.11)

Cependant, les calculs donnent des valeurs de facteurs de jauges bien supérieures à celles mesurées dans la pratique. Ce calcul ne prenant en compte que la première hypothèse de P.J. French, F. Parrain y voit là la source de l'erreur. D'un point de vue pratique, l'influence des paramètres de dopage sur les facteurs de jauge ne pouvant être simulée, on se basera sur les valeurs généralement obtenues (voir Annexe A).

Par ailleurs, les facteurs de jauges obtenus avec du polysilicium (environ 20 [53,55,56]) sont moindres par rapport au silicium monocristallin (jusqu'à 100 [46]). Cependant, le polysilicium présente l'avantage de pouvoir être déposé sur des couches isolantes, voir même entièrement encapsulé dans du nitrure. L'utilisation en milieu liquide est donc possible puisque ce matériau présente une bonne barrière de diffusion. Enfin, il n'y a pas de jonction p-n à polariser en inverse comme avec des jauges implantées dans le silicium.

L'effet piézorésistif d'un matériau cristallin comme le silicium ou amorphe comme le polysilicium vient d'être présenté. Si dans le cas du silicium, la théorie et la modélisation analytique semblent se rapprocher de la réalité, pour le polysilicium, il vaut mieux considérer uniquement les résultats obtenus dans la pratique. Enfin, on retiendra principalement que la variation relative de résistance électrique est linéaire par rapport aux contraintes (ou aux déformations relatives) appliquées à la jauge. Ceci constitue un avantage certain pour la détection de force de faible intensité.

III.4) <u>Conception</u>

Les structures fabriquées sont constituées de parties mécaniques libérées du substrat, sur lesquelles les cellules vont adhérer, puis se déplacer et ainsi développer des forces au niveau de leur membrane plasmique. On a vu que ces structures sont principalement constituées de poutres. Le contenu de cette partie présente les modèles et calculs utilisés pour le dimensionnement des jauges piézorésistives.

III.4.1) <u>Présentation des différentes structures de base étudiées</u>

Afin de choisir les architectures et les dimensions des structures qui vont être conçues, il est nécessaire d'étudier quelques structures de base afin de déterminer des critères de choix et les paramètres physiques et géométriques pour obtenir les meilleures performances possibles en termes de sensibilité et de seuil de détection.



Fig. 33) <u>Architectures de base : poutre encastrée-libre soumise à une contrainte normale (a),</u> poutre encastrée-libre soumise à une contrainte tangentielle (b), poutre bi-encastrée soumise à une contrainte tangentielle (c) et poutre encastrée-guidée soumise à une contrainte tangentielle <u>(d)</u>

Les structures de base étudiées sont : la poutre encastrée-libre – appelée aussi cantilever - la poutre bi-encastrée - appelée aussi pont et la poutre encastrée-guidée, dont l'extrémité mobile peut se déplacer suivant l'axe \vec{y} (figure 33) ; elles constituent le corps d'épreuve. La section des poutres (gris) est rectangulaire, la longueur est *l*, la largeur *w* et l'épaisseur *t*. Sur ces poutres est déposée une jauge piézorésistive en forme de boucle (rouge), de longueur λ , de largeur w_j et d'épaisseur *t_j*. Pour les calculs qui vont suivre, on défini par « contrainte normale », une force perpendiculaire au plan $\vec{x}O\vec{y}$, dirigée vers le bas et par « contrainte tangentielle », une force parallèle à l'axe \vec{y} .

Une autre architecture, présentée par Kamiya *et al.* [64], utilise des jauges en traction placées parallèlement au sens de déplacement du mobile (figure 34). Ce type de jauge sera aussi étudié.



Fig. 34) <u>Vue schématique de jauges en polysilicium en traction déposées entre un mobile et un</u> cadre fixe [64]

La finalité de cette étude étant de déterminer quelle architecture de jauge utiliser et montrer que les performances obtenues sont suffisantes pour réaliser des capteurs mesurant une force appliquée parallèlement au plan de dépôt de la jauge et dans la gamme de mesure que l'on s'est imposée. Afin de comparer les résultats, on prend comme référence des leviers utilisés en microscopie par force atomique (AFM).

III.4.1.1) Sensibilité

La sensibilité est définie comme étant la variation de l'information de sortie d'un capteur, en fonction de la variation de la grandeur à mesurer. Pour le cas d'un capteur de force à détection piézorésistive, la variation de résistance est reliée à la déformation relative de la jauge par :

$$\frac{\Delta R}{R} = K\varepsilon \tag{III.12}$$

avec K le facteur de jauge et ε la déformation relative, en considérant seulement les composantes longitudinales. Le facteur de jauge dépend du matériau utilisé ainsi que du dopage comme le montre P.J. French [62].



Fig. 35) Facteurs de jauge en fonction du dopage [62]

Pour l'étude menée, on utilisera un facteur de jauge K=20 pour un dopage au bore $p=2.10^{19}$ at/cm³. La mobilité μ_p des trous pour ce dopage sera égale à 90 cm² /V.s. [65].

L'équation (III.12) montre donc que pour avoir une sensibilité élevée, il faut augmenter le facteur de jauge (en ajustant le dopage), et dimensionner la poutre de soutien de la jauge afin de maximiser les contraintes et donc la déformation relative.





Fig. 36) <u>Vue schématique d'une poutre encastrée libre, recouverte d'une jauge, soumise à une contrainte normale</u>

Une poutre encastrée libre de longueur l, de largeur w et d'épaisseur t sur laquelle est déposée une couche piézorésistive de longueur λ , d'épaisseur négligeable devant w telle que la raideur de la poutre soit peu affectée par la jauge. Au point d'abscisse α s'exerce une force \vec{F} , dirigée selon l'axe \vec{z} .

Le moment fléchissant de la poutre pour x compris entre 0 et α est donné par :

$$M(x) = -F(x - \alpha) \tag{III.13}$$

La déformation relative sur l'axe \vec{x} en tout point de la poutre chargée selon l'axe \vec{z} s'exprime alors comme étant :

$$\varepsilon_{x,z}(x,\alpha) = \frac{\mathbf{M}(x)z}{EI}$$
(III.14)

avec *E* le module d'Young, *I* le moment d'inertie de la poutre, et *z*, la distance au plan des fibres neutres de la poutre. Ainsi, pour cette poutre, la déformation relative locale à la surface de la poutre (z = t/2) en fonction de la force appliquée est :

$$\varepsilon_{x,z}(x,\alpha) = -\frac{6F}{Ewt^2}(x-\alpha)$$
(III.15)

Cependant, la variation de résistance est proportionnelle à la déformation relative moyenne prise sur toute la surface de la jauge (longueur λ , et on considère que l'entrefer entre les brins de la jauge est nul donc on intègre sur la largeur *w*). Ainsi, on a successivement :

$$\overline{\varepsilon_{x,z}(\alpha)} = \frac{\int_0^\lambda \int_0^w \varepsilon_z(x,\alpha) dx dy}{\int_0^\lambda \int_0^w dx dy}$$
(III.16)

$$\overline{\varepsilon_{x,z}(\alpha)} = -\frac{6F}{Ewt^2} \left(\frac{\lambda}{2} - \alpha\right)$$
(III.17)

Ainsi, les déformations relatives peuvent, dans ce cas, être maximisées en diminuant l'épaisseur de cantilever.

III.4.1.1.2) Poutre encastrée libre, contrainte tangentielle



Fig. 37) <u>Vue schématique d'une poutre encastrée libre, recouverte d'une jauge sur la moitié de</u> la largeur, soumise à une contrainte tangentielle

Lorsqu'on applique une force tangentielle au plan, le long de l'axe \vec{y} , les contraintes situées à la surface de la poutre varient sur la largeur et sur la longueur de celle-ci. L'expression du moment reste la même (eq. III.13) mais la déformation en \vec{x} , chargée selon l'axe \vec{y} est donnée par :

$$\varepsilon_{x,y}(x,\alpha) = \frac{\mathbf{M}(x)y}{EI}$$
(III.18)

avec y la distance au plan des fibres neutres le long de l'axe \vec{y} . La déformation relative est donc :

$$\varepsilon_{x,y}(x,\alpha) = -\frac{12F}{Ew^3t}(x-\alpha)y$$
(III.19)

On se place toujours en z = t/2 mais cette fois ci, on considère que la jauge ne sera déposée que sur la moitié de la largeur de la poutre afin que les déformations dues à la compression et celles dues à la tension ne s'annulent pas (figure 38). La jauge aura alors un brin déposé au milieu, là où les déformations sont faibles et s'annulent, et l'autre passera d'un côté ou de l'autre du plan des fibres neutres. On a alors :

$$\overline{\varepsilon_{x,y}(\alpha)} = \frac{\int_0^\lambda \int_0^{w/2} \varepsilon_y(x,\alpha) dx dy}{\int_0^\lambda \int_0^{w/2} dx dy}$$
(III.20)

$$\overline{\varepsilon_{x,y}(\alpha)} = -\frac{3F}{Ew^2 t} \left(\frac{\lambda}{2} - \alpha\right)$$
(III.21)

Pour ce cas, la sensibilité est accrue en diminuant la largeur de la poutre.





III.4.1.1.3)

Poutre bi-encastrée, contrainte tangentielle



Fig. 39) <u>Vue schématique d'une poutre bi-encastrée, recouverte d'une jauge sur la moitié de la</u> <u>largeur, soumise à une contrainte tangentielle</u>

Lorsqu'on applique une force tangentielle au plan, le long de l'axe \vec{y} , les contraintes situées à la surface de la poutre varient sur la largeur et sur la longueur de celle-ci. L'expression de la déformation relative reste la même qu'au cas précédent (eq. III.18), mais l'expression du moment est donnée par :

$$M(x,\alpha) = \frac{F}{l^2} (\alpha - x) (l - \alpha)^2$$
 (III.22)

La déformation relative est alors .

$$\varepsilon_{x,y}(x,\alpha) = \frac{12F}{l^2 E w^3 t} (\alpha - x)(l - \alpha)^2 y \qquad (\text{III.23})$$

comme au cas précédent, on se place en z = t/2. En intégrant comme à l'équation (III.20) on a alors :

$$\overline{\varepsilon_{x,y}(\alpha)} = \frac{3F}{l^2 E w^2 t} \left(l - \alpha \right)^2 \left(\alpha - \frac{\lambda}{2} \right)$$
(III.24)

La sensibilité peut être augmentée en diminuant principalement la largeur et la longueur de la poutre.

III.4.1.1.4)



Fig. 40) <u>Vue schématique d'une poutre encastrée-guidée, recouverte d'une jauge sur la moitié</u> <u>de la largeur, soumise à une contrainte tangentielle</u>

Lorsqu'on applique une force tangentielle au plan, le long de l'axe \vec{y} , les contraintes situées à la surface de la poutre varient sur la largeur et sur la longueur de celle-ci. L'expression de la déformation relative reste la même qu'au cas précédent (eq. III.18), mais l'expression du moment est donnée par :

$$M(x,\alpha) = \frac{-F}{2l} \left(x^2 - \alpha^2 \right)$$
(III.25)

La déformation relative est alors :

$$\varepsilon_{x,y}(x,\alpha) = \frac{-6F}{Ew^3 tl} (x^2 - \alpha^2) y \qquad (\text{III.26})$$

Ce qui donne après intégration sur le domaine comme précédemment :

$$\overline{\varepsilon_{x,y}(\alpha)} = \frac{-F}{2Ew^2 tl} \left(\lambda^2 - 3\alpha^2\right)$$
(III.27)

Comme au cas précédent, la largeur joue majoritairement sur la sensibilité. Par ailleurs, pour ce type de sollicitation, la force s'exerce sur le mobile, c'est-à-dire à l'extrémité de la poutre (α =l) ce qui est aussi favorable à une bonne sensibilité.

III.4.1.1.5) Poutre bi-encastrée, contrainte en traction

Cette fois ci, la jauge est placée parallèlement au déplacement, les contraintes induites dans celle-ci sont alors des contraintes de traction ou de compression pures. Par ailleurs, la jauge n'est pas déposée sur une poutre de support, mais suspendue entre la partie fixe et la partie mobile, le long de l'axe de déplacement.



Fig. 41) Barreau de silicium avec contrainte en traction

La sensibilité est alors donnée par :

$$\frac{\Delta R}{R} / F = \frac{K}{Ew_i t_i} \tag{III.28}$$

Il apparaît ici évident que pour avoir une bonne sensibilité, il faut avoir une largeur et une épaisseur de jauges les plus petites possible. Il est facile de faire des jauges de très petite taille ; cependant, les dimensions doivent toutefois garantir une rigidité suffisante pour rester dans un domaine de faible déformation d'une part, et garantir la fiabilité concernant la rupture, d'autre part. Par ailleurs, la sensibilité n'est pas dépendante de la longueur de la jauge.

III.4.1.1.6) Comparaison des sensibilités

Les performances, en termes de sensibilité, sont moindres lors d'une contrainte tangentielle au plan. Ceci vient du fait que pour la contrainte tangentielle, la jauge ne recouvre que la moitié de la poutre d'une part, et que pour la contrainte normale, la déformation relative est maximum sur toute la largeur du cantilever d'autre part. Dans le cas d'une contrainte tangentielle, pour maximiser la détection, il faut diminuer la largeur du cantilever. Cependant, celui-ci doit être suffisamment large pour pouvoir déposer la jauge. Une largeur inférieure à 10μ m semble être trop ambitieux pour la réalisation technologique avec une jauge en boucle déposée sur la moitié de la largeur. L'épaisseur du cantilever peut, quant à elle, être diminuée.

Influence de la section de la poutre

Les simulations analytiques confortent le fait que pour une poutre de 300 μ m de long, les sensibilités maximales sont obtenues pour de faibles largeurs et de faibles épaisseurs. La détection d'une force normale est plus sensible que la détection tangentielle; cependant, il y a en moyenne un rapport 6 pour les mêmes couples largeurs/épaisseurs entre une détection normale et une détection tangentielle. Cette valeur tend à diminuer avec la réduction de l'épaisseur.



Fig. 42) <u>Déformation relative moyenne pour une force (1nN) normale (noir) et tangentielle</u> (couleurs) pour un cantilever de 300μ m de long en fonction de l'épaisseur et de la largeur.

Influence de la longueur de la jauge

La longueur de la jauge influe sur le niveau de détection que l'on peut obtenir. La distribution de la déformation relative pour une poutre encastrée libre permet de déterminer l'évolution de la sensibilité en fonction de la longueur de la jauge. Cette distribution est représentée sur la figure 43. Ces droites représentent la déformation relative (noté *strain*) en fonction de la longueur de la jauge λ pour une poutre encastrée-libre chargée à son extrémité par une force sur l'axe \vec{z} (a), une poutre encastrée-libre chargée à son extrémité sur l'axe \vec{y} (b), un poutre bi-encastrée chargée en son centre par une force sur l'axe \vec{y} (c), une poutre encastrée-guidée chargée à son extrémité selon l'axe \vec{y} (d), et une jauge en traction chargée selon l'axe \vec{x} (e). Dans tous les cas, la force est ponctuelle et vaut 10 nN.



Fig. 43) <u>Déformation relative le long d'une poutre de 300μ m de long, 10μ m de large et 10μ m <u>d'épais, pour une contrainte normale (a) et tangentielle (b), pour une poutre bi-encastrée (c), pour une poutre encastrée-guidée (d), ainsi que pour une jauge en traction de 1 μ m de large et 500nm d'épais (e).</u></u>

Les déformations relatives et donc les contraintes internes sont plus importantes près de l'encastrement, et diminuent le long de la poutre. Ainsi, plus la jauge est courte, plus la sensibilité est élevée. Cependant, pour une poutre encastrée-guidée, la déformation relative varie peu jusqu'à la moitié de la longueur de la poutre. Par ailleurs, dans ce cas, la variation de déformation relative le long de la poutre est non linéaire, contrairement aux autres cas. Enfin, la déformation relative est indépendante de la longueur de la jauge dans le cas d'une jauge en traction.

III.4.1.2) Seuil de détection

La seconde caractéristique importante pour un capteur est le niveau minimal détectable de la grandeur mesurée. La force minimale que l'on peut détecter est ainsi appelée seuil de détection. Cette grandeur est définie en identifiant la source de limitation des performances du capteur qui, en général, est le bruit. Dans notre cas, le bruit mécanique (lié à la résonance de la structure) et le bruit électrique (lié à la résistance électrique de la jauge) sont les deux principales sources de bruit. Afin de déterminer le seuil de détection, il convient tout d'abord de préciser la chaîne de mesure. On considère ici la jauge piézorésistive insérée dans le montage électrique qui transforme la variation de résistance en variation de tension : le pont de Wheatstone (figure 44).



Fig. 44) Schéma du pont de Wheatstone pour la détection de variation d'impédance.

Les conditions d'équilibre du pont font que si les impédances Z_2 et Z_4 , et Z_1 et Z_3 sont identiques deux à deux, alors la tension différentielle de sortie *Vout* sera nulle. Si une des impédance varie, le pont est déséquilibré et la tension *Vout* ne sera plus nulle. En pratique, on prend généralement la même valeur pour les quatre impédances, afin d'obtenir un maximum de dynamique (*Vout*+ et *Vout*- valent alors *Vref/2*).

En plaçant la piézorésistance à la place de l'impédance Z_2 par exemple, on peut donc détecter la variation de résistance due à la déformation de la jauge. La tension de sortie du pont de Wheatstone vaut alors :

$$Vout = \frac{\Delta R}{4R} Vref$$
 (III.29)

La plus petite tension mesurable correspondant au niveau de bruit (*Vout* = *Vbruit*) et en notant $\varepsilon = F \ge \gamma$, on peut alors définir le seuil de détection comme étant :

$$F_{\min} = \frac{4}{Vref} \frac{Vbruit}{K\gamma}$$
(III.30)

Il faut maintenant identifier les différentes sources de bruit pour déterminer le seuil de détection.

Les capteurs à jauges piézorésistives possèdent plusieurs sources de bruit dont certaines peuvent être identifiées sur le spectre en fréquence d'une jauge non contrainte (figure 45). À basse fréquence, les fluctuations de conductivité de la résistance sont appelées bruit de Hooge ou « bruit en 1/f » à cause de la densité spectral de puissance (en V²/Hz) qui décroît avec l'augmentation de la fréquence. La seconde, le bruit de Johnson ou bruit thermique, est indépendante de la fréquence et devient prépondérante à fréquence plus élevée.



Fig. 45) Spectre de bruit typique d'une jauge piézorésistive [66]

<u>Le bruit de Hooge ou bruit en 1/f</u>

Le bruit de Hooge est principalement dépendant du nombre N de porteur contenu dans le volume que représente la résistance, de la fréquence ainsi que la tension de polarisation *Vbias* :

$$S_H = \frac{\tau V bias^2}{Nf}$$
(III.31)

avec τ un paramètre sans dimension qui dépend de la température et du temps de diffusion pour les jauges implantées. Il existe d'autres sources de bruit en 1/f, mais pour des résistances de petites dimensions ou de faible dopage, le bruit de Hooge est prépondérant. En intégrant la densité spectrale de puissance de bruit sur la bande de fréquence $\Delta f = f_{\text{max}} \cdot f_{\text{min}}$, la puissance de bruit est :

$$V_{H}^{2} = \frac{\tau V bias^{2}}{p \lambda t_{j} w_{j}} \ln \left(\frac{f_{\text{max}}}{f_{\text{min}}}\right)$$
(III.32)

Le calcul du nombre de porteurs suppose une jauge de section rectangulaire dont la concentration des dopants est uniforme dans tout le volume.

Le bruit de Johnson

Le bruit de Johnson est défini par l'excitation thermique des porteurs au sein d'une résistance. Ce bruit est uniquement dépendant de la valeur de la résistance R et de la température T. La densité spectrale de puissance étant constante, on parle de « bruit blanc ». La densité spectrale de puissance en tension est alors :

$$S_J = 4k_B T R \tag{III.33}$$

avec k_B la constante de Boltzmann qui vaut $k_B = 1,38.10^{-23}$ J.K⁻¹. En considérant les dimensions géométriques de la jauge, le dopage, la charge de l'électron $q=1,6.10^{-19}$ C ainsi qu'une bande de fréquence restreinte Δf , la puissance de bruit est alors :

$$V_{j}^{2} = 4k_{B}T \frac{\lambda \Delta f}{q\mu_{p}pw_{j}t_{j}}$$
(III.34)

Le bruit thermomécanique

Une autre source de bruit présente dans les jauges piézorésistives est le bruit thermomécanique [67], bruit analogue au bruit thermique, qui implique l'oscillation mécanique des poutres et qui est due à l'énergie thermique contenue dans celle-ci. La densité spectrale de puissance dépend de la pulsation ω_0 de résonance mécanique de la poutre, mais pas de la fréquence du signal électrique :

$$S_{th} = \frac{4k_B T}{k\omega_0 Q} \tag{III.35}$$

avec k la raideur de la poutre, et Q le coefficient de qualité du résonateur. Ici, la densité de puissance de bruit s'exprime en N²/Hz. L'amplitude du mouvement provoqué par cette source de bruit est maximale à la résonance de la poutre, et dépend aussi du milieu environnant. Sous vide, il est facile de détecter un signal du au bruit thermomécanique. Par ailleurs, ce bruit est plus élevé dans un liquide que dans le vide car la viscosité est plus importante. Excepté à la résonance, ce bruit est fortement négligeable devant le bruit de Johnson et ce, quel que soit l'environnement. On négligera donc le bruit thermomécanique par la suite car les structures sont conçues pour être utilisées en régime statique, alors que les fréquences de résonance de celles-ci sont de l'ordre de 10 kHz..

III.4.1.1.8) Structure d'une jauge

Afin d'étudier l'influence des différents paramètres sur le seuil de détection, on suppose une jauge déposée à la surface de la poutre d'épreuve, formant une boucle. Les dimensions des jauges sont cependant différentes en fonction des cas étudiés. Ainsi, pour les structures soumises à une contrainte normale, on suppose que la jauge recouvre toute la largeur de la poutre (entrefer nul impliquant $w_j = w/2$ – figure 46.a) alors que pour les jauges soumises à une force tangentielle, la jauge ne recouvre que la moitié de la surface de la poutre ($w_j = w/4$ – figure 46.b). Par ailleurs, la longueur totale de la jauge est de 2λ , c'est-à-dire que l'on néglige le morceau permettant de relier les deux brins de la jauge.



III.4.1.1.9) Détermination des seuils de détection

En considérant l'expression du seuil de détection (eq. III.30) ainsi que des différentes sources de bruit (eq. III.32 et III.34), on peut alors écrire l'expression de la force minimale détectable dans les cinq cas :

Seuil de détection pour un cantilever avec contrainte normale :

$$F_{\min_{x}} = \frac{4}{Vref} \frac{\sqrt{\frac{\tau V bias^{2}}{p2\lambda w_{j}t_{j}}} \ln\left(\frac{f_{\max}}{f_{\min}}\right) + 4k_{B}T \frac{2\lambda\Delta f}{q\mu_{p}pw_{j}t_{j}}}{-\frac{6K}{Ewt^{2}}\left(\frac{\lambda}{2} - \alpha\right)}$$
(III.36)

Seuil de détection pour un cantilever avec contrainte tangentielle :

$$F_{\min_{y}} = \frac{4}{Vref} \frac{\sqrt{\frac{\tau V bias^{2}}{p2\lambda w_{j}t_{j}}} \ln\left(\frac{f_{\max}}{f_{\min}}\right) + 4k_{B}T \frac{2\lambda\Delta f}{q\mu_{p}pw_{j}t_{j}}}{-\frac{3K}{Ew^{2}t}\left(\frac{\lambda}{2} - \alpha\right)}$$
(III.37)

Seuil de détection pour une poutre bi-encastrée avec contrainte tangentielle :

$$F_{\min_bi} = \frac{4}{Vref} \frac{\sqrt{\frac{\tau V bias^2}{p2\lambda w_j t_j}} \ln\left(\frac{f_{\max}}{f_{\min}}\right) + 4k_B T \frac{2\lambda \Delta f}{q\mu_p p w_j t_j}}{\frac{3K}{Ew^2 l^2 t} (l - \alpha)^2 \left(\alpha - \frac{\lambda}{2}\right)}$$
(III.38)

Seuil de détection pour une poutre encastrée-guidée avec contrainte tangentielle :

$$F_{\min_guidee} = \frac{4}{Vref} \frac{\sqrt{\frac{\tau V bias^2}{p2\lambda w_j t_j}} \ln\left(\frac{f_{\max}}{f_{\min}}\right) + 4k_B T \frac{2\lambda \Delta f}{q\mu_p p w_j t_j}}{-\frac{K}{2Ew^2 l t} \left(\lambda^2 - 3\alpha^2\right)}$$
(III.39)

Seuil de détection pour une jauge en traction :

$$F_{\min_tract} = \frac{4}{Vref} \frac{\sqrt{\frac{\tau V bias^2}{p2\lambda w_j t_j} \ln\left(\frac{f_{\max}}{f_{\min}}\right) + 4k_B T \frac{2\lambda \Delta f}{q\mu_p p w_j t_j}}}{\frac{K}{Ew_j t_j}}$$
(III.40)

III.4.1.1.10) Comparaison des seuils de détection

Les performances en terme de seuil de détection sont affectées par les dimensions de la jauge ainsi que par le dopage. Pour mettre en évidence les dépendances liées à ces paramètres de fabrication, on se place en basse fréquence (f_{max} = 1kHz, f_{min} = 10 Hz) et en basse tension (*Vref*=1V). Enfin, concernant le paramètre lié au profil d'implantation de la jauge, on se place dans le pire cas, c'est-à-dire τ = 1. Le facteur de jauge vaut toujours 20.

Influence du dopage



Fig. 47) Seuil de détection en fonction du niveau de dopage de la jauge

Dans tous les cas, l'augmentation du dopage permet de diminuer le seuil de détection. Le modèle simulé ici tient compte de la variation de la mobilité des porteurs en fonction du dopage :

$$\mu_p(p) = 44.9 + \frac{(470.5 - 44.9)}{1 + \left(\frac{p}{2,23.10^{17}}\right)^{0.719}}$$
(III.41)

Cependant, il faut ici prendre en compte le fait que l'on a considéré que le facteur de jauge était constant. Ceci est faux et a été démontré notamment par P.J. French [62] et est représenté à la figure 35. Cependant, on peut considérer qu'a priori, il vaut mieux une jauge « trop dopée » plutôt que pas assez, puisque le bruit diminue fortement en augmentant le dopage (divisé par 10 par décade) et permet d'avoir un meilleur seuil de détection.



Influence des dimensions de la jauge : longueur et épaisseur

Fig. 48) Force minimale détectable pour les cinq cas d'étude : en fonction de la longueur de la jauge pour une épaisseur de jauge de 500 nm (A), et en fonction de l'épaisseur de la jauge pour une longueur optimale (B).

Le bruit prédominant à basse fréquence est le bruit de Hooge. Ainsi, il est normal de voir le seuil de détection diminuer avec l'augmentation de la longueur ou de l'épaisseur de la jauge puisque ce bruit diminue avec l'augmentation du volume de la jauge.

On remarque que pour les cas du cantilever et de la poutre encastrée-guidée, la force minimale détectable atteint un minimum à environ 2/3 de la longueur de la poutre, et 1/3 dans le cas de la poutre bi-encastrée (figure 48.A). Ce sont ces longueurs que l'on appelle longueur optimale de jauge (et qui seront utilisées par la suite).

Pour la jauge en traction, plus elle est longue, plus le seuil de détection est bas. Pour une jauge de 1 μ m de large, 500nm d'épais et 150 μ m de long, la force minimale détectable est de 0,88 μ N. En multipliant par quatre la longueur de la jauge, on divise seulement par deux la force minimale détectable. Cependant, les dimensions données ici pour ce type de jauge sont déjà à la limite du réalisable puisque la jauge n'est pas déposée sur un matériau massif, mais suspendue

entre une partie mobile et une partie fixe. Augmenter l'épaisseur ou la largeur de la jauge afin de diminuer les rapports d'aspect n'est pas favorable à une bonne détection comme le montre la figure 48.B. Ainsi, les jauges en traction présentent certes des performances intéressantes, mais les dimensions utilisées étant déjà critiques, il n'est pas possible de les augmenter ou les réduire dans un sens propice à de meilleurs sensibilité et seuil de détection.

Pour les structures à poutres bi-encastrées, le seuil de détection est très élevé $(13\mu N)$ par rapport aux autres cas. Ceci est surtout dû à la raideur plus importante pour cette architecture. Cependant, il est assez facile de réaliser des poutres bi-encastrées de grande longueur. Ainsi, on divise par trois le seuil de détection en doublant la longueur de la poutre (et donc celui de la jauge).

C'est avec les structures à poutre encastrée-libre que l'on obtient les seuils de détection les plus bas. Pour une poutre de $300\mu m$ de long, $10\mu m$ de large et $10\mu m$ d'épais, avec une jauge de 500nm d'épais la force minimale détectable est de $0.4\mu N$ pour une sollicitation normale et de $1.15\mu N$ pour une sollicitation tangentielle. La poutre encastrée-guidée présente aussi un seuil assez bas : environ $1.8\mu N$. Pour cette dernière architecture -tout comme pour la poutre biencastrée, il est aisé de réaliser des poutres de grande longueur.

Dans tous les cas, la tendance générale est d'avoir une jauge relativement longue par rapport à la longueur de la poutre, au détriment de la sensibilité. De même, plus la jauge est épaisse, plus le seuil de détection sera bas. Cependant, on fixe un rapport entre l'épaisseur de la jauge et de la poutre de 5% afin de pouvoir négliger la raideur de la jauge devant celle de la poutre.

III.4.2) <u>Conclusion sur l'utilisation des jauges pour la détection</u> <u>tangentielle</u>

Il faut rappeler le fait que l'étude menée ici ne correspond pas –dans le dimensionnement de la structure- à un cas qui soit optimisé pour la détection normale ou dans le plan du substrat. L'objet de cette étude est de comparer les performances que l'on obtiendrait avec des structures à jauge qui sont sollicitées dans le plan de dépôt de celle-ci, à une structure sollicitée perpendiculairement. Cette dernière architecture est utilisée pour la réalisation de leviers AFM, il est donc pertinent de la prendre comme référence.

Au vu des résultats analytiques obtenus avec une poutre de section carrée, et de longueur classiquement rencontrée dans le domaine des microsystèmes, l'utilisation de jauges piézorésistives est tout à fait adaptée pour la détection de forces tangentielles, qu'elle soit déposée sur une poutre encastrée-libre, encastrée-guidée ou bi-encastrée.

Cependant, afin d'améliorer les performances, il conviendrait de diminuer la largeur de la poutre d'épreuve. En effet, en diminuant celle-ci de 20%, la sensibilité augmente de 57% et le seuil de détection diminue de 30% pour une détection tangentielle. Par ailleurs, diminuer la largeur de la poutre réduit la raideur en \vec{y} , qui devient alors inférieure à la raideur en \vec{z} , favorisant ainsi le déplacement de la structure uniquement dans le plan.

Enfin, Gotszalk *et al.* [68] propose de créer un évidemment au milieu de la poutre au niveau de l'ancrage afin de concentrer les contraintes sous la jauge et ainsi d'augmenter la sensibilité. Cependant, cela suppose d'avoir une poutre large.

III.4.3) <u>Optimisation des performances dans le cas d'une contrainte</u> <u>tangentielle</u>

La répartition des contraintes sur la largeur de la poutre d'épreuve impose de déposer la jauge sur la moitié de celle-ci, lorsqu'on se place dans un contexte de détection d'une force s'exerçant dans le plan de dépôt de la jauge. On a ainsi considéré jusque là une jauge en forme de boucle, dont chaque brin avait la même largeur. Cependant, cette jauge peut présenter une architecture dissymétrique, et avoir un brin plus large que l'autre. Il est donc nécessaire d'étudier l'influence de la largeur de chaque brin et y trouver une première source d'amélioration des performances.

Par ailleurs, la deuxième moitié de largeur pourrait être mise à profit pour améliorer les performances. En déposant par exemple une seconde jauge à côté de la première, on peut ainsi espérer augmenter la sensibilité et diminuer le seuil de détection. C'est ce que l'on fera dans un second temps.

Puis, en considérant qu'une jauge est constituée de deux brins qui peuvent être déposé en deux couches superposées et non sur le même plan (comme avant), on peut diminuer la largeur des poutres d'épreuve et ainsi accroître les performances.

Enfin, les jauges réalisées de tailles micrométriques étant soumises aux aléas de fabrication, l'influence de l'erreur d'alignement entre le substrat et le masque lors du transfert des motifs sur une résine photosensible (étape de lithographie) sera étudiée afin de quantifier les répercussions sur le fonctionnement et les performances des jauges.

III.4.3.1) Jauge à architecture dissymétrique

La répartition de la déformation relative longitudinale (axe \vec{x}) d'une poutre soumise à une contrainte tangentielle (force dirigée selon l'axe \vec{y}) est symétrique de part et d'autre de l'axe de fibre neutre (figure 49 – valeurs positives pour les coloris chauds, valeurs négatives pour les coloris froids). La jauge est constituée d'un brin dont la résistance électrique ne va pas varier, puisque les déformations s'annulent, c'est le brin neutre, appelé R_0 . Le second brin, R_1 , est lui placé dans une zone où les déformations induisent une forte variation de résistance : c'est le brin actif.


Fig. 49) <u>Vue de dessus d'une jauge dissymétrique déposée sur une poutre soumise à une</u> contrainte tangentielle. Le dégradé de couleur représente la variation de la déformation relative longitudinale.

En plaçant l'origine du repère sur l'axe de fibre neutre, on a alors un brin neutre de largeur $2w_0$, et un brin actif de largeur w_2 - w_1 . Cette jauge ainsi constituée de deux résistances en série présente une sensibilité modifiée :

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{\Delta (R_0 + R_1)}{R_0 + R_1} = \underbrace{\frac{\Delta R_0}{R_0}}_{= 0} \cdot \frac{R_0}{R_0 + R_1} + \underbrace{\frac{\Delta R_1}{R_1}}_{= K\varepsilon} \cdot \frac{R_1}{R_0 + R_1}$$
(III.42)

Le premier terme de la somme est nul puisque le brin neutre ne subit pas de variation de résistance. La sensibilité totale de la jauge est donc affectée d'un facteur R_1/R_1+R_0 , inférieur à 1, qu'il faut chercher à maximiser. Il faut donc avoir une valeur de résistance R_1 élevée et une valeur de résistance R_0 basse. Ceci implique d'avoir un brin actif très fin, et un brin neutre très large. La valeur de résistance électrique totale de la jauge est :

$$R_{j} = \frac{\rho\lambda}{t_{j}} \left(\frac{1}{2w_{0}} + \frac{1}{w_{2} - w_{1}} \right)$$
(III.43)

Par ailleurs, la déformation relative prise en compte pour le calcul de la sensibilité étant moyennée sur la surface du brin actif, la sensibilité maximale est alors obtenue pour un brin actif très fin situé très près du bord de la poutre, et un brin neutre très large. En considérant le cas parfait où $w_2=w/2$ et $w_0=w_1$ pour cette architecture, on peut montrer l'influence de la position de w_0 (et w_1) sur la largeur de la poutre et la comparer avec le cas précédant ($w_2=w/2$, $w_1 = w/4$ et $w_0 = 0$).



Ainsi, pour une largeur de brin actif inférieure au quart de la largeur de la poutre, la sensibilité est accrue et pour une largeur inférieure à 35% de celle de la poutre, le seuil de détection diminue. Une jauge dont le brin actif aurait une largeur de $1\mu m$ à une sensibilité supérieure de 60%, et un seuil de détection diminué de 53% par rapport à une structure à jauge symétrique.

L'architecture dissymétrique permet donc d'augmenter les performances de la jauge, en ayant un brin actif fin le plus au bord possible de la poutre et un brin neutre très large. Il a cependant été considéré ici que l'entrefer entre les deux brins était nul.

III.4.3.2) Circuit de détection amélioré et jauge à deux brins

Comme il a été précisé précédemment, le circuit de détection en pont de Wheatstone est basé sur la dissymétrie engendrée par variation d'une des résistances. Par ailleurs, seulement la moitié de la poutre était jusque-là mise à contribution pour détecter les déformations. En déposant un second brin actif constituant une seconde jauge sur la deuxième moitié de la poutre, et en implémentant le circuit de détection de la manière suivante (figure 51), on peut doubler la sensibilité du capteur.



Fig. 51) <u>Vue de dessus d'une jauge à deux brins actifs déposée à la surface de la poutre (a),</u> implémentée au sein du pont de Wheatstone (b).

En effet, lors d'une déformation, de la poutre d'épreuve, les résistances électriques des brins R_1 et R_3 vont varier me manière égale mais opposée, et la différence de potentiels électriques à l'entrée de l'amplificateur va varier deux fois plus que s'il n'y avait qu'une seule jauge. La sensibilité est donc doublée et le seuil de détection divisé par deux puisque les équations III.29 et III.30 relatives à la tension de sortie du pont et à la force minimale détectable sont alors:

$$Vout = \frac{\Delta R}{2R} Vref$$
 (III.44)

et

$$F_{\min} = \frac{2}{Vref} \frac{Vbruit}{K\gamma}$$
(III.45)

III.4.3.3) Jauge à deux niveaux superposés

L'architecture dissymétrique de la jauge permet d'augmenter significativement les performances du capteur. Ceci est notamment dû au fait que le brin neutre soit très large. Le cas le plus optimal est alors d'avoir un brin neutre qui recouvre toute la largeur de la poutre. En outre, les procédés de fabrication permettant de réaliser plusieurs dépôts de matériaux successifs, il est alors tout à fait possible de réaliser des jauges sur plusieurs niveaux de dépôts. Un empilement de deux couches de matériau conducteur comme le silicium poly-cristallin dopé, séparées par une couche isolante (oxyde ou nitrure de silicium) permet de reporter les brins actifs à un niveau supérieur au brin neutre (figure 52). Ce type de réalisation permet donc d'élargir le brin neutre.



Fig. 52) <u>Implémentation d'une jauge à brins superposés : brin neutre (rouge clair) et brins</u> <u>actifs (rouge foncé).</u>

Cette structure présente un second avantage important : la réduction de la largeur de la poutre d'épreuve. En effet, par rapport au cas d'une jauge planaire, les brins actifs et les entrefers qui les séparent du brin neutre ne sont plus sur le plan du brin neutre. Il est donc possible de réduire la largeur de la poutre d'une distance au moins équivalente à la somme des largeurs de ces éléments. Ainsi, si on considère une jauge dont les brins actifs font 1µm de large, espacés de 500nm du brin neutre, on peut réduire la largeur de la poutre d'épreuve de 3 µm.



Fig. 53) <u>Déformation relative (A) et seuil de détection(B) en fonction de la largeur du brin actif,</u> pour une jauge planaire déposée sur une poutre de 10µm de large (-), et une jauge superposée déposée sur une poutre de 7µm de large (*), pour les trois cas de poutre en flexion tangentielle.

Mise en regard des dimensions que l'on a utilisé jusque-là ($w=10\mu m$), cette diminution représente une réduction de 30%. L'influence sur les performances est conséquente : + 85% sur la sensibilité et – 43% sur le seuil de détection pour un brin actif de 1 μ m de large (figure 53). On s'est ici placé dans le cas d'une jauge à un seul brin actif puisque la grandeur représentant la sensibilité, et qui est utilisée à titre de comparaison, est la déformation relative. Or, l'architecture à deux brins actifs ne modifie pas la déformation relative mais la tension de sortie du pont de Wheatstone.

III.4.3.4) Etude de la disposition des jauges à 2 niveaux : avec ou sans marges extérieures et influence de l'erreur d'alignement

Les brins actifs permettent d'obtenir les sensibilités les plus élevées lorsqu'ils sont placés au bord de la poutre d'épreuve. Ainsi, dans l'optique de réaliser des jauges très sensibles, on considère deux méthodes de fabrications pour les jauges :

- la première méthode est appelée « avec marges » (figure 54.a-c). Le deuxième niveau de polysilicium constituant les brins actifs est gravé en retrait par rapport au bord de la poutre. La poutre est alors gravée suite à une étape lithographique différente de celle utilisée pour former les brins actifs de la jauge.
- la seconde méthode, dite « sans marge » (figure 54.b-d), est basée sur le principe de l'auto alignement : les bords extérieurs des brins actifs sont gravés avec le même masque que celui utilisé pour graver la poutre, permettant ainsi d'être au bord de la poutre.



Fig. 54) <u>Deux méthodes de réalisation de la jauge : jauge avec marges (a-c) et jauge sans marge (b-d) par rapport au bord de la poutre. Vues en coupe au niveau des vias (a-b) de l'empilement des couches de polysilicium (rouge) et isolant (vert) et résine de masquage (orange) pour la gravure de la poutre (gris). Vues de dessus (c-d) des brins actifs (rouge) déposés.</u>

Les performances obtenues pour la jauge avec marges sont moins bonnes que celles obtenues sans marge. Pour les simulations montrées ici, la marge entre le bord de la poutre et le bord de la jauge est de $1,5\mu m$.



Fig. 55) <u>Déformation relative (A) et seuil de détection (B) en fonction de la largeur du brin</u> actif, pour une jauge avec une marge de 1,5 µm (*) et sans marge (-), déposée sur un poutre de 7 µm de large, pour les trois cas de poutre en flexion tangentielle.

Bien qu'il est tentant d'opter pour l'architecture à jauge sans marge, pour les performances qu'elle offre, il faut cependant considérer les aléas de fabrication et plus particulièrement

l'influence d'un mauvais alignement lors de l'étape lithographique où l'on reporte les motifs des poutres. En effet, l'erreur d'alignement δ va avoir des conséquences différentes : pour les jauges avec marges, les brins actifs ne seront pas disposés symétriquement de part et d'autre du plan des fibres neutres de la poutre, alors que pour la jauge sans marge, on aura un brin très large et un autre beaucoup plus fin (figure 56). Dans ce cas, c'est toute la résistance de la jauge qui est modifiée.



En considérant le pont de Wheatstone de la figure 51.b, on note le rapport entre la tension de sortie et la tension d'alimentation tel que :

$$\frac{V_{out}}{V_{ref}} = \frac{R_1}{R_1 + R_2} - \frac{R_3}{R_3 + R_4}$$
(III.46)

Sous l'action d'une contrainte, les résistances R_1 et R_3 vont varier d'une valeur ΔR_i . On peut alors exprimer la résistance électrique des brins actifs comme :

$$\begin{cases} R_1 = R_g + \Delta R_g \\ R_3 = R_d + \Delta R_d \end{cases}$$
(III.47)

avec R_g la résistance du brin de gauche et R_d , celle du brin de droite. Le pont étant équilibré, l'équation III.46 devient alors :

$$\frac{V_{out}}{V_{ref}} = \frac{R_d \Delta R_g - R_g \Delta R_d}{4R_g R_d + 2(R_d \Delta R_g + R_g \Delta R_d) + \Delta R_d \Delta R_g}$$
(III.48)

Les équations relatives aux déformations longitudinales moyennes pour les trois cas de détection tangentielle peuvent être réécrites en prenant en considération l'erreur d'alignement δ et la largeur des brins ; elles sont présentées en annexe B. L'influence de l'erreur d'alignement sur la tension de sortie mesurée est représentée figure 57.



Fig. 57) <u>Erreur sur la tension de sortie du pont de Wheatstone, en fonction de l'erreur</u> d'alignement δ pour une force fixe de 10 nN (A) et en fonction de la force appliquée pour une <u>erreur d'alignement de 500nm (B).</u>

L'erreur sur la tension de sortie représentée sur ces figures est calculée par rapport au cas idéal où l'erreur d'alignement est nulle. Ainsi, les jauges sans marges sont beaucoup plus sensibles au mauvais alignement que les jauges avec marges. En effet, la variation de tension de sortie est quasiment nulle pour ce cas alors qu'elle est importante pour les jauges sans marges. De même, pour un δ donné, l'écart de tension entre le cas idéal et le cas mal aligné est moins important pour les jauges avec marges. On remarque que cette erreur est linéaire en fonction de la force appliquée.

III.4.3.5) Conclusions sur l'architecture des jauges

Les courbes de tendances montrent bien l'importance de l'étude de l'architecture des jauges en fonction du problème posé. Ainsi, il a été mis en évidence que les performances globales des capteurs à jauges piézorésistives pour la mesure de contraintes appliquées sur un axe parallèle au plan de dépôt de la jauge sont fortement augmentées si celle-ci est réalisée sur deux couches : l'une, insensible mais servant au retour de courant, l'autre déposée en partie supérieure et formant les brins sensibles. Ces brins sont très fins, situés le plus au bord possible des poutres d'épreuve. Un procédé d'auto-alignement permet en outre d'avoir une sensibilité maximale ; cependant, il nécessite un alignement parfait entre les brins actifs de la jauge et la poutre d'épreuve. Il convient donc placer les brins actifs en prenant une marge entre le bord de ceux-ci et celui de la poutre. Enfin, on utilisera un pont de Wheatstone intégrant deux jauges.

III.5) <u>Réalisations</u>

Trois architectures de dispositifs ont été dessinées (vues en début de chapitre). Le dimensionnement des différentes parties doit prendre en compte les contraintes de fabrication des microstructures.

III.5.1) <u>Contraintes technologiques</u>

Il a été montré lors de l'étude théorique que la recherche des performances implique d'avoir des poutres d'épreuve de faible largeur et de grande longueur. Cependant, des considérations technologiques doivent être prises en compte pour la réalisation ; considérations qui vont fixer des bornes pour les valeurs de dimensions.

<u>Largeur</u>

Pour les structures sollicitées dans le plan, on impose d'avoir une largeur de poutre inférieure à l'épaisseur afin d'avoir une rigidité hors plan plus importante, et donc de garantir le déplacement dans le plan du substrat. Les substrats utilisés pour la réalisation sont des wafers SOI, dont l'épaisseur de silicium est 10μ m. Ceci constitue la limite supérieure. La limite inférieure est, elle, fixée par les dimensions des différents éléments de la couche supérieure de la jauge (brins actifs) et des marges prises (figure 58). L'incrément de l'aligneur utilisé pour les étapes lithographiques étant de 500 nm, on fixe les marges intérieure et extérieure (respectivement mI et mE) à cette valeur. La marge totale vaut alors 1 μ m. On fixe la largeur des brins actifs à 1 μ m et le gap à cette même valeur. La largeur minimale de la poutre est alors de 6 μ m. Par ailleurs, la gravure des différents niveaux peut être isotrope en fonction des paramètres, et graver la couche sous le masque, conduisant à une réduction des motifs. On prend en plus une marge de 1 μ m à cause de cela. La largeur dessinée pour les poutres d'épreuve est donc de 7 μ m.



Fig. 58) Schéma en coupe de la jauge au niveau des vias (échelle non respectée).

Pour les leviers flexibles, la largeur doit être plus importante pour offrir une grande surface d'adhérence aux cellules. On prendra une largeur de 40µm ce qui équivaut environ au diamètre d'une cellule.

Longueur

Pour tous les dispositifs, plus les poutres sont longues, meilleures seront les performances. Cependant, on limite la longueur des poutres encastrées-libres à 1mm, des poutres encastréesguidées à 800µm et des poutres bi-encastrées à 2,4 mm. Pour ce cas, la longueur des poutres définit la surface de la cavité de dépôt des cellules.

<u>Épaisseur</u>

L'épaisseur peut être diminuée en affinant la tranche de SOI par gravure sèche ou polissage. L'épaisseur maximale des wafers utilisés est 10µm. Pour les structures à sollicitation dans le plan, les poutres gardent cette valeur car l'épaisseur doit être supérieure à la largeur. Pour les leviers type AFM, on peut réduire l'épaisseur et ainsi avoir de meilleures performances.

<u>La jauge</u>

Les simulations ont révélé un seuil de détection minimal pour une longueur de jauge valant les deux tiers de la longueur de la poutre d'épreuve pour les structures type AFM et à poutre encastrée-guidée, et un tiers pour les poutres encastrée-encastrées.

La largeur des brins actifs est fixée à $1,5\mu m$. Pour le brin neutre, on prend en compte les marges ; sa largeur est donc $6\mu m$.

L'épaisseur est fixée à 500nm pour chaque couche. Bien que les jauges plus épaisses ont un seuil de détection plus bas, l'empilement des deux couches doit avoir une épaisseur permettant d'être négligée devant l'épaisseur de la poutre pour pouvoir seulement considérer la raideur celle-ci.

III.5.2) <u>Caractéristiques des dispositifs dessinés</u>

Les caractéristiques des dispositifs dessinés sont données dans le tableau (Table 3).

Les simulations par éléments finis confirment les valeurs des raideurs dont les formules théoriques d'une poutre chargée ponctuellement à son extrémité pour le cantilever et la poutre encastrée-guidée, et au milieu pour une poutre bi-encastrée, sont données pour les trois cas :

Cantilever : Leviers flexibles	Poutre bi-encastrée : Murs mobiles	Poutre encastrée-guidée : Plateaux suspendus			
$ \begin{array}{c} \mathbf{y} \\ 0 \\ 0 \\ \mathbf{\lambda} \\ 1 \end{array} $	\vec{F}	$ \begin{array}{c} \mathbf{y} \\ 0 \\ 0 \\ \mathbf{\lambda} \\ 1 \end{array} $			
$k = E \frac{wt^3}{4l^3}$	$k = 16.E \frac{tw^3}{l^3}$	$k = E \frac{tw^3}{l^3}$			

Table 4 Expression des raideurs pour les trois configurations de poutre

Pour l'architecture à plateaux suspendus, quatre poutres soutiennent le plateau. La rigidité totale est donc quatre fois plus importante. Les caractéristiques sont données pour une épaisseur de 10µm dans la table 5. Pour l'architecture à levier flexibles, elles sont aussi données sont pour une épaisseur de 2µm.

	Poutre		Jauge			Raideur	Rési-	Sensi-	Seuil de
Туре	Largeur	Lon- gueur	Lon- gueur	Largeur brin actif	Largeur brin neutre	(N/m) stance (kΩ)	stance (kΩ)	bilité x10 ⁻⁹ /nN	détection (nN)
Plateaux	7	800	460	1,5	6,0	4,27	25	11,1	102,4
$t=10\mu m$	7	500	160	1,5	6,0	17,5	8,8	7,5	254,4
Murs Mobiles <i>t</i> =10µm	7	2370	800	1,5	6,0	0,66	44	6,1	140
Levier flexible t=10µm	40	1000	660	38,20	39,20	1,6	2,4	6,3	48,5
	40	500	325	38,20	39,20	12,8	1,2	3,16	136,4
<i>t</i> =2µm	40	1000	660	38,20	39,20	0,0022	2,4	157	1,9
		500	325	38,20	39,20	0,018	1,2	79	5,4

Table 5 Table récapitulative des dimensions en micromètres des poutres, de la rigidité, de la résistance de la jauge et des performances pour les différents dispositifs (épaisseur $t = 10 \mu m$) et pour une alimentation de $V_{ref}=1V$.

Les valeurs de seuils de détection peuvent paraître élevées par rapport aux forces à mesurer. Cependant, pour ces architectures, plusieurs cellules agissent ensemble, développant ainsi un travail plus important qu'une cellule isolée.

III.6) <u>Références</u>

- [41] <u>http://www.vishay.com/brands/measurements_group/strain_gages/mm.htm</u>
- [42] R. SINGH, L.L. NGO, H.S. SENG, F.N.C. MOK, «A Silicon Piezoresistive Pressure Sensor », Proceedings of the First IEEE International Workshop on Electronic Design, Test and Application (DELTA'02), Jan. 2002, pp. 181-184
- [43] B. BAE, B.R. FLACHSBART, K. PARK, M.A. SHANNON, « Design optimization of a piezoresistive pressure sensor considering the output signal to noise ration », Journal of Micromechanics and Microengineering, Vol.14, 2004, pp.1597-1607
- [44] C.-C. LEE, C.-T. PENG, K.-N. CHIANG, « *Packaging effect investigation of CMOS compatible pressure sensor using flip-chip and flex circuit board technologies* », Sensors and Actuators A, 2005, In Press
- [45] Y. SU, A.G.R. EVANS, A. BRUNNSCHWEILER, G. ENSELL, M. KOCH, « Fabrication of improved piezoresistive silicon cantilever probes for the atomic force microscope », Sensors and Actuators A60, 1997, pp. 163-167

- [46] R. JUMPERTZ, A. v.d. HART, O. OHLSSON, F. SAURENBACH, J. SCHELTEN, « *Piezoresistive sensors on AFM cantilevers with atomic resolution* », Microelectronic Engineering, Vol. 41/42, 1998, pp. 441-444
- [47] B. CHARLOT, F. PARRAIN, N. GALY, S. BASROUR, B. COURTOIS, « *A Sweeping Mode Integrated Fingerprint Sensor with 256 Tactile Microbeams »*, Journal of Microelectromechanical Systems, vol. 13, no. 4, 2004, pp.636-644
- [48] R. AMARASINGHE, D.V. DAO, T.TORIYAMA, S. SUGIYAMA, « Design and fabrication of a miniaturized six degree of freedom piezoresistive accelerometer », Journal of Micromechanics and Microengineering, Vol.15, 2005, pp.1745-1753
- [49] V. FERRARI, A. GHISLA, D. MARIOLI, A. TARONI, « Silicon resonant accelerometer with electronic compensation of input-output cross-talk », Sensors and Actuators, A 123-124, 2005, pp.258-266
- [50] C. BERGAUD, E. COCHETEAU, L. BARY, R. PLANA, B. BELIER, « Formation of implanted piezoresistors under 100-nm thick for nanoelectromechanical systems », The Fifteenth IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, 2002., 20-24 Jan. 2002 pp.360 - 363
- [51] J. BRUGGER, M. DESPONT, C. ROSSEL, H. ROTHUIZEN, P. VETTIGER, M. WILLEMIN, « *Microfabricated unltasensitive piezoresistive cantilevers for torque magnetometry* », Sensors and Actuators, vol. 73, 1999, pp. 235-242
- [52] M. GEL, I. SHIMOYAMA, « Sub-micron thick high sensitive piezoresistive cantilevers by boron etch stop and argon implantation », IEEE The Sixteenth Annual International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, 2003. MEMS-03 Kyoto. 19-23 Jan. 2003, pp. 494-497
- [53] P.A. RASMUSSEN, J. THAYSEN, O. HANSEN, S.C. ERIKSEN, A. BOISEN, « Optimised cantilever biosensor with piezoresistive read-out », Ultramicroscopy, vol. 97, 2003, pp. 371-376
- [54] J. THAYSEN, R. MARIE, A. BOISEN, « Cantilever-based bio-chemical sensor integrated in a microliquid handling system », The 14th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, 2001. MEMS 2001. 21-25 Jan 2001, pp. 401-404
- [55] P.A. RASMUSSEN, J. THAYSEN, S. BOUWSTRA, A. BOISEN, « Modular design of AFM probe with sputtered silicon tip », Sensors and Actuators, A 92, 2001, pp. 96-101
- [56] J. THAYSEN, A.D. YALCINKAYA, R.K. VESTERGAARD, S. JENSEN, M.W. MORTENSEN, P. VETTIGER, A. MENON, « SU-8 based piezoresistive mechanical sensor », The Fifteenth IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems 2002, 20-24 Jan. 2002, pp. 320-323

- [57] T.C. DUC, J.F. CREEMER, P.M. SARRO, « Piezoresistive Cantilever For Nano-Newton Sensing in Two Dimensions », Proceedings of the 19th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, MEMS 2006, Istanbul, Turkey, Janvier 2006, pp. 662-665
- [58] B.K.NGUYEN, K. HOSHINO, K. MATSUMOTO, I. SHIMOYAMA, « Insertion Force Sensor by Sidewall-Doping with Rapid Thermal Diffusion », Proceedings of the 19th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, MEMS 2006, Istanbul, Turkey, Janvier 2006, pp. 586-590
- [59] C.S. SMITH, « *Piezoresistance effect in germanium and silicon* », Physical Review, Vol. 94, No. 1, 1954, pp. 42-49
- [60] E. PEINER, A. TIBREWALA, R. BANDORF, S. BIEHL, H. LUTHJIE, L. DOERING, « *Micro force sensor with piezoresistive amorphous carbon strain gauge* », Proceedings of the 13th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, TRANSDUCERS'05, Seoul, Korea, 2005, pp. 551-554
- [61] W. GOPEL, J. HESSE, J.N. ZEMEL, H.H. BAU, N.F. de ROOIJ, B. KLOECK, « Sensors, a comprehensive survey : Mechanical Sensors », Vol.7, Editions VCH, pp. 145-172
- [62] P.J. FRENCH, *« Polysilicon : a versatile material for microsystems »*, Sensors and Actuators, A 99, 2002, pp. 3-12
- [63] F. PARRAIN, « *Capteur intégré tactile d'empreintes digitales à microstructures piezorésistives* », Ph.D. Thesis, TIMA Lab., 2002
- [64] S. KAMIYA, J. KUYPERS, A. TRAUTMANN, P. RUTHER, O. PAUL, «Annealing temperature dependent strength of polysilicon measured using a novel tensile test structure », Proceedings of the 17th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, MEMS 2004,.pp.185-188
- [65] A. STRACHAN, « Modelling equations and parameters for numerical simulation », Properties of Crystalline Silicon, INSPEC Publication, 1998, pp.457-475
- [66] J.A. HARKEY, T.W. KENNIS, « 1/f Noise Considerations for the Design and Process Optimization of Piezoresistive Cantilevers », Journal of Microelectromechanical Systems, Vol.9, No.2, June 2000, pp. 226-235
- [67] T.B. GABRIELSON, « Mechanical-Thermal Noise in Micromachined Acoustic and Vibration Sensors », IEEE Transaction on Electron Devices, Vol. 40, No. 5, 1993, pp. 903-909
- [68] T. GOTSZALK, P. GRABIEC, I.W. RANGELOW, *« Piezoresistive sensors for scanning probe microscopy »*, Ultramicroscopy, Vol. 82, pp. 39-48.

IV) TECHNOLOGIE DE FABRICATION

Ce chapitre présente la technologie de fabrication des structures, c'est-à-dire l'enchaînement des techniques mises en œuvre pour la réalisation des dispositifs. Dans un premier temps, les dispositifs complets seront exposés ainsi que la succession des étapes de fabrication. Celle-ci se déroule selon deux grands axes : le dépôt des jauges pour laquelle une étude des contraintes dans les matériaux à été menée, et la structuration du silicium réalisée par gravure profonde. Par ailleurs, on présente aussi des points clés, comme l'implantation ionique et l'isolation électrique pour les jauges, ou la gravure profonde et gravure chimique par acide fluorhydrique en phase gazeuse.

Les structures fabriquées dont le principe à été présenté au chapitre précédent (c.f. II.2) sont toutes basées sur le même procédé de fabrication. Dans la suite, la structure à plateaux suspendus (figure 29 et 59) sera utilisée pour illustrer le procédé de fabrication.



Fig. 59) Schéma du dispositif à plateaux suspendus.

Les dispositifs sont constitués d'une partie « capteur », ici les plateaux incluant les jauges, mais aussi de lignes conductrices (mais isolées du substrat) et terminées par les plots de contact pour relier les jauges aux broches du boîtier. Une couche de SU-8 permet de garantir l'isolation des lignes avec l'environnement extérieur. Enfin, une cavité réalisée en PDMS et reportée sur la structure permet de constituer le volume de culture.

IV.1) Description du procédé de fabrication

La fabrication des structures commence par un dépôt de nitrure de silicium⁴ puis d'une couche de silicium polycristallin (ou polysilicium), sur un substrat SOI (Silicon On Insulator⁵) dont la couche supérieure de silicium fait 10µm d'épaisseur (figure 60.a). Le polysilicium est ensuite dopé par implantation de bore. Le nitrure permet de réaliser l'isolation électrique entre la première couche conductrice et le substrat. Ces deux couches sont ensuite gravées pour former les lignes d'accès ainsi que le brin neutre de la jauge. Un second dépôt de nitrure permet d'isoler les deux niveaux de la jauge (figure 60.b). Le second niveau de polysilicium est déposé puis implanté avec les mêmes paramètres que le premier. L'activation des dopants est alors réalisée par un recuit rapide à haute température (figure 60.c). Ce niveau est ensuite gravé pour former les brins actifs de la jauge (figure 60.d). Un troisième et dernier dépôt de nitrure permet d'encapsuler complètement les jauges. Afin de réduire la résistance électrique des lignes, une couche d'aluminium est déposée sur celles-ci (figure 60.e). Ces lignes sont isolées de l'environnement extérieur par une couche de résine SU-8 (figure 60.f); cette couche garantit en outre l'étanchéité de la cavité de PDMS qui est reportée sur le substrat en fin de procédé. Une gravure profonde du SOI sur toute l'épaisseur est faite pour structurer les poutres et les plateaux en face avant et en face arrière (figure 60.g). La dernière étape correspond à la gravure chimique de la couche d'oxyde enterré afin de libérer les structures (figure 60.h).



Fig. 60) <u>Principales étapes de fabrication des dispositifs (a-d,g,h) au niveau de la jauge, (e,f) au</u> <u>niveau des lignes d'accès.</u>

Le procédé de fabrication est présenté dans son intégralité en annexe C. Certaines étapes y sont décrites avec plus de précision.

⁴ On désignera par la suite le nitrure de silicium sous l'appellation nitrure.

⁵ Substrats composés d'un empilement de silicium massif, d'une couche d'oxyde de silicium et d'une seconde couche de silicium. En fonction de l'application visée, la couche d'oxyde enterré (BOX pour Burried OXyde) et de SOI (couche supérieure de silicium) peuvent avoir des épaisseurs très variées : de quelques dizaines de nanomètres à plusieurs dizaines de micromètres.

IV.2) <u>Fabrication des jauges</u>

La première partie de la fabrication concerne les jauges. Le détail est présenté figure 61. Elles sont constituées d'un empilement de couches de nitrure(1) - polysilicium(2) - nitrure(3) - polysilicium(4) -nitrure(5). Le silicium polycristallin est dopé au bore et les trois couches d'isolant sont faites en nitrure peu contraint. C'est un nitrure déposé par technique LPCVD, enrichi en silicium, noté Si_xN_y , dont les quantités stoechiométriques sont différentes du nitrure de silicium classique (Si_3N_4).



Fig. 61) <u>Schéma d'une jauge : empilement des couches de nitrure de silicium et silicium polycristallin</u>

IV.2.1) <u>Encapsulation nitrure</u>

Le but premier du nitrure est de constituer une barrière isolante entre les jauges et l'environnement extérieur. Une photo au microscope électronique à balayage, colorisée, présente la vue en coupe d'une jauge complète avec le brin neutre en partie inférieure, la jauge en partie supérieure et les différentes niveaux de nitrure. Le dépôt conforme du nitrure permet une encapsulation parfaite de la jauge.



Fig. 62) <u>Photo MEB colorisée d'une jauge en coupe : empilement des couches de polysilicium</u> <u>et nitrure</u>

Cependant, si la réalisation de cet empilement de cinq couches ne pose pas de difficulté, il faut tout de même prendre certaines précautions pour obtenir le résultat escompté. Tout d'abord, les couches qui constituent la jauge sont déposées sur la couche structurelle de silicium. Ces différentes couches possèdent des contraintes internes qui peuvent déformer leur support : le corps d'épreuve. Il faut donc réaliser une étude des contraintes pour optimiser les épaisseurs déposées en vue de diminuer leur effet. Par ailleurs, le dopage des brins de la jauge est réalisé par implantation ionique ; or les dépôts de matériaux sont faits par technique LPCVD c'est-àdire à haute température, et la diffusion thermique des dopants est à considérer pour le dimensionnement des épaisseurs de nitrure.

IV.2.2) <u>Étude des contraintes dans les matériaux</u>

Quelle que soit la méthode de dépôt d'un matériau sur un autre, il existera des contraintes internes dans la couche déposée. Les contraintes internes sont des contraintes mécaniques qui subsistent dans le matériau en absence de sollicitation (on parle aussi de contraintes intrinsèques). Elles se manifestent par la présence de forces ayant tendance à contracter le matériau sur lui-même, c'est ce qu'on appelle la tension, ou à le dilater, c'est la compression. Ces contraintes peuvent être gênantes puisque les forces développées peuvent déformer des structures libérées voire même un substrat entier (figures 63 et 64).



Bien qu'il existe plusieurs origines à ce phénomène, on considère que la source des contraintes internes est principalement due à la différence de dilation thermique des matériaux par rapport au substrat lors du dépôt, puisque les dépôts de nitrure et de polysilicium que l'on effectue sont

réalisés à températures élevées (560°C pour le polysilicium et 800°C pour le nitrure par technique LPCVD). Ceci est illustré par la figure suivante, pour le cas du dépôt d'un film mince en tension.



Fig. 64) <u>Représentation schématique de l'origine des contraintes résiduelles en tension lors</u> <u>d'un dépôt à haute température.</u>

- A Représentation du film à déposer mis en regard du substrat.
- B La dilatation du film mince peut être représentée par l'apparition de force qui tendent à étirer celui-ci.
- C « Collage » du film sur le substrat
- D Relaxation des forces car la température redescend. Le film mince se contracte entraînant la courbure du système film/substrat.

La présence de contraintes en tension dans le film mince provoque, en réaction, l'apparition de contraintes de compression dans le substrat. Afin d'assurer l'équilibre mécanique du système tout en minimisant l'énergie élastique interne, les contraintes internes provoquent une courbure du substrat. Il est alors possible, en mesurant le rayon de courbure du substrat, de recalculer le niveau de contrainte dans le film mince. En considérant que les contraintes sont uniformément réparties sur l'épaisseur du film (absence de gradient de contraintes) d'une part, et que l'épaisseur du film est très inférieure à celle du substrat (rapport $\approx 1/1000$) d'autre part, la formule de Stoney [69] donne alors :

$$\sigma_{f} = \frac{E_{s}}{6(1 - v_{s})} \frac{t_{s}^{2}}{t_{f}} \left(\frac{1}{R_{\alpha}} - \frac{1}{R_{0}} \right)$$
(IV.1)

avec $\sigma_{\rm f}$ la contrainte résiduelle du film, $E_{\rm s}$, le module d'Young du substrat, $v_{\rm s}$ le coefficient de Poisson du substrat, R_0 et R_{α} les rayons de courbure du substrat avant et après le dépôt, et $t_{\rm f}$ et $t_{\rm s}$, respectivement les épaisseurs du film et du substrat. Les mesures du rayon de courbure ont été réalisées à l'aide d'un profilo-mètre mécanique de marque *Tencor P-10*. Cette technique est facile à mettre en œuvre, mais elle présente le gros désavantage de créer un contact mécanique puisqu'un stylet appuie sur l'échantillon et balaie la surface. Bien que la force de contact soit très faible (0.05 mg) elle est source d'erreur sur la mesure. Il n'a malheureusement pas été possible d'obtenir la précision de mesure de cet appareil auprès du fabricant. Une mesure optique serait plus appropriée, mais nous ne disposons pas d'un tel appareil à l'IEMN.

Cependant, en considérant les variations des valeurs des paramètres E, v, t_f et t_s , prises dans la littérature [70] pour les modules d'Young et de Poisson ou en fonction de la précision des appareils utilisés pour mesurer les épaisseurs des substrat et des films, on a pu établir que les mesures sont données à \pm 20%. Les contraintes internes du nitrure et du polysilicium mesurées sont résumées dans la table 6. On remarque que ces contraintes sont notées positive pour un matériau en tension, et négatives en compression. Par ailleurs, elles ne dépendent pas de l'épaisseur du matériau.

Matériau	Contrainte mesurée (MPa)			
Nitrure LPCVD peu contraint	≈ 60			
Polysilicium non dopé	≈ - 320			
Polysilicium dopé au bore (# 2.10 ¹⁹ at/cm ³)	≈ -90			
Nitrure (200nm)+ Polysilicium dopé (500nm) après recuit 10' à 1000°C	≈ 1			

Table 6 : Contraintes interne mesurées pour les matériaux utilisés dans la fabrication des jauges.Mesures effectuées sur substrat 2 pouces, avec un profilo-mètre mécanique.

Les niveaux de contraintes sont donc relativement faibles, et l'influence d'un recuit est clairement démontrée. Les élévations de température que subissent les échantillons pendant les différentes phases de la fabrication, et surtout lors du dernier dépôt de nitrure, sont favorables à la relaxation des contraintes. Par ailleurs, on note une diminution des contraintes dans le polysilicium dopé au bore. Pour la dose que l'on a implantée, ce phénomène a déjà été observé par Maier-Schneider *et al.* [71]

En effectuant plusieurs dépôts de matériaux dont les contraintes internes sont opposées, on crée un gradient de contrainte et il est possible d'annuler l'effet des forces qui en résulte (figure 65).



Fig. 65) <u>L'empilement d'une couche en tension (vert) et d'une couche en compression (bleu) et</u> représentation des forces développées (flèches)

Si les contraintes internes sont constantes sur l'épaisseur, la force développée ne l'est pas. Ainsi, l'équilibre des forces d'un multicouche tel que celui présenté figure 65, est soumis à l'optimisation des épaisseurs des différents matériaux. En première approximation, on peut considérer que la contrainte $\sigma_{\rm T}$ résultante de l'empilement, est la somme des contraintes $\sigma_{\rm i}$ de chaque couches pondérées par les épaisseurs $t_{\rm i}$:

$$\sigma_T = \frac{\sum \sigma_i t_i}{\sum t_i}$$
(IV.2)

Cependant, les matériaux déposés n'ont pas le même module d'élasticité, ce qui induit des erreurs significatives. La technique généralement employée, pour calculer la force développée par les contraintes internes d'un multicouche déposé sur une poutre encastrée-libre, ainsi que le déplacement de la flèche de cette poutre, se décompose en cinq étapes [72].

La première étape consiste à transformer la géométrie de la structure en une structure homogène équivalente formée d'un seul matériau de référence. La jauge est constituée d'un empilement de nitrure et de polysilicium déposés sur le SOI. La section de la poutre et le modèle équivalent sont représentés figure 66.



Fig. 66) <u>Vue en coupe d'une poutre d'épreuve et de la jauge (A), et structure équivalente</u> rapporté à un matériau (<u>B</u>)

Afin de passer d'une structure à l'autre, il suffit de modifier la section de chaque couche. En effet, à l'équilibre, la somme des forces est nulle :

$$\sum_{i} F_{i} = \sum_{i} \int_{S_{i}} \sigma_{i} dS_{i} = \frac{1}{R} \sum_{i} \int_{S_{i}} E_{i} z_{i} dS_{i} = 0$$
(IV.3)

où R est le rayon de courbure, S_i désigne la section, E_i le module d'Young et z_i la distance à l'axe neutre de la couche *i* (figure 67)



Fig. 67) Illustration d'une poutre en flexion.

(

En notant que :

$$dS_i = w_i dz_i \tag{IV.4}$$

On a alors successivement :

$$\sum_{i} \int_{S_{i}} E_{i} w_{i} z_{i} dz_{i} = \sum_{i} E_{ref} \int_{S_{i}} \frac{E_{i}}{E_{ref}} w_{i} z_{i} dz_{i} = \sum_{i} \int_{S_{i}} E_{ref} w_{i}' z_{i} dz_{i} = 0 \quad (\text{IV.5})$$

avec :

$$w_i' = \frac{E_i}{E_{ref}} w_i \tag{IV.6}$$

Les largeurs w_i ' du modèle équivalent sont ainsi définies. On prendra pour matériau de référence le silicium. Il faut ensuite fixer la position du plan des fibres neutres \overline{Z} de la nouvelle structure. Celui-ci est défini par la position des différents plans \overline{Z}_i de chaque couche. Tant que l'on reste dans le domaine des déformations élastiques, le plan de fibre neutre est confondu avec le centre d'inertie de la couche.



Fig. 68) Représentation des épaisseurs et des plans des fibres neutres de chaque couche

On a alors :

$$\overline{Z}_{i} = \frac{t_{i}}{2} + \sum_{j}^{i-1} t_{j}$$
 (IV.7)

En appliquant le théorème de superposition à chaque couche, la position du plan des fibres neutres de la structure complète s'exprime par :

$$\overline{Z} = \frac{\sum_{i} \overline{Z}_{i} S'_{i}}{\sum_{i} S'_{i}}$$
(IV.8)

avec S'_i la surface des couches *i* prenant en compte les largeurs équivalentes w'_i . L'étape suivante à pour objet de déterminer le moment d'inertie de la structure homogène. En appliquant une fois de plus le théorème de superposition appliqué aux moments d'inertie de chaque couche, on a :

$$I = \sum_{i} I_{i} \tag{IV.9}$$

Par ailleurs, le moment I_i de la couche ne doit plus être défini par rapport au plan de fibre neutre de la couche mais par rapport à celui de la structure homogène. Il faut donc appliquer le théorème de l'axe parallèle. En considérant $z_{\Delta i}$ l'écart entre la fibre neutre de la structure et celle de la couche *i*, alors on écrit successivement:

$$I_i = \int_{S_i} z^2 dS_i \qquad (\text{IV.10})$$

$$I_i = \int_{S_i} \left(z_{\Delta i} + z_i \right)^2 dS_i \qquad (\text{IV.11})$$

$$I_{i} = \int_{S'_{i}} z_{i}^{2} dS_{i} + 2z_{\Delta i} \int_{S'_{i}} z_{i} dS_{i} + z_{\Delta i}^{2} \int_{S'_{i}} dS_{i}$$
(IV.12)

L'expression finale est :

$$I_i = I_{loc(i)} + z_{\Delta i}^2 S_i' \qquad (\text{IV.13})$$

Le moment d'inertie par rapport au plan des fibres neutres \overline{Z} dépend de $I_{\text{loc(i)}}$, le moment d'inertie de la couche défini par rapport à sa propre fibre neutre. Pour une poutre de section rectangulaire et dont le déplacement s'effectue le long de l'axe \vec{z} , l'expression du moment d'inertie est :

$$I_{loc(i)} = \frac{w'_{i} t_{i}^{3}}{12}$$
(IV.14)

Connaissant ainsi la valeur du moment d'inertie I de la structure homogène et la valeur de la contrainte σ_i de chaque couche, on peut recalculer le moment fléchissant du multicouche par:

$$M = \sum_{i} M_{i} = -I \sum_{i} \frac{\sigma_{i}}{Z_{i}}$$
(IV.15)

avec Z_i la distance à l'axe neutre de la structure homogène. On modélise les forces résultantes de la contrainte σ appliquée à la poutre de silicium de longueur L, par une force ponctuelle s'exerçant à l'extrémité de la jauge de longueur λ (figure 69).



Fig. 69) <u>Illustration de la déflection du cantilever (A) et modèle équivalent avec force</u> ponctuelle (B)

En considérant que la jauge recouvre les deux tiers de la poutre ($\lambda = L/3$), la déflection δ de l'extrémité du cantilever est donnée par :

$$\delta = \frac{M}{6E_{ref}I} \frac{8L^2}{9} \tag{IV.16}$$

Ainsi, on peut tracer le profil de déflexion d'une poutre de 500 μ m de long, 7 μ m de large et 10 μ m d'épais, recouverte d'une jauge dont les épaisseurs respectives de poly-silicium et de nitrure sont 500nm et 200nm (figure 70)



Fig. 70) Profil de déflexion verticale d'une poutre de 500µm de long

Pour les dimensions données ci-dessus, la flèche est d'environ 4 μ m. Ceci est un déplacement relativement important puisque, à titre de comparaison, il est deux fois supérieur à l'épaisseur de la couche sacrificielle. Cependant, la courbe de tendance (figure 71) montre que la déflexion varie peu en fonction de l'épaisseur de nitrure ou de poly-silicium. Sur ce graphe, sont tracées les déflexions de la poutre pour une jauge dont l'épaisseur de silicium polycristallin est 500nm et dont l'épaisseur de nitrure varie (en bleu), et pour une jauge dont l'épaisseur de nitrure est fixée à 200nm et l'épaisseur de poly varie (en rouge).



Fig. 71) <u>Déflexion de l'extrémité du levier en fonction de l'épaisseur de polysilicium (rouge) et</u> <u>de nitrure (bleu)</u>

Ainsi, la déflexion peut être minimisée en diminuant l'épaisseur de nitrure et en augmentant celle du silicium polycristallin. Cependant, cette diminution est minime puisqu'elle ne représente que 25% d'écart si on multiplie par 20 l'épaisseur d'une des couches.

Il a été vu au chapitre précédent que l'épaisseur de polysilicium est fixée à 500nm, pour obtenir un bon compromis en termes de performances entre le bruit et la sensibilité. On garde ainsi cette épaisseur pour la fabrication. L'épaisseur du nitrure est, elle, fixée selon d'autres critères. Le premier concerne les contraintes internes, et vient d'être étudié. L'épaisseur des couches de nitrure n'a que peu d'influence sur la contrainte résultante. Un second point est l'isolation électrique que doit constituer cette couche. En effet, le nitrure doit réaliser la fonction d'isolant entre la jauge et l'environnement liquide, mais aussi entre les deux brins de la jauge.

La jauge est réalisée par implantation ionique de bore dans du polysilicium. Les différents dépôts de nitrure qui suivent cette étape agissent comme des recuits de diffusion au cours desquels les dopants se déplacent dans les couches conductrices mais aussi dans les couches isolantes. Il faut alors déposer une couche de nitrure entre les deux brins de la jauge qui soit suffisamment épaisse pour prévenir de ce phénomène et présenter une isolation électrique parfaite. C'est ce qui va être abordé dans la partie suivante.

IV.2.3) <u>Implantation ionique du bore</u>

L'implantation ionique est un procédé à basse température qui permet d'introduire des impuretés dans un matériau. Dans une chambre sous vide, les dopants provenant d'une source solide, liquide ou gazeuse, sont ionisés, triés, accélérés et dirigés par des champs électriques vers le substrat cible. Les atomes pénètrent alors dans le réseau cristallin, entrent en collision et perdent de l'énergie pour s'arrêter à une certaine profondeur, qui dépend du matériau hôte, de l'espèce dopante, et de l'énergie d'implantation. La gamme d'énergie utilisée allant de quelques milliers à quelques centaines de milliers d'électron-Volts, il est possible d'implanter dans des épaisseurs allant de la centaine d'Angström à un millimètre. Le niveau de dopage va dépendre du courant appliqué dans la source d'ions, ce qui va faire varier la densité des espèces à implanter et donc modifier le niveau de dopage. Le faisceau d'ions est dévié pour balayer toute la surface de la cible (figure 72).



Fig. 72) Schéma d'un implanteur ionique.

Le principal avantage de cette technique est de pouvoir créer des jonctions abruptes, très utilisées en microélectronique (jonction p-n, transistors) et d'être fortement reproductible car chaque paramètre est bien contrôlé. Cependant, la philosophie même de cette technique fait que la structure cristalline du matériau hôte est détériorée par les espèces implantées, qui cassent le réseau lorsqu'elles y pénètrent. Afin de le reconstituer et d'activer les dopants, c'est-à-dire faire en sorte qu'ils rejoignent une position stable dans le cristal en se plaçant dans un site subsitutiel, il faut procéder à un recuit thermique à haute température pendant quelques secondes ; on l'appelle recuit d'activation.

Le profil d'implantation d'une espèce dans un matériau cristallin n'est pas homogène. En effet, le parcours de chaque ion étant différent des autres, il en résulte une profondeur d'implantation moyenne notée Rp et une distribution des dopants qui suit un profil Gaussien (figure 73).



Fig. 73) Représentation schématique du profil d'implantation Gaussien

En notant ΔRp , la déviation standard par rapport à la profondeur moyenne, et Φ la dose implantée, on a alors la concentration de dopants en fonction de la profondeur *x* qui vaut :

$$n(x) = \left(\frac{\Phi}{\Delta R p \sqrt{2\pi}}\right) \exp\left(-\frac{\left(x - R p\right)^2}{2\Delta R p^2}\right)$$
(IV.17)

Pour les jauges que l'on va réaliser, le dopant choisi est le bore car il offre les facteurs de jauge les plus élevés (c.f. Chapitre III.4.1.1). Par ailleurs, le problème que l'on se pose ici est de déterminer quelle épaisseur de nitrure déposer entre les deux brins de la jauge pour assurer une barrière isolante ; le phénomène physique limitant étant la diffusion des dopants dans les couches, qui est due aux élévations thermiques lors des dépôts suivants. Afin de déterminer cette épaisseur, on utilise le logiciel de simulation de procédés SILVACO[™]. Lors de la fabrication, l'enchaînement des étapes est le suivant :

- dépôt du premier niveau de nitrure (nit1)
- dépôt du premier niveau de poly (poly2)
- implantation de poly2
- dépôt du second niveau de nitrure (nit3)
- dépôt du second niveau de poly (poly4)
- implantation de poly4 et activation thermique de poly2 et poly4
- dépôt du dernier niveau de nitrure (nit5)

Les dépôts de polysilicium se font à 560°C. Cette température est trop faible pour faire diffuser les dopants dans le matériau, c'est pourquoi on néglige ce dépôt en termes de budget thermique.

Par contre, les dépôts de nitrure s'effectuent à 800°C, à une vitesse d'environ 20nm/min, il faut donc absolument les considérer pour la simulation.

Par ailleurs, à l'aide d'un logiciel de simulation d'implantation basé sur l'analyse Monte-Carlo (Stopping and Range of Ions in Matter - SRIMTM développé par James F. Ziegler [73]) on a calculé les paramètres de l'implantation pour obtenir une concentration d'environ 2.10¹⁹ at/cm³ :

- $\Phi = 3,46.10^{14} \text{ at/cm}^2$
- $E_I = 80 \text{ keV}$

La figure 74 représente le profil de concentration du bore dans le silicium monocristallin, à la fin du procédé tel qu'il vient d'être décrit en tenant compte de la température de dépôt du nitrure (en rouge) et en n'en tenant pas compte (en noir).



Fig. 74) <u>Concentration du bore (at/cm³) dans les couches de silicium (500nm) et de nitrure</u> (200nm) en considérant l'élévation thermique (rouge) et sans la considérer (noir)

Ainsi, les différences sont minimes, ce qui indique que la diffusion des dopants due à l'élévation de température lors des dépôts de nitrure est faible. Il est donc tout à fait possible de déposer du nitrure LPCVD sur une couche de silicium implantée au bore. Cependant, la simulation réalisée souffre de plusieurs approximations.

Les valeurs calculées et les simulations présentées ne prennent pas pour matériau hôte le polysilicium mais le silicium monocristallin. En effet, le poly est mal appréhendé mathématiquement à cause de sa structure non cristalline et il n'existe pas de modèle suffisamment juste pour être intégré dans un logiciel de simulation. Deuxièmement, le nitrure choisi est un Si₃N₄; or le nitrure peu contraint utilisé pour la fabrication est enrichi en silicium. On suppose alors que la diffusion de dopants dans celui-ci est plus importante que dans un nitrure stoechiométrique. Enfin, bien que le logiciel SILVACO TM prenne en charge le phénomène de diffusion thermique, le modèle utilisé pour le calcul est imprécis. On peut le voir notamment par le fait qu'il ne puisse pas calculer la concentration dans une couche supérieure (par exemple, il ne calcule pas la diffusion des dopants de la couche poly2 dans la couche nit3).

C'est pourquoi, bien que les résultats montrent qu'une couche de 100nm de nitrure suffise à constituer une barrière électrique honorable, on double cette épaisseur pour s'affranchir des

aléas et imperfections de la simulation. La couche de nitrure entre la jauge à donc une épaisseur de 200nm.

Enfin, les lignes conductrices sont recouvertes d'une couche d'aluminium, afin de réduire la résistivité des lignes d'accès. Cette étape est réalisée par évaporation permettant un dépôt peu conforme, compatible avec la technique du « lift-off ». Par ailleurs, l'aluminium déposé sur du poly-silicium dopé au bore constitue à coup sur un contact ohmique.

IV.3) <u>Fabrication des structures</u>

La fabrication des structures concerne la gravure profonde de la tranche de SOI, qui constitue les poutres d'épreuves. Dans cette partie, on va présenter différentes techniques qui ont été testées pour réaliser cette étape. Ensuite, sera abordée la dernière partie de la fabrication qui est la libération des parties mobiles par gravure de la couche sacrificielle. Lors de ce travail de thèse, une technique originale à été mise en œuvre et à conduit à la fabrication d'un dispositif permettant d'effectuer une gravure à l'acide fluorhydrique en phase gazeuse.

IV.3.1) <u>*Gravure profonde*</u>

Afin de réaliser les structures proprement dites, c'est-à-dire les plateaux et les poutres d'épreuve, on a recours à la gravure profonde du silicium. Plusieurs techniques sont possibles. Les gravures dites « humides » réalisées dans un bain d'hydroxyde de potassium (KOH) ou de Tetramethylammonium hydroxide (TMAH) présentent la particularité de graver le silicium sur les plans cristallins ; en fonction de l'orientation cristalline du wafer, cette gravure peut être verticale (pour du Si<110>) ou non (c'est le cas du Si<100>). Il faut avoir recours à une gravure « sèche », réalisée dans un bâti de gravure ionique réactive (RIE pour Reactive Ion Etching). Cette technique n'est pas propre aux gravures profondes, mais plutôt utilisées pour la gravure de films minces. Cependant, les techniques de gravure profondes mettent en jeu les mêmes phénomènes physiques que ceux de la RIE. C'est pourquoi elle est présentée ici. De même, on présente aussi la gravure par couplage inductif (ICP) car elle peut être associée à la RIE pour les gravures profondes.

IV.3.1.1) La gravure ionique réactive

Le procédé RIE est basé sur la création d'un plasma par ionisation d'un gaz à basse pression (de quelques dizaines à quelques centaines de mili-Torr) et excité par un champ électrique dans la gamme des fréquences radio (13,56 MHz). Les espèces chimiques qui le composent sont alors dissociées et transformées en espèces réactives, qui, accélérées par le champ électrique, vont bombarder la surface de l'échantillon, réagir chimiquement et « enlever » les composés qui s'y trouvent.



Fig. 75) Vue schématique en coupe d'un réacteur RIE.

Deux actions sont combinées lors d'une gravure RIE : l'action mécanique créée par l'énergie cinétique des ions du plasma qui viennent frapper la surface qui se pulvérise, et l'action chimique réalisée par les radicaux neutres qui se recombinent avec le silicium et créent des composés volatiles. Les gaz utilisés pour la gravure du silicium et de ses composés contiennent des espèces carbone (C) et des halogènes comme le fluor (F) très réactif, le chlore (Cl) ou le brome (Br) qui est plus rarement utilisé. Le premier critère de choix d'un gaz ou d'un mélange de gaz est la sélectivité qu'il a sur un matériau par rapport à un autre. Par exemple, un mélange à base de tetrafluorométhane, le CF_4/O_2 grave plus rapidement de silicium que le SiO₂ ou la résine. De même, le rapport des débits des gaz influe sur la vitesse de gravure d'un matériau. Pour le mélange cité ci-dessus, la vitesse de gravure varie en fonction de la concentration d'oxygène (figure 76).



Fig. 76) <u>Vitesse de gravure en fonction de la concentration des espèces d'un plasma CF_4/O_2 [74]</u>

Le second critère à prendre en compte pour une gravure sèche est l'effet de sous-gravure. C'est le fait que le matériau va être gravé sous le masque. On désigne en général par le terme *sous-gravure*, la distance sous le masque entre le bord de celui-ci et le flanc de gravure. Pour certains mélanges de gaz, la gravure sera isotrope : c'est le cas l'hexafluorure de soufre (SF₆) seul (figure 77). En ajoutant de l'oxygène et de l'azote au SF₆, les flancs de gravure sont plus rectilignes. Cependant, il existe toujours de la sous-gravure qui n'est plus négligeable dès que l'on réalise des gravures profondes.



Fig. 77) <u>Image MEB d'une gravure du silicium par du SF_{6} seul, sous un masque de résine (1 μ m).</u>

IV.3.1.2) La gravure par couplage inductif

Afin d'augmenter la vitesse de gravure d'un procédé RIE, on utilise des sources hautes puissances pour conférer une grande énergie cinétique aux ions et favoriser le bombardement ionique. Cependant, cela crée des dommages à la surface de l'échantillon. Pour pallier ce problème, l'idée est de densifier le plasma en espèces réactives, au moyen d'une bobine ICP (Inductively Coupled Plasma). Le champ magnétique créé par la bobine est à l'origine d'un plasma. Les puissances mises en jeu ici peuvent atteindre plusieurs milliers de Watts. Les composants du plasma créé par la bobine sont ensuite accélérés par un champ électrique, pour être dirigés vers la surface de l'échantillon à graver : on associe donc la technique RIE à la technique ICP.



Fig. 78) Vue schématique en coupe d'un réacteur ICP.

Pour réaliser les structures, il faut graver la tranche de SOI sur toute son épaisseur c'est-à-dire $10\mu m$. Afin d'obtenir des structures ayant des flancs verticaux, il faut avoir recours aux techniques de gravure profondes du silicium. Deux approches ont été testées : la gravure au chlore, gaz qui permet d'obtenir une forte anisotropie, et la gravure par procédé Bosch, qui permet d'avoir des flancs verticaux par l'alternance d'une étape de gravure et d'une étape de dépôt d'une couche de passivation.

IV.3.1.3) Gravure au chlore

La gravure au fluor présente la particularité d'être isotrope car l'action chimique du fluor sur le silicium est importante. Le chlore, au contraire, présente une gravure anisotrope. En effet, les produits de gravure SiCl, SiCl₂, et SiCl₃ sont peu volatiles et se redéposent sur les flancs, créant ainsi une couche de passivation qui agit comme inhibiteur et qui permet d'obtenir des flancs verticaux (figure 79.A). La gravure au chlore donc est propice aux gravures profondes. Par ailleurs, pour une gravure au chlore, la vitesse de gravure va grandement varier en fonction du dopage du substrat [74]. Les effets de charges à la surface sont à l'origine de ce phénomène, illustré par la figure 79.B. Pour un substrat neutre ou dopé p, les atomes de chlore adsorbés à la surface vont créer une monocouche de chlore liée au silicium par liaisons covalentes très courtes, devenant un facteur bloquant pour les autres atomes de silicium. Au contraire, pour un substrat dopé n, les atomes de chlores adsorbés vont se charger négativement par transfert des électrons du silicium. Les liaisons ioniques plus larges facilitent ainsi l'adsorption des autres atomes de chlore, à l'origine de la création des composés SiCl_x. La gravure est donc plus rapide.



Fig. 79) Représentation schématique de : la gravure au chlore (A), et de l'effet de charge (B)

Cependant, la gravure est majoritairement due au bombardement ionique du chlore sur la surface du silicium, qui dépend de la puissance de la source. L'énergie des ions doit être suffisamment élevée pour réaliser la gravure correctement, mais elle est à l'origine de dislocations du masque (figure 80 – les bords du masque on un aspect dentellé).



Fig. 80) <u>Photo MEB d'une gravure du silicium au Cl₂/He. Le masque d'oxyde a été</u> partiellement pulvérisé.

La pulvérisation du masque en SiO_2 introduit alors de l'oxygène dans le mélange gazeux, qui réagit avec les radicaux neutres du plasma. L'oxygène se recombine alors avec les produits de gravure (présents en grande quantité) qui se déposent au fond, ce qui a pour effet de créer du micro-masquage. Le résultat de la gravure est alors modifié.

Enfin, la gravure au chlore est très sensible à la pollution de la chambre du réacteur et de l'échantillon. Le bâti de gravure utilisé pour ces essais est un Oracle de la société Trion Technology. Après de nombreux tests, il s'est avéré indispensable de procéder à la préparation de l'échantillon comme suit :

- après gravure des ouvertures dans le masque de SiO_2 et dé-résinage, nettoyage au piranha du wafer pour supprimer toute trace de composé organique
- désoxydation des ouvertures de silicium par un plasma à base de tétrafluorométhane
- déshydratation du substrat : 15 minutes à 200°C sur une plaque chauffante
- insertion immédiate du substrat dans la chambre du réacteur
- balayage gazeux de la chambre pendant 5 minutes
- lancement de la gravure

Malgré la mise en oeuvre de ces étapes, il n'a pas été possible de réaliser des gravures de plus de $8\mu m$ qui soient satisfaisantes. D'une part, les flancs ne sont pas verticaux ; les poutres de suspension des plateaux n'ont donc plus une section rectangulaire mais trapézoïdale, ce qui modifie leur rigidité et leur comportement aux sollicitations dans le plan. Deuxièmement, les fonds de gravure ne sont pas propres et présentent une couche épaisse qui ralentit la gravure (figure 81.A). Enfin, ces tests ont été réalisés avec un masque d'oxyde, qui est incompatible avec le procédé de fabrication décrit en début de chapitre.

Cependant, ce type de gravure fonctionne très bien pour des gravures peu profondes. On a réalisé une ancre mécanique pour des structures en SU-8, par l'enchaînement d'une gravure au chlore de 1µm puis d'une gravure au fluor fortement isotrope et ainsi façonner une forme de champignon inversé (figure 81.B et annexe D)



Fig. 81) Fonds de gravure profonde (A) et vue en coupe d'une gravure en surface (B)

IV.3.1.4) Gravure par procédé Bosch

La gravure par procédé Bosch est une technique mise au point par Robert Bosch GmbH en 1993 et nécessite l'acquisition d'une licence d'utilisation. Le principe est ici de combiner une étape de gravure au fluor à l'aide d'un plasma très dense, utilisant donc l'ICP, et d'une étape de passivation, c'est-à-dire le dépôt d'une couche de fluorocarbone qui va rendre les flancs verticaux insensibles à la gravure. L'alternance du couple « passivation-gravure », va permettre de réaliser des gravures profondes avec des flancs quasi-parfaitement verticaux.

Le procédé commence par une étape de passivation. Un plasma d'octofluorocyclobutane (C_4F_8) permet le dépôt conforme d'une très fine couche de polymère à base de fluorocarbone insensible à l'action chimique du fluor (figure 82.A).

Pour la gravure, le gaz utilisé est un mélange d'hexafluorure de soufre associé à de l'oxygène. Cette étape est divisée en deux dont chaque action est bien définie. Tout d'abord, le plasma SF_6/O_2 à haute densité est composé d'ions légers, qui accélérés par le champ électrique de la source RIE vont avoir une grande énergie cinétique. Le bombardement ionique va casser la couche de flurorocarbone sur toutes les surfaces perpendiculaires au flux des ions (figure 82.B). La seconde étape est la gravure propre du silicium mis à nu, par les radicaux neutres F* hautement réactifs. Lors de cette étape, les ions SF_x^+ sont déviés par des plaques chargées afin de privilégier l'action des radicaux neutres. Cette gravure est isotrope, ce qui donne l'aspect dentelé que l'on observe sur les flancs de gravure (figure 82.C). La sélectivité entre le silicium et la résine est très grande, en partie grâce à chaque étape de passivation où la couche de fluorocarbone se redépose sur le masque.



Fig. 82) <u>Illustration des phénomènes de passivation (A) et de gravure (B et C) lors du procédé</u> <u>Bosch</u>

Enfin, cette technique est implémentée dans des bâtis de gravure dédiés pour plusieurs raisons. Outre l'aspect réglementaire lié à la protection du procédé par un brevet, les étapes de gravures et de passivation sont très rapides puisque la durée de chacune est de l'ordre de quelques secondes. Il faut donc un bâti possédant une cinétique d'établissement du plasma rapide en termes de débit de gaz, d'ajustement de la pression de la chambre, et d'accord RF du plasma. De plus, le procédé mettant en œuvre une gravure rapide du silicium, il est nécessaire d'avoir un plasma très dense et donc d'avoir un réacteur équipé d'une bobine ICP. Le bâti dont nous disposons à l'IEMN est un HRM-ASE (High Rate - Advanced Silicon Etching) de la société STSTM dont les résultats sont excellents. La figure 83 montre vue ne coupe de la gravure d'une poutre d'environ 15µm de profond



Fig. 83) Photo MEB de la section d'une poutre réalisée par procédé Bosch dans du silicium massif

Toutefois, certaines précautions doivent être prises. L'étape de passivation est fortement tributaire de la température de l'échantillon. Celui-ci est normalement plaqué sur le support qui est lui-même refroidi à la température de 0°C. Si l'échantillon est mal plaqué sur le support et que le refroidissement est inefficace, la passivation n'a pas lieu ce qui rend la gravure isotrope (figure 84).



Fig. 84) <u>Photo MEB de la section d'une poutre dont la passivation n'a pas eu lieu. La jauge est</u> <u>en partie supérieure.</u>

Pour la fabrication des structures à plateaux suspendus, deux étapes de gravures profondes ont été réalisées. L'une pour façonner les poutres et les plateaux, la seconde afin d'affiner ceux-ci au centre et ainsi constituer des murs sur les côtés (excepté à l'endroit de l'entrefer – figure 84).



Fig. 85) Photo MEB des structures à plateaux, avant libération.

Les trous apparaissant sur le plateau de gauche, le plateau mobile, sont destinés à favoriser la libération de celui-ci en facilitant le passage de l'acide servant à la gravure de la couche sacrificielle.

IV.3.2) <u>Libération au HF en phase gazeuse</u>

Afin de libérer complètement les structures, il faut graver la couche d'oxyde enterré, aussi appelée couche sacrificielle. La technique la plus couramment employée est la gravure chimique de l'oxyde par immersion du wafer dans un bain à base d'acide fluorhydrique (HF) dilué et parfois associé au fluorure d'ammonium (NH₄F). La sélectivité du HF sur l'oxyde de silicium est très élevée par rapport aux autres matériaux. En fonction de la concentration de fluor, cette technique permet une gravure rapide de la couche sacrificielle : une solution aqueuse de HF à 50% grave un oxyde LPCVD à une vitesse allant de 0,5 à 2 μ m/min en fonction des différents recuits qu'il a pu subir. Cependant, suite à l'étape de gravure, le rinçage à l'eau est rendu délicat par la fragilité des structures libérées. De même, des problèmes de collage d'une partie mobile sur le substrat peuvent arriver lors du séchage, à cause des forces de capillarité exercées par l'eau se trouvant entre ces parties (figure 86.a) Ceci est d'autant plus important et rapide, que les surfaces sont rendues hydrophobes par la présence de fluor. Afin de prévenir ceci, plusieurs techniques peuvent être employées.

L'implémentation de « dimples »[75] est une solution facile à mettre en oeuvre. Ce sont de petits ergots créés sous la couche structurelle qui permettent de réduire la surface de contact entre la partie suspendue et le substrat (figure 86.b) et ainsi prévenir du phénomène collage. Cependant, ceci n'est possible que lorsque la partie structurelle est déposée sur la couche structurelle, ce qui n'est pas le cas des wafers SOI.


Fig. 86) <u>Illustration du phénomène de collage dû aux forces capillaires (a) : collage d'un poutre</u> <u>sur le substrat (b) et implémentation d'un « dimple » (c)</u>

Une autre technique - qui peut être complémentaire de la première, consiste à plonger le wafer dans un bain de méthanol, qui va se substituer à l'eau de rinçage. On utilise ensuite un bâti de séchage au CO_2 en phase supercritique. L'alcool est progressivement remplacé par du CO_2 liquide à pression et à température élevées. Le point supercritique est le moment où l'interface liquide/gaz n'existe plus. Les résultats obtenus sont excellents.

Enfin, une troisième méthode consiste à graver l'oxyde par une solution aqueuse de HF en phase gazeuse. Ceci permet de réaliser une gravure chimique sèche et ainsi de s'affranchir de tous les problèmes liés au séchage des échantillons. C'est cette technique qui a d'abord été utilisée pour ce travail, puisqu'elle a déjà fait ses preuves pour la libération de membranes de grande surface et de faible épaisseur (10 mm², 0.75µm), au-dessus d'une couche de 1.65µm d'oxyde [76] ou pour la gravure de l'oxyde enterré de wafer SOI [77].

La mise en œuvre est relativement simple. Le point d'ébullition du HF dans l'atmosphère est à 19.5°C. Par ailleurs, la solution aqueuse s'évapore naturellement à la température ambiante de la salle blanche. Ainsi, il n'est nul besoin de chauffer la solution aqueuse de HF pour que celleci s'évapore. En plaçant le wafer retourné au-dessus du flux gazeux, les molécules d'acide et d'eau se condensent à la surface du SiO₂ (figure 87.a), créant ainsi une fine pellicule qui grave l'oxyde. Se créent alors des composés tetrafluorosilane (SiF₄), et d'acide fluorosilicique (H₂SiF₆) qui se décompose en tetrafluorosilane plus de l'eau. Le tout s'évapore une fois la gravure terminée (figure 87.b) [78].

$$\begin{cases} 6HF + SiO_2 \rightarrow H_2SiF_6 + 2H_2O \\ 4HF + SiO_2 \rightarrow SiF_4 + 2H_2O \\ H_2SiF_6 \rightarrow 2HF + SiF_4 \end{cases}$$
(IV.18)



Fig. 87) Diagramme schématique des étapes de la gravure [78]

Le problème est ici que l'eau créée par la réaction se condense à la surface du wafer, créant ainsi une pellicule liquide. Afin de contrer cet effet, il faut légèrement chauffer l'échantillon pendant la gravure. C'est pourquoi un dispositifs de chauffage à été conçu. Il est constitué d'une pièce chauffante en laiton placée dans un corps en téflon. Une sonde de température est intégrée au dispositif et un circuit de régulation à été dessiné. Les plans mécaniques et les circuits électroniques sont présentés en annexe (E).

La température de l'échantillon influe sur la vitesse de gravure comme l'ont montré Witvrouw & *al.* [79].



Fig. 88) <u>Vitesse de gravure d'un oxyde thermique en fonction de la température de l'échantillon</u>
[79]

La température idéale est donc un compromis entre une valeur suffisamment élevée pour permettre l'évaporation rapide de l'eau qui se condense à la surface de l'échantillon, et une valeur maximale pour laquelle la condensation est inexistante : alors l'oxyde ne se grave pas. La consigne est réglée pour obtenir une température de 35°C à la surface de l'échantillon.

Concernant l'utilisation, quelques mises en garde doivent être soulignées. La gravure de l'oxyde par le HF produit du tétrafluorosilane sous forme gazeuse, qui est très corrosif pour la peau et les yeux, et toxique par inhalation. Si ce gaz est aussi créé lors de la gravure par immersion du wafer dans l'acide en solution aqueuse, il est évacué au fur et à mesure de la gravure puisque le récipient n'est pas fermé. Par contre, l'emploi du dispositif de chauffage implique que l'acide se trouve dans une enceinte fermée. Le SiF₄ s'accumule dans le ciel gazeux, et est donc fortement concentré. Au moment de l'ouverture, une forte dose de tétrafluorosilane se dégage. Le port des gants adaptés et des lunettes de protection ainsi que le travail sous hotte aspirante est plus que jamais impératif. Les résultats obtenus pour la gravure d'oxyde sont satisfaisants. La vitesse de gravure pour du SiO_2 LPCVD gravé avec du HF à 50% est d'environ 200nm/min.

Par contre, la présence de nitrure de silicium modifie grandement le résultat de gravure. La photo 89 montre le résultat d'une gravure de nitrure LPCVD. Une pellicule constituée de grains apparaît à la surface de l'échantillon.



Fig. 89) <u>Images MEB des résidus à la surface d'un échantillon suite à une gravure de nitrure</u> <u>LPCVD.</u>

Ceci s'explique par la création d'espèces solides $(NH_4)_2SiF_6$ qui peuvent être enlevées en grattant, comme on peut le voir sur la figure 89, ou après rinçage à l'eau. Cependant, tout l'intérêt de la technique s'en va.

Ainsi, afin d'obtenir une gravure propre, il faudrait proscrire l'utilisation de nitrure; mais il est nécessaire d'encapsuler les jauges par ce matériau. Dans un premier temps, la résine ayant servi de masque pour la gravure profonde du silicium a été laissée pour protéger le nitrure. La résine devait ensuite être enlevée par plasma O_2 . Cependant, les températures sont élevées pendant la phase de gravure et la résine devient difficile à enlever par procédé sec uniquement ; d'autant plus que la résine utilisée pour ce procédé est négative. Il a alors été décidé d'ouvrir la face arrière des structures par une gravure profonde du silicium massif. Ceci permet de favoriser la gravure de l'oxyde par de grandes ouvertures, de diminuer l'exposition des matériaux sensibles comme le nitrure ou le métal, et de s'affranchir totalement des problèmes de collage.

IV.3.3) <u>Cavité en PDMS et Isolation des lignes en SU-8</u>

Les dispositifs réalisés sont destinés à fonctionner dans un milieu saturé en humidité, c'est le liquide nutritif des cellules. Par ailleurs, les effets que l'on désire étudier ne se déroulent pas sur quelques secondes ou quelques minutes, mais sur plusieurs heures. L'examen d'un phénomène comme la mitose, par exemple, n'est possible qu'en observant les cellules sur une durée d'une cinquantaine d'heure. Pendant ce temps, l'eau du liquide nutritif s'évapore.

Il convient donc de créer une cavité de culture sur le dispositif, afin de recevoir un grand volume de liquide pour s'affranchir des problèmes liés à l'évaporation de celui-ci. Le matériau

retenu pour réaliser cette fonction est le PDMS (Poly(dimethylsiloxane)). C'est un matériau à base de gel de silicone, qui est transparent, très flexible, stable à la température et surtout compatible avec l'élément biologique. Il est très utilisé pour les applications microfluidiques pour la réalisation de microcanaux ou de micropompes. De nature hydrophobe, il peut devenir hydrophile à la suite d'un traitement de surface par plasma O_2 .(création de liaisons SiO⁻). Par ailleurs, le PDMS polymérise à température ambiante en une vingtaine d'heure. C'est pourquoi il n'existe pas sous forme de solution prête à l'emploi ; il faut d'abord le préparer en mélangeant le gel avec un agent curant, pour un rapport de masse de (10:1). Une fois réalisée, la préparation est mise dans une enceinte sous vide primaire afin de la dégazer. Elle est ensuite coulée dans un moule de silicium ou de SU-8 puis recuite afin d'accélérer la polymérisation.

Pour la partie que nous voulons réaliser, l'épaisseur désirée et la grande tolérance que l'on s'est donnée sur les dimensions ont fait que le moule a été réalisé en découpant une bande de plastique collée autour d'un wafer de silicium. Ce wafer a été préalablement recouvert d'une couche de C_4F_8 afin de réduire l'adhésion du PDMS une fois polymérisé. Il a ainsi été possible de déposer une couche de 4 mm d'épais. Puis les cavités ont été découpées à la main, à l'aide d'un cutter pour les bords extérieurs, et d'un emporte-pièce pour les évider, avant d'être reportée sur les structures

Les cavités renfermant le liquide nutritif sont donc déposées sur les lignes conductrices. Bien que le PDMS soit très souple et que l'on pense de ce fait, que la cavité va épouser la surface du dispositif, il a tout de même été choisi afin de garantir l'étanchéité, de déposer une couche de résine entre la structure et la cavité. La résine qui a été choisie est la SU-8. C'est une résine photosensible négative à base d'époxy développée à l'origine par IBM. Elle est utilisée dans de nombreux domaines d'application : guides d'ondes optiques [83], moules pour façonner des structures en PDMS [85], support d'antennes planaires pour des applications radio-fréquence [84], microcanaux [86,87], réalisation de parties mobiles libérées, comme des engrenages [88] ou des pour des applications biologiques [89]. Ce ne sont ici que quelques exemples parmi une multitude de références. Par ailleurs, cette résine peut subir des traitements chimiques afin d'en modifier les propriétés. Un plasma O₂ inverse le caractère hydrophile [90], un plasma au fluor va changer les propriétés optiques par substitution des atomes d'hydrogène par des atomes de fluor [91], un plasma à base de SF₆ va inverser les contraintes internes de la SU-8 qui vont alors passer d'un état de tension à un état de compression, et permettre de réaliser des structures 3D auto-assemblées [92]. Cette dernière propriété, mise en évidence pendant ce travail de thèse, est approfondie en annexe D. Ce même type de plasma est aussi utilisé pour graver la SU-8 [93]. Enfin, en contrôlant le temps d'exposition, il est possible de réaliser des structures telles que des poutres bi-encastrées d'épaisseur variables, ainsi que des microcanneaux auto-capotés avec un seul niveau de dépôt et une seule insolation [94]. Les possibilités qu'offre cette résine sont donc énormes.

Concernant l'utilisation que l'on va faire de la SU-8 pour nos structures, elle permettra simplement d'isoler les lignes conductrices recouvertes d'or, du milieu extérieur. Le procédé utilisé est donc un procédé classique, l'épaisseur du dépôt étant d'environ 5 μ m. Les avantages mis à profit ici sont la grande résistance de la SU-8 aux attaques chimiques (acétone, strippers classiques comme l'EBR PG) ainsi qu'au plasma O₂ (on utilise ce type de plasma pour nettoyer complètement une plaque suite à un dé-résinage à l'acétone). Ainsi, cette couche isolante résistera aux différentes étapes de nettoyage succédant aux gravures profondes réalisées en fin de procédé.



Fig. 90) <u>Schéma en coupe de l'empilement des couches au niveau des plots de contact (A) et</u> <u>structures finales avec la cavité avant découpe (B)</u>

IV.4) <u>Conclusion</u>

Les structures sont réalisées en trois grandes étapes : la fabrication des jauges, les gravures profondes et le montage de la cavité en PDMS. La plus délicate d'entre elles est la création des jauges puisqu'elle nécessite cinq dépôts LPCVD, deux implantations ioniques, une métallisation par lift-off et donc six niveaux de masques et autant d'étapes lithographiques. Une étude des contraintes et de la diffusion des dopants dans les matériaux à été faite pour choisir les épaisseurs optimales de nitrure.

Les gravures profondes ont été réalisées avec succès grâce à l'acquisition par l'IEMN, d'un bâti spécifiquement conçu pour ce type de procédé. Des gravures au chlore, à l'aide d'un bâti RIE « classique » ont été testées, sans toutefois obtenir de résultats satisfaisants et reproductibles.

Concernant la libération des structures, un dispositif de chauffage à été fabriqué pour graver la couche sacrificielle en utilisant l'acide fluorhydrique en phase gazeuse. Cette étape nécessite de découper préalablement chaque dispositif.

Les caractérisations mécaniques et électriques des dispositifs sont abordées dans le chapitre suivant.

IV.5) <u>Références</u>

- [69] G.G. STONEY, *« Tension of metalic films deposited by electrolysis »*, Proceedings of the Royal Society, A82, 1909, pp. 172-175
- [70] www.memsnet.org/material/siliconsibulk/
- [71] D. MAIER-SCNEIDER, A. KOPRULULU, S. BALLHAUSEN HOLM, E. OBERMEIER, « *Elastic Properties and microstructure of LPCVD polysilicon films* », Journal of Micromechanics and Microengineering, Vol. 6, 1996, pp. 436-446
- [72] S. TIMOSHENKO, S. WOINOWSKY-KRIEGER, « *Théorie des plaques et des coques* », McGraw-Hill, New-York, 1959
- [73] <u>www.srim.org</u>
- [74] D.L. FLAMM, « Mechanisms of Silicon etching in fluorine and chorine containing plasmas », Pure and Apllied Chemistry, Vol. 62, No. 9,1990, pp. 1709-1720
- [75] C.J. KIM, J.Y. KIM, B. SRIDHARAN, « Comparative evaluation of drying techniques for surface micromachining », Sensors and Actuators, A64, 1998, pp. 17-26
- [76] J. ANGUITA, F. BRIONES, « *HF*/*H*₂O vapor etching of SiO₂ sacrificial layer for large area surface micromachined membranes », Sensors and Actuators, A64, 1998, pp. 247-251
- [77] Y. FUKUTA, H. FUJITA, H. TOSHIYOSHI, «Vapor HF Acid sacrificial Release technique for MEMS using Labware », Japan Journal of Applied Physics, Vol. 42, No. 6A, June 2003, pp.3690-3694
- [78] C.R. HELMS, B.E. DEAL, « *Mechanisms of the HF/H2O vapor phase etching of SiO*₂ » Journal of Vaccum Science Technology, A104, Jul-Aug 1992, pp.806-811
- [79] A. WITVROUW, B. Du BOIS, P. De MOOR, A. VERBIST, C. VAN HOOF, H. BENDER, K. BAERT, « Comparison between wet HF etching and Vapor HF etching for sacrificial oxide removal », Proceedings of the SPIE, Vol. 4174, pp. 130-141
- [80] B.-H. JO, L. M. VAN LERBRGHE, K. M. MOTSEGOOD, D. J. BEEBE, « Three-Dimensional Micro-Channel Fabrication in Polydimethylsiloxane (PDMS) Elastomer », Journal of Micro-Electro-Mechanical Systems, Vol. 9, No. 1, 2000, pp.76-81
- [81] J.-H. KIM, C. J. KANG, Y.-S. KIM, « A disposable polydimethylsiloxane based diffuser micropump actuated by piezoelectric-disc », Microelectronic Engineering, Vol. 71, 2004, pp.119-124

- [82] M.B. Chan-Park, J. Zhang, Y. Yan, C.Y. Yue, *« Fabrication of large SU-8 mold with high aspect ratio microchannels by UV exposure dose reduction »*, Sensors & Actuators B101, 2004, pp; 175-182
- [83] J.R. THORPE, D.P. STEENSON, R.E. MILES, « High frequency transmission line using micromachined polymer dielectric », Electronic Letters, Vol. 34, No. 12, pp. 1237-1238
- [84] P. BASSET, « Conception, réalisation et test d'un microsystème de transport alimenté à distance », Thèse, Université de Lille1, 2003
- [85] D.C. DUFFY, J.C. MCDONALD, J.A. OLIVIER, « Rapid prototyping of microfluidic systems in polydimethylsiloxane », Analytical Chemistry, Vol. 70, 1998, pp. 4977-4984
- [86] H.E. AYLIFFE, A.B. FRAZIER, R.D. RABBITT, « Electric Impedance Spectroscopy using microchannels with integrated metal electrodes », Vol. 8, Issue 1, 1999, pp.50-57
- [87] J.L. GUERIN, M. BOSSEL, M. DEMIERRE, S. CALMES, P. RENAUD, « Simple low cost fabrication of embedded microchannels by using a new thick-film photoplastic », Transducers'97, Chicago, 1997, pp. 1419-1422
- [88] V. SEIDEMANN, J. RABE, M FELDMANN, S. BUTTGENBACH, « SU-8 micromechanical structures with in situ fabricated movable parts », Microsystem Technologies, Vol. 8, 2002, pp. 348-350
- [89] M. CALLEJA, J. TAMAYO, A. JOHANSSON, P. RASMUSSEN, L.M. LECHUGA, A. BOISEN, *«Polymeric Cantilever Arrays for Biosensing Applications »*, Sensor Letters, Vol.1, No.1, 2003, pp. 20-45
- [90] C. -L. WU, M.-H. CHENG, F.-G. TSENG, « SU-8 hydrophilic modification by forming copolymer with hydrophilic epoxy molecule », Proceedings of the 7th International Conference on Miniaturized Chemical and Biochemical Analysis Systems, Oct 5-9 2003, Squaw Valley, USA, pp.1117-1120.
- [91] B.BECHE, P. PAPET, D. DEDARNOT, E. GAVIOT, J. ZYSS, F. PONCIN-EPAILLARD, « *Fluorine plasma treatment on SU-8 polymer for integrated optics* », Optics Communications, No. 246, 2005, pp 25-28
- [92] J.-B. BUREAU, B. LEGRAND, D. COLLARD, B. BUCHAILLOT, « 3D selfassembling of SU-8 microstructures on silicon by plasma induced compressive stress », Proceedings of the 13th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, TRANSDUCERS'05, Seoul, Korea, 2005, pp. 19-22
- [93] G. HONG, A.S. HOMLES, M.E. HEATON, « *SU8 resist plasma etching and its optimization* », Proceedings of the Device, Test, Integration and Packaging (DTIP) Conference, Mandelieu la Napoule, France, 5-7 May 2003, pp. 268-271.

[94] M. GAUDET, S. ARSCOTT, J.-C. CAMART, L. BUCHAILLOT, « SU-8 arch like Microfluidic Microchannels Using Single Mask/Single Step Photolithography », Proceedings of the ninth International Conference on Miniaturized Systems for Chemistry and Life Science, μTAS 2005, Boston, USA, October 9-13 2005 pp. 1189-1191

V) TESTS DES STRUCTURES ET MESURES

Ce chapitre présente les protocoles expérimentaux mis en œuvre et les résultats obtenus pour la caractérisation des dispositifs. Les tests, réalisés dans la centrale de caractérisation de l'IEMN, permettent de valider l'architecture de jauge proposée. Les performances obtenues sont assez proches de celles qui étaient attendues, et démontrent que la jauge à deux niveaux possède un fort potentiel pour la détection de contraintes dans le plan.

V.1) Structures testées : des cantilevers

Lors de la gravure profonde de la face arrière, les fortes contraintes internes en compression de la couche d'oxyde enterré – qui constitue alors une membrane, ont conduit à l'apparition de ruptures locales dans cette couche. De ce fait, la plupart des structures se sont brisées à l'endroit où elles sont le plus fin et donc le plus fragile : le milieu des poutres. Néanmoins, beaucoup de jauges sont restées intactes, ainsi que les poutres qui les supportent sur toute la longueur de la jauge, formant ainsi des cantilevers. En conséquence, les résultats qui vont être présentés ont été obtenus sur des cantilevers de 170 μ m de long, analogues à celui-ci :



Fig. 91) Image MEB d'un cantilever

V.2) Dimensions des jauges

Les microscopes électroniques à balayage permettent de réaliser des images très précises d'objet micrométriques. Cet appareil peut donc mesurer les dimensions réelles des structures étudiées. En effet, les différentes couches gravées par procédé RIE sont sujettes à une réduction de la taille des motifs à cause de la sous-gravure (c.f. chapitre IV.3.1.1). Afin de pouvoir recalculer les performances des jauges, on mesure les dimensions réelles de celles-ci.

En outre, on a pu évaluer l'erreur d'alignement entre la jauge et la poutre d'épreuve. Elle vaut environ 0,5 µm. La table 7 présente les dimensions caractéristiques moyennes des cantilevers:

Dimensions	Valeur					
Longueur de la poutre : <i>l</i>	$170 \pm 2 \ \mu m$					
Largeur de la poutre : <i>w</i>	$7,5 \pm 0,1 \mu m$					
Épaisseur de la poutre : t	10 µm					
Longueur de la jauge : λ	160 μm					
Largeur du brin neutre : $2w_0$	$5,62 \pm 0,005 \ \mu m$					
Largeur des brins actifs : $w_2 - w_1$	$1,45 \pm 0,005 \ \mu m$					
Épaisseur du brin neutre : t_j	518 ± 5 nm					
Épaisseur des brins actifs : t_j	468 ± 5 nm					
Raideur de la poutre : k_y	$41,2 \pm 1$ N/m					
Erreur d'alignement : δ	$0,5\pm0,05~\mu\mathrm{m}$					

Table 7 : Dimensions mesurées au MEB

V.3) Protocole de mesure

Afin de caractériser chaque jauge indépendamment, on utilise un amplificateur à détection synchrone (« Lock-in Amplifier », modèle 7280 fabriqué par *Signal Recovery*TM). Cet appareil envoie un signal alternatif à une fréquence choisie, de l'ordre que quelques kHz, et mesure une grandeur électrique (courant qui circule, tension aux bornes d'un dipôle) sur le dispositif en test (DUT). Le signal mesuré est modulé par la fréquence du signal d'excitation afin de le filtrer en bande de base, puis numérisé. Grâce à cet appareil, on peut obtenir des résolutions de mesure de l'ordre quelques dizaines de fA pour la mesure du courant – cas qui nous concerne, et surtout, de s'affranchir du bruit en 1/f, très présent à basse fréquence.



Fig. 92) <u>Synoptique simplifié d'un amplificateur à détection synchrone (intérieur des pointillés)</u> pour la mesure de courant

Le montage réalisé pour la caractérisation des jauges est alors le suivant :



Fig. 93) Dispositif de mesure pour la caractérisation des jauges

L'amplitude du signal d'excitation a été fixée à 0,1 Volts, la résolution de mesure à 500 nA et la constante de temps du filtre passe-bas à 200ms. En théorie, le résultat affiché sur 10 000 points conduit à une précision de l'ordre de 0,05 nA ; cependant, le dernier digit est instable. En ne prenant que ceux qui le sont, on a une précision sur la mesure de l'ordre de 0,5 nA.

Pour mesurer les variations de résistance électrique, et donc les sensibilités des jauges, il faut solliciter les poutres mécaniquement à l'aide d'un micromanipulateur muni d'une pointe (figure 94).



Fig. 94) <u>Photo d'une jauge statique (A) et soumise à une déformation à l'aide d'une</u> <u>micropointe.(B)</u>

Les micromanipulateurs utilisés sont des PH100 fabriqués par *Süss MicroTec* et sont équipés d'une pointe en tungstène. Les déplacements sont effectués par des molettes dont la résolution est de 350 μ m par tour. Il est alors difficile d'évaluer un déplacement en mesurant la fraction de tour de molette effectuée (1 μ m équivaut environ à 1° d'angle), d'autant que la précision sur la position donnée par le constructeur est de ± 5 μ m. Afin de mesurer de faibles déplacements (déplacements qui permettent de rester dans le domaine de déformations élastiques) avec plus de précision, on utilise un logiciel de traitement de l'image. Pour chaque déplacement imposé à

la poutre, une photo analogue à la figure 94 est prise. Puis, en superposant toutes les images, en prenant un point de référence, et en mesurant le nombre de pixels correspondant à la variation de position, on peut recalculer le déplacement. La précision de cette méthode a été évaluée à ± 200 nm.



Fig. 95) Banc de mesure

V.4) Mesures statiques

Les résistances statiques, c'est-à-dire en absence de contrainte extérieure, ont été mesurées. Pour ce type de mesures, on utilise un ampèremètre branché en série de la jauge en test, le tout alimenté par une source de tension réglable. Il a tout d'abord été vérifié, en traçant la caractéristique courant-tension (figure 96), que la couche d'aluminium déposée sur les lignes de polysilicium constitue un contact ohmique.



Fig. 96) Caractéristique I-V moyenne pour les jauges de longueur 160 µm

Longueur de jauge (µm)	460	160	800		
Valeur théorique (k Ω)	25	8,8	44		
Valeurs mesurées (kΩ)	370 ± 30	130 ± 20	600 ± 90		

On a ainsi dans la table suivante les valeurs de résistance moyenne ainsi qu'un indice de dispersion, les mesures ayant été effectuées sur un grand nombre de jauges :

Table 8 : Table récapitulative des valeurs de résistances mesurées

Les valeurs mesurées sont en moyenne 15 fois plus élevées que les valeurs calculées. Cependant, pour le calcul de la valeur théorique de la résistance des jauges, on a considéré que la mobilité du polysilicium était similaire à celle du silicium monocristallin. En réalité, le silicium poly-cristallin est composé de grains dont les joints peuvent être considérés comme des barrières Schottky (le modèle de Sze peut s'appliquer à une jonction semiconducteur-semiconducteur, en l'occurrence deux grains). Plusieurs modèles ont été développés pour décrire le transport de charges dans cette structure, mettant en jeu deux mécanismes : l'émission thermo-ionique (les électrons possèdent alors assez d'énergie pour passer la barrière de potentiel) et la diffusion [95]. Il en résulte une mobilité effective inférieure, qui peut être de plusieurs décades, à celle du silicium monocristallin, et qui dépend de la taille des grains (variation de la zone de déplétion). On peut imager cet effet en considérant qu'à la résistance propre d'un grain, s'ajoute une résistance de joint. Ainsi, à dopage égal, le polysilicium est plus résistif que le silicium monocristallin.

V.5) Mesures en charge

Les jauges soumises à une contrainte sont le siège d'une variation du courant qui les traverse. Cette variation permet de calculer la nouvelle valeur de résistance de la jauge et ainsi de quantifier les sensibilités (par rapport au déplacement du cantilever et à la force exercée). Pour cela, on prendra trois structures comme celles de la figure 97 et notées A B et C, qui sont des cantilevers de 170 µm de long. Pour ces mesures, on utilise la détection synchrone.



V.5.1) *Variation relative de la résistance*

Les deux graphiques suivants représentent la variation relative de résistance pour les brins gauches (figure 98) et droits (figure 99) pour trois cantilevers de longueur 170 μ m. Les appellations « gauche » et « droite » sont utilisées pour différencier les deux jauges, et définies en fonction de leur emplacement relatif lorsqu'on regarde le dispositif de dessus, et tel que celui-ci aie la même orientation que lors de la fabrication.



Fig. 98) Variation relative de la résistance des jauges gauches pour des cantilevers de 170 µm



Fig. 99) Variation relative des résistances des jauges droites pour des cantilevers de 170 µm

Pour ces deux cas, les variations relatives sont donc bien linéaires par rapport au déplacement. Cependant, on constate une différence notable entre les deux jauges de gauche et de droite, qui s'explique par l'erreur d'alignement de celles-ci par rapport à la poutre d'épreuve. En reprenant l'expression de la déformation relative pour le cas du cantilever, définie en annexe B (eq. II.5) et en notant que la position du contact entre la pointe et la poutre par rapport à l'ancrage (α), et les longueurs des jauges (λ) sont les mêmes, on a alors :

$$\begin{cases} \varepsilon_{D,x}(\vec{y}) = \frac{-6F}{Etw^3} (w_1 + w_2 + 2\delta) \left(\frac{\lambda}{2}\right) \\ \varepsilon_{G,x}(\vec{y}) = \frac{-6F}{Etw^3} (-w_1 - w_2 + 2\delta) \left(\frac{\lambda}{2}\right) \end{cases}$$
(V.1)

De ces deux expressions, on pourra quantifier la sensibilité en fonction de la force et en fonction du déplacement en prenant en compte l'erreur d'alignement dans le calcul.

V.5.2) Sensibilité en fonction du déplacement et de la force appliquée

Les résultats qui viennent d'être exposés permettent de calculer la sensibilité moyenne par rapport au déplacement. Ainsi, on a une sensibilité moyenne $S_{\rm G}l_{\rm d}$ = 5,2.10⁻⁴ µm⁻¹ pour les jauges gauches et $S_{\rm D}l_{\rm d}$ = 12,523.10⁻⁴ µm⁻¹ pour les jauges droites.



Fig. 100) Sensibilité par rapport au déplacement pour des cantilevers de 170 µm

La figure ci-dessus représente $S_G|_d$ (•) et $S_D|_d$ (o) en fonction du déplacement appliqué à la poutre. Les droites tracées sont les régressions linéaires calculées par le logiciel de traitement de données. Pour chaque structure, la raideur du levier caractérisé a été évaluée en fonction de la position du point de contact entre la pointe et la poutre. De cette information, les sensibilités par rapport à la force appliquée à la poutre ont été calculées. On a ainsi une sensibilité moyenne $S_G|_F = 12.10^{-6} \,\mu\text{N}^{-1}$ et $S_D|_F = 30.10^{-6} \,\mu\text{N}^{-1}$ pour les côtés gauches et droits.

Il est maintenant possible de comparer les résultats obtenus avec les valeurs théoriques. Les performances annoncées au chapitre II.5.2 ne correspondant pas au cas du cantilever mais à celui des poutres encastrées-guidées et bi-encastrées ; il faut donc recalculer les sensibilités théoriques pour ces leviers. En considérant les équations (V.1) et (III.12), ainsi que les dimensions réelles des jauges (table 7), on peut obtenir les valeurs théoriques $S_{\rm G}l_{\rm F} = 31.10^{-6} \,\mu {\rm N}^{-1}$ et $S_{\rm D}l_{\rm F} = 65.10^{-6} \,\mu {\rm N}^{-1}$. Le rapport entre la sensibilité théorique et réelle est de 2,60 pour la jauge de gauche et 2,18 pour la jauge de droite. Cependant, pour le calcul de l'influence de l'erreur d'alignement, seule la variation sur les brins actifs a été prise en compte. En réalité, le brin neutre est aussi décalé, et la variation de résistance de celui-ci n'est alors plus nulle. En prenant

en compte ce fait, on calcule alors des sensibilités théoriques pour un écart de 0,5 μ m qui valent $S_{\rm G}|_{\rm F} = 15.10^{-6} \ \mu {\rm N}^{-1}$ et $S_{\rm D}|_{\rm F} = 49.10^{-6} \ \mu {\rm N}^{-1}$, et les rapports sont de 1,24 pour la jauge de gauche et de 1,63 pour la jauge de droite.

D'autre part, on remarque que la largeur de la poutre qui a été mesurée à partir de l'image MEB est plus importante que celle dessinée sur le masque. En effet, l'erreur d'alignement, lors de l'étape lithographique, entre la jauge et le motif de la poutre laisse apparaître une zone latérale de la jauge qui est non masquée mais qui n'est pas gravée puisque le matériau apparent est le nitrure qui encapsule la jauge. Comme la vitesse de gravure du nitrure est très lente par rapport à celle du silicium durant la gravure profonde, le nitrure a agi comme un masque. La rigidité de la poutre est alors augmentée : la sensibilité est diminuée et la constante de raideur mécanique est accrue.

On peut observer sur la figure 100 que le désalignement n'est pas le même d'une structure à l'autre. En effet, l'écart entre les sensibilités droite et gauche est important pour la structure C, et tend à se réduire pour la structures B et A. En observant les structures au MEB on mesure l'écart d'alignement pour ces structures ; on peut alors représenter l'évolution des sensibilité moyennes droites et gauches pour les 3 dispositifs :



Fig. 101) Evolution de la sensibilité pour les trois structures en fonction du désalignement

Ainsi, en absence d'écart d'alignement, la sensibilité obtenue est la même pour les deux brins et devrait être de l'ordre de $Sl_d = 9,3.10^{-4} \,\mu\text{m}^{-1}$ et $Sl_F = 22.10^{-6} \,\mu\text{N}^{-1}$.

Par ailleurs, en reprenant les travaux de Duc *et al.* [57] (figure 28.A), la sensibilité horizontale obtenue avec un levier de 500 μ m de long, 26 μ m de large et des jauges de longueur 80 μ m et de l'ordre de 50.10⁻⁶ μ N⁻¹. L'avantage de l'architecture que je propose est de pouvoir être implémentée sur des poutres de largeur inférieure à 10 μ m, ce qui est un gros avantage dans le cadre de la miniaturisation, et permet d'obtenir des structures plus souples.

En conclusion, les sensibilités mesurées sont assez proches des valeurs théoriques, et l'origine de la dégradation des performances a été identifiée : l'erreur d'alignement des brins actifs et neutres par rapport à la poutre. Ainsi, en ayant des jauges parfaitement alignées par rapport à la poutre, les performances sont optimums d'une part, et suffisamment élevées pour justifier leur emploi pour des capteurs de déformation mécaniques d'autre part.

V.5.3) <u>Évaluation du facteur de jauge</u>

À partir des rapports entre les sensibilités théoriques et réelles, on peut recalculer le facteur de jauge K. On trouve ainsi K=12 pour le brin de gauche et K=16 pour celui de droite, alors que la valeur théorique choisie était K=20. On peut alors considérer que le polysilicium déposé dans les fours LPCVD de l'IEMN et implanté de bore (dose = 2.10^{19} cm⁻³) a un facteur de jauge d'environ 14.

Ce facteur de jauge représente 70 % de la valeur utilisée lors de la modélisation. Ainsi, les performances annoncées à la fin du chapitre III doivent être diminuées dans cette proportion, ce qui réduit l'écart entre les performances théoriques et les performances réelles.

Par ailleurs, le dopage de 2.10^{19} cm⁻³ a été choisi car il correspondait selon P.J. French[62] au dopage offrant le facteur de jauge le plus élevé. Il faut cependant prendre en compte que le polysilicium est un matériau déposé dans des fours LPCVD, et dont les caractéristiques électriques (résistivité intrinsèque par exemple) et mécaniques (contraintes internes, rigidité, ...) vont dépendre des conditions de dépôt et de l'équipement utilisé. Il était donc prévu que la valeur de *K* soit différente de celle de P.J. French. L'objet du travail de cette thèse n'était pas de trouver les paramètres optimaux permettant d'obtenir le facteur le plus élevé possible, mais si une étude était menée dans ce sens, les performances des jauges pourraient certainement être améliorées. On remarque tout de même qu'un facteur K = 14 est une valeur honorable.

V.6) Caractéristiques mécaniques

Lors de la modélisation, une attention particulière avait été apporté aux contraintes dans les matériaux qui constituent la jauge c'est à dire le nitrure peu contraint et le polysilicium dopé. Des mesures effectuées à l'aide d'un microscope confocal *Leica* TCS SL ont permis de mesurer le profil des leviers.



Le profil réel, en rouge sur la figure 102, présente une flèche plus haute que celle calculée en théorie. Lors de l'étape de conception, les mesures de contraintes dans les couches avaient été réalisées après un recuit de 10 minutes à 1000°C. Ce budget thermique devait être équivalent à celui de la fabrication, principalement composé des élévations de températures dues aux dépôt de nitrure à 800°C. Comme les recuits ont tendance à relaxer les contraintes internes des matériaux, on conclue que l'estimation faite sur le budget thermique était trop optimiste et que les contraintes dans la jauge sont plus importantes d'environ 25%.

On peut aussi confirmer que les contraintes ne sont dues qu'à la présence de la jauge puisque le tracé a une allure curviligne sur la partie gauche, où se trouve la jauge, et rectiligne sur la droite.

V.7) <u>Conclusion</u>

Les performances de jauges sur deux niveaux pour la détection de contraintes appliquées sur un axe parallèle au plan de dépôt de la jauge ont été caractérisées. Les sensibilités obtenues sont proches de celles prévues lors de l'étape de conception puisque qu'elles représentent environ 80% et 62% des valeurs théoriques. Ces valeurs sont différentes et l'origine est un mauvais alignement des jauges sur la poutre d'épreuve. Cependant, la dégradation des performances a été quantifiée, et un modèle théorique, validé par les mesures qui viennent d'être présentées a été proposé lors de l'étape de conception.

Par ailleurs, un facteur de jauge de 14 a été évalué. Les données connues sur la piézorésistivité du polysilicium donne comme valeur maximale à 20. C'est la première fois que des jauges à utilisant ce matériau ont été réalisées à l'IEMN. Le fonctionnement des jauges à deux niveaux superposés est donc pleinement validé. Enfin, on peut recalculer les sensibilités qu'auraient eu les structures à plateaux qui sont : $SI_d = 1,3.10^{-4} \mu m^{-1}$ et $SI_F = 7,5.10^{-6} \mu N^{-1}$.

V.8) <u>Références</u>

[95] S.N. SINGH, R. KISHNORE, P. K. SINGH, « Thermionic emission diffusion model of current conduction in polycristalline silicon and temperature dependence of mobility », Journal of Applied Physics, Vol. 57, No. 8, 1985, pp. 2793-2801

VI) <u>CONCLUSION GÉNÉRALE</u>

VI.1) <u>Travaux réalisés</u>

Les travaux réalisés au sein de l'Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie qui viennent d'être présentés, ont permis d'aboutir à un dispositif micromécanique prouvant la possibilité d'utiliser des jauges piézorésistives à deux niveaux, pour la réalisation de capteurs dont l'axe sensible est dans le plan de dépôt de la jauge. Une application visée étant la caractérisation mécanique de la membrane de cellules biologiques, cela ajoute une contrainte : le fonctionnement en milieu liquide.

La première partie du travail à été consacrée l'étude des différentes techniques existantes pour la caractérisation de la mécanique des cellules. Il a été ainsi montré l'existence de dispositifs très performants et très complets comme les pinces optiques ou le microscope à force atomique, qui existe maintenant depuis une vingtaine d'année, et dont les développements sont constants pour adapter ces outils aux nouvelles exigences. D'autres structures plus jeunes, comme le transducteur de force de Pister ou les micropiliers réalisant un véritable tapis de fakir, permettent de répondre aux nouvelles interrogations concernant les forces mises en jeu au niveau de la membrane.

Tous ces dispositifs incluent un capteur micro-usiné ainsi qu'une électronique de traitement de la mesure qui constitue un appareil souvent très coûteux. L'objet du travail de cette thèse à été de concevoir une architecture originale de capteur mettant en œuvre une détection électrique et dont la chaîne de traitement de signal soit relativement simple. Le principe est de mesurer la variation de résistance électrique d'une jauge lorsqu'elle est soumise à une déformation.

Dans cette optique, une étude à été réalisée sur les jauges piézorésistives. Il en est ressorti que cette technologie est très utilisée pour réaliser des leviers AFM. Il a été vu que les sensibilités obtenues font que les jauges déposées à la surface du levier sont tout à fait adaptées à ce type d'architecture. Cependant, pour une détection dans le plan de dépôt de la jauge, les performances ne sont pas suffisantes. Ainsi, une architecture de jauge sur deux niveaux de polysilicium à été proposée. Des simulations analytiques ont montré que la sensibilité peut être multipliée par 3 et le seuil de détection divisé par 7 par avec cette architecture par rapport à une jauge classique, pour 3 cas d'études. Enfin, l'influence d'un mauvais alignement de la jauge sur la poutre d'épreuve à été étudiée.

Le procédé de fabrication à base de dix niveaux de masques a été présenté au quatrième chapitre. Celui-ci comprend une grande diversité d'étapes de fabrication. Les jauges ont été réalisées par deux lignes superposées de silicium poly-cristallin implanté de bore, et encapsulées dans trois couches de nitrure de silicium. Une étude des contraintes dans les matériaux a été menée afin d'optimiser les épaisseurs de couches à déposer. Les structures ont été réalisées par gravure profonde du silicium du substrat SOI.

De plus, un dispositif de chauffage à été fabriqué pour effectuer des libérations de structures par gravure de l'oxyde à l'acide fluorhydrique en phase gazeuse. Il permet de chauffer l'échantillon pour éviter la condensation des molécules d'eau produites lors de la gravure.

Les jauges piézorésistives disposées sur des cantilevers ont été caractérisées, Les sensibilités obtenues sont assez proches de celles que l'on prévoyait. Sur des cantilevers de 170 μ m de long et 7,5 μ m de large, des sensibilités de l'ordre de 12.10⁻⁶ μ N⁻¹ et 30.10⁻⁶ μ N⁻¹ ont été évaluées et représentent respectivement 80% et 62% des valeurs théoriques.

Les mesures effectuées ont permis de valider le fonctionnement de la jauge à brins superposés pour la détection de contraintes dans le plan de dépôt de la jauge. En outre, l'influence d'une erreur d'alignement, qui avait été prévue lors de la modélisation, a été mise en évidence de façon pratique. Un facteur de jauge pour le polysilicium déposé à l'IEMN et dopé au bore a été évalué. Enfin, les structures existantes pour la détection de forces le long d'un axe parallèle au plan de dépôt de la jauge ne sont pas nombreuses d'une part, et les performances annoncées par les différents auteurs, sont assez proches de celles obtenues ici. L'architecture de jauge à deux brins actifs, superposés sur un troisième permettant le retour du courant, est une alternative performante à ce qui existe déjà et présente donc un fort potentiel.

Par ailleurs, une technique permettant d'inverser les contraintes intrinsèques d'une couche de résine SU-8 a été découverte au cours de la thèse. Les contraintes internes de cette résine passent de l'état de tension à celui de compression en soumettant l'échantillon à un plasma à base de fluor. En fonction de la durée de ce traitement, les contraintes augmentent puis diminuent. Une théorie a été proposée pour expliquer ce phénomène, et des mesures XPS ont montré la présence importante de fluor en surface du matériau. Cet effet a été utilisé pour réaliser des structures 3D.

VI.2) <u>Perspectives</u>

Les résultats obtenus montrent que cette architecture est prometteuse. Cependant, certaines améliorations sont nécessaires pour améliorer les performances.

VI.2.1) *Fiabilisation des gravures profondes*

Le procédé de fabrication prévoit deux gravures profondes, une en face avant, l'autre en face arrière pour faciliter la libération des structures au moment de la gravure de la fine couche d'oxyde enterré. Cependant, cette couche est fortement contrainte en compression. Lorsque la gravure de la face arrière (réalisée en second) arrive à sa fin, la couche n'est pas assez résistante par rapport à son épaisseur et aux contraintes internes et elle craque. Certaines structures comme les poutres sont très fines (7 μ m de large) et se brisent. À d'autres endroits, la face avant n'est plus isolée du plasma et l'action chimique de celui-ci agit sur cette face.

Afin de palier à ce problème, trois approches, qui peuvent être combinées sont possibles :

- La plus simple consiste à utiliser des wafers SOI dont la couche de BOX serait plus épaisse. Cette couche plus solide devrait rester intacte et remplir sa fonction de barrière lors de la gravure profonde.
- La seconde serait d'étudier l'influence des recuits sur les contraintes internes de la couche de BOX, de chercher à minimiser celles-ci et à se fixer un budget thermique. Ceci peut remettre complètement en question l'intégralité du procédé de fabrication.
- La troisième concerne le design des structures en face avant. Les ouvertures de la couche de SOI présentent des surfaces importantes, favorisant la

déformation de la couche d'oxyde une fois libérée. Ces déformations, qui sont à l'origine du problème, peuvent être limitées par l'utilisation de pièces perdues appelées aussi *dummies* : au lieu de créer des grandes ouvertures, on laisse le silicium pour « casser » les déformations de la couche d'oxyde. Une fois cette couche gravée, les *dummies* se séparent des structures.



Fig. 103) <u>Structures vues du dessus : structures sans (A) et avec pièces perdues (B) avant la gravure de l'oxyde (rouge)</u>. <u>Structure une fois l'oxyde gravé (C)</u>.

VI.2.2) <u>Fiabiliser l'alignement</u>

Il a été vu qu'une erreur d'alignement entre la jauge et la poutre d'épreuve, a une influence énorme sur les performances de la jauge. Le procédé est exclusivement réalisé en utilisant la résine nLof 20xx, qui est une résine photosensible. L'alignement, effectué par un être humain à l'aide d'un aligneur MA-6 de *Süss MicroTec* pour ce type de résine, présente une forte propension à une erreur (l'œil humain est loin d'ête infaillible). Ainsi, en utilisant un procédé à base de résine électronique pour les étapes critiques comme celle-ci, on peut s'affranchir de l'erreur d'alignement. Cette étape est coûteuse en termes de temps de réalisation, surtout s'il y a plusieurs plaques à fabriquer, mais garantie de meilleurs résultats.

VI.2.3) <u>Applications en vue</u>

Les performances obtenues avec les jauges qui ont été fabriquées sont suffisantes pour la détection de forces de l'ordre du nano-Newton. En effet, la sensibilité obtenue est de l'ordre de 10 à 30 10^{-9} nN⁻¹ fait que cette architecture de jauge pourrait être implémentée pour la réalisation de leviers AFM par exemple. En effet, il est tout à fait possible d'utiliser ces jauges pour faire de la détection de forces appliquées le long de l'axe normal au plan de dépôt de la jauge (cas classique de l'AFM). Cette architecture de jauge se prêterait tout aussi bien à la détection d'un couple de force : en prenant une poutre dont l'épaisseur serait égale à la largeur, et en la sollicitant en torsion sur l'axe longitudinal de la poutre.

ANNEXES

A :	Références bibliographiques sur les jauges piézorésistives appliquées à la microscopie AFM
B :	Descriptifs des calculs
C :	Description du procédé de fabrication
D:	Inversion des contraintes internes de la résine SU-8 par traitement au plasma fluoré
E :	Réalisation d'un dispositif de chauffage pour la gravure de SiO2 par acide fluorhydrique en phase gazeuse
F :	Fichiers de calcul MATLAB

ANNEXE A

Références bibliographiques sur les jauges piézorésistives appliquées à la microscopie AFM

Cette annexe contient un tableau comparatif des performances des jauges en fonction des dimensions et des matériaux utilisés. Cette étude n'est pas exhaustive mais représentative de l'état de l'art actuel.

Les deux dernières références ([Duc06] et Nguyen06]) traitent de la détection de forces appliquées latéralement à la poutre d'épreuve.

Materiaux de la jauge	Architecture jauge	Dimensiosn de la jauge L * w * e [µm	Dimension cantilever L * w * e [µm	Raideur [N/m]	Resistance Kohms	/µm	Sensibilite /nN	/ N/n	/ pN.m	Facteur de jauge	Dopage	Detection Minimale	Ref.
Poly dopé au bore encapsule nitrure	Boucle	150nm d'epaisseur	125 * 40 * 0.52	0,2				4.6.e-4	•	25		2.6 mN/m	Thaysen01
Poly dope au bore encapsule d'oxyde	Boucle	50 * x* 0.18	150 * x * 1.3	1,2	6,5	8,00E-004	6,67E-007			20	3e19 cm-3		Rasmussen01
Poly dope au bore encapsule nitrure, connexions en or	Boucle	110 * 50 * 0.15	144 * x* 0.45					4,80E-004		30	4.4e15 cm-2	1 mN/m	Rasmussen03
Poly dope au bore	Fil	6 * 0.053 * 0.032			277						5e19 cm-3		Toriyama01
Poly dope au bore	Boucle	65 * x * 0.25	200 * x * 2	0,9	6	1,00E-003	1,11E-006			20			Thaysen00
Si dope au bore (SOI)	2 Boucles sur 2 poutres fendues	(4) * 100 * 3 * 5	50 * 3 * x	20	2,5	5,60E-003	2,80E-007		6.7e-6 en y 1.5e-6 en x		1e15 cm-2		Brugger99
Si dope au phosphore puis bore	Boucle	X * 20 * x	6000 * 800 * 25	1,3	5,8					35	6e18 cm-3	3nN	Pruitt03
Si [110] dope au bore	Boucle	10 * 5 * 0.2	225 * 50 * 5	20	7					100	1e17 cm-3	0.07 nm	Jumpertz98
Si [110] dope au phosphore (soi)	2 boucles, 2 cantilever en triangle	X * x * 0.43	221 * 35 * 2.3	2,9	5	2,20E-003	7,59E-007				5e14cm-2	0.15 nN	Su97
Si dope au bore (SOI)	Boucle	65 * x * 0.25	200 * x * 2	0,9	6	2,40E-003	2,70E-006			50			Thaysen00
Poly dope au bore	Boucle	65 * x * 0.25	200 * x * 2	0,9	6	1,00E-003	1,11E-006			20			Thaysen00
Si dope au bore	Boucle	350 * 44 * 0.89	350 * 44 * 0.89	3,00E-005		5,00E-005	1,67E-003				4e19 cm-3	50 pN	Harley99
Si dope au bore (SOI) puis argon	Boucle	60 * 30 * 0.5	60 * 30 * 0.5	1,6		5,70E-003	3,50E-006						Gel03
Au encapsule dans SU8	8 boucles	X * x * 0.4	200 * 100 * 7.3	7	1,6	3,50E-004	5,00E-008	3,00E-004		4		4 angstrom 1e-4 N/m	Thaysen02
Si-p épitaxié (solicitation Verticale)	2 boucles	65 * 1 * 0,5	500 * 26 * 10	8,8	93	1,41E-03	1,60E-07					6 nN	Duc06
Si-p épitaxié (solicitation Horizontale)	2 boucles	65 * 1 * 0,5	500 * 26 * 10	59	93	2,48E-03	4,20E-08					23 nN	Duc06
Si dopé par diffusion de P2O5 architecture à jauges verticales	pas de boucles, 20 poutres de soutient	120 * 20 * 0,1	250 * 8 * 20	2500	1,6	1,03E-02	4,12E-09						Nguyen06

Table récapitulative des performances des jauges piézorésistives appliquées à l'AFM

Pour la sensibilité : en rouge, valeurs données. En noir, valeurs recalculées.

Références :

- [Thaysen02] Thaysen et al., "SU-8 Based Piezoresistive Mechanical Sensor", Proceedings of The Fifteenth IEEE International Conference on Micro-Electro Mechanical Systems-MEMS'02, Las Vegass, Nevada, USA, January 20-24 2002, pp. 320-323.
- [Parrain02] F. Parrain, "Capteur intégré tactile d'empreintes digitales à microstructures piézorésistives", Ph.D. Thesis, Dec. 2002, TIMA Lab, pp.36-44.
- [Jumpertz98] Jumpertz *et al.*, "*Piezoresistive sensors on AFM cantilevers with atomic resolution*", Microelectronic Engineering, Vol. 41/41, 1998, 441-444.
- [Thaysen00] Thaysen et al., "Atomic force microscopy probe with piezoresistive readout and a highly symmetrical Wheatstone bridge arrangement", Sensors and Actuators, Vol. 83, 2000, pp.47-53.
- [Harley00] Harley et al., "1/f Noise Considerations for the Design and Process Optimization of Piezoresistive Cantilevers", Journal of Microelectromechanical Systems, Vol.9, No.2, June 2000, pp. 226-235.
- [Yu02] Yu et al., "Optimization of sensitivity and noise in piezoresistive cantilevers", Journal of Applied Physics, Vol. 92, No. 10, Nov. 2002, pp. 6296-6301.
- [Seto76] Seto *et al.*, "*Piezoresistive properties of polycrystalline silicon*", Journal of Applied Physics Vol. 47, No. 11, Nov 1976, pp. 4780-4783.
- [French02] P.J. French, "*Polysilicon: A versatile material for microsystems*", Sensors and Actuators A92, 2002, pp. 3-12.
- [Rasmussen01] Rasmussen *et al.*, "*Modular Design of AFM probe with sputtured silicon tip*", Sensors and Actuators A92, 2001, pp96-101.
- [Gotszalk00] Gotszalk et *al.*, "*Piezoresistive sensors for scanning probe microscopy*", Ultramicroscopy, Vol. 82, pp. 39-48.
- [Kassegne] Kassegne et al., "Design Issues in SOI-Based High sensitivity piezoresistive cantilever Devices", ww.digitaladdis.com/sk/SPIE_CantileverPaper.pdf
- [Zheyao05] Zheyao *et al.*, "Design and optimization of laminated piezoresistive microcantilever sensors", Sensors and Actuators A, In Press, 2005.

- [Thaysen01] Thaysen et al., "Cantilever based bio chemical sensor integrated in a microliquid handling system", Proceedings of the Fourteenth IEEE Conference on Micro-Electro-Mechanical Systems -MEMS'01, Interlaken, Switzerland, Jan. 21-25, 2001, pp. 401-404
- [Rasmussen03] Rasmussen *et al.*, "Optimised cantilever biosensor with piezoresistive read-out", Ultramicroscopy, Vol. 97, 2003, pp. 371-376.
- [Toriyama01] Toriyama et al., "Characteristics of silicon nano wire as piezoresistor for nano electro mechanical systems", Proceedings of the Fourteenth IEEE Conference on Micro-Electro-Mechanical Systems -MEMS'01, Interlaken, Switzerland, Jan. 21-25, 2001, pp. 305-308
- [Brugger99] Brugger *et al.*, "*Microfabricated ultrasensitive piezoresistive cantilver for torque magnetometry*", Sensors and Actuators A73, 1999, pp. 235-242.
- [Pruitt03] Pruitt et al., "Piezoresistive cantilevers and measurement system for characterizing low force electrical contacts", Sensors and Actuators A104, 2003, pp. 68-77
- [Su97] Su et al.,"Fabrication of improved piezoresistive silicon cantilever probes for the atomic force microscope", Sensors and Actuators A60, 1997, pp. 163-167.
- [Harley99] Harley *et al.*, "*High sensitive piezoresistive cantilevers under 1000 A thick*", Applied Physics Letters, Vol. 75, No. 2, July 1999, pp. 289-291.
- [Gel03] Gel et al., "Sub-micron thick high sensitive piezoresistive cantilevers by boron etch stop and argon implantation", Proceedings of the sixteenth IEEE international conference on Micro-Electro-Mechanical Systems MEMS'03, Kyoto, Japan, Jan 19-23, 2003, pp.494-497.
- [Nguyen06] Nguyen et al.,"Insertion force sensor by sidewall doping with rapid thermal diffusion", Technical Digest of the 19th IEEE International Conference on Micro-Electro-Mechanical Systems, MEMS'06, Istambul, Turkey, 22-26 January 2006, pp. 662-665
- [Duc06] Chu Duc et al., "Piezoresistive cantilever for nano-Newton sensing in two dimensions", Technical Digest of the 19th IEEE International Conference on Micro-Electro-Mechanical Systems, MEMS'06, Istambul, Turkey, 22-26 January 2006, pp. 586-589

ANNEXE B

Descriptifs des calculs

I) Calcul des sensibilités des jauges.

La sensibilité d'une jauge est directement reliée aux déformations relatives longitudinales du corps d'épreuve (S=K ϵ). Pour la détection d'une force appliquée parallèlement au plan de dépôt de la jauge, on a :





L'expression générale de la déformation relative pour la poutre est :

$$\varepsilon_x(x,\vec{y}) = \frac{M(x)y}{EI}$$
(I.1)

avec *E* le module d'Young du matériau, *I* le moment d'inertie et M(x) le moment dû à la contrainte appliquée. Ainsi pour une poutre de section rectangulaire, d'épaisseur *t* et de largeur *w*, l'expression de la déformation relative devient :

$$\varepsilon_x(x,\vec{y}) = 12 \frac{M(x)y}{E.t.w^3} \tag{I.2}$$

Cette expression est une expression locale de la déformation relative. La sensibilité d'une jauge est exprimée par la déformation relative de toute la jauge. Il faut donc intégrer ε_x sur toute la surface de la jauge (on considère que l'épaisseur de la jauge est très faible afin de se rapporter à un problème à deux dimension au lieu de trois) définie par la longueur λ et la largeur délimitée par les points w_1 et w_2 :

$$\varepsilon_{x}(\vec{y}) = \frac{12}{E.t.w^{3}} \frac{\int_{0}^{\lambda} M(x).dx \int_{w_{1}}^{w_{2}} y.dy}{\int_{0}^{\lambda} dx \int_{w_{1}}^{w_{2}} dy}$$
(I.3)

$$\varepsilon_{x}(\vec{y}) = \frac{6}{E \cdot t \cdot w^{3}} \frac{\left(w_{2}^{2} - w_{1}^{2}\right)}{\lambda(w_{2} - w_{1})} \int_{0}^{\lambda} M(x) \cdot dx$$

$$= \frac{6}{E \cdot t \cdot w^{3}} \frac{\left(w_{2} + w_{1}\right)}{\lambda} \int_{0}^{\lambda} M(x) \cdot dx$$
(I.4)

Pour chaque cas, l'expression du moment dû à la contrainte est donnée par :



Table 1 – Expression des moments pour les trois cas de poutres

Ainsi, les expressions des déformations longitudinales relatives sont pour les trois cas :

Pour le cantilever
$$\varepsilon_x(\vec{y}) = \frac{-6F}{E.t.w^3} (w_1 + w_2) \left(\frac{\lambda}{2} - \alpha\right)$$
 (I.5)

Pour la poutre bi-encastrée
$$\varepsilon_x(\vec{y}) = \frac{-6F}{E.t.w^3} (w_1 + w_2) \frac{(l-\alpha)^2}{l^2} (\frac{\lambda}{2} - \alpha)$$
 (I.6)

Pour la poutre encastrée-guidée

$$\varepsilon_{x}(\vec{y}) = \frac{-3F}{E.t.w^{3}} \frac{\left(w_{1} + w_{2}\right)}{l} \left(\frac{\lambda^{2}}{3} - \alpha^{2}\right)$$
(I.7)

II) Erreur d'alignement

Pour le calcul de l'influence de l'erreur d'alignement, on se place dans le cas de la jauge à deux brins actifs déposés à un niveau supérieur à celui du brin neutre telle qu'elle est décrite dans le chapitre III.



Fig. 2) Illustration de l'erreur d'alignement δ pour une jauge avec (a) et sans (b) marge

On rappelle tout d'abord que pour les jauges à deux niveaux, la sensibilité totale est affectée d'un rapport de type « pont diviseur de tension » entre la résistance active et la résistance neutre. Par ailleurs, pour les calculs qui vont suivre, on considère que l'expression de la déformation relative pour les trois architectures prend la forme générale :

$$\varepsilon_{x}(\vec{y}) = \frac{-6F}{E.t.w^{3}} (w_{1} + w_{2}) \Lambda(\lambda, \alpha)$$
(II.1)

où $\Lambda(\lambda, \alpha)$ est une fonction propre à chaque cas, relative à la longueur de la jauge, et indépendante de l'erreur d'alignement.
Pour la détection sans marge

L'expression de la déformation relative prend une forme différente pour chacun des brins actifs de gauche et de droite :

$$\begin{cases} \varepsilon_{D,x}(\vec{y}) = \frac{-6F}{Etw^3} (w_1 + w_2 + \delta) \Lambda(\lambda, \alpha) \\ \varepsilon_{G,x}(\vec{y}) = \frac{-6F}{Etw^3} (-w_1 - w_2 + \delta) \Lambda(\lambda, \alpha) \end{cases}$$
(II.2)

L'expression de la résistance de chaque brin est affectée par l'erreur d'alignement et est donnée par :

$$\begin{cases} R_{D} = \frac{\lambda}{q\mu_{p}p.t_{j}} \left(\frac{1}{2w_{0}} + \frac{1}{w_{2} - w_{1} - \delta} \right) \\ R_{G} = \frac{\lambda}{q\mu_{p}p.t_{j}} \left(\frac{1}{2w_{0}} + \frac{1}{w_{2} - w_{1} + \delta} \right) \end{cases}$$
(II.3)

L'expression de la résistance de chaque brin prenant en compte le pont diviseur, est alors :

$$\begin{cases} \Delta R_D = K \mathscr{E}_{D,x}(\vec{y}) \cdot R_D \cdot \frac{2w_0}{w_2 - w_1 + 2w_0 - \delta} \\ \Delta R_G = K \mathscr{E}_{G,x}(\vec{y}) \cdot R_G \cdot \frac{2w_0}{w_2 - w_1 + 2w_0 + \delta} \end{cases}$$
(II.4)

Pour la détection avec marge

L'expression de la déformation relative prend une forme différente pour chacun des brins actifs de gauche et de droite :

$$\begin{cases} \varepsilon_{D,x}(\vec{y}) = \frac{-6F}{Etw^3} (w_1 + w_2 + 2\delta) \Lambda(\lambda, \alpha) \\ \varepsilon_{G,x}(\vec{y}) = \frac{-6F}{Etw^3} (-w_1 - w_2 + 2\delta) \Lambda(\lambda, \alpha) \end{cases}$$
(II.5)

L'expression de la résistance de chaque brin est ici égale puisqu'elle n'est pas affectée par l'erreur d'alignement :

$$R_{G} = R_{D} = \frac{\lambda}{q\mu_{p}p.t_{j}} \left(\frac{1}{2w_{0}} + \frac{1}{w_{2} - w_{1}} \right)$$
(II.6)

L'expression de la résistance de chaque brin prenant en compte le pont diviseur, est alors :

$$\begin{cases} \Delta R_{D} = K \varepsilon_{D,x}(\vec{y}) \cdot R_{D} \cdot \frac{2w_{0}}{w_{2} - w_{1} + 2w_{0}} \\ \Delta R_{G} = K \cdot \varepsilon_{G,x}(\vec{y}) \cdot R_{G} \cdot \frac{2w_{0}}{w_{2} - w_{1} + 2w_{0}} \end{cases}$$
(II.7)

On peut alors exprimer la tension de sortie du pont de Wheatstone pour tous les cas, ce qui permet de fixer la sensibilité :

$$\frac{V_{out}}{V_{in}} = \frac{R_D \Delta R_G - R_G \Delta R_D}{4R_G R_D + 2(R_D \Delta R_G + R_G \Delta R_D) + \Delta R_D \Delta R_G}$$
(II.8)

ANNEXE C

Description du procédé de fabrication.

L'annexe présente ici le procédé complet décrit étape par étape, pour la fabrication des structures à jauges piézorésistives. Pour chaque étape, est abordé le but de celle-ci, le matériel et les paramètres utilisés.

Par ailleurs, certaines manipulations ainsi que des astuces ne sont pas re-décrite à chaque fois mais sont présentées dans ce qui suit ici.

Rinçages des substrats :

Dans la description du procédé suivant, les étapes dont le nom est en italique contient les enchaînements suivants:

- « Rinçage à l'eau » :
- le substrat est placé sous la douchette d'eau dé-ioniséee (EDI) pendant environ 1 minute en alternant face supérieure et inférieure du substrat
- le substrat est ensuite placé dans un bain à ébullition d'azote pendant 10 minutes au moins
- le substrat est séché à la soufflette d'azote

« Rinçage acétone-alcool » :

- le substrat est placé dans un bécher d'acétone et placé dans un bain à ultrasons pendant 10 minutes au moins
- le substrat est <u>immédiatement</u> placé dans un bain d'alcool isopropylique (IPA) pendant 5 minutes
- le substrat est séché à la soufflette d'azote

Lithographies

Une « bonne litho » est l'étape essentielle d'un bon procédé de fabrication et nécessite la maîtrise de chaque étape.

- Le résinage

Le résinage consiste à déposer la résine qui est ensuite tournée dans une centrifugeuse appelée tournette. Les paramètres de vitesse, d'accélération et temps de rotation déterminent l'épaisseur et l'uniformité du dépôt et sont propres à chaque résine. Afin de garantir un bon résinage, il faut tout d'abord *déshydrater le substrat en le plaçant sur une plaque chauffante à 200°C pendant 15 minutes environ* (dans la mesure du possible bien sûr!). Ceci à été mis en œuvre avant chaque étape lithographique du procédé. L'utilisation de promoteur d'adhérence (comme le HMDS) est aussi conseillée. Il favorise la création de liaison hydrogénoïdes entre la surface du wafer et la résine. Ceci est plus que recommandé si les motifs sont de petite taille. Par ailleurs, un bourrelet de résine se forme sur le contour

du substrat lors de la centrifugation. Celui-ci empêche un bon plaquage entre le masque et le substrat lors de l'insolation, ce qui nuit au résultat. Certaines tournettes permettent de détourer les wafers, c'est-à-dire enlever ce bourrelet. Cette option doit être largement utilisée. Enfin, lors du dépôt proprement dit de la résine, à l'aide d'une liquipette, il faut éviter la création de bulles dans la résine.

Le recuit

Le recuit à pour but d'évacuer les solvants de la résine. Il peut s'effectuer sur une plaque ou dans une étuve. Pour le procédé suivant, seule la plaque à été utilisée. Cette étape ne présente aucune difficulté.

L'insolation

Les doses d'énergie à fournir pour insoler une résine dépend du type, de la surface à insoler, de l'épaisseur de la résine. Le seul paramètre sur lequel on peut agir est le temps d'insolation, qui se calcul en fonction de la dose et de la puissance de la lampe. Par ailleurs, le temps d'insolation joue sur le résultat obtenu. En effet, pour des résines négatives comme la série *nLof 2000*, le fait de sur-insoler la résine va élargir les motifs désirés en partie haute de la résine à cause de la diffraction sous le masque. Ceci crée ainsi un profil dit casquette, qui est mis à profit lors du procédé Lift-off (figure XX).



Fig. 1) Diffraction sous le masque mise à profit pour un procédé Lift-off

Pour les autres lithographies destinées à faire un masque pour une gravure, il vaut mieux ne pas sur-insoler.

Enfin, on rappelle que pour les résines négatives comme les nLof 2000, un recuit doit être effectué après l'insolation afin d'activer la polymérisation.

Développement

C'est l'étape qui consiste à graver la résine à l'endroit des ouvertures. Les développeurs utilisés sont pour la plus grande partie à base de TMAH. Pour les résines *nLof 2000*, deux références ont été utilisées : le MIF 326 et le MIF 726. La différence entre les deux est que le MIF 726 possède un surfactant qui favorise la sous-gravure de la résine pour le procédé Lift-off.

Pour le procédé, la résine nLof 2000 à été largement utilisée.

Nettoyage du substrat

Le nettoyage du substrat est une étape non négligeable puisque d'un bon nettoyage dépend la réussite d'une lithographie ou d'une gravure. À la suite d'une étape lithographique, le nettoyage consiste à enlever la résine à l'acétone, puis de rincer le wafer à l'alcool.Pendant le passage d'un bain à l'autre, il faut arroser abondamment le wafer à l'aide de la pissette d'alcool pour ne pas

que l'acétone sèche ; ceci fait des traces blanches à la surface qui sont difficiles voire impossibles à enlever.

À l'issue du nettoyage à l'alcool, il reste parfois des traces de résidus organiques. On procède alors à un décapage par le mélange d'acide sulfurique et de peroxyde d'hydrogène formant de l'acide peroxymonosulfurique : H_2SO_5 . Ce mélange appelé Piranha a été mis au point par M. Caro, chimiste au CNRS, dans le but de trouver un oxydant plus fort que ce qui existait déjà à l'époque. Si cette solution grave tout ou presque, elle oxyde cependant le silicium. C'est pourquoi, il faut ensuite procéder à une gravure au HF pour éliminer la couche de SiO₂. Après chacune de ces étapes, le rinçage à l'EDI doit être soigné pour éliminer toutes traces d'acide (et surtout après le piranha car l'acide sulfurique est très gras).

Dans certains cas, comme en fin de process –une fois que l'aluminium des lignes est déposé, on ne peut plus faire de piranha. Le rinçage acétone-alcool ne suffit pas à enlever les résines négatives qui sont plus coriaces que les positives. Elles le sont d'autant plus que la couche à été exposée à une forte température comme lors d'une gravure profonde. Dans ce cas, on utilise du *Remover PG* avant de procéder au rinçage acétone-alcool.

Substrat de base : SOI 10µm, BOX 2µm, bulk environ 400 µm



Layout de toutes les couches :



Étape	Description
1	 Nettoyage du substrat Élimination des contaminants à la surface 3 Bains chimiques - HF 10% pendant quelques secondes puis <i>rinçage à l'eau</i> - Piranha : mélange H ₂SO₄ + H ₂O₂ (1:1) pendant 10 min puis <i>rinçage à l'eau</i> - HF 10% pendant quelques secondes puis <i>rinçage à l'eau</i>
2	Dépôt de PSG - 2μm Dépôt d'une couche d'oxyde de silicium dopée en phosphore pour dopage du substrat par diffusion thermique Fours de dépôt LPCVD <i>Tempress Amtech</i> SiH ₄ :20 sccm, O ₂ : 100 sccm, PH ₃ /SiH ₄ : 10 sccm, 200mT, 420°C
	Substrat SOI
3	Recuit de diffusion Diffusion du phosphore dans le silicium Fours de recuit <i>Tempress Amtech</i> 3h à 1050°C
4	Gravure de la couche d'oxyde Enlever la couche d'oxyde HF 10% pendant 2 minutes environ puis <i>rinçage à l'eau</i>
5	Dépôt d'une couche de Si_xN_y (1) - 200nm Couche isolante entre le substrat conducteur et les brins neutres des jauges Fours de dépôt LPCVD <i>Tempress Amtech</i> SiH ₂ /Cl ₂ :20 sccm, NH ₃ : 10 sccm, 100mT, 800°C

6	Lithographie optique nLof 2020 diluée - 1μm Masque pour la gravure du nitrure Tournette <i>SussMicrotec</i> RC8 capot fermé Accélération : 2000, Vitesse : 1000, temps : 20s Recuit : 1 minute à 110°C (plaque chauffante) Insolation : <i>SussMicrotec</i> MA6 – 3 secondes à 10mW/cm ² Recuit : 1 minute à 110°C (plaque chauffante) Développement : MIF 326 pendant 30 secondes Rinçage à l'eau
7	Gravure RIE Si _x N _y (1) Créer des ouvertures de contact entre le premier niveau de polysilicium et le substrat SOI pour les structures de test (peignes) Bâti : <i>Oxford</i> PlasmaLab 80+ CF ₄ : 40 sccm, CHF ₃ : 40 sccm, 125W , 50 mT, environ 5 minutes
8	 Nettoyage résine Enlever le masque de résine avant le dépôt de polysilicium <i>Rinçage acétone – alcool</i> Nettoyage chimique pour enlever les traces de résines subsistantes : Piranha : mélange H 2SO4 + H 2O2 (1:1) pendant 10 min puis <i>rinçage à l'eau</i> HF 10% pendant quelques secondes puis <i>rinçage à l'eau</i>
9	Dépôt de polysilicium(2) – 500nm Première couche de polySi pour les brins neutres des jauges

	Fours de dépôt LPCVD Tempress Amtech
	SiH ₄ :80 sccm, 200mT, 560°C
10	Lithographie optique S1818 – 1,1µm
	Masque pour l'implantation ionique des brins neutres
	Tournette SussMicrotec RC8 capot fermé
	Accélération : 3500, Vitesse : 2000, temps : 15s
	Recuit : 1 minute à 110°C (plaque chauffante)
	Insolation : <i>SussMicrotec</i> MA6 – 2 secondes à 10mW/cm^2
	Développement : MIF 319 pendant 20 secondes
	Rinçage à l'eau
11	Implantation Ionique de Bore
	Augmenter la conductivité des brins neutres
	Dose : $3,46.10^{14}$ at/cm ²
	Énergie : 80 keV
12	Nettoyage résine
	Enlever le masque de résine
	- Rinçage acétone – alcool
	Nettoyage chimique pour enlever les traces de résines subsistantes :
	- Piranha : mélange H $_2$ SO ₄ + H $_2$ O ₂ (1:1) pendant 10 min puis <i>rinçage</i> à
	I eau HE 10% pendent quelques secondes puis rincaga à l'aqu
	- III ⁺ 10% pendant queiques secondes puis <i>rinçage à l'eau</i>
13	Recuit d'Activation
	Activation des dopants
	30 secondes à 1000°C
14	Lithographie optique nLof 2020 – 1,8µm
	Masque pour la gravure des brins neutres
	Tournette SussMicrotec RC8 capot fermé

	Appáláration + 2000 Vitaga 1000 tompa + 20a
	Acceleration 2000, vitesse 1000, temps 2008
	Recuit : 1 minute a 110 C (plaque chauffante)
	Insolation : SussMicrotec MA6 – 3,5 secondes a 10mW/cm ⁻
	Recuit : 1 minute à 110°C (plaque chauffante)
	Développement : MIF 326 pendant 30 secondes
	Rinçage à l'eau
15	Gravure RIE Polysilicium(2)
	Former les brins neutres des jauges
	Bâti :Oxford PlasmaLab 80+
	SF_6 : 10 sccm, O_2 : 12 sccm, N_2 : 12 sccm, 55W , 25 mT, environ 5 minutes
16	Gravure RIE Si _x N _y (1)
	Graver le nitrure partout ailleurs que sous les brins des jauges
	Bâti : Oxford PlasmaLab 80+
	CF ₄ : 40 sccm, CHF ₃ : 40 sccm, 125W, 50 mT, environ 1'30
	A-A'
17	Gravure RIE Si _x N _y (1) et Polysilicium(2) face arrière
	Enlever les couches de nitrure et de polysilicium pour annuler la courbure du substrat due aux contraintes internes des films minces
	Bâti : Oxford PlasmaLab 80+
	- SF ₆ : 10 sccm 55W, 25 mT, environ 3 minutes
	- CF_4 : 40 sccm, CHF_3 : 40 sccm, 125W , 50 mT, environ 5 minutes
18	Nettoyage résine
	Enlever le masque de résine avant le dépôt de nitrure
	- Rinçage acétone – alcool
	Nettoyage chimique pour enlever les traces de résines subsistantes :
	- Piranha : mélange H $_2$ SO ₄ + H $_2$ O ₂ (1:1) pendant 10 min puis <i>rinçage</i> à <i>l'eau</i>
	- HF 10% pendant quelques secondes puis rinçage à l'eau



	CF_4 : 40 sccm, CHF_3 : 40 sccm, 125W, 50 mT, environ 5 minutes
23	Nettoyage résine
	Enlever le masque de résine avant le dépôt de polysilicium
	- Rinçage acétone – alcool
	Nettoyage chimique pour enlever les traces de résines subsistantes :
	- Piranha : mélange H $_2$ SO ₄ + H $_2$ O ₂ (1:1) pendant 10 min puis <i>rinçage à l'eau</i>
	- HF 10% pendant quelques secondes puis rinçage à l'eau
24	Dépôt de polysilicium(4) – 500nm
	Seconde couche de polySi pour les brins actifs des jauges
	Fours de dépôt LPCVD Tempress Amtech
	SiH ₄ :80 sccm, 200mT, 560°C
	A A 2
	A-A
25	Lithographie optique S1818 – 1,1µm
	Masque pour l'implantation ionique des brins actifs
	Tournette SussMicrotec RC8 capot fermé
	Accélération : 3500, Vitesse : 2000, temps : 15s
	Recuit : 1 minute à 110°C (plaque chauffante)
	Insolation : $SussMicrotec MA6 - 2$ secondes à 10mW/cm^2
	Développement : MIF 319 pendant 20 secondes
	Rinçage à l'eau
26	Implantation Ionique de Bore
	Augmenter la conductivité des brins actifs
	Dose : 3,46.10 ¹⁴ at/cm ²
	Energie : 80 keV

27	Nettoyage résine
	Enlever le masque de résine
	- Rinçage acétone – alcool
	Nettoyage chimique pour enlever les traces de résines subsistantes :
	- Piranha : mélange H $_2$ SO ₄ + H $_2$ O ₂ (1:1) pendant 10 min puis <i>rinçage</i> à <i>l'eau</i>
	- HF 10% pendant quelques secondes puis rinçage à l'eau
28	Recuit d'Activation
	Activation des dopants
	30 secondes à 1000°C
29	Lithographie optique nLof 2020 – 1,8µm
	Masque pour la gravure des brins actifs
	Tournette SussMicrotec RC8 capot fermé
	Accélération : 2000, Vitesse 1000, temps : 20s
	Recuit : 1 minute à 110°C (plaque chauffante)
	Insolation : <i>SussMicrotec</i> MA6 – 3,5 secondes à 10mW/cm^2
	Recuit : 1 minute à 110°C (plaque chauffante)
	Développement : MIF 326 pendant 30 secondes
	Rinçage à l'eau
30	Gravure RIE Polysilicium(4)
	Former les brins actifs des jauges
	Bâti : <i>Oxford</i> PlasmaLab 80+
	SF_6 : 10 sccm, O_2 : 12 sccm, N_2 : 12 sccm, 55W , 25 mT, environ 5 minutes
	A-A'
31	Gravure Polysilicium(4) face arrière
	Enlever les couches polysilicium pour annuler la courbure du substrat due aux contraintes internes du film mince

	Bâti : <i>Oxford</i> PlasmaLab 80+
	SF_6 : 10 sccm 55W, 25 mT, environ 3 minutes
32	Nettoyage résine
	Enlever le masque de résine avant le dépôt de nitrure
	- Rinçage acétone – alcool
	Nettoyage chimique pour enlever les traces de résines subsistantes :
	- Piranha : mélange H $_2$ SO ₄ + H $_2$ O ₂ (1:1) pendant 10 min puis <i>rinçage</i> à <i>l'eau</i>
	- HF 10% pendant quelques secondes puis rinçage à l'eau
33	Dépôt d'une couche de Si_xN_y (5) - 200nm
	Couche d'encapsulation des jauges
	Fours de dépôt LPCVD Tempress Amtech
	SiH ₂ /Cl ₂ :20 sccm, NH ₃ : 10 sccm, 100mT, 800°C
	A-A [*]
34	Lithographie optique nLof 2020 – 1,8µm
	Masque pour l'encapsulation
	Tournette SussMicrotec RC8 capot fermé
	Accélération : 2000, Vitesse 1000, temps : 20s
	Recuit : 1 minute à 110°C (plaque chauffante)
	Insolation : <i>SussMicrotec</i> MA6 – 3,5 secondes à 10mW/cm ²
	Recuit : 1 minute à 110°C (plaque chauffante)
	Développement : MIF 326 pendant 30 secondes
	Rinçage à l'eau
35	Gravure RIE Si _v N _v (5)
	Bâti : <i>Oxford</i> PlasmaLab 80+
	CF_4 : 40 sccm, CHF_3 : 40 sccm, 125W, 50 mT, environ 5 minutes

	A-A'
36	Gravure RIE Si _x N _y (5) face arrière Enlever les couches de nitrure pour annuler la courbure du substrat due aux contraintes internes du film mince Bâti : $Oxford$ PlasmaLab 80+ CF ₄ : 40 sccm, CHF ₃ : 40 sccm, 125W , 50 mT, environ 5 minutes
37	 Nettoyage résine Enlever le masque de résine - <i>Rinçage acétone – alcool</i> Nettoyage chimique pour enlever les traces de résines subsistantes : Piranha : mélange H 2SO4 + H 2O2 (1:1) pendant 10 min puis <i>rinçage à l'eau</i> HF 10% pendant quelques secondes puis <i>rinçage à l'eau</i>
38	Lithographie optique nLof 2020 – 1,8μm Procédé Lift-off Tournette SussMicrotec RC8 capot fermé Accélération : 2000, Vitesse 1000, temps : 20s Recuit : 1 minute à 110°C (plaque chauffante) Insolation : SussMicrotec MA6 – 5 secondes à 10mW/cm ² Recuit : 1 minute à 110°C (plaque chauffante) Développement : MIF 726 pendant 40 secondes Rinçage à l'eau
39	Dépôt couche Aluminium – 200nm Diminution de la résistance des lignes d'accès Bâti d'évaporation <i>MECA 2000</i>

	B-B'
40	Lift-Off Gravure de la résine - Immersion dans <i>Remover PG</i> @60°C – Agitation magnétique - Rinçage à l'alcool - <i>Rinçage à l'eau</i>
41	Recuit de diffusion Diffusion de l'Aluminium dans le polysilicium Four tubulaire : 460°C pendant 15 minutes sous flux d'azote
42	Dépôt de Résine SU-8 2005 - 4µm Encapsulation des lignes d'accès Tournette <i>BLE</i> capot ouvert Accélération : 4000, Vitesse 1000, temps : 30s Recuit : 1 minute à 60°C puis 2 minutes à 95°C (plaque chauffante) Insolation : <i>SussMicrotec</i> MA6 – 6 secondes à 10mW/cm ² Recuit : 1 minute à 60°C puis 2 minutes à 95°C (plaque chauffante) Développement : SU8 DEV pendant 1 minute – deux bains Rinçage à l'IPA
	B-B'

43	Lithographie optique nLof 2020 – 1,8μm
	Masque pour la gravure profonde du silicium
	Tournette SussMicrotec RC8 capot fermé
	Accélération : 2000, Vitesse 1000, temps : 20s
	Recuit : 1 minute à 110°C (plaque chauffante)
	Insolation : <i>SussMicrotec</i> MA6 – 4 secondes à 10mW/cm ²
	Recuit : 1 minute à 110°C (plaque chauffante)
	Développement : MIF 326 pendant 40 secondes
	Rinçage à l'eau
44	Gravure profonde du silicium - 10μm
	Création des structures en face avant en gravant la tranche de SOI sur toute son épaisseur
	Bâti de gravure STS HRM-ASE
	Phase de gravure :
	- $SF_6: 450 \text{ sccm}, O_2: 45 \text{ sccm}, \text{ouverture}: 86\% (\# 40\text{mT})$
	- ICP : 2500W
	- $t = 3,5 s$
	- RIE : 45W à 380kHz
	- Courant de déviation : 1,4A
	Phase de passivation :
	- C_4F_8 : 100 sccm, ouverture 86% (# 40mT)
	- ICP : 1000W
	- $t = 2,2s$
	Température du plateau : 0°C
	25 cycles
	C-C'
45	Nettoyage résine
	Enlever le masque de résine
	- Immersion <i>Remover PG</i> puis <i>Rinçage acétone – alcool</i>
	-

46	Lithographie optique nLof 2070
	Masque pour seconde gravure profonde
	Tournette SussMicrotec RC8 capot fermé
	Accélération : 2000, Vitesse 1000, temps : 20s
	Recuit : 1 minute à 110°C (plaque chauffante)
	Insolation : $SussMicrotec MA6 - 4$ secondes à 10mW/cm^2
	Recuit : 1 minute à 110°C (plaque chauffante)
	Développement : MIF 726 pendant 40 secondes
	Rinçage à l'eau
47	Gravure profonde du silicium - 8μm
	Création des structures en face avant
	Bâti de gravure STS HRM-ASE
	Phase de gravure :
	- SF ₆ : 450 sccm, O_2 : 45 sccm, ouverture : 86% (# 40mT)
	- ICP : 2500W
	- $t = 3,5 s$
	- RIE : 45W à 380kHz
	- Courant de déviation : 1,4A
	Phase de passivation :
	- C_4F_8 : 100 sccm, ouverture 86% (# 40mT)
	- ICP : 1000W
	- $t = 2,2s$
	Température du plateau : 0°C
	18 cycles
	C-C'

10	
48	Nettoyage résine
	Enlever le masque de résine
	- Immersion dans <i>Remover PG</i> puis <i>Rinçage acétone – alcool</i>
49	Lithographie optique face arrière AZ 4562 - 12µm
	Masque pour la gravure du silicium en face arrière – 2 enductions
	Tournette SussMicrotec RC8 capot ouvert
	Accélération : 4000, Vitesse : 4000, temps : 30s
	Recuit : 1 minute à 110°C (plaque chauffante)
	Laisser reposer 15 minutes
	Accélération : 4000, Vitesse : 4000, temps : 30s
	Recuit : 1 minute à 110°C (plaque chauffante)
	Laisser reposer 30 minutes
	Insolation : <i>SussMicrotec</i> MA6 – 20 secondes à 10mW/cm ²
	Développement : MF 351 B dilué dans l'EDI (1:3) pendant environ 1 minute
	Rinçage à l'eau
50	Dépôt couche de chrome
	Couche de protection de la face avant pour la gravure face arrière
	Bâti de pulvérisation cathodique <i>Plassys MU 450</i>
	Cr -> Ar : 10 sccm, 100W, 250V, 10 minutes
51	Gravure profonde du silicium - 400µm
	Ouvertures en face arrière en gravant le bulk sur toute son épaisseur
	Bâti de gravure STS HRM-ASE
	Phase de gravure :
	- $SF_6: 450$ sccm, ouverture : 81,5%
	- ICP : 2200W
	- $t = 8,5 s$
	- RIE : 50W à 13,56 MHz
	- Courant de déviation : 2A
	Phase de passivation :
	- C_4F_8 : 200 sccm, ouverture 81,5%
	- ICP : 1500W
	- RIE : 20 W à 13,56 MHz
	- t = 3s



56	Mise en boîtier
	Collage et bounding des dispositifs dans un boîtier LCC84

ANNEXE D

Inversion des contraintes internes de la résine SU-8 par traitement au plasma fluoré

I) Introduction

Les structures micro-usinées dites « 3D » sont utilisées dans des domaines tels que l'acoustique, l'optique ou pour des applications micro-fluidiques. Les techniques d'assemblage 3D emploient différents principes pour former les structures en dehors du plan : les actionneurs électrostatiques de type SDA (Scratch Drive Actuator) permettent par exemple, de mettre une poutre en flambement et lever ainsi un miroir hors du plan du substrat [1] ; la tension superficielle d'une bille en alliage de plomb et d'étain, couplée à des charnières peut soulever et mettre à la perpendiculaire du substrat une grande surface plane [2] ; la manipulation « à la main » d'une couche structurelle pour former un transducteur de force a aussi été réalisée [3]. Toutes ces techniques utilisent généralement le silicium poly-cristallin, matériau conducteur ayant un module de Young très grand (jusqu'à 160 GPa) comme matériau structurel.

Par ailleurs, un matériau comme la résine époxy photosensible SU-8 a un module de Young bien inférieur ($E \approx 4$ GPa) et permet la fabrication de structures très souples. Cette résine est notamment utilisée dans des dispositifs micro-systèmes pour son caractère bio-compatible [4]. Des moules pour PDMS et des structures au rapport d'aspect très élevé sont faits avec cette résine [5]. Cependant, la SU-8 présente des contraintes internes en tension très élevées, rendant délicate la fabrication de structures libérées mobiles dans le plan du substrat.

D'autre part, des traitements par plasma ont été déjà effectués pour changer les propriétés physiques de la SU8. Le plasma au dioxygène change les propriétés hydrophiles de la surface de structures micro-fluidiques [6]. Un autre exemple : un plasma à base de CF_4 change les propriétés optiques d'un guide d'onde en SU-8, par substitution des atomes d'hydrogène par les atomes de fluor dans la structure du polymère [7]. Enfin, un plasma composé d'hexafluorure de souffre, d'oxygène et d'azote permet de graver la SU-8 [8].

Le travail qui va être présenté reprend l'idée d'un traitement par plasma, utilisé cette fois-ci pour changer les contraintes internes de la SU-8 et passer d'un état de tension à un état de compression. Une poutre bi-encastrée se mettra alors à flamber directement après l'étape de libération. Cette propriété ainsi acquise peut permettre de fabriquer des structures non conductrices, transparentes et très souples, qui sont directement assemblées lors de la fabrication. On parle alors de structures 3D auto-assemblées.

I) Structures réalisées

L'effet observé à été découvert lors de la fabrication de structures similaires aux plateaux suspendus présentés pour cette thèse. Cependant, afin de caractériser cet effet, des structures de test à base de poutres bi-encastrées ont été dessinées, ayant des longueurs de 50 μ m à 1mm, et des largeurs de 20 et 40 μ m (figure 1).



Fig. 1) Dessin des masques servant à la réalisation des poutres de test

I) Procédé de fabrications

Le procédé de fabrication (figure 2) est basé sur le micro-usinage de surface d'une couche structurelle faite en résine photosensible SU-8, déposée sur une couche sacrificielle de $2\mu m$ d'oxyde de silicium LPCVD (Low Pressure Chemical Vapour Deposition) (figure 2.a).



Fig. 1) Procédé de fabrication des poutres bi-encastrées

La SU-8 présentant une très mauvaise adhérence sur le silicium, une recette de gravure sèche a, dans un premier temps, été développée pour fabriquer des ancres mécaniques dans le silicium du substrat (figure 2.b). Après avoir traversé la couche d'oxyde de silicium (LTO), une gravure par plasma alliant chlore et hélium permet de graver verticalement le substrat de base. Pendant cette étape, les flancs de gravure sont aussi passivés. Un second plasma au SF₆ pur est utilisé

pour graver le silicium sous le masque. L'anisotropie est obtenue en favorisant l'effet chimique du gaz car la puissance est faible (quelques dizaines de Watts). On obtient ainsi une ancre mécanique ayant une forme de demi-champignon inversé (figure 3).

L'étape suivante est le dépôt de la couche de SU-8 avec les paramètres standard de vitesse, accélération, temps et températures des différents recuits.



Fig. 3) Vue en coupe de l'ancre remplie de SU-8 (photo MEB)

Ensuite, les contraintes en compression sont induites par un plasma $SF_6/N_2/O_2$ dont le rapport des débits des gaz est 5 :1 :1 (figure 2.c). Cette étape réduit l'épaisseur de résine déposée puisque cette mixture grave la SU-8. La dernière étape du procédé est la libération par gravure humide au HF de l'oxyde sacrificiel, puis séchage au CO₂ en phase super-critique (figure 2.d). Les poutres bi-encastrées sont alors spontanément flambées, à cause des contraintes en compression (figure 4).



Fig. 4) Photo MEB des poutres bi-encastrées de longueurs 50µm à 1mm et de largeur 20µm

I) Caractérisations

Le process présenté a été testé avec différents types de SU-8 pour des épaisseurs inférieures à $10\mu m$ (MicroChemTM série 2000, MicroResist TechnologyTM série mr-6000) et les observations ont été identiques. Les mesures présentées ici ont été obtenues avec la SU-8 mr-6005TM fabriquée par MicroResist TechnologyTM, qui est une résine dont la formule chimique permet de diminuer les contraintes en tension, mais présente un gradient de contrainte sur l'épaisseur. C'est cette caractéristique qui est d'ailleurs mise à profit pour la réalisation des micro-pointes de B.J Kim *et al.* [4].

Afin d'estimer la contrainte moyenne dans le matériau, on considère que cette contrainte est uniformément répartie sur l'épaisseur de la poutre. On considère en outre que lors du plasma, les contraintes induites (σ) impliquent une élongation de la poutre dont la nouvelle longueur est L'. Lors de la libération, la poutre flambe afin de relaxer les contraintes internes que l'on considère nulles (figure 5). Ceci est aussi dû au fait que l'épaisseur de la SU-8 est négligeable devant la longueur des structures.



Fig. 1) Schéma représentant les hypothèses pour le calcul de la contrainte

On utilise un microscope confocal (Leica MicrosystemsTM) pour mesurer le profil des poutres (figure 6). Ceci permet d'une part de mesurer la hauteur W_{max} pour chaque poutre, mais aussi de vérifier que le profil correspond bien avec la théorie d'Euler. L'expression de la hauteur de la poutre en un point x pour une poutre de longueur L étant :

$$W(x) = \frac{W_{\text{max}}}{2} \left(1 - \cos\left(\frac{2\pi x}{L}\right) \right)$$
(I.1)



Fig. 2) Profil de la poutre mesuré au microscope confocal pour une poutre de 1mm de long

Cette expression permet d'obtenir la longueur de la poutre L' par :

$$L' = \int_{0}^{L} \sqrt{1 + \left(\frac{\pi W_{\text{max}}}{L} \sin\left(\frac{2\pi x}{L}\right)\right)^2} dx \qquad (1.2)$$

On peut alors calculer la contrainte moyenne en considérant le formule d'Euler à une dimension :

$$\sigma = E \frac{L - L'}{L} \tag{I.3}$$

Le niveau de contrainte moyen obtenu dépend de plusieurs paramètres. Il est notamment, inversement proportionnel à l'épaisseur de résine déposée (figure 7.a) et varie avec la durée du plasma (figure 7.b)



Fig. 3) <u>Niveau de contrainte en compression en fonction de l'épaisseur de SU-8 déposée pour</u> <u>un plasma d'une minute (a) et niveau de contrainte en fonction de la durée du plasma pour trois</u> <u>épaisseurs déposées (b)</u>

La contrainte moyenne passe d'un état de tension à un état de compression, atteint un maximum puis diminue avec la durée du plasma. Par ailleurs, des analyses XPS (X-Ray Photoelectron Spectroscopy) ont permis de caractériser la surface d'un échantillon passé au plasma pendant trois minutes (figure 8.a). Le rapport des aires des pics permet de calculer la présence des éléments. Ainsi, l'échantillon de SU-8 brut est composé de 82% de carbone (305 eV) et 18% d'oxygène (565 eV). Par ailleurs, il n'y a quasiment que des liaisons C-C et C=C (figure 8.b). Après le plasma, des espèces fluorées (702 eV) apparaissent et atteignent 47% des espèces de la surface, réduisant le taux de carbone à environ 46% et celui d'oxygène à 7%. Par ailleurs, le pic de carbone est décalé d'environ 10 électron-Volts, montrant ainsi un changement des liaisons du carbone avec les autres espèces. La déconvolution du pic de carbone confirme cette hypothèse puisqu'elle montre l'apparition de liaisons C-F_x qui sont ici majoritaires. Le fluor étant très réactif, on peut alors considérer que le plasma agit comme un dépôt de fluor.



Fig. 4) <u>Mesures XPS d'un échantillon avant et après plasma fluoré (a) et déconvolution du pic</u> <u>de carbone (b)</u>

Les analyses XPS confirment donc la présence de fluor à la surface de la SU-8. L'hypothèse formulée pour expliquer le phénomène est que l'inversion des contraintes est le résultat de la formation d'une couche de composé fluoré par diffusion des ions F^+ dans la SU-8. Ainsi, pour des plasmas de courte durée, la SU-8 passe d'un état de tension à un état de compression par ajout d'ions fluor et création de liaisons C-F_x.

Dans un second temps, on remarque que les contraintes diminuent, pour des plasmas dépassant une minute. On suppose que ce phénomène est dû à la combinaison de deux effets : la limite de solubilité du fluor dans la SU-8 est atteinte d'une part, et l'épaisseur de la SU-8 diminue d'autre part. La réduction d'épaisseur vient du fait que le plasma $SF_6/N_2/O_2$ agit aussi comme un procédé RIE dont la vitesse de gravure est d'environ 150 nm/min. La limite de solubilité du fluor étant atteinte, il y a diminution de la diffusion du fluor dans la SU-8 et il n'y a donc plus d'ajout de fluor dans la résine. Combiné avec la gravure RIE, ceci mène à la réduction de la couche fluorée et donc des contraintes.

La théorie présentée ici pourrait être plus approfondie ou même réfutée en réalisant des mesures SIMS (Secondary Ion Mass Spectroscopy) puisque cette technique permet d'étudier un échantillon sur toute son épaisseur et ainsi de mesurer le profil de la concentration de fluor sur l'épaisseur de la couche de résine.

Enfin, une modélisation mathématique avait été établie. Basée sur les équations de diffusions et de réduction d'épaisseur de la couche de résine, cette modélisation ne fonctionnait cependant pas pour toutes les épaisseurs déposées. C'est pour cela qu'elle n'est pas présentée ici. L'obtention d'un modèle juste ne faisant pas partie des objectifs de cette thèse, ce travail a été, pour l'instant, mis en suspens.

II) <u>Conclusions</u>

Une méthode de fabrication de structures 3D auto-assemblées faites en SU-8, résine transparente et présentant une bonne compatibilité avec les cellules biologiques à été présentée. Un plasma à base d'hexafluorure de souffre permet d'inverser les contraintes internes de la SU-8. Des structures de tests ont été dessinées afin de caractériser les niveaux de contraintes obtenus. Enfin, une théorie expliquant le phénomènes observé est proposée.

Cette technique peut permettre de réaliser différentes structures non conductrices, dont les contraintes, et donc la hauteur d'élévation de la structure, dépendent de la durée du plasma. Afin de démontrer les opportunités offertes par un tel procédé, une structure similaire aux miroirs de Quévy *et al.* [1].est donnée figure 9.a. Une membrane composée d'un cadre ancré au substrat, de traverses supportant des spirales (figure 9.b) et le détail des spirales dont certaines ont été collées au substrat manuellement (figure 9.c) a aussi été réalisé.



Fig. 5) <u>Plateau suspendu par des poutres flambées réalisé en SU-8 d'épaisseur 8µm (a)</u>, membrane composée de cadres et de spirales (b) et détail des spirales dont certaines sont collées <u>au substrat (c)</u>

Ce travail a fait l'objet d'une publication :

J.-B. BUREAU, B. LEGRAND, D. COLLARD, B. BUCHAILLOT, « 3D self-assembling of SU-8 microstructures on silicon by plasma induced compressive stress », Proceedings of the 13th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, TRANSDUCERS'05, Seoul, Korea, 2005, pp. 19-22

III) <u>Références</u>

- E. Quévy, P. Bigotte, D. Collard, L. Buchaillot, « Large stroke actuation of continuous membrane for adaptative optics by 3D self-assembled microplate », Sensors & Actuators A 95, (2002), pp. 183-195.
- [2] R. R.A. Syms, E. M. Yeatman, V. M. Bright, G. M. Whitesides, « Surface Tension-Powered Self Assembly of Microstructures – The State of the Art », IEEE Journal of Micro-Electro-Mechanical Systems, Vol. 12, No. 4, August 2003, pp. 387-417.
- [3] G. Lin, R.E. Palmer, K.S.J. Pister, K.P. Roos, « *Miniature Heart Cell Force Transducer System Implemented in MEMS Technology* », IEEE Transactions on Biomedical Engineering, Vol.48, No.9, Sept. 2001, pp.996-1006.
- [4] B. Kim, D. Collard, M. Lagouge, F. Conseil, B. Legrand, L. Buchaillot, « *Thermally actuated probe arrays for manipulation and characterization of individual bio-cell* », The 12th International Conference on Solid State Sensors, Actuators and Microsystems, Transducers'03, Boston, June 8-12 2003, pp.1255-1258
- [5] M.B. Chan-Park, J. Zhang, Y. Yan, C.Y. Yue, *« Fabrication of large SU-8 mold with high aspect ratio microchannels by UV exposure dose reduction »*, Sensors & Actuators B101, (2004), pp; 175-182.
- [6] C. –L. Wu, M.-H. Chen, F.-G. Tseng, « SU-8 hydrophilic modification by forming copolymer with hydrophilic epoxy molecule », Proceedings of the 7th International Conference on Miniaturized Chemical and Biochemical Analysis Systems, Oct 5-9 2003, Squaw Valley, USA, pp.1117-1120.
- [7] B.Bêche, P. Papet, D. Debarnot, E. Gaviot, J. Zyss, F. Poncin-Epaillard, « *Fluorine plasma treatment on SU-8 polymer for integrated optics* », Optics Communications, No. 246 (2005), pp 25-28.
- [8] G. Hong, A.S. Homles, M.E. Heaton, « SU8 resist plasma etching and its optimization », Proceedings of the Device, Test, Integration and Packaging (DTIP) conference, Mandelieu - la Napoule, France, 5-7 May 2003, pp. 268-271.

ANNEXE E

Réalisation d'un dispositif de chauffage pour la gravure de SiO₂ par acide fluorhydrique en phase gazeuse.

Afin de réaliser des gravures sèches d'oxyde de silicium par de l'acide fluorhydrique, il est nécessaire de chauffer l'échantillon pour prévenir de la condensation à la surface du wafer. La température obtenue doit être uniforme et constante. L'élévation de température doit être d'une dizaine de degrés Celsius environ afin de garder un temps de gravure raisonnable. Le dispositif réalisé comprend un support chauffant sur lequel est fixé l'échantillon à graver, et un boîtier contenant l'électronique de régulation.



Fig. 1) Photos du dispositif en fonctionnement et ouvert.

I) Partie mécanique

Le support en téflon usiné à l'ISEN permet d'accueillir la pièce chauffante en laiton à l'intérieur de laquelle est glissée une résistante chauffante, commandée par le circuit de régulation. Une résistance à coefficient de température négatif (CTN) est insérée dans le corps et agit comme une jauge de température. Un joint torique résistant au HF permet de garantir l'isolation de l'élément chauffant avec l'environnement.

Trois vis permettent de fixer l'échantillon. La taille des échantillons est au maximum 1/4 de wafer 3 pouces.



Vue assemblage	
Echelle 1:1	



Pièce chauffante - laiton Echelle 1:1







Pièce du haut – teflon Echelle 1:1



C – C'



Pièce du bas (2/2) – teflon Echelle 1:1

II) Partie électronique

La partie électronique est composée de trois étages. La résistance de sonde est placée dans un pont de Wheatstone, dont la consigne est réglée par un potentiomètre. Le second étage est un intégrateur qui permet de réduire le temps de réponse. Enfin, le dernier étage est constitué d'un transistor de puissance de type BDV65 et de la résistance chauffante de 25W. Les amplificateurs sont des LM356. Une carte d'alimentation a aussi été réalisée afin de fournir une tension de \pm 8Volts avec un courant de 1A.



Fig. 2) Circuit de régulation de la température.

La consigne est réglée pour obtenir une température d'environ 35°C à la surface de l'échantillon. Le téflon étant un très mauvais conducteur thermique, il faut mettre le système en route plusieurs heures avant l'utilisation.
ANNEXE F

Fichiers de calcul MATLAB

Nom du Fichier	Descriptif	Variable
Donnees.m	Contient les valeurs des paramètres mécaniques, géométriques et électriques pour les simulations d'architecture classique (jauge en boucle sur un niveau)	
Bienc.m	Calcul de la sensibilité et seuil de détection pour les 5 cas d'étude. Architecture de jauge classique	Longueur de la jauge : λ
Largeurw1.m	Montre l'influence de la jauge dissymétrique en comparaison de la boucle simple	Largeur du brin actif de la jauge : w1
Largeurw0.m	Montre l'influence de la jauge à deux niveaux. Permet de réduire la largeur de la poutre d'épreuve. Comparaison avec jauge dissymétrique.	Largeur du brin neutre : w0
Bruit.m	Calcul le seuil de détection en fonction du dopage et de l'épaisseur de la jauge.	- Dopage :p - Epaisseur de la jauge : tjauge
Marge.m	Montre l'influence des marges extérieures, entre le bord de la poutre et celui de la jauge.	Largeur brin actif : w1
DeltaE.m	Calcule la tension de sortie pour les jauges avec et sans marges, en fonction de l'erreur d'alignement et pour une force fixée.	Erreur d'alignement : delta
DeltaF.m	Calcule la tension de sortie pour les jauges avec et sans marges, en fonction de la force appliquée, avec une erreur d'alignement fixée	Force appliquée : F
Ressort.m	Calcule la sensibilité, la variation de résistance, et la variation de tension de sortie en fonction de la tension appliquée au peigne des structures de tests.	Tension : Vin

DONNEES.M

%% Fichier de données
%% Contient les valeurs des paramètres mécaniques, géométriques et électriques pour les simulations
%% d'architecture classique (jauge en boucle sur un niveau)

% Dimension poutre 1=300e-6 w=10e-6 t=10e-6

% longueur poutre% largeur poutre% épaisseur poutre

%Dimensions jauge

landa = 1e-7:1e-7:1; landa = 2*1/3; landabi = 1/3; landagui = landa; guidée tjauge = 500e-9; wj = w/2; classique) Kjauge = 20; marge = 1.5e-6;

% CONSTANTES

kB = 1.38e-23;T = 311; fmax = 1000; fmin = 10;

% Matériaux : Si et poly-Si poisson = 0.22; E = 160e9;

% Bruit

nu = 9e-3; dopage de 2.1019 at/cm3) p = 2e19*1e6 q = 1.6e-19;

% Autre Variables F = 10e-9;Vbias = 1;

% Longueur de la jauge
% Longueur optimale de la jauge pour un cantilever
% Longueur optimale de la jauge pour un pont
% Longueur optimale de la jauge pour une poutre
% Epaisseur de la jauge
% Largeur d'un brin de la jauge (cas de l'architecture
% Facteur de jauge
% Marge entre la jauge et le bord de la poutre

% Boltzmann en J/K %Température en K =37,5 C % Fréquence max % Fréquence min

% Coefficient de Poisson du Si

% Module d'Young du Si

% 90 cm2 / V.s = 9e-3 m2 / V.s (mobilité pour un

% Dopage en cm-3 x 1e6 = dopage en m3 % Charge électron

% Force appliquée % Tension de polarisation du pont de Wheatstone

BIENC.M

%% Calcule la force minimale détectable et les déformations relatives (epsilon) en z et en y %% Pour un cantilever sollicité sur les axes x et y, un pont [y], une poutre guidée [y], une jauge en traction [y] %% La jauge occupe la largeur de la poutre pour sollicitation en z, la demi-largeur pour sollicitation en y %% Variable : Longueur de la jauge

clear all; close all; format long; format compact;

%%%%%%%%%%%%% donnees fichier de données %%%%%%%%%%%%%%%

% Chargement du

% Définition de facteurs communs

Factz_cant= -6*F/(E*w*t*t); Facty_cant= -3*F/(E*w*w*t); Fact_bienc= 3*F/(E*w*w*t*1*1); Fact_guidee=-F/(2*E*w*w*t*1);

for i=1:length(landa)	
%poutre encastree libre en z	
ezl(i)=Factz_cant*(landa(i)-l);	% strain local
ezm(i)=Factz_cant*(landa(i)/2-l);	% strain
moyen sur toute la jauge	
VhoogeZ(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(2*landa(i)*wj*tjauge*p);	% Bruit de
Hooge	
VthZ(i)=4*kB*T*2*landa(i)*(fmax-fmin)/(q*p*nu*wj*tjauge);	% Bruit
thermique	
racineZ(i)=VhoogeZ(i)+VthZ(i);	
fz(i)=4*sqrt(racineZ(i))/(Vbias*Kjauge*ezm(i)/F);	% seuil de
détection	
RZ(i)=2*landa(i)/(q*p*nu*wj*tjauge);	% Valeur de
la résistance électrique	

%poutre encastree libre en y

```
eyl(i)=Facty_cant*(landa(i)-l);
eym(i)=Facty_cant*(landa(i)/2-l);
VhoogeY(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(2*landa(i)*wj/2*tjauge*p);
VthY(i)=4*kB*T*2*landa(i)*(fmax-fmin)/(q*p*nu*wj/2*tjauge);
racineY(i)=VhoogeY(i)+VthY(i);
RY(i)=2*landa(i)/(q*p*nu*wj/2*tjauge);
fy(i)=4*sqrt(racineY(i))/(Vbias*Kjauge*eym(i)/F);
```

%poutre bi encastree en y

ebl(i)=Fact_bienc*(l/2-landa(i))*(l*l/4); ebm(i)=Fact_bienc*l*l*(l-landa(i))/8;

```
fbi(i)=4*sqrt(racineY(i))/(Vbias*Kjauge*ebm(i)/F);
  %poutre guidee en y
  egm(i)=Fact_guidee*(landa(i)*landa(i)-3*l*l);
  fgui(i)=4*sqrt(racineY(i))/(Vbias*Kjauge*egm(i)/F);
end
%% Cas de la jauge en traction
tjauge=500e-9;
                                                       % Epaisseur de la jauge en traction:
500 nm
                                                       % Largeur de la jauge en traction :
wj=1e-6;
1um
for j=1:length(landa)
    etrac(j)= F/(E*wj*tjauge);
racine=(Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(2*landa(j)*tjauge*wj*p))+(4*kB*T*2*landa(j)*(fmax-
fmin)/(q*p*nu*tjauge*wj));
    ftrac(j)=4*sqrt(racine)/(Vbias*Kjauge*etrac(j)/F);
end
% Attention : 2000 = indice correspondant aux 2/3 de 300um ... changer cette valeur si on
change la longueur de la poutre.
% Variation de résistance
dRZ=Kjauge*ezm(2000)/F
dRY=Kjauge*eym(2000)/F
dRBI=Kjauge*ebm(1000)/F
dRGUI=Kjauge*egm(2000)/F
% Seuils de détection
Fmin en z=min(fz)
Fmin_en_y=min(fy)
Fmin en bi=min(fbi)
Fmin_en_guid= min(fgui)
Fmin_en_traction=min(ftrac)
%% AFFICHAGE
figure
hold on
plot(landa,ezm,'b');
plot(landa,eym,'r');
plot(landa,ebm,'k');
plot(landa,egm,'m');
plot(landa,etrac,'g');
legend('Strain moyen en z','Strain moyen en y','Strain moyen bi-encastre','Strain moyen
guide', 'Strain en traction');
xlabel('position le long de la poutre (m)');
ylabel('Deformation relative longitudinale');
title('Strain en fonction de la longueur de la jauge');
hold off;
```

zoom on;

figure(2);

hold on; plot(landa,fz) plot(landa,fy,'r'); plot(landa,fbi,'k'); plot(landa,fgui,'m'); plot(landa,ftrac,'g') legend('Force min en z','Force min en y','Force poutre bi-encatree en y','Force min poutre guidee en y','Force min en traction'); title('Seuil de detection en fonction de la longueur de la jauge'); xlabel('Position de long de la poutre (m)'); ylabel('Force minimal dÈtectable (N)'); zoom on; hold off;

LARGEURW1.M

%% Comparaison des performances en fonction de la largeur des brins actifs de la jauge %% Pour les cas classique de la jauge en boucle symétrique déposée sur la moitié, et cas de la jauge %% dissymétrique sur 1 niveau %% Variable : W1 largeur du brin actif

close all; clear all;

% Chargement du fichier de données

%% largeurs des jauges largeur=0:1e-7:w/2;

%% Cas classique %% w0=0 w1 w2=w/2 %% w2=w/2; w1=0; w0=0;

% Définition d'un facteur commun Fact=-6*F/(E*w*w*w*t)

for i=1:length(largeur)

```
%poutre encastree libre en y
eym(i)=Fact*(w2+w1)*(landa/2-l);
VhoogeY(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(landa*(w2-w1+w1-w0)*tjauge*p);
RY(i)=landa/(q*p*nu*(w2-w1)*tjauge);
VthY(i)=4*kB*T*RY(i)*(fmax-fmin);
racineY(i)=VhoogeY(i)+VthY(i);
fy(i)=4*sqrt(racineY(i))/(Vbias*Kjauge*eym(i)/F);
```

```
%poutre bi encastree en y
```

```
ebm(i)=-Fact*(w2+w1)*(l-landabi)/8;
VhoogeBI(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(landabi*(w2-w1+w1-w0)*tjauge*p);
RBI(i)=landabi/(q*p*nu*(w2-w1)*tjauge);
VthBI(i)=4*kB*T*RBI(i)*(fmax-fmin);
racineBI(i)=VhoogeBI(i)+VthBI(i);
fbi(i)=4*sqrt(racineBI(i))/(Vbias*Kjauge*ebm(i)/F);
```

```
%poutre guidee en y
egm(i)=Fact*(w2+w1)/(6*1)*(landagui*landagui-3*1*1);
fgui(i)=4*sqrt(racineY(i))/(Vbias*Kjauge*egm(i)/F);
end
```

%% Cas dissymetrique %% -w0 0 w0=w1 w2 %% <--> w2=w/2; w1=largeur; w0=w1;

```
for i=1:length(largeur)
PDIV(i)= 2*w0(i)/(w2-w1(i)+2*w0(i));
```

%poutre encastree libre en y

eymD(i)=Fact*(w1(i)+w2)*(landa/2-l)*PDIV(i); VhoogeY(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(landa*(w2-w1(i)+2*w0(i))*tjauge*p); RY(i)=landa/(q*p*nu*(2*w0(i))*tjauge)+landa/(q*p*nu*(w2-w1(i))*tjauge); VthY(i)=4*kB*T*RY(i)*(fmax-fmin); racineY(i)=VhoogeY(i)+VthY(i); fyD(i)=4*sqrt(racineY(i))/(Vbias*Kjauge*eymD(i)/F);

%poutre bi encastree en y

```
ebmD(i)=-Fact*(w1(i)+w2)*(l-landabi)/8*PDIV(i);
VhoogeBI(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(landabi*(w2-w1(i)+2*w0(i))*tjauge*p);
RBI(i)=landabi/(q*p*nu*(2*w0(i))*tjauge)+landabi/(q*p*nu*(w2-w1(i))*tjauge);
VthBI(i)=4*kB*T*RBI(i)*(fmax-fmin);
racineBI(i)=VhoogeBI(i)+VthBI(i);
fbiD(i)=4*sqrt(racineBI(i))/(Vbias*Kjauge*ebmD(i)/F);
```

%poutre guidee en y

```
egmD(i)=Fact*(w1(i)+w2)/(6*l)*(landagui*landagui-3*l*l)*PDIV(i);
fguiD(i)=4*sqrt(racineY(i))/(Vbias*Kjauge*egmD(i)/F);
end
```

%% Affichage

figure hold on plot(w2-largeur,eym,'r') plot(w2-largeur,eymD,'r-*') plot(w2-largeur,ebm,'k') plot(w2-largeur,ebmD,'k-*') plot(w2-largeur,egmD,'m-*') plot(w2-largeur,egmD,'m-*') ylabel('Deformation relative moyenne'); xlabel('Largeur du brin actif (m)'); legend('Cantilever a jauge symetrique','Cantilever a jauge dissymetrique','Poutre bi-encastree a jauge symetrique','Poutre bi-encastree a jauge dissymetrique','Poutre guidee a jauge symetrique','Poutre guidee a jauge symetrique'); zoom on hold off

figure

hold on plot(w2-largeur,fy,'r') plot(w2-largeur,fyD,'r-*') plot(w2-largeur,fbiD,'k-*') plot(w2-largeur,fgui,'m') plot(w2-largeur,fguiD,'m-*') ylabel('Seuil de detection (N)'); xlabel('Largeur du brin actif (m)'); legend('Cantilever a jauge symetrique','Cantilever a jauge dissymetrique','Poutre bi-encastree a jauge symetrique','Poutre bi-encastree a jauge dissymetrique','Poutre guidee a jauge symetrique','Poutre guidee a jauge symetrique'); zoom on hold off

% Calcul de gain en % du à l'architecture dissymétrique (eym(41)-eymD(41))/eym(41) (fy(41)-fyD(41))/fy(41) (ebm(41)-ebmD(41))/ebm(41) (fbi(41)-fbiD(41))/fbi(41) (egm(41)-egmD(41))/egm(41) (fgui(41)-fguiD(41))/fgui(41)

LARGEUR_W0.M

%% Comparaison des performances en fonction de la largeur du brin neutre de la jauge
%% Pour les cas des jauges dissymétrique sur 2 niveaux avec réduction de la largeur de la poutre de
%% 30% en comparaison avec la jauge sur un seul niveau
%% Variable : largeur du brin neutre w0
close all;
clear all;

% Chargement du fichier de données

% Largeurs des jauges largeur=0:1e-7:w/2;

% On suppose que le gain sur la détection du aux 2 jauges se reporte sur Fact=-6*F/(E*w*w*w*t)

```
%% Cas dissymétrique 1 niveau %%
%%
%% -w0 0 w0=w1 w2
%% <-->
```

w2=w/2; w1=largeur; w0=w1;

for i=1:length(largeur) PDIV(i)= 2*w0(i)/(w2-w1(i)+2*w0(i));

```
%poutre encastree libre en y
```

```
eym(i)=Fact*(w1(i)+w2)*(landa/2-l)*PDIV(i);
VhoogeY(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(landa*(w2-w1(i)+2*w0(i))*tjauge*p);
RY(i)=landa/(q*p*nu*(2*w0(i))*tjauge)+landa/(q*p*nu*(w2-w1(i))*tjauge);
VthY(i)=4*kB*T*RY(i)*(fmax-fmin);
racineY(i)=VhoogeY(i)+VthY(i);
fy(i)=4*sqrt(racineY(i))/(Vbias*Kjauge*eym(i)/F);
```

```
%poutre bi encastree en y
```

```
ebm(i)=-Fact*(w1(i)+w2)*(l-landabi)/8*PDIV(i);
VhoogeBI(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(landabi*(w2-w1(i)+2*w0(i))*tjauge*p);
RBI(i)=landabi/(q*p*nu*(2*w0(i))*tjauge)+landabi/(q*p*nu*(w2-w1(i))*tjauge);
VthBI(i)=4*kB*T*RBI(i)*(fmax-fmin);
racineBI(i)=VhoogeBI(i)+VthBI(i);
fbi(i)=4*sqrt(racineBI(i))/(Vbias*Kjauge*ebm(i)/F);
```

```
%poutre guidee en y
```

```
\label{eq:gm} \begin{array}{l} egm(i) = Fact^*(w1(i) + w2)/(6^*l)^*(landagui^*landagui-3^*l^*l)^*PDIV(i);\\ fgui(i) = 4^*sqrt(racineY(i))/(Vbias^*Kjauge^*egm(i)/F);\\ end \end{array}
```

```
%% Cas sur 2 niveaux permettant la réduction de la largeur de la poutre %%
%%
w1 w2
```

 $\begin{array}{ccccc} \%\% & -w0 & 0 & w0 \\ \%\% & & <--> \end{array}$

% Largeur réduite à 7um

clear w w1 w2 w0 w=7e-6; largeur2=0:1e-7:w/2; w2=w/2; w0=w/2; w1=largeur2; Fact=-6*F/(E*w*w*w*t)

for i=1:length(largeur2)

PDIV(i) = 2*w0/(w2-w1(i)+2*w0);

```
%poutre encastree libre en y
```

```
eymD(i)=Fact*(w1(i)+w2)*(landa/2-l)*PDIV(i);
VhoogeY(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(landa*(w2-w1(i)+2*w0)*tjauge*p);
RY(i)=landa/(q*p*nu*(2*w0)*tjauge)+landa/(q*p*nu*(w2-w1(i))*tjauge);
VthY(i)=4*kB*T*RY(i)*(fmax-fmin);
racineY(i)=VhoogeY(i)+VthY(i);
fyD(i)=4*sqrt(racineY(i))/(Vbias*Kjauge*eymD(i)/F);
```

```
%poutre bi encastree en y
```

```
ebmD(i)=-Fact*(w1(i)+w2)*(l-landabi)/8*PDIV(i);
VhoogeBI(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(landabi*(w2-w1(i)+2*w0)*tjauge*p);
RBI(i)=landabi/(q*p*nu*(2*w0)*tjauge)+landabi/(q*p*nu*(w2-w1(i))*tjauge);
VthBI(i)=4*kB*T*RBI(i)*(fmax-fmin);
racineBI(i)=VhoogeBI(i)+VthBI(i);
fbiD(i)=4*sqrt(racineBI(i))/(Vbias*Kjauge*ebmD(i)/F);
```

%poutre guidee en y

```
egmD(i)=Fact*(w1(i)+w2)/(6*l)*(landagui*landagui-3*l*l)*PDIV(i);
fguiD(i)=4*sqrt(racineY(i))/(Vbias*Kjauge*egmD(i)/F);
end
```

clear w2 w2=max(largeur); w22=max(largeur2)

%% Affichage

figure

hold on plot(w2-largeur,eym,'r') plot(w22-largeur2,eymD,'r-*') plot(w22-largeur,ebm,'k') plot(w22-largeur2,ebmD,'k-*') plot(w22-largeur2,egmD,'m-*') ylabel('Deformation relative moyenne'); xlabel('Largeur du brin actif (m)'); legend('Cantilever a jauge planaire','Cantilever a jauge superposee','Poutre bi-encastree a jauge planaire','Poutre bi-encastree a jauge superposee','Poutre guidee a jauge planaire','Poutre guidee a jauge superposee'); zoom on hold off

figure

hold on plot(w2-largeur,fy,'r') plot(w22-largeur2,fyD,'r-*') plot(w2-largeur,fbi,'k') plot(w22-largeur2,fbiD,'k-*') plot(w22-largeur2,fguiD,'m-*') ylabel('Seuil de detection (N)'); xlabel('Largeur du brin actif (m)'); legend('Cantilever a jauge planaire','Cantilever a jauge superposee','Poutre bi-encastree a jauge planaire','Poutre bi-encastree a jauge superposee','Poutre guidee a jauge planaire','Poutre guidee a jauge superposee'); zoom on hold off

% Calcul du gain en % du à la réduction de la largeur de la poutre (eym(41)-eymD(25))/eym(41) (fy(41)-fyD(25))/fy(41) (ebm(41)-ebmD(25))/ebm(41) (fbi(41)-fbiD(25))/fbi(41) (egm(41)-egmD(25))/egm(41) (fgui(41)-fguiD(25))/fgui(41)

BRUIT.M

%% Calcule et affiche les bruits thermiques et de Hooge en fonction de l'épaisseur de la jauge pour un dopage de 2e19 %% et en fonction du dopage pour une jauge de 500nm d'épais. %% Architecture classique %% Variables : dopage et épaisseur de la jauge

clear all; close all

% Chargement du fichier de données

% Redéfinition des dimensions de jauge clear landa landa=2*1/3; landabi=1/3;

clear tjauge tjauge=50e-9:50e-9:1000e-9;

% Définition des facteurs communs

Factz_cant= -6*F/(E*w*t*t); Facty_cant= -3*F/(E*w*w*t); Fact_bienc= 3*F/(E*w*w*t*l*l); Fact_guidee= -F/(2*E*w*w*t*l);

% Calcul des strains

ezm=Factz_cant*(landa/2-l); eym=Facty_cant*(landa/2-l); ebm=Fact_bienc*l*l*(l-landabi)/8; egm=Fact_guidee*(landa*landa-3*l*l);

- % Longueur toutes jauges
- % Longueur jauge sur poutre bi-encastrée

% Epaisseur jauge

- % Poutre encastrée libre en z
- % Poutre encastrée en y
- % Poutre bi-encastrée
- % Poutre guidée

racineZ(i)=VthermiqueZ(i) + VhoogeZ(i); racineY(i)=VthermiqueY(i) + VhoogeY(i); racineBI(i)=VthermiqueBI(i) + VhoogeBI(i); racinetract(i)= Vthermiquetract(i)+Vhoogetract(i);

```
% Seuils de détection
fsZ(i)=4*sqrt(racineZ(i))/(Vbias*Kjauge*ezm/F);
fsY(i)=4*sqrt(racineZ(i))/(Vbias*Kjauge*eym/F);
fsBI(i)=4*sqrt(racineBI(i))/(Vbias*Kjauge*egm/F);
fsGui(i)=4*sqrt(racineY(i))/(Vbias*Kjauge*egm/F);
fstract(i)=4*sqrt(racinetract(i))/(Vbias*Kjauge/(E*1e-6*tjauge(i)));
end
```

figure;

```
hold on;

plot(tjauge,VthermiqueZ,'b');

plot(tjauge,VhoogeZ,'r');

plot(tjauge,VthermiqueY,'g');

plot(tjauge,VthermiqueBI,'m');

plot(tjauge,VthermiqueBI,'m');

plot(tjauge,VhoogeBI,'y');

xlabel('Epaisseur de la jauge');

ylabel('Tension de bruit (V/Hz1/2');

legend('Bruit Thermique');

title('Bruit de Hooge et thermique en fonction de l epaisseur de la jauge');

zoom on

hold off
```

figure

hold on; plot(tjauge,fsZ,'b') plot(tjauge,fsY,'r') plot(tjauge,fsBI,'k') plot(tjauge,fsGui,'m') plot(tjauge,fstract,'g') xlabel('Epaisseur de la jauge (m)'); ylabel('Seuil de detection (N)'); title('Force minimale detectable en fonction de l epaisseur de la jauge'); legend('Force min en Z', 'Force min en Y', 'Force poutre bi-encastree en y','Force min poutre guidee en y','Force min en traction'); zoom on; hold off

```
clear tjauge
tjauge=500e-9;
clear p;
N=1e15:1e17:1e21; % Dopage en cm-3
for i=1:length(N)
nup(i)=44.9+(470.5-44.9)/(1+power(N(i)/2.23e17,0.719)); % Mobilité en fct du dopage p
nun(i)=68.5+(1414-68.5)/(1+power(N(i)/9.2e16,0.711)); % Mobilité en fct du dopage n
end
```

p=N*1e6; % Dopage en m-3

for i=1:length(N)

% Bruits

VthermiqueZ(i)=4*kB*T*2*landa*(fmax-fmin)/(q*nup(i)*p(i)*wj*tjauge); VhoogeZ(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/((2*landa*wj*tjauge*p(i))); VthermiqueY(i)=4*kB*T*2*landa*(fmax-fmin)/(q*nup(i)*p(i)*wj/2*tjauge); VhoogeY(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/((2*landa*wj/2*tjauge*p(i))); VthermiqueBI(i)=4*kB*T*2*landabi*(fmax-fmin)/(q*nup(i)*p(i)*wj/2*tjauge); VhoogeBI(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/((2*landabi*wj/2*tjauge*p(i))); VthermiqueTact(i)=4*kB*T*landa*(fmax-fmin)/(q*nup(i)*p(i)*1e-6*tjauge); Vhoogetract(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/((landa*1e-6*tjauge*p(i)));

```
racineZ(i)=VthermiqueZ(i) + VhoogeZ(i);
racineY(i)=VthermiqueY(i) + VhoogeY(i);
racineBI(i)=VthermiqueBI(i) + VhoogeBI(i);
racinetract(i)= Vthermiquetract(i)+Vhoogetract(i);
```

% Seuils de détection

```
fsZ(i)=4*sqrt(racineZ(i))/(Vbias*Kjauge*ezm/F);
fsY(i)=4*sqrt(racineZ(i))/(Vbias*Kjauge*eym/F);
fsBI(i)=4*sqrt(racineBI(i))/(Vbias*Kjauge*ebm/F);
fsGui(i)=4*sqrt(racineY(i))/(Vbias*Kjauge*egm/F);
fstract(i)=4*sqrt(racinetract(i))/(Vbias*Kjauge/(E*1e-6*tjauge));
end
```

figure;

```
semilogx(N,VthermiqueZ,'b');
hold on;
semilogx(N,VhoogeZ,'r');
semilogx(N,VthermiqueY,'g');
semilogx(N,VthermiqueY,'g');
semilogx(N,VthermiqueBI,'m');
semilogx(N,VthermiqueBI,'m');
semilogx(N,VthoogeBI,'y');
xlabel('Dopage au bore (at/cm3)');
ylabel('Tension de bruit (V/Hz1/2');
legend('Bruit Thermique');
title('Bruit de Hooge et thermique en fonction du dopage');
zoom on
hold off
```

figure

semilogx(N,fsZ,'b')
hold on;
semilogx(N,fsY,'r')
semilogx(N,fsBI,'k')
semilogx(N,fsGui,'m')
semilogx(N,fstract,'g')
xlabel('Dopage au bore (at/cm3)');
ylabel('Seuil de detection (N)');
title('Force minimale detectable en fonction du dopage');
legend('Force min en Z', 'Force min en Y', 'Force poutre bi-encastree en y','Force min poutre guidee en
y','Force min en traction');
zoom on;
hold off

MARGE.M

%% Comparaison des performances en fonction de la largeur des brins actifs de la jauge
%% Pour les cas jauges sur 2 niveaux avec et sans marge
%% Variable : largeur w1
close all;
clear all;

% Chargement du fichier de données

%% Largeur réduite à 7um clear w w=7e-6;

%% largeurs des jauges largeur=0:1e-7:w/2;

% On suppose que le gain de l'ampli n'est pas pris en compte Fact=-6*F/(E*w*w*t)

%%%%%%%%%%%%%% %% Jauge sans marges %% %%%%%%%%%%% w2=w/2; w0=w/2; w1=largeur;

```
for i=1:length(largeur)
PDIV(i)= 2*w0/(w2-w1(i)+2*w0);
```

```
%poutre encastree libre en y
```

$$\begin{split} & eym(i) = Fact^*(w1(i)+w2)^*(landa/2-l)^*PDIV(i);\\ & VhoogeY(i) = Vbias^*Vbias^*log(fmax/fmin)/(landa^*(w2-w1(i)+2^*w0)^*tjauge^*p);\\ & RY(i) = landa/(q^*p^*nu^*(2^*w0)^*tjauge) + landa/(q^*p^*nu^*(w2-w1(i))^*tjauge);\\ & VthY(i) = 4^*kB^*T^*RY(i)^*(fmax-fmin);\\ & racineY(i) = VhoogeY(i) + VthY(i);\\ & fy(i) = 4^*sqrt(racineY(i))/(Vbias^*Kjauge^*eym(i)/F); \end{split}$$

```
%poutre bi encastree en y
```

```
ebm(i)=-Fact*(w1(i)+w2)*(l-landabi)/8*PDIV(i);
VhoogeBI(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(landabi*(w2-w1(i)+2*w0)*tjauge*p);
RBI(i)=landabi/(q*p*nu*(2*w0)*tjauge)+landabi/(q*p*nu*(w2-w1(i))*tjauge);
VthBI(i)=4*kB*T*RBI(i)*(fmax-fmin);
racineBI(i)=VhoogeBI(i)+VthBI(i);
fbi(i)=4*sqrt(racineBI(i))/(Vbias*Kjauge*ebm(i)/F);
```

```
%poutre guidee en y
egm(i)=Fact*(w1(i)+w2)/(6*1)*(landagui*landagui-3*1*1)*PDIV(i);
fgui(i)=4*sqrt(racineY(i))/(Vbias*Kjauge*egm(i)/F);
end
```

%%%%%%%%%%%%% %% Jauge avec marges %%%%%%%%%%%% marge=1.5e-6; % Marge de 1,5um entre le bord de la poutre et celui du brin actif de la jauge w2=w/2-marge; w0=w/2; largeur2=0:1e-7:w2; w1=largeur2;

for i=1:length(largeur2) PDIV(i)= 2*w0/(w2-w1(i)+2*w0);

%poutre encastree libre en y

eymD(i)=Fact*(w1(i)+w2)*(landa/2-l)*PDIV(i); VhoogeY(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(landa*(w2-w1(i)+2*w0)*tjauge*p); RY(i)=landa/(q*p*nu*(2*w0)*tjauge)+landa/(q*p*nu*(w2-w1(i))*tjauge); VthY(i)=4*kB*T*RY(i)*(fmax-fmin); racineY(i)=VhoogeY(i)+VthY(i); fyD(i)=4*sqrt(racineY(i))/(Vbias*Kjauge*eymD(i)/F);

```
%poutre bi encastree en y
```

ebmD(i)=-Fact*(w1(i)+w2)*(l-landabi)/8*PDIV(i); VhoogeBI(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(landabi*(w2-w1(i)+2*w0)*tjauge*p); RBI(i)=landabi/(q*p*nu*(2*w0)*tjauge)+landabi/(q*p*nu*(w2-w1(i))*tjauge); VthBI(i)=4*kB*T*RBI(i)*(fmax-fmin); racineBI(i)=VhoogeBI(i)+VthBI(i); fbiD(i)=4*sqrt(racineBI(i))/(Vbias*Kjauge*ebmD(i)/F);

%poutre guidee en y

egmD(i)=Fact*(w1(i)+w2)/(6*l)*(landagui*landagui-3*l*l)*PDIV(i); fguiD(i)=4*sqrt(racineY(i))/(Vbias*Kjauge*egmD(i)/F); end

clear w2

w2=w/2 w22=w/2-marge;

%% Affichage

figure hold on plot(w2-largeur,eym,'r') plot(w22-largeur2,eymD,'r-*') plot(w2-largeur2,ebmD,'k-*') plot(w22-largeur2,ebmD,'k-*') plot(w22-largeur2,egmD,'m-*') ylabel('Deformation relative moyenne'); xlabel('Largeur du brin actif (m)'); legend('Cantilever sans marge','Cantilever avec marge','Poutre bi-encastree sans marge','Poutre biencastree avec marge','Poutre guidee sans marge','Poutre guidee avec marge'); zoom on hold off

figure

hold on plot(w2-largeur,fy,'r') plot(w22-largeur2,fyD,'r-*') plot(w2-largeur,fbi,'k') plot(w22-largeur2,fbiD,'k-*') plot(w22-largeur2,fguiD,'m-*') ylabel('Seuil de detection (N)'); xlabel('Largeur du brin actif (m)'); legend('Cantilever sans marge','Cantilever avec marge','Poutre bi-encastree sans marge','Poutre biencastree avec marge','Poutre guidee sans marge','Poutre guidee avec marge'); zoom on hold off

DELTA_E.M

%% Comparaison des performances en fonction de l'erreur d'alignement pour une force appliquée fixe %% Pour les cas de jauges sur 2 niveaux avec et sans marge %% Variable : delta : erreur d'alignement

close all; clear all;

% Chargement du fichier de données

%% Largeur de jauge réduite à 7um (largeur réelle) clear w w = 7e-6;

% On suppose que le gain de l'amplificateur est de 1 Fact = -6*F/(E*w*w*t)

%%%%%%%%%%%% %% Jauge sans marges %%%%%%%%%%%% w2 = w/2; w1 = w2-1e-6; w0 = w/2;

delta = -0.9e-6:1e-7:0.9e-6;

% Erreur d'alignement de + ou – 900nm

for i = 1:length(delta) PDIVD(i) = 2*w0/(w2-w1-delta(i)+2*w0); PDIVG(i) = 2*w0/(w2-w1+delta(i)+2*w0);

% Valeur du pont diviseur entre R0 et R1 % Valeur du pont diviseur entre R0 et R2

%poutre encastrée libre en y

eymD(i)=Fact*(w1+w2+delta(i))*(landa/2-l)*PDIVD(i); % Strain brin droit % Strain brin gauche eymG(i)=Fact*(-w1-w2+delta(i))*(landa/2-l)*PDIVG(i); RyD(i)=landa/(q*p*nu*(2*w0)*tjauge)+landa/(q*p*nu*(w2-w1-delta(i))*tjauge); %Res. brin droit RyG(i)=landa/(q*p*nu*(2*w0)*tjauge)+landa/(q*p*nu*(w2-w1+delta(i))*tjauge); %Res. brin gche DRyD(i)=Kjauge*eymD(i)*RyD(i); % Variation de résistance brin droit DRyG(i)=Kjauge*eymG(i)*RyG(i); % Variation de résistance brin gauche VoutY(i)=Vbias*(RyD(i)*DRyG(i)-RyG(i)*DRyD(i)/(RyD(i)*RyG(i)+2*(RyD(i)*DRyG(i)+RyG(i)*DRyD(i))+DRyD(i)*DRyG(i); VhoogeYD(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(landa*(w2-w1-delta(i)+2*w0)*tjauge*p); VhoogeYG(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(landa*(w2-w1+delta(i)+2*w0)*tjauge*p); VthYD(i)=4*kB*T*RyD(i)*(fmax-fmin); VthYG(i)=4*kB*T*RyG(i)*(fmax-fmin); racineYD(i)=VhoogeYD(i)+VthYD(i); racineYG(i)=VhoogeYG(i)+VthYG(i); fyD(i)=2*sqrt(racineYD(i))/(Vbias*Kjauge*eymD(i)/F); % Seuil de détection brin droit fyG(i)=2*sqrt(racineYG(i))/(Vbias*Kjauge*eymG(i)/F); % Seuil de détection brin gauche %poutre bi encastrée en y

ebmD(i)=-Fact*(w1+w2+delta(i))*(l-landabi)/8*PDIVD(i); ebmG(i)=-Fact*(-w1-w2+delta(i))*(l-landabi)/8*PDIVG(i); RbiD(i)=landabi/(q*p*nu*(2*w0)*tjauge)+landabi/(q*p*nu*(w2-w1-delta(i))*tjauge);

```
RbiG(i)=landabi/(q*p*nu*(2*w0)*tjauge)+landabi/(q*p*nu*(w2-w1+delta(i))*tjauge);
      DRbiD(i)=Kjauge*ebmD(i)*RbiD(i);
      DRbiG(i)=Kjauge*ebmG(i)*RbiG(i);
      VoutBI(i)=Vbias*(RbiD(i)*DRbiG(i)-
RbiG(i)*DRbiD(i))/(RbiD(i)*RbiG(i)+2*(RbiD(i)*DRbiG(i)+RbiG(i)*DRbiD(i))+DRbiD(i)*DRbiG(i)+RbiG(i)*DRbiD(i))+DRbiD(i)*DRbiG(i)+RbiG(i)+RbiG(i)+RbiG(i)+RbiG(i)+RbiG(i)+RbiG(i)+RbiG(i)+RbiG(i)+RbiG(i)+RbiD(i))+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD(i)+RbiD
));
      VhoogeBID(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(landabi*(w2-w1-delta(i)+2*w0)*tjauge*p);
      VhoogeBIG(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(landabi*(w2-w1+delta(i)+2*w0)*tjauge*p);
      VthBID(i)=4*kB*T*RbiD(i)*(fmax-fmin);
      VthBIG(i)=4*kB*T*RbiG(i)*(fmax-fmin);
      racineBID(i)=VhoogeBID(i)+VthBID(i);
      racineBIG(i)=VhoogeBIG(i)+VthBIG(i);
      fbiD(i)=2*sqrt(racineBID(i))/(Vbias*Kjauge*ebmD(i)/F);
      fbiG(i)=2*sqrt(racineBIG(i))/(Vbias*Kjauge*ebmG(i)/F);
      %poutre guidée en y
      egmD(i)=Fact*(w1+w2+delta(i))/(6*1)*(landagui*landagui-3*1*1)*PDIVD(i);
      egmG(i)=Fact*(-w1-w2+delta(i))/(6*1)*(landagui*landagui-3*1*1)*PDIVG(i);
      DRgD(i)=Kjauge*egmD(i)*RvD(i);
      DRgG(i)=Kjauge*egmG(i)*RyG(i);
      VoutGUI(i)=Vbias*(RyD(i)*DRgG(i)-
RyG(i)*DRgD(i))/(RyD(i)*RyG(i)+2*(RyD(i)*DRgG(i)+RyG(i)*DRgD(i))+DRgD(i)*DRgG(i));
      fguiD(i)=2*sqrt(racineYD(i))/(Vbias*Kjauge*egmD(i)/F);
```

```
fguiG(i)=2*sqrt(racineYG(i))/(Vbias*Kjauge*egmG(i)/F);
```

```
end
```

```
%%%%%%%%%%%%%%%
```

```
%% Jauge avec marges
%% %%%%%%%%%%%
marge = 1e-6;
w2 = w/2-marge;
w1 = w2-1e-6;
w0 = w/2;
```

```
for i = 1:length(delta)
PDIVD(i)= 2*w0/(w2-w1+2*w0);
PDIVG(i)=PDIVD(i);
```

```
%poutre encastree libre en y
eymDM(i)=Fact*(w1+w2+2*delta(i))*(landa/2-l)*PDIVD(i);
eymGM(i)=Fact*(-w1-w2+2*delta(i))*(landa/2-l)*PDIVG(i);
RyM(i)=landa/(q*p*nu*(2*w0)*tjauge)+landa/(q*p*nu*(w2-w1)*tjauge);
DRyDM(i)=Kjauge*eymDM(i)*RyM(i);
DRyGM(i)=Kjauge*eymGM(i)*RyM(i);
VoutYM(i)=Vbias*(RyM(i)*DRyGM(i)-
RyM(i)*DRyDM(i))/(RyM(i)*RyM(i)+2*(RyM(i)*DRyGM(i)+RyM(i)*DRyDM(i))+DRyDM(i))*DR
yGM(i));
VhoogeYM(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(landa*(w2-w1+2*w0)*tjauge*p);
VthYM(i)=4*kB*T*RyM(i)*(fmax-fmin);
racineYM(i)=VhoogeYM(i)+VthYM(i);
fyDM(i)=2*sqrt(racineYM(i))/(Vbias*Kjauge*eymDM(i)/F);
fyGM(i)=2*sqrt(racineYM(i))/(Vbias*Kjauge*eymGM(i)/F);
```

```
% poutre bi encastrée en y
     ebmDM(i)=-Fact*(w1+w2+2*delta(i))*(l-landabi)/8*PDIVD(i);
     ebmGM(i)=-Fact*(-w1-w2+2*delta(i))*(l-landabi)/8*PDIVG(i);
     RbiM(i)=landabi/(q*p*nu*(2*w0)*tjauge)+landabi/(q*p*nu*(w2-w1)*tjauge);
     DRbiDM(i)=Kjauge*ebmDM(i)*RbiM(i);
     DRbiGM(i)=Kjauge*ebmGM(i)*RbiM(i);
     VoutBIM(i)=Vbias*(RbiM(i)*DRbiGM(i)-
RbiM(i)*DRbiDM(i)/(RbiM(i)*RbiM(i)+2*(RbiM(i)*DRbiGM(i)+RbiM(i)*DRbiDM(i))+DRbiDM(i)
i)*DRbiGM(i));
     VhoogeBIM(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(landabi*(w2-w1+2*w0)*tjauge*p);
     VthBIM(i)=4*kB*T*RbiM(i)*(fmax-fmin);
     racineBIM(i)=VhoogeBIM(i)+VthBIM(i);
     fbiDM(i)=2*sqrt(racineBIM(i))/(Vbias*Kjauge*ebmDM(i)/F);
     fbiGM(i)=2*sqrt(racineBIM(i))/(Vbias*Kjauge*ebmGM(i)/F);
     % poutre guidée en y
     egmDM(i)=Fact^{(w1+w2+2*delta(i))/(6*1)*(landagui^{1}andagui^{3}1*1)*PDIVD(i);
     egmGM(i)=Fact*(-w1-w2+2*delta(i))/(6*l)*(landagui*landagui-3*l*l)*PDIVG(i);
     DRgDM(i)=Kjauge*egmDM(i)*RyM(i);
     DRgGM(i)=Kjauge*egmGM(i)*RyM(i);
     VoutGUIM(i)=Vbias*(RyM(i)*DRgGM(i)-
RyM(i)*DRgDM(i))/(RyM(i)*RyM(i)+2*(RyM(i)*DRgGM(i)+RyM(i)*DRgDM(i))+DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i))+DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)+RyM(i)*DRgDM(i)+RyM(i)*DRgDM(i))+DRgDM(i)*DRgDM(i)+RyM(i)*DRgDM(i))+DRgDM(i)*DRgDM(i)+RyM(i)*DRgDM(i))+DRgDM(i)*DRgDM(i)+RyM(i)*DRgDM(i))+DRgDM(i)*DRgDM(i)+RyM(i)*DRgDM(i))+DRgDM(i)*DRgDM(i)+RyM(i)*DRgDM(i))+DRgDM(i)*DRgDM(i)+RyM(i)*DRgDM(i))+DRgDM(i)*DRgDM(i)+RyM(i)*DRgDM(i))+DRgDM(i)*DRgDM(i)+RyM(i)*DRgDM(i))+DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i))+DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i))+DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)+RyM(i)*DRgDM(i))+DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)+RyM(i)*DRgDM(i))+DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i))+DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i))+DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i))+DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i))+DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DRgDM(i)*DR
gGM(i);
     fguiDM(i)=2*sqrt(racineYM(i))/(Vbias*Kjauge*egmDM(i)/F);
     fguiGM(i)=2*sqrt(racineYM(i))/(Vbias*Kjauge*egmGM(i)/F);
end
ind = find(delta==0);
                                                                                  % Extraction de l'indice pour lequel l'erreur est nule
%% Affichage
figure
hold on
plot(delta,-VoutY+VoutY(ind),'r')
plot(delta,-VoutYM+VoutYM(ind),'r-*')
plot(delta,-VoutBI+VoutBI(ind),'k')
plot(delta,-VoutBIM+VoutBIM(ind),'k-*')
plot(delta,-VoutGUI+VoutGUI(ind),'m')
plot(delta,-VoutGUIM+VoutGUIM(ind),'m-*')
ylabel('Erreur sur la tension de sortie du Pont de Wheatstone (V)');
```

xlabel('Erreur d alignement (m)');

legend('Cantilever sans marge','Cantilever avec marge','Poutre bi-encastree sans marge','Poutre biencastree avec marge','Poutre guidee sans marge','Poutre guidee avec marge'); zoom on hold off

figure

hold on plot(delta,eymD+eymG,'r') plot(delta,eymDM+eymGM,'r-*'); plot(delta,ebmD+ebmG,'k') plot(delta,ebmDM+ebmGM,'k-*') plot(delta,egmDH+egmG,'m') plot(delta,egmDM+egmGM,'m-*') ylabel('Ecart de Sensibilite'); xlabel('Erreur d alignement (m)'); legend('Cantilever sans marge','Cantilever avec marge','Poutre bi-encastree sans marge','Poutre biencastree avec marge','Poutre guidee sans marge','Poutre guidee avec marge'); title('E_droit - E_Gauche') zoom on hold off

figure

hold on plot(delta,fyD+fyG,'r') plot(delta,fyDM+fyGM,'r-*') plot(delta,fbiD+fbiG,'k') plot(delta,fbiDM+fbiGM,'k-*') plot(delta,fguiD+fguiG,'m') plot(delta,fguiDM+fguiGM,'m-*') zoom on hold off DELTA_F.M

%% Comparaison des performances en fonction de la force appliquée pour une erreur d'alignement
%% fixe
%% Pour les cas jauges de jauges sur 2 niveaux avec et sans marge
%% Variable : F : force appliquée

close all; clear all;

% Chargement du fichier de données

%% Largeur de jauge réduite à 7um (largeur réelle) clear w w=7e-6;

clear F delta=0.5e-6; F=-50e-6:5e-6:50e-6;

% Force varie de -50 à + 50 uN

%%%%%%%%%%%%% %% Jauge sans marges %%%%%%%%%%%%% w2=w/2; w1=w2-1e-6; w0=w/2;

for i=1:length(F)

% Valeur des ponts diviseurs entre les brins actifs (droit et gauche) et le brin neutre PDIVD(i)= 2*w0/(w2-w1-delta+2*w0); PDIVG(i)= 2*w0/(w2-w1+delta+2*w0);

Fact(i) = -6*F(i)/(E*w*w*w*t);

%poutre encastree libre en y eymD(i)=Fact(i)*(w1+w2+delta)*(landa/2-l)*PDIVD(i); eymG(i)=Fact(i)*(-w1-w2+delta)*(landa/2-l)*PDIVG(i); RyD(i)=landa/(q*p*nu*(2*w0)*tjauge)+landa/(q*p*nu*(w2-w1-delta)*tjauge); RyG(i) = landa/(q*p*nu*(2*w0)*tjauge) + landa/(q*p*nu*(w2-w1+delta)*tjauge);DRyD(i)=Kjauge*eymD(i)*RyD(i); DRyG(i)=Kjauge*eymG(i)*RyG(i); VoutY(i)=Vbias*(RyD(i)*DRyG(i)-RyG(i)*DRyD(i)/(RyD(i)*RyG(i)+2*(RyD(i)*DRyG(i)+RyG(i)*DRyD(i))+DRyD(i)*DRyG(i); VhoogeYD(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(landa*(w2-w1-delta+2*w0)*tjauge*p); VhoogeYG(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(landa*(w2-w1+delta+2*w0)*tjauge*p); VthYD(i)=4*kB*T*RyD(i)*(fmax-fmin); VthYG(i)=4*kB*T*RyG(i)*(fmax-fmin); racineYD(i)=VhoogeYD(i)+VthYD(i); racineYG(i)=VhoogeYG(i)+VthYG(i); fyD(i)=2*sqrt(racineYD(i))/(Vbias*Kjauge*eymD(i)/F(i)); fyG(i)=2*sqrt(racineYG(i))/(Vbias*Kjauge*eymG(i)/F(i));

```
%poutre bi encastree en y
  ebmD(i)=-Fact(i)*(w1+w2+delta)*(l-landabi)/8*PDIVD(i);
  ebmG(i)=-Fact(i)*(-w1-w2+delta)*(l-landabi)/8*PDIVG(i);
  RbiD(i)=landabi/(q*p*nu*(2*w0)*tjauge)+landabi/(q*p*nu*(w2-w1-delta)*tjauge);
  RbiG(i)=landabi/(q*p*nu*(2*w0)*tjauge)+landabi/(q*p*nu*(w2-w1+delta)*tjauge);
  DRbiD(i)=Kjauge*ebmD(i)*RbiD(i);
  DRbiG(i)=Kjauge*ebmG(i)*RbiG(i);
  VoutBI(i)=Vbias*(RbiD(i)*DRbiG(i)-
RbiG(i)*DRbiD(i)/(RbiD(i)*RbiG(i)+2*(RbiD(i)*DRbiG(i)+RbiG(i)*DRbiD(i))+DRbiD(i)*DRbiG(i)
));
  VhoogeBID(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(landabi*(w2-w1-delta+2*w0)*tjauge*p);
  VhoogeBIG(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(landabi*(w2-w1+delta+2*w0)*tjauge*p);
  VthBID(i)=4*kB*T*RbiD(i)*(fmax-fmin);
  VthBIG(i)=4*kB*T*RbiG(i)*(fmax-fmin);
  racineBID(i)=VhoogeBID(i)+VthBID(i);
  racineBIG(i)=VhoogeBIG(i)+VthBIG(i);
  fbiD(i)=2*sqrt(racineBID(i))/(Vbias*Kjauge*ebmD(i)/F(i));
  fbiG(i)=2*sqrt(racineBIG(i))/(Vbias*Kjauge*ebmG(i)/F(i));
  %poutre guidee en y
  egmD(i)=Fact(i)*(w1+w2+delta)/(6*1)*(landagui*landagui-3*1*1)*PDIVD(i);
  egmG(i)=Fact(i)*(-w1-w2+delta)/(6*l)*(landagui*landagui-3*l*l)*PDIVG(i);
  DRgD(i)=Kjauge*egmD(i)*RvD(i);
  DRgG(i)=Kjauge*egmG(i)*RyG(i);
  VoutGUI(i)=Vbias*(RyD(i)*DRgG(i)-
RyG(i)*DRgD(i))/(RyD(i)*RyG(i)+2*(RyD(i)*DRgG(i)+RyG(i)*DRgD(i))+DRgD(i)*DRgG(i));
  fguiD(i)=2*sqrt(racineYD(i))/(Vbias*Kjauge*egmD(i)/F(i));
  fguiG(i)=2*sqrt(racineYG(i))/(Vbias*Kjauge*egmG(i)/F(i));
end
%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%% Jauge avec marges
%% %%%%%%%%%%%%%%%
marge=1e-6;
w2=w/2-marge;
w1=w2-1e-6;
w0=w/2;
for i=1:length(F)
  PDIVD(i) = 2*w0/(w2-w1+2*w0);
  PDIVG(i)=PDIVD(i):
  %poutre encastree libre en y
  eymDM(i)=Fact(i)*(w1+w2+2*delta)*(landa/2-l)*PDIVD(i);
  eymGM(i)=Fact(i)*(-w1-w2+2*delta)*(landa/2-l)*PDIVG(i);
  RyM(i)=landa/(q*p*nu*(2*w0)*tjauge)+landa/(q*p*nu*(w2-w1)*tjauge);
  DRyDM(i)=Kjauge*eymDM(i)*RyM(i);
  DRyGM(i)=Kjauge*eymGM(i)*RyM(i);
  VoutYM(i)=Vbias*(RyM(i)*DRyGM(i)-
RyM(i)*DRyDM(i))/(RyM(i)*RyM(i)+2*(RyM(i)*DRyGM(i)+RyM(i)*DRyDM(i))+DRyDM(i)*DR
yGM(i));
  VhoogeYM(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(landa*(w2-w1+2*w0)*tjauge*p);
  VthYM(i)=4*kB*T*RyM(i)*(fmax-fmin);
  racineYM(i)=VhoogeYM(i)+VthYM(i);
  fyDM(i)=2*sqrt(racineYM(i))/(Vbias*Kjauge*eymDM(i)/F(i));
```

fyGM(i)=2*sqrt(racineYM(i))/(Vbias*Kjauge*eymGM(i)/F(i));

%poutre bi encastree en y

```
ebmDM(i)=-Fact(i)*(w1+w2+2*delta)*(l-landabi)/8*PDIVD(i);
  ebmGM(i)=-Fact(i)*(-w1-w2+2*delta)*(l-landabi)/8*PDIVG(i);
  RbiM(i)=landabi/(q*p*nu*(2*w0)*tjauge)+landabi/(q*p*nu*(w2-w1)*tjauge);
  DRbiDM(i)=Kjauge*ebmDM(i)*RbiM(i);
  DRbiGM(i)=Kjauge*ebmGM(i)*RbiM(i);
  VoutBIM(i)=Vbias*(RbiM(i)*DRbiGM(i)-
RbiM(i)*DRbiDM(i))/(RbiM(i)*RbiM(i)+2*(RbiM(i)*DRbiGM(i)+RbiM(i)*DRbiDM(i))+DRbiDM(i))
i)*DRbiGM(i));
  VhoogeBIM(i)=Vbias*Vbias*log(fmax/fmin)/(landabi*(w2-w1+2*w0)*tjauge*p);
  VthBIM(i)=4*kB*T*RbiM(i)*(fmax-fmin);
  racineBIM(i)=VhoogeBIM(i)+VthBIM(i);
  fbiDM(i)=2*sqrt(racineBIM(i))/(Vbias*Kjauge*ebmDM(i)/F(i));
  fbiGM(i)=2*sqrt(racineBIM(i))/(Vbias*Kjauge*ebmGM(i)/F(i));
  %poutre guidee en y
  egmDM(i)=Fact(i)*(w1+w2+2*delta)/(6*1)*(landagui*landagui-3*1*1)*PDIVD(i);
  egmGM(i)=Fact(i)*(-w1-w2+2*delta)/(6*1)*(landagui*landagui-3*1*1)*PDIVG(i);
  DRgDM(i)=Kjauge*egmDM(i)*RyM(i);
  DRgGM(i)=Kjauge*egmGM(i)*RyM(i);
```

```
VoutGUIM(i)=Vbias*(RyM(i)*DRgGM(i)-
```

```
RyM(i)*DRgDM(i))/(RyM(i)*RyM(i)+2*(RyM(i)*DRgGM(i)+RyM(i)*DRgDM(i))+DRgDM(i)*DR
gGM(i));
fguiDM(i)=2*sqrt(racineYM(i))/(Vbias*Kjauge*egmDM(i)/F(i));
```

```
fguiGM(i)=2*sqrt(racineYM(i))/(Vbias*Kjauge*egmGM(i)/F(i));
```

```
end
```

ind=find(F==0);

% Extraction de l'indice pour lequel F =0

figure

hold on plot(F,-VoutY+VoutY(ind),'r') plot(F,-VoutYM+VoutYM(ind),'r-*') plot(F,-VoutBI+VoutBI(ind),'k') plot(F,-VoutBIM+VoutBIM(ind),'k-*') plot(F,-VoutGUI+VoutGUI(ind),'m') plot(F,-VoutGUIM+VoutGUIM(ind),'m-*') ylabel('Erreur sur la tension de sortie du Pont de Wheatstone (V)'); xlabel('Force (N)'); legend('Cantilever sans marge','Cantilever avec marge','Poutre bi-encastree sans marge','Poutre biencastree avec marge','Poutre guidee sans marge','Poutre guidee avec marge'); zoom on hold off

RESSORT.M

% Ressort calcul la tension a appliquer au peigne interdigite en fonction du deplacement pour la geometrie donnee

```
clear all
%close all
epsi=8.8e-12;
wr=10e-6;
w=6e-6;
E=160e9;
t=10e-6;
N=2*87;
                       % nombre de doigt du peigne
n=4;%10;
                       % nombre de branches du ressort
                       % Tension appliquee
V=0:0.05:100;
do= 3e-6;
                       % gap
                       % Longueur des poutres en flexion
L1=680e-6;
                       % Longueur des poutres transverses
L2=130e-6;
                       % gap entre la pointe de l'actionneur et le plateau
gap=3e-6;
kr=((4*n-7)*L1*L1*L1+(n-1)*L2*wr*wr)/(E*t*wr*wr*wr);
                                                              % raideur inverse d'un ressort
kp=10;
                                                              % raideur reelle
K=kp+2/kr
for i=1:length(V)
  F(i)=N*V(i)*V(i)*epsi*t/(2*do);
  x(i)=F(i)*kr/2;
  if x(i) > gap
    x(i) = F(i)/K;
  end
end
Fa = x^*kp;
%plot(V,x)
hold on
plot(V,x,'b')
plot(V,Fa,'k')
zoom on
hold off
```

RESUME

Les microtechnologies permettent aujourd'hui de réaliser différents types de capteurs dont un domaine d'application émergeant est la caractérisation électrique et mécanique des cellules biologiques pour la détection précoce de pathologies.

Dans ce contexte, le but du travail présenté est de proposer un capteur de force dont l'axe sensible se trouve dans le plan, et dont l'information de sortie soit une grandeur électrique. Les structures conçues mettent ainsi à profit l'effet piezo-résistif au sein de jauges en silicium, dont l'architecture a été spécialement mise au point pour obtenir des sensibilités de l'ordre de 10 N⁻¹ sur cet axe.

La modélisation et l'optimisation des performances ont conduit à la fabrication de jauges d'architecture compacte et originale réalisées sur deux niveaux de polysilicium implanté de bore, et encapsulé dans trois couches de nitrure peu contraint, le tout implémenté sur une couche de SOI. Le procédé de fabrication a été spécialement mis au point. Par ailleurs, l'influence de l'erreur d'alignement entre la jauge et la poutre d'épreuve a été étudiée et vérifiée lors des tests.

Les sensibilités obtenues avec des jauges de 170 μ m de long et 6,5 μ m de large sont de l'ordre de 30.10⁻⁶ μ N⁻¹. Les applications mettant en œuvre ce type de dispositif sont nombreuses et les performances, comparables aux leviers AFM, font de cette configuration de jauge une structure à fort potentiel pour être utilisée pour d'autres applications.

Mots Clés : Effet piézorésistif, jauges de contraintes, silicium polycristallin, micro-usinage

ABSTRACT

The use of microtechnologies enables the fabrication of various kinds of sensors that can be used to perform both the electrical and mechanical characterization of living cells.

In this context, the goal of the present work is to develop a mechanical force/electrical voltage transducer whose sensitive axis is in-plane with respect to the cell support wafer.

The designed structures are based on the piezo-resistive effect present in silicon used to make strain gauges. The architecture was especially developed to obtain sensitivities of around 10 N^{-1} on this axis.

The modeling and the optimization of the performances led to the fabrication of compact strain gauges composed of two levels of boron doped polysilicon, and encapsulated in three layers of low-stress silicon nitride. The whole structure is implemented on a silicon-on-insulator (SOI) layer; a new fabrication process was developed to form these gauges. Moreover, the influence of a misalignment of the gauge over the cantilever was studied and verified during the characterisation.

Strain gauge sensitivities of the order of $30 \times 10^{-6} \,\mu N^{-1}$ were obtained with a 170 μm long and 6.5 μm wide gauge. The applications for this kind of strain gauge are numerous given the high quality performances obtained here, the performances are comparable to commercial AFM cantilevers.

Key Words : Piezoresistive effect, strain gauge, polysilicon, micromachining