



**HAL**  
open science

# Conception, réalisation et mise en oeuvre d'une plateforme d'instrumentation thermique pour des applications microfluidiques

Bertrand Marty

► **To cite this version:**

Bertrand Marty. Conception, réalisation et mise en oeuvre d'une plateforme d'instrumentation thermique pour des applications microfluidiques. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2009. Français. NNT: . tel-00442446

**HAL Id: tel-00442446**

**<https://theses.hal.science/tel-00442446>**

Submitted on 22 Dec 2009

**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

En vue de l'obtention du

**DOCTORAT de l'UNIVERSITE DE TOULOUSE**

Délivré par l'université Toulouse III – Paul Sabatier

Discipline ou Spécialité :

*Conception des circuits Microélectroniques et Microsystèmes*

---

Présentée et soutenue par

Bertrand MARTY

Le 17 Novembre 2009

**Conception, réalisation et mise en œuvre d'une plateforme  
d'instrumentation thermique pour des applications  
microfluidiques**

---

## JURY

### Président

Stéphane COLIN

Professeur à l'INSA Toulouse

### Rapporteurs

Jean-Christophe BATSALE

Professeur ENSAM(Bordeaux)

Dominique REBIERE

Professeur IMS(Bordeaux)

### Examineurs

Christophe GOURDON

Professeur ENSIACET(Toulouse)

Bertrand PAVAGEAU

Ingénieur de recherche LOF-Rhodia (Bordeaux)

Jean-Marie AUTRET

Institut de Recherche PIERRE FABRE (Gaillac), membre invité

---

**Ecole Doctorale: Génie Electrique, Electronique, Télécommunications**

**Unité de recherche : LAAS/CNRS**

**Directeur de thèse: Thierry CAMPS**

**Co-encadrant: Josiane TASSELLI**



# **Avant-propos**



‘Seul l’inconnu épouvante les hommes. Mais pour quiconque l’affronte,  
il n’est déjà plus l’inconnu’

Antoine de Saint-Exupéry.

A Nadège



J'exprime mes profonds remerciements à mes directeurs de thèse que sont Josiane TASSELLI et Thierry CAMPS qui m'ont épaulé et soutenu pendant ces trois années de thèse. Ils ont par leur gentillesse et leur compétence permis de faire de ces trois années un agréable moment d'un point de scientifique mais aussi humain puisque la bonne humeur a toujours été présente.

Je remercie Messieurs GHALLAB et CHATILA, directeurs successifs du Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes du CNRS de Toulouse pour m'avoir permis de réaliser cette thèse en ces lieux. Je remercie aussi les responsables successifs de l'école doctorale GEET, messieurs GRAFFEUIL et CAZARRE, pour leur engagement dans notre formation doctorale.

Je remercie également Jean-Yves FOURNIOLS qui m'a accueilli au sein du groupe Microsystèmes et Intégration des Systèmes et maintenant Nano Ingénierie et Intégration des Systèmes. Il ne m'a jamais tenu rigueur d'avoir battu son club favori régulièrement et là aussi une bonne ambiance était présente au sein du groupe.

Je souhaiterais aussi remercier les rapporteurs messieurs REBIERE et BATSALE qui ont accepté de plonger dans ce sujet ainsi que les autres membres du jury messieurs AUTRET, COLIN, GOURDON et PAVAGEAU, pour avoir parfaitement rempli leur rôle d'analyse scientifique, et fait de cette soutenance un moment particulièrement intéressant.

Je tiens aussi particulièrement à remercier Antoine MARTY, dont je tiens à souligner la gentillesse et la compétence dont il a fait preuve en m'apportant de l'aide à chaque fois que j'en ai eu besoin.

Il me reste à remercier les gens du service Instrumentation tels que Nicolas MAURAN avec qui j'ai passé de longs moments en caractérisation, et dont la bonne humeur a rendu ces moments ingrats très sympathiques. Ensuite je tiens à remercier Denis LAGRANGE sans qui toute la partie instrumentation de cette thèse n'aurait pas été possible et qui a répondu à toutes mes exigences positivement. Maintenant viennent les personnes du service TEAM en salle blanche, dont les portes m'ont été ouverte successivement par Norbert Fabre (les analyses de match du lundi me manqueront) et Hugues GRANIER. Je pense aussi tout particulièrement à Laurent BOUSCAYROL, les implanteurs, Eric IMBERNON et Jean-Christophe MARROT ainsi que les métalleux Sébastien PINEAUD et Ludovic SALVAGNAC. Ainsi que les conseils toujours judicieux de Laurent MAZENQ en photolithographie. Sans oublier David BOURRIER ainsi que Samuel CHARLOT pour les montages et les découpages parfois acrobatiques qu'il a pu réaliser. Enfin de manière générale je remercie l'ensemble de TEAM qui m'a permis de travailler dans de si bonnes conditions et toujours dans la bonne humeur.

Enfin je tiens à remercier tous ceux qui ont fait de ces quelques années une si bonne expérience, Rémy FULCRAND avec qui j'ai partagé non pas trois ans mais neuf ans d'études communes et à qui je souhaite bon vent, mais que j'ai encore battu en finissant trois jours avant. David JUGIEU qui s'est révélé être un superbe coach pour l'oral de la soutenance et enfin Jérôme LUBIN à qui je souhaite une bonne continuation pour le reste de sa thèse et avec qui l'apprentissage des logiciels s'est révélé très divertissant. Ainsi que Habib CHALABI à qui je souhaite une bonne continuation. Je n'oublie pas tous ceux que j'ai eu la chance de rencontrer grâce à mon séjour au LAAS : Sébastien et encore merci pour les superbes transparents de ma soutenance, Mathieu, je le dirai une première et dernière fois vive l'Ariège, Pierre et Jérôme le Chabal du LAAS, Vincent,

ainsi que le trio de jeunes chercheurs que sont Christophe ESCRIBA, Aurélien BANCAUD et Pierre JOSEPH, et j'en oublie très certainement, qu'ils m'en excusent.

Et enfin merci à ma famille, Pierre et Chantal, Françoise et Léa ainsi que Elise et André, mais aussi Thierry et Dominique qui sont venus me supporter et me supportent encore. Ainsi qu'à tous ceux qui m'ont soutenu et qui n'ont pas pu venir. Je finirai par la plus belle : un grand merci à Nadège, qui m'a soutenu tout au long de cette aventure et il est sûr qu'il y en aura encore beaucoup d'autres que nous partagerons ensemble.

# **Table des matières**



## Table des matières

Avant-propos.....	3
Table des matières.....	9
Introduction générale.....	13
Chapitre I : Etat de l'art de l'instrumentation thermique en microfluidique .....	19
I.1 Les capteurs de température de type résistance .....	22
I.1.1 : Les métaux.....	23
I.1.2 : Le polysilicium .....	31
I.2 Les thermocouples .....	34
I.3 Les capteurs à jonction semi-conductrice .....	37
I.4 Conclusion .....	41
Chapitre II: Réalisation et analyse de la première plateforme thermique .....	45
II.1 Dispositif actionneur/capteur générique : élément à seuils symétriques .....	48
II.2 Description du premier processus de fabrication .....	51
II.2.1 Méthode de dépôt du polysilicium.....	51
II.2.2 Méthodes de dopage du polysilicium .....	52
II.2.3 Etude du recuit d'activation de l'implantation ionique.....	54
II.2.4 Processus de fabrication des ESS.....	56
II.3 Caractérisations et modélisation électriques équivalente.....	62
II.3.1 Analyse des modes de conduction électrique .....	63
II.3.2 Caractérisation de la sensibilité électrique avec la température.....	65
II.3.3 Influence des paramètres technologiques sur les performances des capteurs ....	71
II.4 Modélisation comportementale .....	73
II.4.1 Modélisation électrique .....	73
II.4.2 Modélisation thermique - électrique des capteurs.....	75
II.5 Caractérisation en bruit des capteurs .....	76
II.6 Instrumentation thermique d'un circuit microfluidique .....	77
II.6.1 Dispositif expérimental .....	77
II.6.2 Simulations thermiques .....	78
II.7 Conclusions.....	80

Chapitre III: Capteur thermique optimisé et instrumentation microfluidique.....	83
III.1 Nouveau design du capteur et des plateformes.....	85
III.2 Caractérisations électriques et thermique .....	87
III.2.1 Influence du design : comparaison 1 <sup>ière</sup> et 2 <sup>nd</sup> génération de capteur .....	88
III.2.2 Influence du choix du substrat : Silicium, Verre, .....	89
III.2.3 Caractérisation de la sensibilité électrique avec la température des nouveaux capteurs sur substrats Silicium et Verre .....	90
III.2.4 Arrangement et adressage matriciel .....	94
III.3 Actionnement thermique.....	96
III.4 Capteur thermique sur substrat SiC.....	99
III.5 Instrumentation.....	102
III.6 Fluxmètre .....	109
III.7 Caractérisations fréquentielles.....	111
III.8 Autres détections : capteur de déformation mécanique .....	114
III.9 Conclusions : .....	116
Conclusion Générale .....	119
Annexes .....	123
Référence bibliographique.....	131
Tableau des figures .....	139
Liste des publications .....	147

# Introduction générale



La microfluidique est une science jeune de quelques dizaines d'années : en effet elle a connu un premier essor dans les années 1990, quand les techniques de fabrication microélectronique ont été exploitées pour des réalisations de ce domaine. Grâce, entre autres, à la course au séquençage du génome humain, cette science est en pleine expansion, et elle a été classée comme l'une des dix technologies émergentes qui vont changer le monde dans *Techology Review* de 2001 et cela se confirme 8 ans après. Les premières applications en microfluidique ont concerné le séquençage des gènes, la mesure de la glycémie, et ces premières démonstrations ont placé la microfluidique au premier rang des acteurs de la recherche et des nouvelles technologies. L'ensemble de ces applications ont contribué à l'émergence du concept de laboratoire sur puce (lab on chip).

En effet ce concept du lab-on-chip est basé sur l'intégration de plusieurs fonctions jusque-là assurées par plusieurs appareils d'analyse nécessitant entretiens et opérateurs. Cette miniaturisation permet d'obtenir un système portable, autonome. Cela permet aussi de réduire le coût de fabrication, d'exploitation et de simplifier les tâches de l'opérateur. Enfin, leur faible coût de production permet d'envisager des systèmes d'analyses biologique ou médical à usage unique.

Pour beaucoup d'applications en biologie et en chimie par exemple la mesure et le contrôle de la température est un point clé pour mener à bien une expérience. Et c'est tout l'enjeu de cette thèse que d'arriver à concevoir, réaliser et mettre en œuvre une plateforme thermique pour ces applications. Ceci s'inscrit dans les objectifs du projet *Thermofeel*, projet inter région liant Midi-Pyrénées et Aquitaine, qui est basé sur l'innovation de l'instrumentation thermique avec une technologie transposable à l'industrie avec le souci de maintenir un bas coût de fabrication.

Le projet a pour ambition de développer des méthodes innovantes pour caractériser les grandeurs thermophysiques de fluides réactifs, cruciales pour la conception et le dimensionnement de micro-réacteurs chimiques industriels. La réaction chimique a une signature thermique, dont l'identification permet d'accéder à un ensemble de paramètres thermocinétiques caractéristiques (constantes cinétiques, énergie d'activation, enthalpie réactionnelle, température adiabatique, conditions d'emballage thermique, ...). Le fort atout de ces travaux aux micro-échelles réside dans la mise en jeu de faibles quantités de matières induisant une réduction significative des temps de réactions et d'une acquisition des données plus rapide (on parle de « screening haut débit »), une diminution des risques chimiques et enfin une réduction du coût des consommables. Le projet vise à démontrer que cet outil peut avantageusement se substituer au classique procédé batch isotherme (alimenté ou non), en autorisant l'exploration d'un grand nombre de conditions opératoires avec peu de produits et en peu de temps. L'ensemble de ces avantages se fait et se fera à grand renfort de nouvelles techniques d'analyses et de modélisations révisées pour ces micro-échelles (la centaine de microns) avec des résolutions spatiale et temporelle plus fines.

Pour mieux appréhender les différentes problématiques abordées dans ce projet pluridisciplinaire, différents partenaires complémentaires ont conjugué leurs efforts :

- le Laboratoire du Futur Rhodia-CNRS (LOF, Bordeaux) et le Laboratoire de Génie Chimique (LGC, Toulouse) sur les aspects génie des procédés chimiques.

- le Laboratoire des transferts et écoulements des fluides énergétiques (TREFLE, Bordeaux), le CPMOH de Bordeaux et le Laboratoire de Génie des Procédés des Solides Divisés (LPGSD de

l'EMAC, Albi) sur la partie instrumentations thermiques sans contact et post-traitement des données issues d'observations par caméra Infrarouge et thermoréfectance.

- enfin la contribution du Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes (LAAS, Toulouse) sur l'instrumentation à l'aide de plateformes multi-capteurs à semiconducteur visant une détection rapide (transitoire thermique).

La partie la plus innovante du projet vient du fait que l'on ne se place plus dans des conditions classiques de la calorimétrie (conditions isotherme et/ou adiabatique), mais plutôt en régime thermique transitoire finement mesuré voire contrôlé, le tout à l'échelle micronique. Les travaux scientifiques portent alors sur la compréhension des mécanismes de réaction chimique en nano-volume (quelques nanolitres) et la maîtrise des transferts thermiques à ces échelles (transport dans les fluides mais aussi dans les parois, les dimensions pariétales étant du même ordre de grandeur que celles des écoulements), les sources/puits de chaleur étant liés à l'occurrence de réactions chimiques (conversion d'énergie par mise en contact de réactifs). Une partie importante est consacrée à la confrontation de plusieurs méthodes de mesures 'microthermiques' adapté aux contraintes supplémentaires issues de la microfluidique. Le but final est de proposer des outils intégrés capables de renseigner sur les cinétiques chimiques et sur les risques potentiels des milieux réactifs. On peut ainsi espérer développer un système intégré de microcalorimétrie innovant, en continu, dans des conditions de gradients de température bien contrôlés, offrant ainsi la possibilité d'acquérir rapidement un grand nombre d'informations thermo-physiques et chimiques sur les milieux d'étude.

Notre contribution a consisté à proposer, concevoir et réaliser une plateforme d'instrumentation thermique pour ces applications microfluidiques dédiées au génie chimique, avec une considération de transfert industriel.

Le mémoire de thèse s'articulera en trois parties distinctes :

- une première partie sera consacrée à l'état de l'art des capteurs et actionneurs thermiques dans des applications microfluidiques où nous verrons apparaître trois grandes familles de capteurs.

- le second chapitre abordera la conception, la réalisation et la modélisation comportementale d'un dispositif dual (capteur/actionneur) spécifiquement développé pour ce projet. La forte sensibilité thermique de ces capteurs sera amplement détaillée et modélisée. Une étude de l'influence des paramètres technologiques nous permettra de dégager les critères pour la conception de capteurs optimisés. Enfin, les premières réalisations sur substrat de silicium présenteront des limites et des verrous technologiques que nous tenterons de lever. Néanmoins, même si l'instrumentation est possible dans l'environnement du laboratoire, des valeurs trop importantes des tensions de polarisation et surtout le niveau trop bas du courant à mesurer (quelques nano ampères), nous ont conduits à redimensionner nos capteurs.

- le troisième et dernier chapitre, montrera l'aménagement du design et du processus de fabrication que nous avons mis en œuvre pour tenter d'accroître le niveau de courant de mesure (quelques micro ampères) et réduire la tension de polarisation à une valeur inférieure à 5V. Après présentation des performances de cette seconde génération de capteurs optimisés, nous aborderons leur intégration dans la plateforme d'instrumentation thermique proprement dite.

Différentes configurations (disposition des capteurs) seront proposées pour l'analyse longitudinale, transversale et matricielle de la température au cours de l'écoulement d'un mélange exothermique de deux fluides (réaction acido-basique dans une jonction en Y). Puis, après avoir démontré l'aptitude de nos plateformes pour des mesures individuelles, nous présenterons le système électronique d'instrumentation développé pour procéder à l'acquisition automatique du courant sur les 16 capteurs qu'intègre une plateforme. Les résultats obtenus lors d'un test microfluidique seront présentés et valideront notre démarche d'intégration pour de l'instrumentation thermique de circuit microfluidique.

Quelques autres applications telles qu'un fluxmètre et un capteur de déformation viendront ouvrir de nouvelles perspectives d'utilisation de nos capteurs à diode Zéner.

Enfin, nous concluons en dressant un bilan du travail mené, ses limites et les pistes d'améliorations envisagées, puis nous tenterons de dégager de nouvelles perspectives d'utilisation de ces capteurs génériques



# Chapitre I :

## Etat de l'art de l'instrumentation thermique en microfluidique



Depuis une quinzaine d'années, l'activité autour de l'instrumentation dans les dispositifs microfluidique, car plus on trouve d'application à ces laboratoires sur puces plus il faut en assurer le contrôle des phénomènes physiques mis en jeu. Pour notre cas nous étudierons les phénomènes de variations de température, dans le littérature nous pouvons voir qu'il existe plusieurs forme d'instrumentation allant de la mesure du pH , à la mesure de concentration d'une espèce chimique par exemple.

Si l'on excepte le dosage précis des fluides, il est souvent nécessaire de mesurer la température dans les microsystèmes fluidiques. Des microsystèmes peuvent être utilisés pour la production et l'analyse de composés biologiques ou chimiques. Dans les deux cas, la dépendance en température des réactions chimiques et biologiques rend la mesure de température souhaitable et même nécessaire.

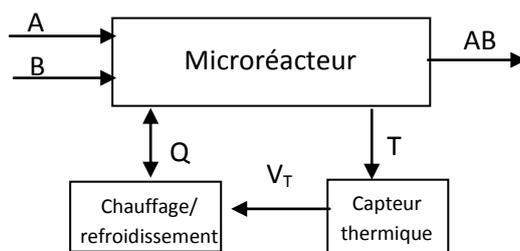
Quand un système microfluidique est utilisé pour l'analyse, il doit mesurer la concentration en espèces biologiques ou chimiques : cette mesure est presque toujours directement ou indirectement dépendante de la température. Le plus souvent, la mesure de concentration repose sur la réaction biologique ou chimique qui se produit à l'intérieur du microsystème. Une telle réaction peut être endothermique (en récupérant la chaleur de l'environnement) ou exothermique (en fournissant de la chaleur à l'environnement), et la vitesse de la réaction est également dépendante de la température. La réaction peut être typiquement décrite par :



Où A et B sont les réactants chimiques, AB le produit de la réaction, k la constante de réaction, et Q la chaleur générée. La réaction [I.1] décrite ici est exothermique, Q étant choisi positif.

Une observation importante est que la constante k est dépendante de la température. Cela signifie que si la température change de quelque façon que ce soit, par une influence extérieure ou par la chaleur de réaction Q elle-même, les résultats mesurés changeront aussi. Si la température n'est pas correcte, la réaction peut se produire trop tard dans le microsystème, et les réactifs peuvent sortir du microsystème, ou bien la réaction peut se produire trop tôt. La concentration des espèces visée n'est pas mesurée précisément.

La mesure de température est la première étape nécessaire pour un contrôle actif de la réaction, et l'utilisation de capteurs de température est recommandée (voir figure I.1). Les microsystèmes chimiques et biochimiques peuvent être utilisés pour la production de composés : le système est alors appelé microréacteur. Une représentation schématique simple est reportée sur la figure I.1.



**Figure I. 1: Représentation schématique d'un microréacteur**

Deux réactants A et B réagissent dans le microréacteur en sortie duquel on récupère le produit AB. Une unité de chauffage/refroidissement récupère la chaleur Q du microréacteur. Un capteur de température mesure la température du réacteur et fournit l'information à cette unité via son signal de sortie  $V_T$ .

Parmi les différents principes de mesure de la température, seuls quelques-uns sont d'intérêt pour les microsystèmes chimiques et biochimiques. On distingue la mesure du changement de la résistance d'un matériau, la mesure d'une tension thermoélectrique, et l'exploitation de la dépendance thermique des paramètres électriques des jonctions p-n. Le choix du capteur pour une application donnée dépend de la sensibilité souhaitée, de la résolution, de la gamme de température, de la bande-passante, du rapport signal sur bruit, du coût, et enfin de la taille du capteur. Un capteur pour des applications chimiques et biochimiques doit être le plus petit possible, ce qui permet d'obtenir de faibles capacités de chaleur et donc une réponse relativement rapide. Il est également souhaitable de pouvoir intégrer la fabrication du capteur dans le procédé de fabrication du microsystème.

Nous allons passer en revue les différents types de capteurs répondant aux principes précédemment cités, et pouvant être utilisés dans les applications chimiques et biochimiques que sont les nôtres.

## I.1 Les capteurs de température de type résistance

Nous distinguerons les détecteurs de température de type résistance, les thermocouples et les capteurs à jonction semi-conductrice. La technologie de type résistance est la plus communément utilisée du fait de sa facilité de fabrication et de l'évolution linéaire de ces résistances avec la température. Différentes approches ont été développées ces dernières années, pour lesquelles la nature du matériau varie (métal, polysilicium,..) ainsi que la nature du support (silicium, membrane diélectrique, verre,..) et la géométrie de la résistance. En particulier, le Platine et le Polysilicium dopé sont les plus utilisés car ils présentent une forte stabilité dans les cycles en température, une bonne conductivité thermique, ce qui assure une uniformité de la température intrinsèque de l'élément chauffant, un coefficient en température constant et relativement élevé qui permet aisément d'obtenir une mesure en température en contrôlant les variations de la résistance [10]. Nous allons dans cette partie donner un aperçu de ces différentes technologies en mettant l'accent sur les potentialités de chacune de ces filières selon les applications visées.

## I.1.1 : Les métaux

Si la résistance électrique d'un matériau varie avec la température, le capteur résultant est appelé thermomètre à résistance (RTD). Dans le cas de métaux la résistance électrique croît avec la température, la relation résistance-température classiquement utilisée est une fonction du premier ordre qui s'exprime comme suit:

$$R_T = R_0 \times [1 + \alpha(T-T_0)] \quad [I. 2]$$

où  $R_T$  est la résistance ( $\Omega$ ) du capteur à la température  $T$  ( $^{\circ}\text{C}$ ),  $R_0$  la résistance à la température de référence  $T_0$  ( $^{\circ}\text{C}$ ) et  $\alpha$  le coefficient de température de la résistance (TCR,  $^{\circ}\text{C}^{-1}$ ).

### I.1.1.1: Le Platine

Les résistances en platine sont depuis quelques années utilisées pour fabriquer des capteurs de température, des microréacteurs ou des capteurs de gaz par exemple. En effet son dépôt est maîtrisé, on utilise généralement les procédés CVD (évaporation ou pulvérisation cathodique) ou encore des dépôts électrolytiques : suivant les méthodes employées, on conditionne les caractéristiques intrinsèques du matériau. Le Platine est connu pour son comportement stable en température (TCR  $\sim 38 \times 10^{-4} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$  pour le Platine pur), ce qui le rend particulièrement intéressant pour la réalisation de résistances chauffantes et pour la mesure de température.

Plusieurs technologies sont mises en œuvre et la littérature foisonne d'exemples [4-23]. Nous allons essayer de dégager ceux qui nous paraissent le mieux illustrer l'évolution technologique.

L'application la plus répandue est l'utilisation de résistances de Platine pour la fabrication de capteurs de gaz et plus précisément de capteurs  $\text{SnO}_2$ . Dès 1995 on trouve les travaux de N.F.de Rooij sur la fabrication d'un réseau de capteurs  $\text{SnO}_2$ , pour la détection de solvants organiques et inorganiques [5]. La résistance en Platine (TCR mesuré de  $9 \times 10^{-4} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ ) est déposée sur une membrane diélectrique ( $\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$ ) de  $0.5 \mu\text{m}$  comme le montre la figure I.2, ce qui permet un fonctionnement à des températures dépassant  $600^{\circ}\text{C}$ . Le Platine présentant une faible adhésion sur les matériaux isolants ( $\text{SiN}_x$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{SiO}_2$ ,...) il est nécessaire de mettre en œuvre une couche d'accrochage avant son dépôt. Dans ce cas particulier, le Tantale (Ta) est choisi car sa diffusion dans le Platine à hautes températures est moindre que pour le Titane (Ti) plus classiquement utilisé néanmoins. La puissance dissipée est de  $50 \text{ mW}$  à  $300^{\circ}\text{C}$ , température que nous prendrons pour référence afin de comparer les performances des différents dispositifs.

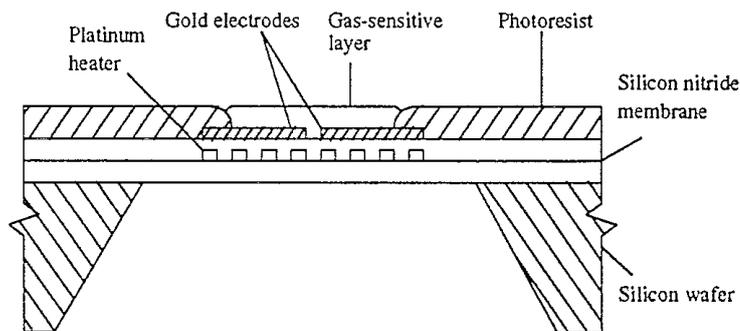


Figure I. 2: Vue en coupe schématique d'un capteur sur membrane [5]

Le même type de capteur est développé dans la référence [6] pour la détection de  $\text{NO}_2$  à l'aide d'une couche sensible en  $\text{MoO}_3$  déposée sur une membrane en  $\text{Si}_3\text{N}_4$  de  $0.2\mu\text{m}$ . L'élément chauffant et le capteur sont en Pt avec une couche d'accroche en TiN : la résistance en Pt a une forme en double spirale et montre un gradient de température radiale de  $0.2^\circ\text{C}/\mu\text{m}$ . La puissance dissipée à  $300^\circ\text{C}$  est de  $67\text{mW}$ . Ce capteur présente un temps de réponse de  $35\text{ms}$  pour passer de  $200^\circ\text{C}$  à  $500^\circ\text{C}$ .

Certaines technologies plus récentes utilisent une membrane suspendue maintenue par des bras en diélectrique afin de réduire la consommation de puissance [7, 8,10-14]. Nous pouvons noter les travaux de Y.Mo [8] qui décrivent un capteur de gaz avec un élément chauffant en Ti/Pt ( $1200\text{A}^\circ$ ) sur membrane suspendue  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiO}_2$  de  $80 \times 80\mu\text{m}^2$  (figure I.3). Les caractéristiques de ce capteur sont une faible tension de commande et une faible consommation à savoir une température de  $300^\circ\text{C}$  atteinte pour une tension de commande de  $1.4\text{V}$ , ce qui correspond à une puissance consommée de  $6\text{mW}$ . Cet article est également intéressant car il présente l'optimisation du circuit de commande CMOS à faible puissance et faible tension. On peut trouver des performances similaires dans les travaux de I. Elmi [12] pour des capteurs de gaz métal-oxyde (MOX) et ce pour une membrane suspendue circulaire ( $8.9\text{mW}$  à  $400^\circ\text{C}$  pour une constante de temps thermique de  $1.5\text{ms}$ ).

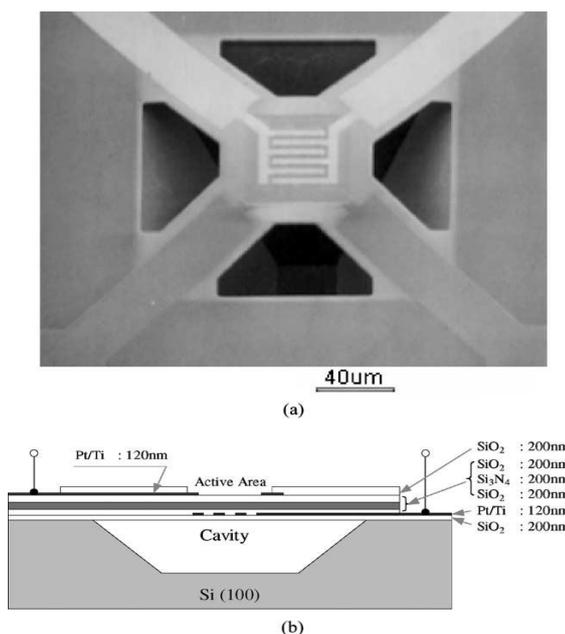


Figure I. 3: Vue d'une micro plaque chauffante suspendue [8]

Dans les travaux de Guo [14] la membrane suspendue n'est plus libérée par attaque chimique du substrat silicium, elle est déposée sur une couche sacrificielle en polysilicium. Elle est constituée par un multicouche oxyde basse température (LTO) / nitrure faiblement contraint / LTO (voir figure I.4). Les performances sont une consommation de 23mW à 300°C pour une membrane de 190x190 $\mu\text{m}^2$ .

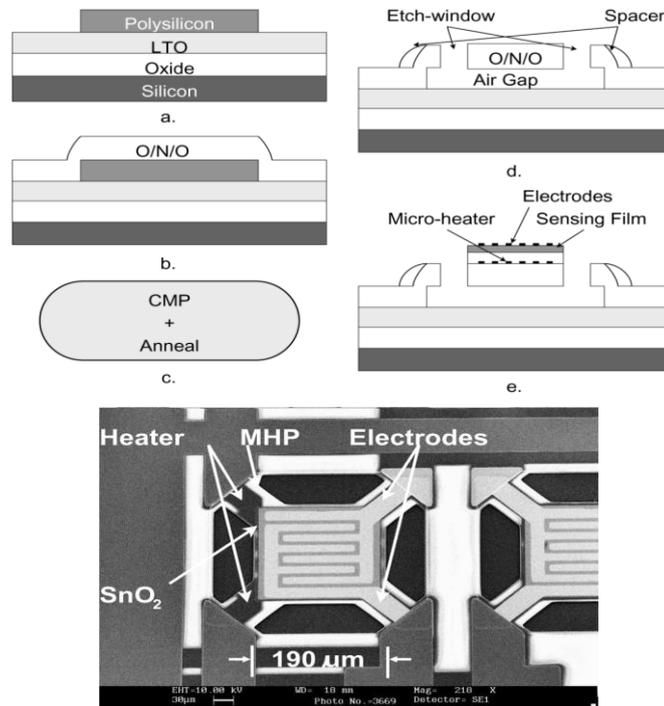


Figure I. 4: Réseau de microplaques chauffantes suspendues [14]

D'autres matériaux, autres que le silicium, peuvent être utilisés pour la fabrication de microplaques chauffantes à base de résistances Platine pour capteurs SnO<sub>2</sub>. D. Briand [16] propose une plaque chauffante sur membrane Polyimide déposée soit sur du silicium soit sur du Polyimide (figure I.5): ces dernières sont plus robustes et plus adaptées à l'intégration de films métal-oxyde. Pour une membrane Polyimide sur silicium de 1.5mm de large et 9 $\mu\text{m}$  d'épaisseur, la puissance consommée est de 66mW à 325°C.

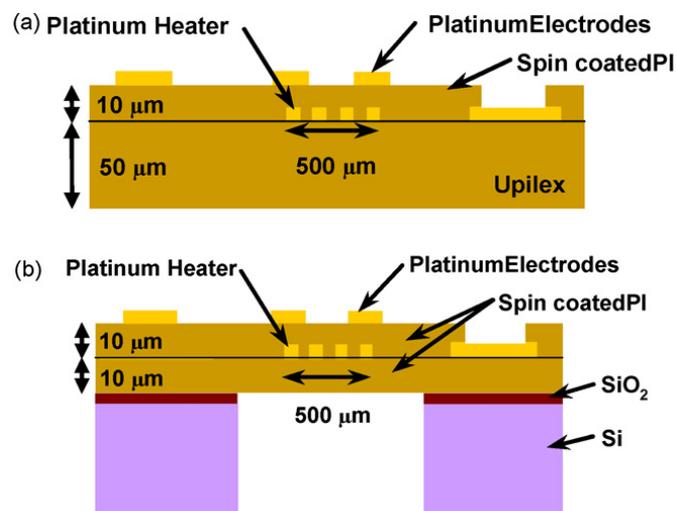
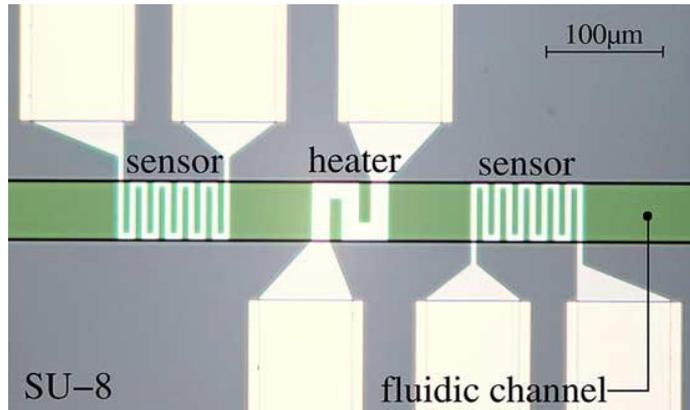


Figure I. 5: Capteurs de gaz sur feuille polyimide et sur silicium [16]

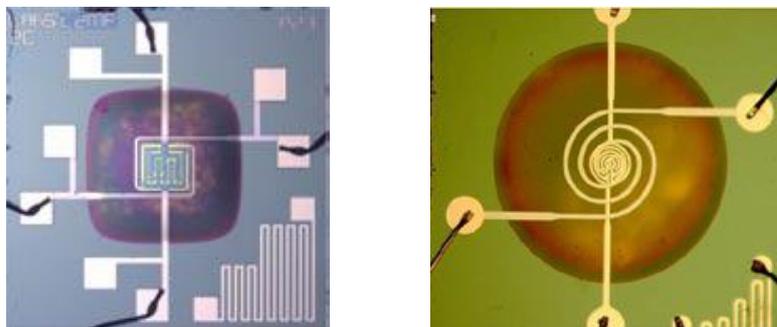
Dans l'application de capteur de flux L. Schöler [18] montre des résistances de Platine fabriquées sur des substrats de verre et intégrées dans un canal en résine époxy Su8 (figure I.6).



**Figure I. 6: Photo de capteurs de flux Platine intégrés dans un canal [18]**

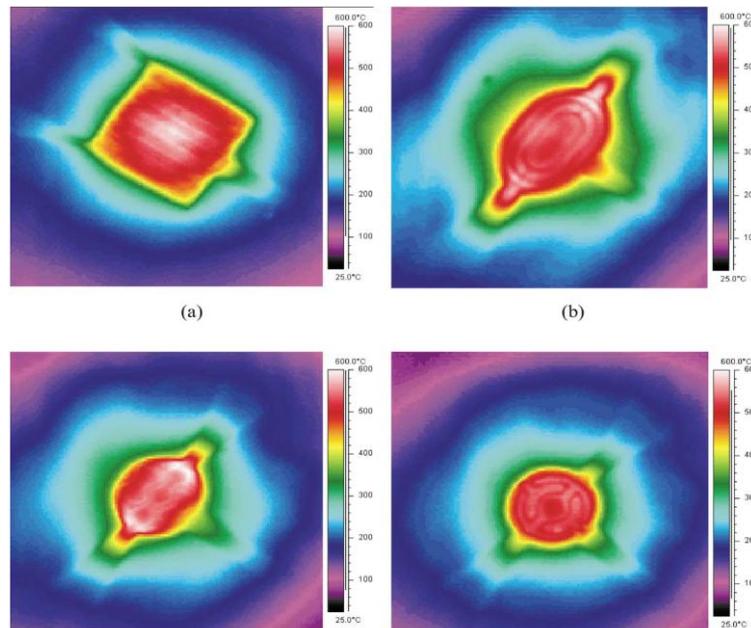
Comme nous l'avons précisé au début de cette partie, les performances des capteurs de température en Platine dépendent également de la nature de l'alliage et de la géométrie de la résistance. J.Courbat [17] étudie différents métaux que sont le PtTa, PtTaSi et IrPtTa ainsi que l'influence de la couche de Tantal (Ta) sur les performances en fiabilité à haute température. Comparé à une couche d'adhérence en Ti, le Tantal est compatible avec le dépôt de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  par LPCVD, ce qui procure des plaques chauffantes ayant des membranes plus robustes, et sa diffusion est moindre dans le Platine. Ce même métal Ta/Pt est utilisé par R.M. Tiggelar [73] pour la fabrication de microréacteurs chimiques pour l'oxydation partielle catalytique de réactions en phase gazeuse à hautes températures.

Pour ce qui est de l'influence de la géométrie, on peut noter, par exemple, les travaux de P.Menini [75] sur l'influence de la forme de la membrane diélectrique et de la résistance chauffante. Le passage d'une membrane  $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$  carrée de  $2\mu\text{m}$  d'épaisseur à une membrane circulaire de  $1.4\mu\text{m}$  d'épaisseur, ainsi que d'une résistance Ti/Pt de forme serpentin à une forme circulaire (figure I.7) permet une diminution de 30% de la puissance consommée ( $53\text{mW}$  à  $300^\circ\text{C}$  contre  $37\text{mW}$  à  $300^\circ\text{C}$  respectivement). L'amélioration concerne également la tenue mécanique de la membrane, l'homogénéité en température et la stabilité à long terme à hautes températures. La micro plaque chauffante développée atteint les  $600^\circ\text{C}$  avec une puissance consommée de  $70\text{mW}$  seulement.



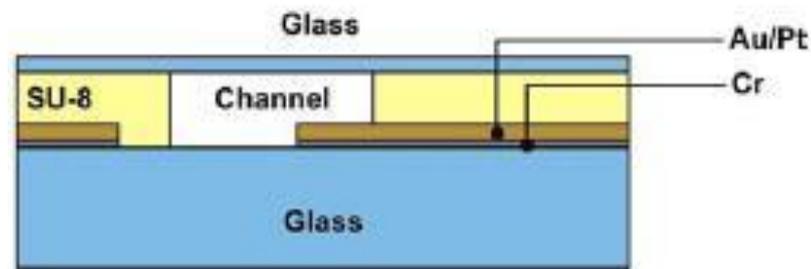
**Figure I. 7: Comparaison entre une géométrie de membrane et de résistance chauffante carrée et circulaire [75]**

Des travaux équivalents ont été menés par S.M.Lee [9] sur différentes formes de résistance: le serpentin classique (figure 8.a), la très faible résistance (figure I.8.b), le nid d'abeille (figure 8.c) et le volant de voiture (figure 8.d), pour une membrane carrée de 2x2mm<sup>2</sup>. Les mesures faites à la camera Infra Rouge montrent que la forme en volant de voiture réduit la formation de points chauds et uniformise la répartition en température (figure I.8.d). Dans ce dernier cas la puissance consommée est de 50mW à 500°C.

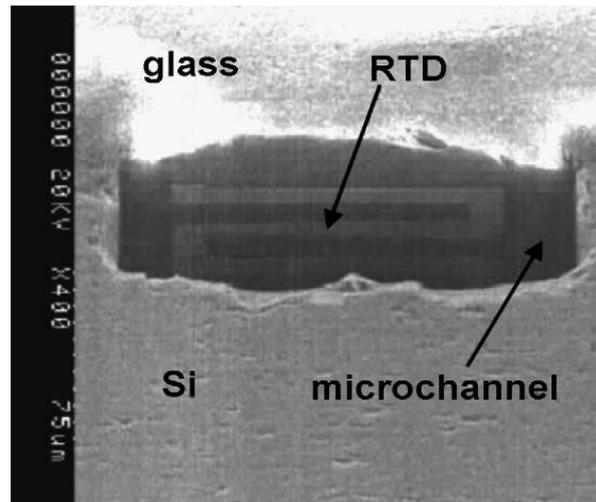


**Figure I. 8: Différentes géométries de résistance chauffante en platine et leur influence sur la répartition en température [9]**

Dans les applications microfluidiques pour la biologie et la chimie fortement développées ces dernières années, les résistances de Platine sur verre sont largement utilisées comme éléments chauffants et capteurs de température : c'est la nature du canal microfluidique dans lequel elles sont intégrées et la technologie associée qui varient d'une publication à l'autre. Dans la référence [18] le canal est en résine époxy Su8 directement déposée sur le substrat de verre et définie par photolithographie (figure I.9). Le microcanal peut également être usiné dans le silicium par gravure sèche [20], la résistance Platine est déposée sur du verre et une soudure anodique permet l'assemblage des deux parties (figure I.10).



**Figure I. 9: Vue du capteur AuPt sur verre intégré dans un canal SU8 [18]**



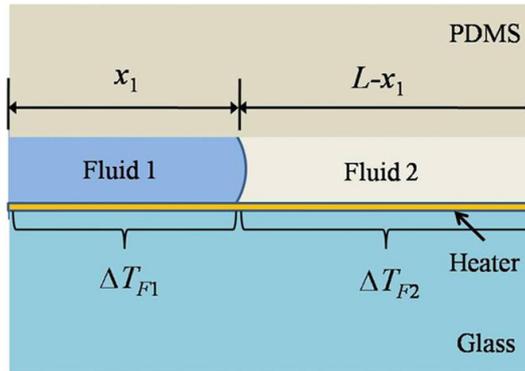
**Figure I. 10: Vue MEB d'une résistance Platine intégrée dans un canal silicium [20]**

Comme nous avons pu le voir, les résistances en Platine, le plus souvent apparaissant sous la forme de peignes interdigités, sont largement utilisées dans des applications de capteurs de gaz métal-oxyde où il est nécessaire de fonctionner à très hautes températures. Quand il s'agit d'applications microfluidiques pour la biologie (lab-on-chip) ou de capteurs de flux par exemple, où les températures de fonctionnement restent relativement basses (inférieures à 100°C) il n'est pas nécessaire d'utiliser du Platine, qui reste un matériau coûteux. D'autres métaux peuvent alors être choisis pour leur bas coût et leur simplicité de mise en œuvre.

#### **I.1.1.2: Autres métaux**

Nous allons donner dans cette partie quelques exemples de dispositifs utilisant des métaux autres que le Platine pour la réalisation de résistances chauffantes ou de capteurs de température.

En microfluidique il est important de connaître la vitesse des écoulements liquides (ou gazeux) ainsi que la position de l'interface liquide-gaz en mouvement dans un canal. . Quand un liquide s'écoule dans un microcanal, la différence de température mesurée par deux capteurs positionnés de part et d'autre de l'élément chauffant peut être utilisée pour donner la vitesse du flux. Un exemple est donné dans les références [28,30], où le capteur de température est une résistance en Nickel (Ni). Ce métal présente des propriétés physiques stables et possède un coefficient de température de  $6.8 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ , plus élevé que le Platine. Les débits mesurés varient entre 10 et 700  $\mu\text{l}/\text{min}$ . S.R.Choi et K.S.Ryu [25,27] proposent un capteur constitué d'un simple film mince en AuCr déposé sur verre et intégré dans un canal en PDMS (figure I.11) : ce type de capteur peut mesurer des vitesses de 6.5mm/s.



**Figure I. 11: Capteur thermique en film mince pour mesurer l'interface de phase [25]**

Le PDMS est un polymère très largement utilisé en microfluidique car il permet un prototypage rapide, il est transparent et biocompatible. Cependant les métaux n'adhèrent pas correctement sur ce polymère à cause de sa faible tension de surface. C'est pourquoi J. Wu propose la fabrication de microfils conducteurs dans du PDMS en utilisant le moulage et l'injection de peinture à l'Argent dans le canal [31]. Les dimensions des fils (figure I.12) déposés dans les canaux sont  $60\mu\text{m} \times 50\mu\text{m}$  pour le capteur et  $400\mu\text{m} \times 50\mu\text{m}$  pour l'élément chauffant qui présente une vitesse de chauffe de  $20^\circ\text{C}/\text{s}$ . La résistance du capteur montre une bonne linéarité de  $40^\circ\text{C}$  à  $105^\circ\text{C}$ .

J.F. Creemer a proposé récemment l'utilisation du nitrure de Titane (TiN) sur membrane SiN (figure 13) comme matériau pour élément chauffant pour des micro plaques chauffantes et des microréacteurs [71]. Le TiN est disponible dans beaucoup de procédés CMOS, contrairement à beaucoup d'autres matériaux. Il possède un point de fusion élevé ( $2950^\circ\text{C}$ ) et il est donc stable à des températures plus élevées que le Platine et le Polysilicium. Deux types de TiN déposés par pulvérisation cathodique sont étudiés : fortement contraint et faiblement contraint. Les performances sont dans cet article comparées à celles du Platine déposé par évaporation au canon à électrons. La température moyenne maximale des éléments chauffants en TiN est 11% supérieure à celle obtenue pour le Pt, et atteint  $700^\circ\text{C}$ . La cassure des résistances TiN est due à la rupture de la membrane diélectrique. Dans le cas du Pt, elle est due à une migration due au stress électrique. Pour du TiN fortement contraint, le coefficient de température de la résistance est à peu près constant ( $1.4 \times 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ) et proche de celui du Pt, rendant ce matériau très adapté à la mesure de température.

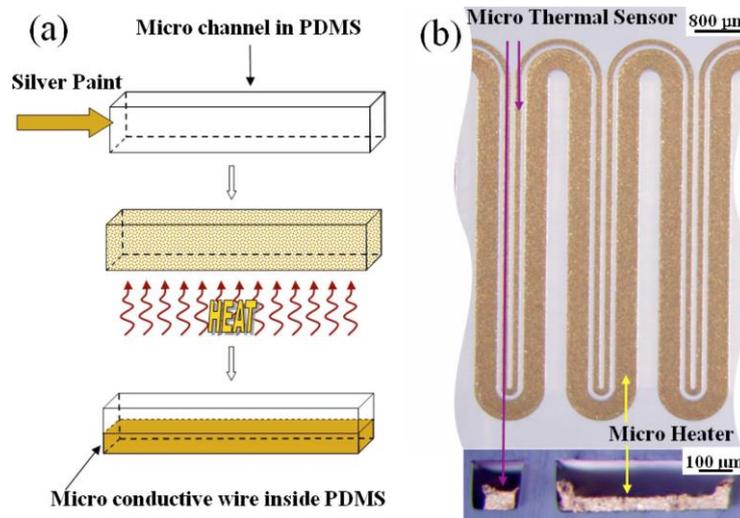


Figure I. 12: Vue du procédé de réalisation de fils conducteurs par injection dans un canal PDMS [31]

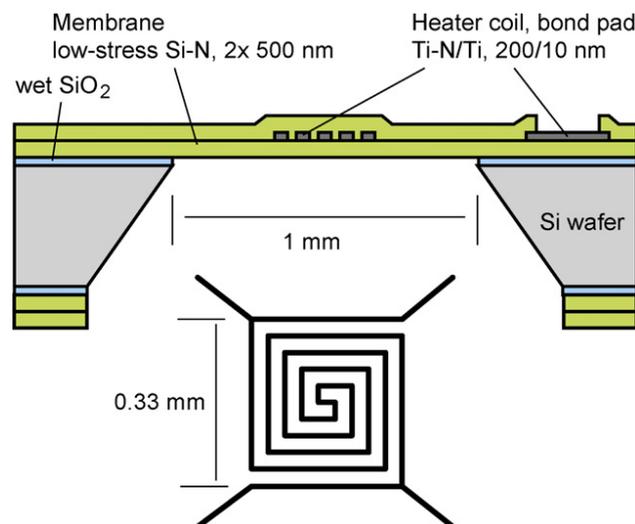


Figure I. 13: Vue en coupe de la plaque chauffante et du heater en TiN [71]

S.Z.Ali [74] a proposé dernièrement des microplaques chauffantes Tungstène (W), fabriquées à partir d'un procédé commercial CMOS sur substrat SOI (Silicon on Insulator). Le Tungstène est utilisé comme métallisation dans certains process SOI afin d'augmenter la température de jonction des CMOS, il a une bonne résistance mécanique et il peut fonctionner de façon fiable à haute température. L'utilisation de la technologie SOI permet une grande flexibilité dans la conception des microplaques chauffantes et permet au circuit d'interface du capteur de fonctionner à plus haute température (jusqu'à 250°C). Deux types de microplaques chauffantes circulaires ont été testées : diamètre de 75μm de rayon pour une membrane de rayon 280μm, et un diamètre de 12μm pour une membrane de rayon 150μm. Afin d'améliorer la répartition en température, deux dissipateurs l'un en silicium l'autre en tungstène sont enterrés dans l'oxyde (figure I.14) Ces composants présentent une faible consommation en puissance à haute température (12mW à 600°C pour le plus petit élément chauffant) et un transitoire très rapide

(2ms pour atteindre 600°C). L'avantage de cette technologie réside également dans la possible intégration de la circuiterie au plus près des dispositifs (cf figure I.14).

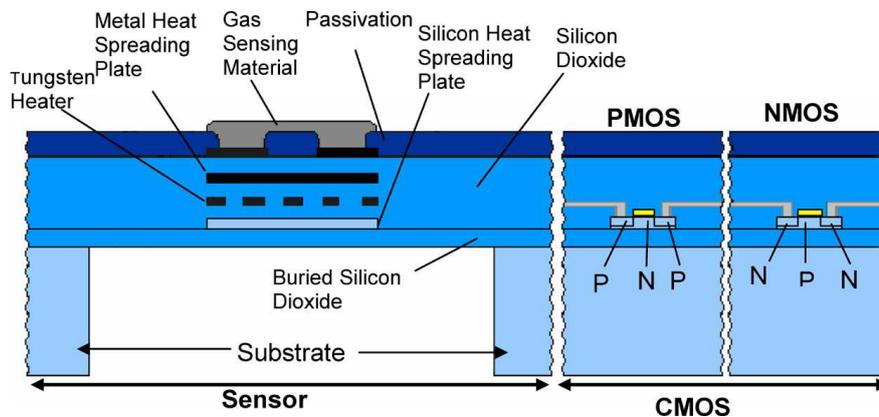


Figure I. 14: Capteur de gaz en technologie SOI et heater en Tungstène [74]

### I.1.2 : Le polysilicium

Le polysilicium est un matériau fortement flexible pour les applications microsystemes. Développé pour les interconnexions électriques, grilles de transistors, capacités, il est, depuis les années 80, très largement utilisé pour les structures micromécaniques dans les applications capteurs et actionneurs. En microusinage, il est également adapté pour les couches mécanique et sacrificielle [44]. Le Polysilicium a l'avantage de pouvoir être compatible avec les process IC conventionnels, ce qui permet l'intégration des capteurs avec les circuits électroniques de commande et de traitement du signal.

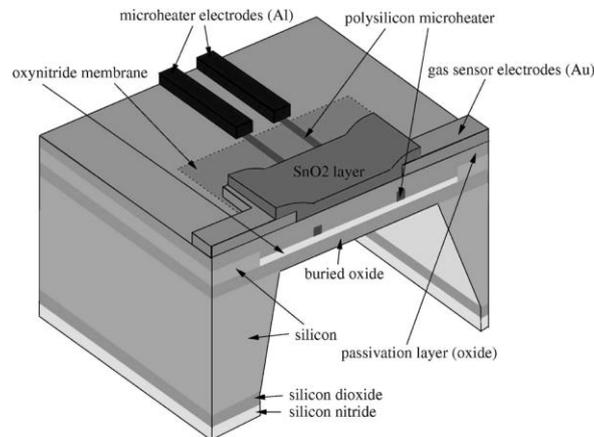
Les propriétés électriques du Polysilicium ont été largement décrites [45-51]. Nous allons nous limiter dans cette partie à l'utilisation de ce matériau comme résistance électrique et nous présentons quelques exemples d'application.

Comme pour les résistances en Platine, la littérature rapporte de nombreux travaux sur les capteurs de gaz, et sur les microplaques chauffantes sur membrane utilisant des éléments chauffants en Polysilicium [44-67]. Les performances de ces dispositifs se sont améliorées au fil des ans grâce à l'évolution technologique.

L'application la plus développée de résistances polysilicium est celle des capteurs de gaz SnO<sub>2</sub>. Les performances de deux éléments chauffants en Ti/Pt et Polysilicium sont comparées pour un capteur de gaz SnO<sub>2</sub> [53] : les puissances consommées sont comparables, 60mW et 70mW respectivement à 250°C. Des travaux du LAAS en 1998 (Astié, [54]) montrent un capteur SnO<sub>2</sub> sur membrane Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> de 1.8 x 1.8mm<sup>2</sup>, avec un élément chauffant en forme de « S » et en polysilicium de 0.4µm d'épaisseur: la puissance consommée est dans ce cas de 166mW à 400°C.

J. Laconte [57] présente l'intégration de capteurs SnO<sub>2</sub> et WO<sub>3</sub> en technologie SOI-CMOS. La technologie SOI (Silicon On Insulator [réf]) est adaptée aux faibles puissances ainsi qu'aux

performances à hautes températures. Elle permet la fabrication conjointe de la membrane et de l'électronique de proximité. Le schéma du capteur est reporté sur la figure I.15 : la couche d'oxyde enterré est de  $0.4\mu\text{m}$  et la couche de silicium est de  $0,1\mu\text{m}$ . Les performances annoncées sont une puissance consommée de  $20\text{mW}$  à  $400^\circ\text{C}$ .



**Figure I. 15: Capteur de gaz intégré dans la technologie SOI-CMOS [57]**

Une des applications du polysilicium en tant qu'élément chauffant et résistance thermique concerne la microinitiation thermique à base de propergol solide pour la micropropulsion [60, 63, 68]. Bien que le polysilicium montre une dérive dans le temps de sa résistance électrique à des températures relativement élevées, il reste un matériau adapté à la micropropulsion de par le faible temps requis pour initier les propergols solides, de quelques à quelques centaines de millisecondes. D. Briand [60] propose une technologie qui permet de s'affranchir de la fragilité des membranes diélectriques classiquement utilisées tout en maintenant une faible puissance consommée. Le polysilicium est déposé non pas sur la membrane, mais sur une couche sacrificielle de  $\text{SiO}_2$  : après attaque HF à 50% de cet oxyde, les résistances polysilicium sont libérées (figure I.16). La résistance électrique d'une poutre suspendue ainsi obtenue est de  $2.8\text{k}\Omega$ . Des températures de  $470^\circ\text{C}$  sont atteintes pour une puissance consommée de  $45\text{mW}$  par poutre.

Les travaux de S. Wu [65] montrent l'intérêt d'utiliser la technologie polysilicium pour la réduction des dimensions et l'intégration des dispositifs. L'application est celle des capteurs de flux pour de la nano-fluidique. L'élément chauffant est un film mince de polysilicium dopé Bore enterré dans du nitrure de silicium qui constitue la paroi du microcanal (figure I.17). Ce dernier est obtenu par attaque sélective à l'acide fluoridrique (HF) d'une couche de  $2\mu\text{m}$  de PSG (polysilicon glass) déposée par LPCVD. L'isolation thermique du capteur est améliorée par la gravure chimique du substrat silicium sous le canal créant une cavité de  $80\mu\text{m}$  de profondeur. Le dopage Bore du polysilicium influe sur le coefficient en température de la résistance : le TCR passe de  $-0.17\%/^\circ\text{C}$  pour un dopage de  $2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$  à  $-0.56\%/^\circ\text{C}$  pour un dopage de  $2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ , ce qui permet d'augmenter la sensibilité au flux. Il est montré que plus le flux augmente (de  $50\text{nL}/\text{min}$  à  $150\text{nL}/\text{min}$ ) plus la variation de température est importante ( $-2^\circ\text{C}$  à  $-6^\circ\text{C}$  respectivement). Pour une puissance donnée de  $140\mu\text{W}$ , le meilleur rapport température/débit ( $0.026^\circ\text{C}/\text{nL}/\text{min}$ ) est obtenu pour la structure suspendue isolée du substrat.

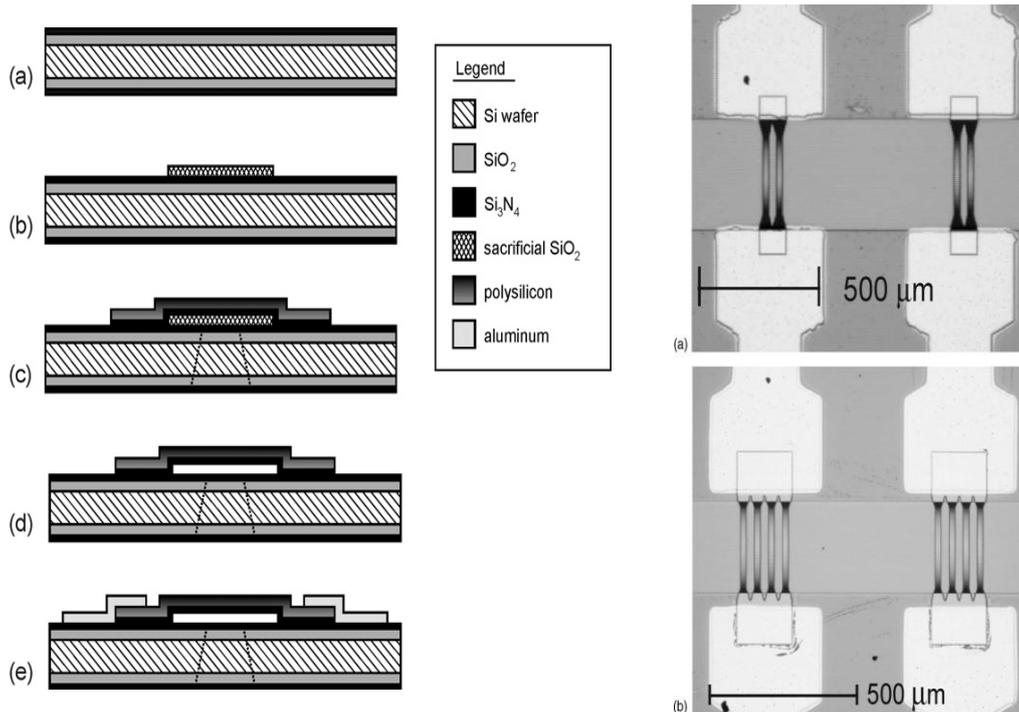


Figure I. 16: *Vue en coupe du procédé de fabrication des micro-initiateurs en polysilicium et photo des micropoutres obtenues [60]*

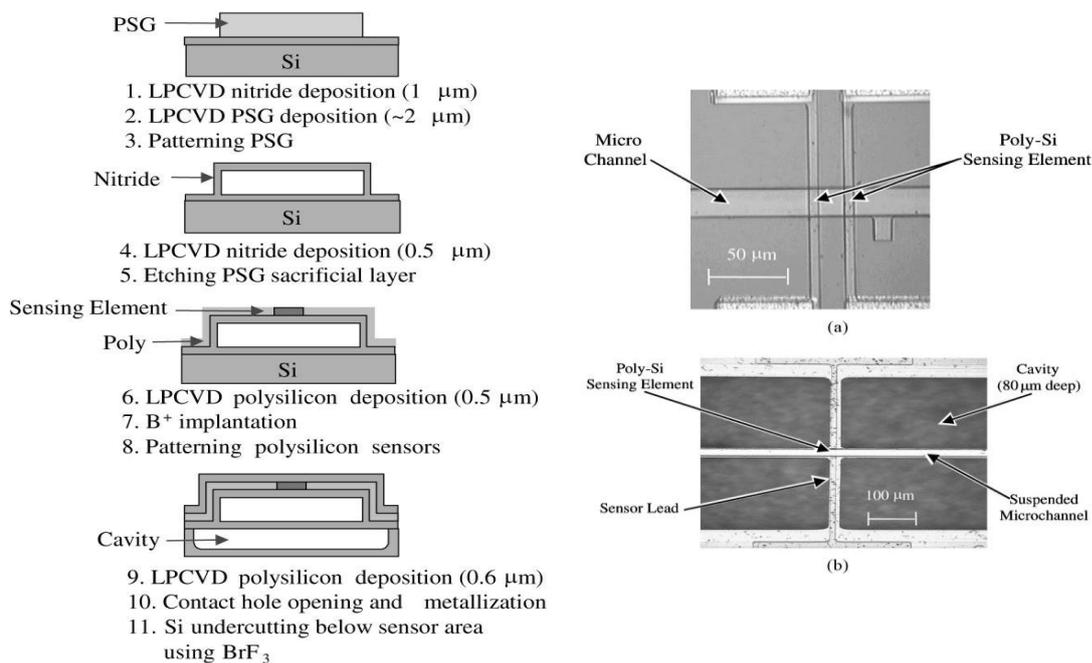
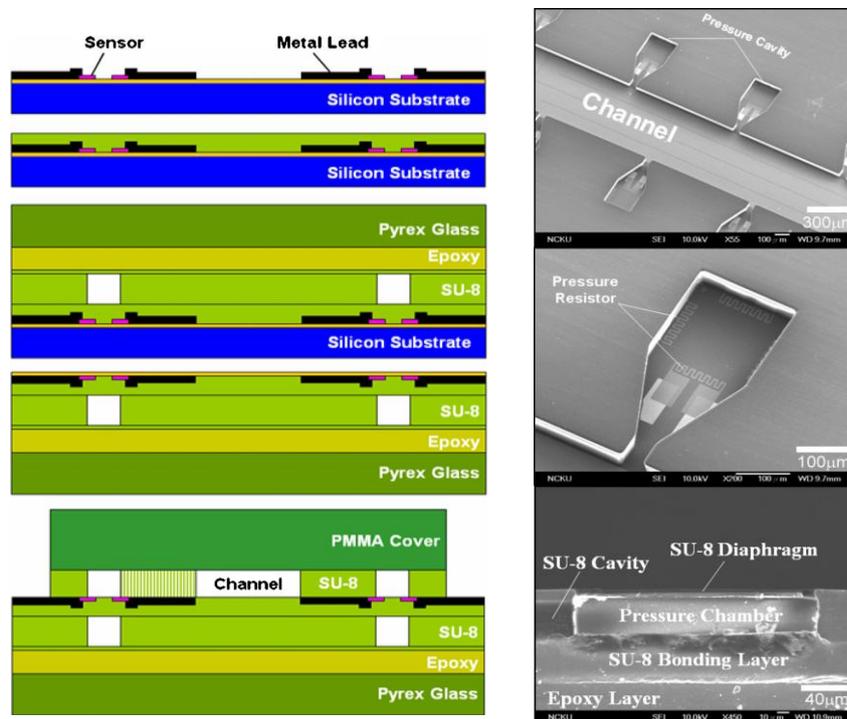


Figure I. 17: *Process de fabrication des capteurs de flux avec microcanal suspendu [65]*

L'exemple suivant montre que les technologies silicium et polymères se combinent afin d'intégrer la partie microfluidique sur la partie sensible. Pour une application en capteur de flux et afin de mesurer la pression des fluides circulant dans un canal, H.S.Ko [69] utilise la résine epoxy SU8 afin de réaliser le microcanal (500μm de large x4000μm de long, la hauteur étant dépendante de l'épaisseur de la couche SU8, entre 25 et 50μm) et la membrane qui supporte les résistances en polysilicium, réalisées au préalable sur du silicium avant d'être reportées sur un substrat de verre

(figure I.18). Les résistances polysilicium servent d'éléments chauffants et de capteurs de pression. La faible conductivité thermique de la résine SU8 ( $0.2 \text{ W.mK}^{-1}$ ) permet une bonne isolation thermique, et la faible contrainte résiduelle en tension permet la réalisation de diaphragmes.



**Figure I. 18: Description du process de fabrication et vue au MEB du canal SU8 intégré avec le réseau de capteurs de pression [69]**

## I.2 Les thermocouples

Le principe de la mesure par thermocouple est le suivant : deux métaux a et b, de nature différente, sont reliés par deux jonctions (formant ainsi un thermocouple) aux températures  $T_1$  et  $T_2$  (figure I.19). Par effet Seebeck, le thermocouple génère une différence de potentiel qui dépend de la différence de température entre les jonctions,  $T_1-T_2$ . Pour mesurer une température inconnue, l'une des deux jonctions doit être maintenue à une température connue, par exemple celle de la glace fondante ( $0^\circ\text{C}$ ). Il est également possible que cette température de référence soit mesurée par un capteur (température ambiante, par exemple). La mesure de température est donc une mesure indirecte, puisque les thermocouples mesurent en fait une différence de potentiel électrique. Il est donc nécessaire de connaître la réponse du thermocouple utilisé en fonction de la température pour pouvoir relier la différence de potentiel électrique à la différence de température.

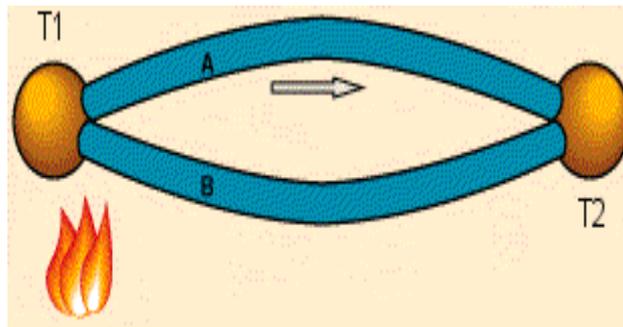


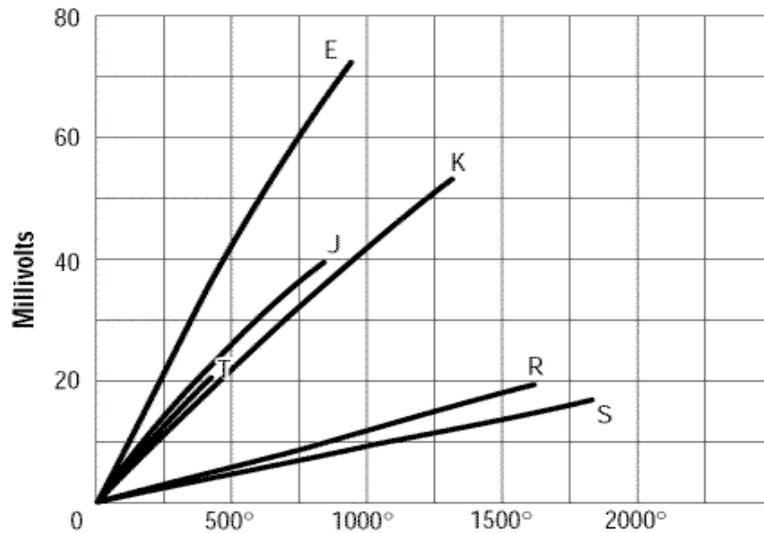
Figure I. 19: Principe de l'effet Seebeck et du thermocouple [79]

Ce phénomène a été découvert par Thomas Seebeck en 1823. Il permet de définir un coefficient pour chaque thermocouple et ainsi assurer la conversion de la mesure de tension en mesure de différence de température. Ce coefficient, exprimé en volt par Kelvin ( $V \cdot K^{-1}$ ) est défini par la relation I.1. On peut ainsi, si l'on connaît le coefficient Seebeck des deux matériaux, remonter à la température du milieu.

$$S_{ab} = \frac{DV}{DT} \quad [I. 3]$$

Type	Métal A	Métal B	Limites théoriques	Coefficient de Seebeck ( $\mu V/K$ )
B	Platine (30%) Rhodium	Platine (6%) Rhodium	0 à 1820 °C	5.96
E	Nickel (10%) chrome	Constantan (Nickel+Cuivre)	-270 à 1000 °C	58.67
J	Fer	Constantan (Nickel+Cuivre)	-210 à 1200°C	50.38
K	Chromel	Alumel	-270 à 1372 °C	39.45
R	Platinum(13%) Rhodium	Platine	-50 à 1768 °C	11.36
S	Platine(10%) Rhodium	Platine	-50 à 1768 °C	10.21

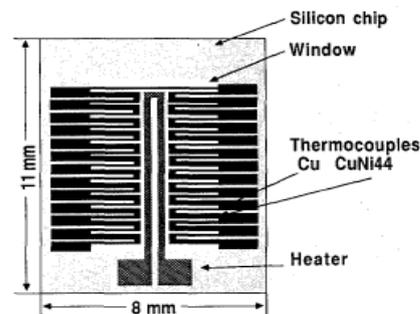
Tableau I. 1: Différents types de thermocouples commercialisés [78]



**Figure I. 20 : Conversion tension température pour les différents thermocouples [79]**

De nouveaux types de thermocouples ont vu le jour avec l'évolution technologique permettant l'intégration de ce type de capteur dans les dispositifs.

M. Klonz [3] présente dès 1989 un thermocouple fabriqué sur membrane SiO<sub>2</sub> (figure I.21). La technologie film mince permet l'intégration du thermocouple Cu/CuNi44 (résistance 5k $\Omega$ ) et d'un élément chauffant en CuNi44 (résistance 600 $\Omega$ ). Dans l'air, les tensions mesurées varient entre 20 et 450mV. Pour une tension de sortie de 100mV, il est mesuré une puissance d'entrée de 36mW.



**Figure I. 21: Topologie de surface des thermocouples Cu/CuNi44 sur membrane [3]**

Dans le but de mesurer des débits d'Azote dans un canal en PDMS [29], la mesure en température se fait grâce à des thermocouples obtenus par dépôt de film métallique mince de Chromel / Alumel (0.5 $\mu$ m/0.5 $\mu$ m) sur du quartz. La jonction est de 150 $\mu$ m x 150 $\mu$ m. L'élément chauffant est une résistance en NiCr (0.5 $\mu$ m) (figure I.22). La mesure est équivalente à celle d'un thermocouple de type K. L'article montre que la sensibilité du capteur de flux microthermique dépend de la puissance d'entrée (de 0.7W à 0.9W) et de la position des capteurs. Pour exemple, des différences de température de 18°C sont mesurées pour une puissance d'entrée de 0.9W et un débit de masse de 100scm.

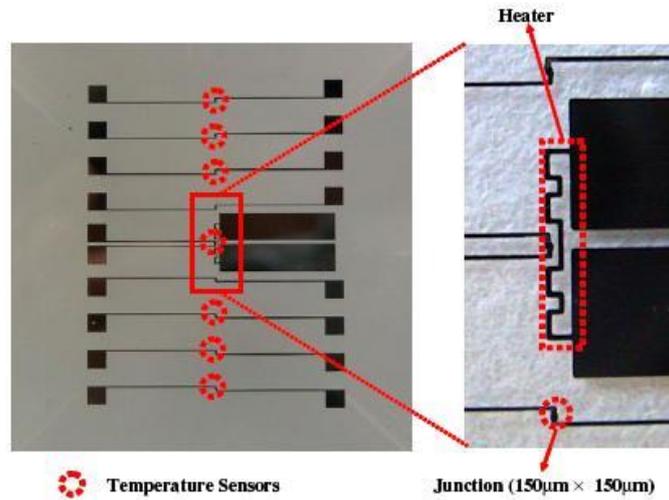


Figure I. 22: Vue de thermocouples Chromel/Alumel sur quartz [29]

### I.3 Les capteurs à jonction semi-conductrice

Dans les exemples précédents, le silicium sert de support à la réalisation des micro-éléments chauffants et des capteurs de température. Les résistances chauffantes décrites sont soit de type métal, soit réalisées dans un film de polysilicium dopé. Les propriétés électriques du silicium monocristallin sont alors mises à profit pour la réalisation de l'électronique associée aux capteurs. Il est cependant également intéressant d'utiliser ces propriétés pour la fabrication des éléments sensibles [32-43].

Dès 1989, Van Herwaarden [38] montre les potentialités du silicium pour la réalisation de thermopiles et de capteurs thermiques, à partir de l'effet Seebeck. Les applications sont nombreuses : capteurs de flux, jauges à vide, microcalorimètres,... La structure typique d'une thermopile est celle reportée sur la figure I.23 : des bandes de silicium de type P intégrées dans une couche épitaxiée ou un caisson de type N, et interconnectées par des pistes Aluminium.

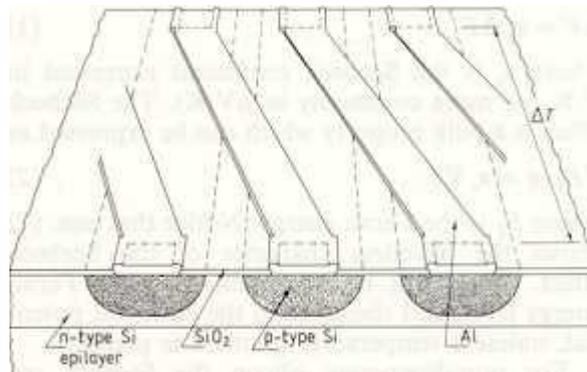


Figure I. 23: Vue schématique d'une thermopile p<sup>+</sup>-Si / Aluminium sur silicium [38]

Les travaux de D. Randjelovic montrent la réalisation de thermopiles basées sur le schéma précédent pour des applications de mesure de débits de gaz et de détection de vide [37]. La puce comprend deux thermopiles indépendantes avec 30 thermocouples  $p^+Si/Al$  placés symétriquement de l'élément chauffant central ( $p^+Si$  ou  $Al$ ) comme le montre la figure I.24 (les zones  $p^+Si$  sont obtenues par diffusion). Là encore la gravure de substrat face arrière assure l'isolation thermique. La puissance limite générée est de 50mW pour l'élément chauffant en Aluminium (de résistance  $5\Omega$ ) et 150mW pour le  $p^+Si$  (de résistance  $5.8k\Omega$ ). Les coefficients en température des résistances (TCR) mesurés sont  $1.10^{-3}^{\circ}C^{-1}$  pour le  $p^+Si$  et  $2.8 \times 10^{-3}^{\circ}C^{-1}$  pour l'Al. Pour les membranes Si les plus fines ( $3\mu m$ ), la sensibilité mesurée varie entre 2 et  $5mV/W.^{\circ}C$  pour le  $p^+Si$ .

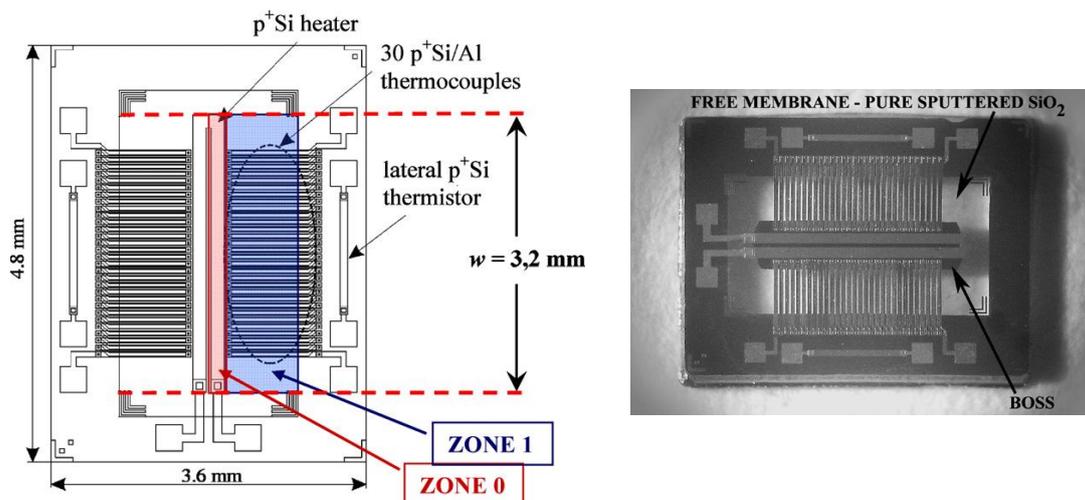
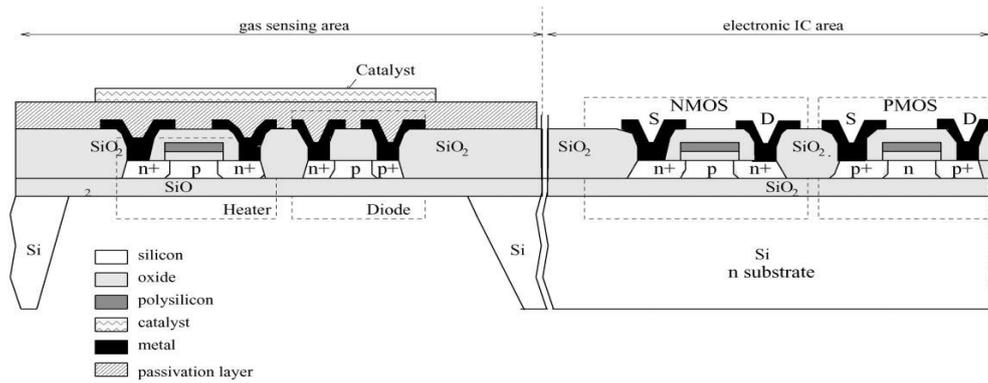


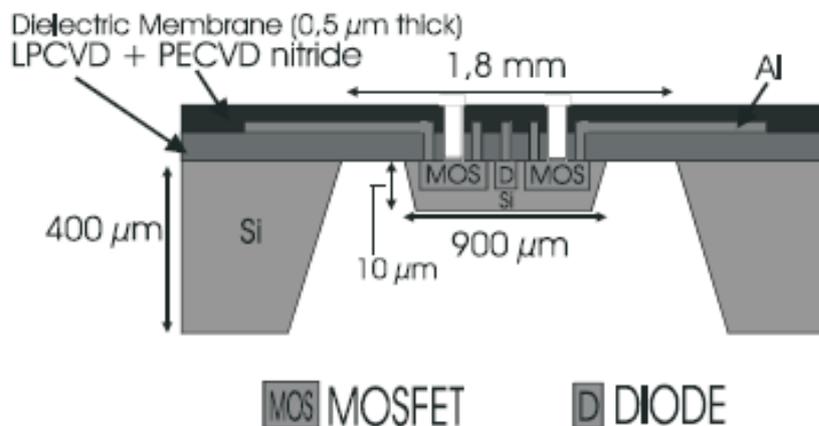
Figure I. 24: Schéma et réalisation de thermopiles à partir de thermocouples  $p^+Si/Al$  [37]

La technologie silicium n'a cessé de progresser et l'intégration de ce type de capteurs d'évoluer. Nous allons donner ici quelques exemples récents. Les travaux de F.Udrea [32] présentent une nouvelle technologie de capteurs de gaz à l'état solide intégrés, enterrés dans des microplaques chauffantes en SOI. L'élément chauffant est dans ce cas un transistor MOSFET soit à canal  $p$  soit à canal  $n$ . La figure I.25 montre une vue en coupe schématique d'un micro-calorimètre basé sur une fine couche SOI ( $<0.4\mu m$ ) : une diode  $p-n$  polarisée en direct agit en capteur de température et est placée au centre le l'élément chauffant MOSFET. Les capteurs sont donc totalement compatibles CMOS ou BiCMOS, ils offrent une faible consommation, inférieure à 100mW, une forte sensibilité, un bas coût, un faible bruit et sont fiables de par l'intégration sur puce. Les températures de fonctionnement atteignent  $300-350^{\circ}C$ , avec une distribution uniforme sur la partie sensible.



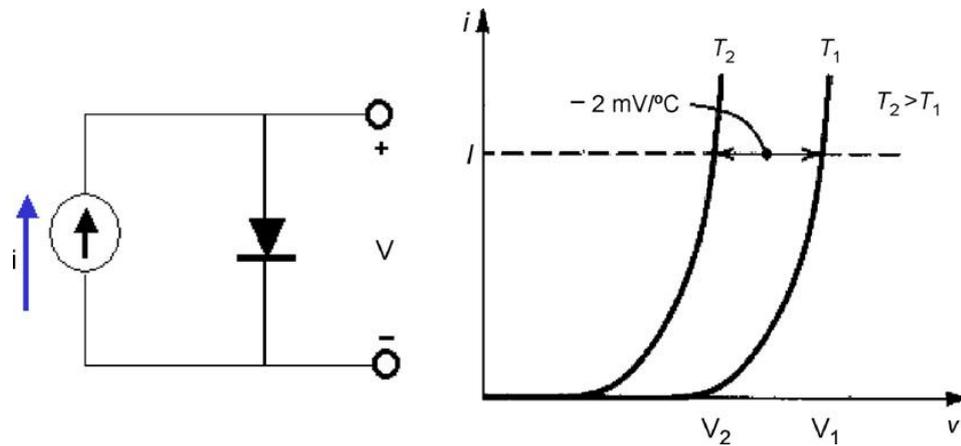
**Figure I. 25: Vue en coupe schématique d'un microcalorimètre CMOS SOI intégrant des MOSFET pour éléments chauffants et pour l'électronique de contrôle [32]**

D. Briand [34] introduit un îlot en silicium sous la membrane de la microplaque chauffante de capteurs de gaz MOSFET, afin d'améliorer la répartition en température (figure I.26). L'élément chauffant est soit en Aluminium soit en silicium dopé et entoure les MOSFET, le capteur de température est une diode. La température de fonctionnement des MOSFET est limitée à 225°C, à cause de l'apparition de courants de fuite à hautes températures.



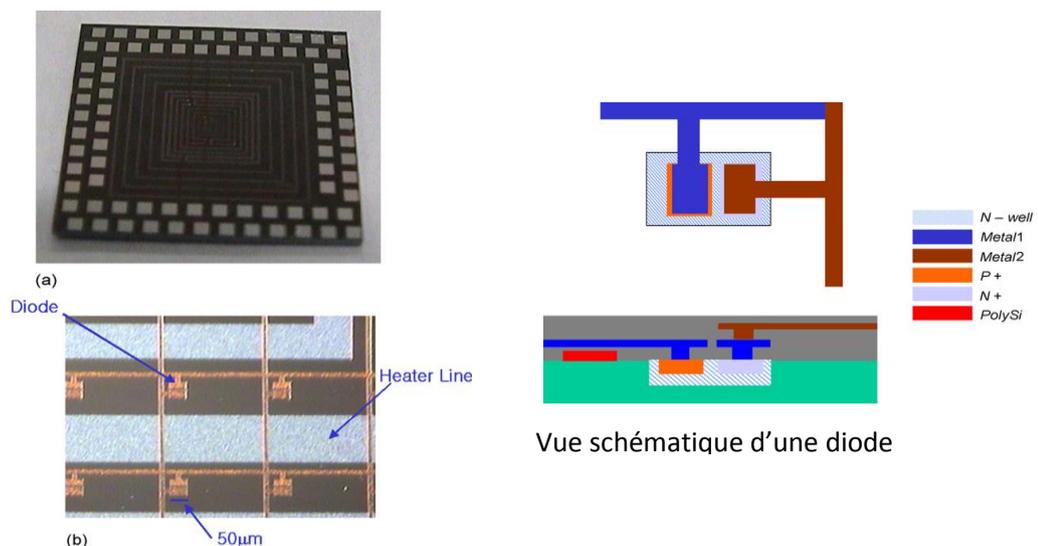
**Figure I. 26: Vue en coupe schématique d'une microplaque chauffante pour capteurs de gaz MOSFET [34]**

Les diodes peuvent donc être utilisées comme capteurs de température. Comme le montre la figure I.27, en fonctionnement en direct et à courant constant, la chute de tension à travers une diode silicium décroît quand la température de la diode augmente. La chute de tension est proportionnelle à l'inverse de la température absolue de la diode sur une large gamme de température. Généralement les diodes silicium ont une chute de tension de 0.7Volts. A température ambiante, la sensibilité en température d'une diode est de -2mV/°C. Chaque diode doit être calibrée afin de déterminer la relation chute de tension-variation de température qui la caractérise.



**Figure I. 27: Représentation schématique d'une caractéristique courant-tension d'une diode silicium [36]**

I.Y.Han [36] propose un réseau de 32x32 diodes (1024 diodes) pour la détection de température sur une surface de 8x8mm<sup>2</sup> et fabriqué en technologie VLSI (Very Large Scale Integration) comme le montre la figure 28. La dimension d'une diode est de 50x50µm<sup>2</sup>. Pour comparaison les thermocouples commerciaux ont des épaisseurs de 100µm : il est donc impossible de placer un grand nombre de ces thermocouples sur de petites surfaces. De même si l'on utilise des capteurs de température de type résistance, il faut pour chaque élément deux fils d'amenée et deux plots d'interconnexions pour transférer les signaux. Par exemple, pour mesurer la température en 1000 points sur une petite surface, il faudrait 2000 fils et plots. Si l'on utilise le principe du réseau de diodes et si l'on veut mesurer la température en 1024 points, 64 plots d'interconnexions suffisent au lieu de 2048 avec les résistances. Les diodes sont donc adaptées à la mesure locale de température, ce qui est intéressant pour des applications microfluidiques et en particulier pour la mesure de température au sein d'un microcanal.



**Figure I. 28: Vue du réseau de diodes capteurs de température (DTSA) [36]**

## I.4 Conclusion

Nous avons passé en revue différents types de technologies permettant de développer soit des éléments chauffants soit des capteurs de température. Le Platine est un matériau populaire pour la réalisation de plaques chauffantes [4-23] : il supporte de fortes densités de courant, il est fortement résistant à l'oxydation et il peut opérer à des températures de 550°C-600°C sans changement structural. Il est adapté à la détection de température car son coefficient de température de la résistance (TCR) est stable. Cependant sa température limite est un handicap ainsi que le fait qu'il n'est pas compatible avec les technologies CMOS. C'est pourquoi d'autres matériaux ont été étudiés afin d'avoir une complète compatibilité avec les procédés CMOS et d'augmenter la température de fonctionnement des plaques chauffantes pour des applications comme les microréacteurs, les micropiles à combustible. Le matériau le plus évident qui a été utilisé est le polysilicium [44-65] : il est utilisable jusqu'à 550°C, température au-delà de laquelle sa résistivité devient instable. Plus récemment, des éléments chauffants sur silicium monocristallin ont vu le jour, mais les MOSFET souffrent du manque de stabilité à haute température [32,34]. Des travaux ont été reportés sur l'utilisation de Tungstène en technologie SOI [74] : les résultats sont satisfaisants pour des capteurs de gaz métal-oxyde fonctionnant entre 300-500°C, mais des limitations en stabilité persistent à des températures supérieures à 600°C. Les différentes technologies développées ces dernières années peuvent être résumées sur le tableau 2 établi par S.Z.Ali [74] en termes d'aire active, d'aire de plaque chauffante, de puissance dissipée, de technologie membrane ou pont suspendu, de matériau utilisé soit pour la membrane soit pour l'élément chauffant.

Les différentes technologies développées ces dernières années pour réaliser des plate formes chauffantes sont résumées sur le tableau 2 établi par S.Z.Ali [74] en termes d'aire active, d'aire de plaque chauffante, de puissance dissipée, de technologie membrane ou pont suspendu, de matériau utilisé soit pour la membrane soit pour l'élément chauffant.

Year	Active Area (1000 $\mu\text{m}^2$ )	Micro-hotplate area (1000 $\mu\text{m}^2$ )	Power at 300C (mW)	Power/ Heater Area (mW /1000 $\mu\text{m}^2$ )	Power x Device Area (mW*mm $^2$ )	CMOS Foundry ?	Membrane/ Microbridge	Material of Heater	Material of Membrane/ Microbridge
1990	202.5	1822.5	55	0.27	100.24	no	Membrane	NiFe	oxynitride
1993	10	40	40	4.00	1.60	Yes	Microbridge	Poly Si	CMOS Layers
1995	722.5	1440	90	0.12	129.60	no	Membrane	Pt	oxynitride
1995	472.5	3596.4	40	0.08	143.86	no	Membrane	Pt	Nitride
1996	300	1000	35	0.12	35.00	no	Membrane	Pt	Nitride
1996	10	1000	18	1.80	18.00	no	Membrane	Poly Si/Pt	oxynitride
1997	250	1210	55	0.22	66.55	no	Membrane	Poly Si	oxy-nitride
1998	562.5	2250	67	0.12	150.75	no	Membrane	Pt	Nitride
1998	230	3240	125	0.54	405.00	no	Membrane	Poly Si	Si/ SiO
1999	250	1210	38	0.15	45.98	no	Membrane	Poly Si	Nitride
2001	90	250	100	1.11	25.00	Yes	Membrane	FET	CMOS Layers
2001	40		8.6	0.215		No	Microbridge	SiC-N	SiC
2002	10	44	27.5	2.75	1.21	Yes	Microbridge	Poly Si	CMOS Layers
2002	202.5	1000	50	0.25	50.00	no	Membrane	Pt/FET	Nitride
2002	6.4	25.6	6	0.94	0.15	no	Microbridge	Pt	oxynitride
2002	14.4	57.6	60	4.17	3.46	no	Microbridge	poly Si	oxynitride
2003	31.4	1000	30	0.95	30.00	no	Membrane	Pt	Nitride
2003	10		15	1.50		no	Microbridge	poly Si/Pt	Porous Silicon
2004	10		7.5	0.75		no	Microbridge	Pt	Nitride
2004	250	1000	20	0.08	20	no	membrane	Pt	Nitride
2004	57.6	409.6	13	0.22	5.32	no	Membrane	Poly Si	oxynitride
2005	70.7	250	50	0.71	12.50	Yes	Membrane	Poly Si	CMOS Layers
2005	3990		73	0.02		no	Microbridge	Pt	Nitride
2006	20.1		6	0.30		no	Microbridge	Pt	oxy-nitride
2006	160		30	0.19		no	Microbridge	Pt	oxy-nitride
2007	36.1	90	23	0.64	2.07	no	Microbridge	Pt	oxy-nitride
2008	1000		24	0.02		no	Microbridge	Pt	oxy-nitride
2008	250	2250	60	0.24	135.00	no	Membrane	Pt	polyimide

Tableau I. 2: Comparaison des différentes technologies de fabrication d'éléments chauffants [74]

On note qu'en se limitant à une température d'utilisation de 300°C, le platine reste le matériau le plus employé. Dans une approche d'usinage de volume, la membrane bicouche SiO<sub>2</sub>/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> semble la plus mûre, maîtrisée et performante. L'usinage de surface mettant en œuvre des micro-ponts semble plus performant et permet d'atteindre, sur des éléments de surface conséquente, une température de 300°C pour une densité de puissance de seulement 2W/cm<sup>2</sup> qu'il convient de comparer aux 10 à 100 W/cm<sup>2</sup> dans les approches sur membrane. En ce qui concerne le temps de réponse, il est plus rapide pour la technologie micro-ponts car les volumes à chauffer sont réduits ainsi que l'inertie thermique.

Le tableau ci-dessous compare brièvement les performances de différents types de capteurs en terme de sensibilité thermique, compatibilité avec les technologies CMOS et intégration [79].

Type de capteur	Principe	Sensibilité	Compatibilité CMOS	Intégration
Passif	Résistivité (résistance métallique)	0.4 %/°C		
	(résistance Polysilicium)	-0.06 %/°C		
Actif	Thermoélectricité (thermocouple)	6 à 60μV/°C		
Semi-conducteur	Jonction PN (dérive en direct)	-2.2mV/°C (-0.6 %/°C)		

**Tableau I. 3: Comparaison de différents types capteurs et performances associées [79]**

A partir de cette synthèse et compte tenu de nos objectifs d'instrumentation microfluidique, nous avons opté pour la conception de nouveaux capteurs à semi-conducteur qui devront répondre aux attentes suivantes :

- sensibilité thermique accrue,
- compatibilité CMOS,
- possibilité d'intégration matricielle (réduction du nombre d'interconnexions),
- processus de fabrication simple, fiable et robuste,
- et possibilité de changer de type de support mécanique (substrat silicium, verre, SiC, ...).



# **Chapitre II:**

## **Réalisation et analyse de la première plateforme thermique**



Au cours des travaux de thèse de Maxime Dumonteuil [76] traitant de la réalisation de matrices de micro-initiateurs en polysilicium à base d'éléments à seuils symétriques (E.S.S), la sensibilité en température de ces derniers a été mise en évidence. Lors de cette thèse nous nous sommes attachés à quantifier, modéliser et exploiter la forte sensibilité de ces éléments afin d'instrumenter thermiquement un microréacteur chimique. Nos travaux se sont déroulés dans le cadre d'un projet inter région financé par les régions Aquitaine et Midi-Pyrénées de 2006 à 2009 et réunissant les partenaires académiques et industriels suivants :

- Le **Laboratoire de Génie Chimique** de Toulouse, pour la définition des réactions chimiques à analyser.

- le **TREFLE** de l'ESAM de Bordeaux pour la partie caractérisation et modélisation thermique (caméras I.R).

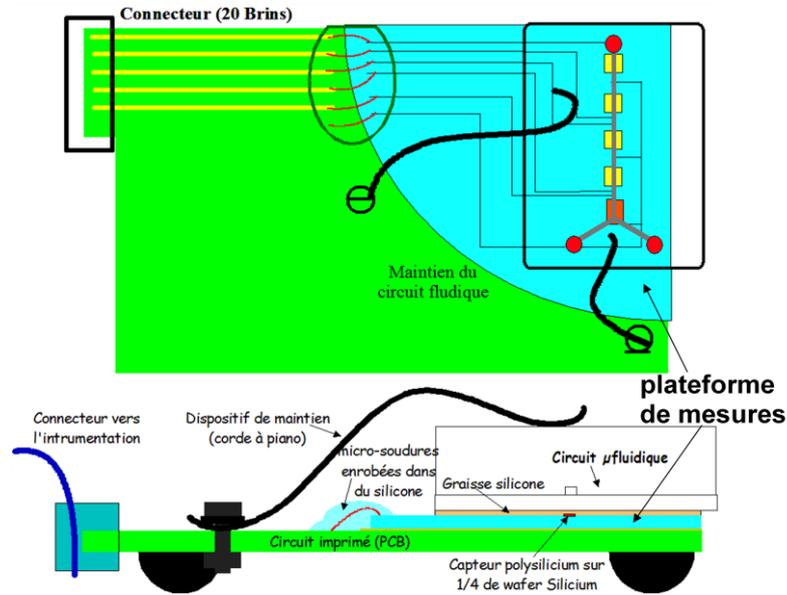
- le **CPMOH** à Bordeaux pour la caractérisation in situ par mesure indirecte de thermo-réflexance.

- l'**ENSTIMAC** d'Albi pour la caractérisation et modélisation thermique.

- le **LOF** Laboratoire du Futur de Rhodia à Pessac pour le transfert industriel.

La figure II.1 présente une vue schématique de notre contribution dans ce projet. Afin de comparer notre approche à base de micro-capteur thermique intégré dans une canalisation à celle déjà bien éprouvée par le TREFLE reposant sur des observations par caméra I.R, nous avons choisi d'utiliser un circuit microfluidique constitué par une micro canalisation en Y de 500 $\mu$ m de large moulée dans un polymère, le PDMS, et reportée sur un substrat de verre de 100 $\mu$ m d'épaisseur.

Ce circuit, jetable, est lui-même reporté sur la plateforme d'instrumentation thermique pérenne que nous avons en charge de développer. L'ensemble est ensuite transféré sur un circuit imprimé pour la connexion à la partie instrumentation électronique.

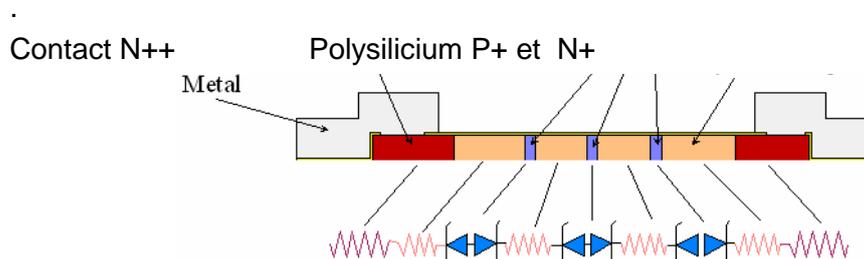


**Figure II- 1: Présentation de la plateforme d'instrumentation thermique**

Cette approche, dans laquelle le circuit fluide et l'instrumentation thermique sont séparés, n'est qu'un premier pas vers une réalisation plus aboutie où la mesure de température se fera 'in situ' (capteur dans le canal microfluidique).

## II.1 Dispositif actionneur/capteur générique : élément à seuils symétriques

Notre système de détection thermique repose sur la forte sensibilité à la température des éléments à seuils symétriques développés par Maxime Dumonteuil. [76] et David Jugieu [81]. Les ESS ont été utilisés au laboratoire dans la conception de microsystèmes à actionnement électrothermique à adressage matriciel tels que les éjecteurs de goutte et les micros propulseurs [76,81]. Le principe est la mise en série de diodes PN obtenues par implantation ionique dans un film de polysilicium. La figure II.2 présente une vue en coupe schématique et le schéma électrique associé de ce type d'élément.



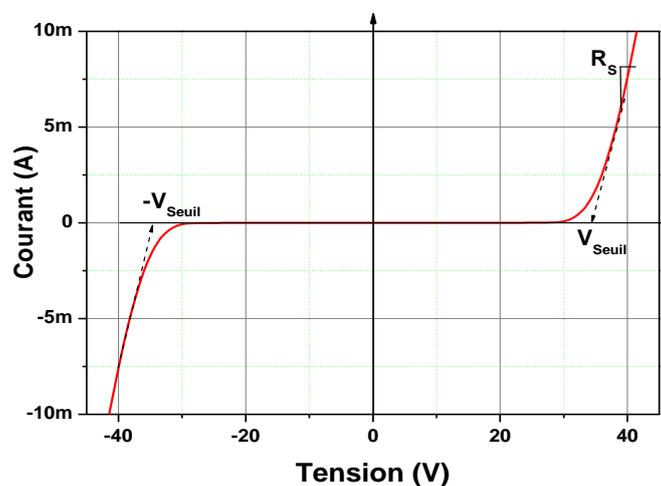
**Figure II- 2 : Schéma électrique et caractéristique  $I(V)$  d'un élément à seuils symétriques (ESS).**

Compte tenu de la symétrie des zones de dopage de la structure (PNPNPNPNP) du capteur élémentaire, la caractéristique  $I(V)$  qui en découle est logiquement symétrique comme illustré sur la figure II.3. Le niveau très élevé des dopages P et N conduit à la réalisation de jonctions de type Zéner ( $V_Z$  compris entre 2 et 8V). Le comportement global de cette association série de diodes Zéner en direct et en inverse est imposé par la conduction des diodes en inverse. Dans le cas correspondant à un capteur possédant 4 jonctions PN, la tension globale de seuil  $V_{Seuil}$  se situe aux alentours des 35 volts, correspondant à 4 seuils élémentaires d'environ  $V_Z = 7V$  auxquels s'ajoutent 4 seuils de diode en direct ( $V_D = 0,6V$ ).

On distingue deux régimes de fonctionnement :

- Un régime bloqué, que l'on qualifiera par la suite de fonctionnement capteur et qui correspond à une plage de polarisation comprise entre  $-V_{Seuil}$  et  $V_{Seuil}$ . La caractéristique  $I(V)$  correspond à la conduction en inverse des diodes (courant de saturation  $I = I_{D\text{Sat}}$ ). La nécessité de fortement doper le polysilicium à des niveaux supérieurs à  $10^{18}$  at/cm<sup>3</sup>, induit un claquage des jonctions de type Zéner ( $B_V < 10V$ ).

- Un régime passant, qualifié de fonctionnement actionneur, pour une polarisation au-delà de  $V_{Seuil}$ . Dans cette zone, on observe une variation linéaire du courant avec la tension, correspondant à une conduction résistive dans le film polysilicium (zones N & P) et qui sera modélisée par une résistance série "RS".

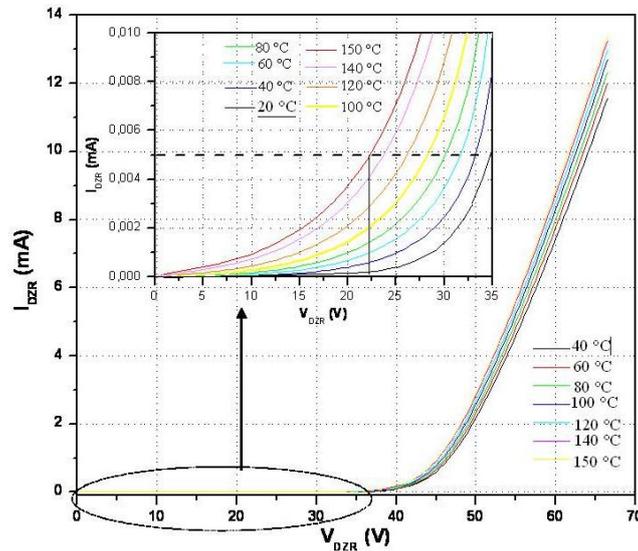


**Figure II- 3 : Caractéristique courant/tension d'un élément à seuil symétrique**

Ces dipôles pour réaliser des actionneurs thermiques exploitent la dissipation thermique générée au niveau des jonctions en inverse, conjuguée à celle générée dans les zones résistives (RS). Un placement astucieux des jonctions et du design des résistances permettra de maîtriser la répartition en température pour assurer un profil thermique uniforme, ou suivant l'application visée, un gradient thermique.

Pour détecter les variations de température liées à l'auto-échauffement d'un ESS en fonctionnement "actionneur", on met à profit la dérive thermique de la résistance série, celle du seuil restant minimale (Cf. figure II.4).

Ces dipôles pour réaliser des actionneurs thermiques exploitent la dissipation thermique générée.



**Figure II- 4 : Influence de la température sur la caractéristique  $I(V)$  d'un élément à seuil symétrique**

En revanche dans la perspective de réaliser un capteur de température, il convient d'exploiter soit la dépendance de la tension ou plus encore celle du courant avec la température. En effet, en polarisant l'ESS sous son seuil de conduction, on n'induit pas ou très peu d'auto-échauffement et l'on réalise un capteur de température dont la sensibilité thermique en tension maximale atteint  $S_V \sim -50 \text{ mV}/^\circ\text{C}$  par diode polarisée en inverse. Ainsi pour ce capteur à 4 diodes polarisé à  $1\mu\text{A}$ , on obtient une sensibilité de  $S_V \sim -200 \text{ mV}/^\circ\text{C}$ . On note que cette sensibilité évolue avec la polarisation et chute à  $-100 \text{ mV}/^\circ\text{C}$  et même  $-50 \text{ mV}/^\circ\text{C}$  respectivement pour  $I_{\text{Capteur}} = 5\mu\text{A}$  et  $20\mu\text{A}$ .

Sachant qu'en polarisation directe la dérive thermique d'une jonction PN est de  $S_V = -2,2 \text{ mV}/^\circ\text{C}$ , on conclut que ce sont bien les jonctions polarisées en inverse qui limitent la conduction globale et sont responsables de cette sensibilité élevée.

Cette valeur importante de sensibilité devrait permettre la détection de faibles variations de température (quelques dizaines de milli Kelvin). De même on observe un accroissement d'une décade du courant en passant de  $20^\circ\text{C}$  à  $100^\circ\text{C}$ , soit une sensibilité relative en courant d'environ  $10\%/^\circ\text{C}$ . C'est sur la base de ces mesures préliminaires que nous avons conçu de nouveaux capteurs dédiés à l'instrumentation thermique « in situ » de circuits microfluidiques.

Le premier type de capteur de température que nous avons donc développé dans cette thèse a visé l'obtention de mesures locales et homogènes, qualifiables de ponctuelles : pour cela nous avons retenu une géométrie carrée de  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ . Cette dimension est à mettre en regard avec les  $500\mu\text{m}$  de la largeur du canal. De plus la mise en série de quatre diodes PN devrait garantir une forte sensibilité en tension.

## II.2 Description du premier processus de fabrication

L'ensemble du processus de fabrication des éléments à seuils symétriques repose sur le dépôt d'un film de polysilicium. Nous allons donc décrire les différentes méthodes de dépôt et de dopage du polysilicium disponibles au Laboratoire afin de justifier nos choix technologiques.

En effet les couches minces de silicium polycristallin couramment appelé polysilicium, sont très largement utilisées pour la réalisation de résistances ainsi que pour assurer des contacts ohmiques avec des jonctions peu profondes. Dans le cadre de l'utilisation comme électrode de grille, un métal (tel que le tungstène) peut être déposé à sa surface pour augmenter sa conductivité. Le polysilicium est compatible avec des traitements à haute température ( $T > 1000^\circ\text{C}$ ) tels que l'oxydation thermique du silicium ou les recuits d'activation après implantations. Le polysilicium s'est rapidement imposé comme matériau d'électrode de grille, au détriment de l'aluminium, car il limite la présence de charges parasites dans l'oxyde et a permis d'obtenir de façon reproductible des transistors MOS '*normally off*'. Il a l'avantage de pouvoir être déposé de manière conforme même sur des reliefs abrupts. Les couches minces de polysilicium fortement dopées peuvent également être employées en tant qu'émetteur dans des circuits bipolaires alors que les films de polysilicium faiblement dopés peuvent être employés comme résistances. Enfin, la possibilité de le déposer par LPCVD à basse température ( $< 750^\circ\text{C}$ ) permet d'envisager des réalisations sur un grand nombre de supports autres que le silicium, tels que le verre (par exemple dans le cas de la technologie Thin Film Transistors pour écrans plats).

### II.2.1 Méthode de dépôt du polysilicium

L'ensemble du processus de fabrication des éléments à seuils symétriques repose sur le dépôt d'un film de polysilicium

Le dépôt de polysilicium est réalisé par pyrolyse (décomposition thermique du silane,  $\text{SiH}_4$ ) à l'intérieur d'un réacteur à basse pression à une température comprise entre  $580$  et  $650^\circ$ . Ce procédé de pyrolyse qualifié de Low Pressure Chemical Vapor Deposition (LPCVD), implique la réaction de base suivante :



Il y a deux procédés basse pression communément utilisés pour déposer des couches de polysilicium. Le premier emploie une concentration de silane de 100 % à une pression de 25 Pa à 130 Pa (0.2 à 1 Torr). Le second utilise une concentration de silane moindre (20 à 30% dilué dans de l'azote) et conserve la même pression. Ces deux types de dépôts permettent de déposer sur 10 à 200 wafers par run à une vitesse de dépôt d'environ 10 à 20 nm/min et avec des uniformités d'épaisseur de 5%. L'espacement entre les wafers et leur taille n'ont que des effets mineurs sur le procédé de dépôt. Les paramètres les plus critiques sont la température, la pression, la concentration en silane et la concentration de dopant.

La vitesse de dépôt du polysilicium augmente rapidement avec la température, puisqu'elle suit l'équation d'Arrhénus :

$$R = A \times \exp\left(-\frac{qE_a}{kT}\right) \quad [II.3]$$

Où R est la vitesse de dépôt,  $E_a$  est l'énergie d'activation en électron volts, T est la température absolue en degrés Kelvin, k est la constante de Boltzmann, q est la charge élémentaire d'un électron et A une constante. L'énergie d'activation pour le dépôt de polysilicium est d'environ 1.7 eV.

Il y a cependant une température limite, où la vitesse de dépôt deviendrait plus rapide que la vitesse d'apport de silane à la surface des wafers. Au delà de cette température, la vitesse de dépôt sature et on dit alors que cette réaction est "mass-transport-limited". Dans ce cas, la vitesse de réaction dépend principalement de la concentration en réactif, de la géométrie du réacteur et de l'écoulement des gaz.

Quand la vitesse de dépôt de polysilicium est plus lente que la vitesse d'apport de silane, alors le dépôt sera limité par la réaction en surface et sera sensible à la concentration en réactif et à la température de réaction. Les procédés de dépôt classiques sont limités par les réactions en surface car ils garantissent une bonne uniformité de l'épaisseur et une taille de grain reproductible.

## II.2.2 Méthodes de dopage du polysilicium

Afin de réaliser des ESS en polysilicium, nous avons besoin de pouvoir contrôler la résistance série de nos éléments. Pour ce faire, nous devons pouvoir choisir le type de dopant et sa concentration dans chaque zone. Nous avons trois techniques de dopage à notre disposition : le dopage in situ, le dopage par diffusion et enfin le dopage par implantation ionique.

### II.2.2.1 Dopage in situ :

La méthode de dopage in situ du polysilicium consiste à apporter les dopants au cours du dépôt de la couche de polysilicium. Cela implique l'adjonction de gaz de dopants tels que la phosphine ou diborane aux gaz normalement utilisés pour le dépôt de polysilicium. Cette méthode n'est pas un processus simple, puisque l'introduction des gaz de dopants complique le contrôle de l'épaisseur des couches, de l'uniformité des dopants et de la vitesse de dépôt. Néanmoins, cette technique quand elle est bien maîtrisée, s'avère très performante. En effet, malgré le danger lié à l'emploi de gaz hautement toxiques, on peut arriver à un très bon contrôle de la concentration et donc de la résistivité de la couche déposée et s'avère incontournable dans les procédés basse température sur substrat verre.

### II.2.2.2 Dopage par diffusion :

L'étape de diffusion est généralement réalisée à des températures relativement élevées (900°C-1100°C). Cette méthode correspond à une oxydation thermique humide du polysilicium, mais la vapeur d'eau est remplacée par un flux d'azote ayant barboté dans une solution à base POCl<sub>3</sub>. Il en résulte la croissance d'un verre fortement dopé phosphore qui sert ensuite de source dopante qui diffusera dans le polysilicium lors du recuit de pré-dépôt et surtout lors de la redistribution. L'avantage de la diffusion est la possibilité d'atteindre des niveaux de dopage très élevés au sein du polysilicium, permettant d'atteindre des résistivités très faibles. Cependant, les hautes températures nécessaires ont tendance à augmenter la rugosité et le niveau de dopage effectif n'est pas contrôlable et l'on ne maîtrise pas la diffusion latérale (localisation de la jonction PN).

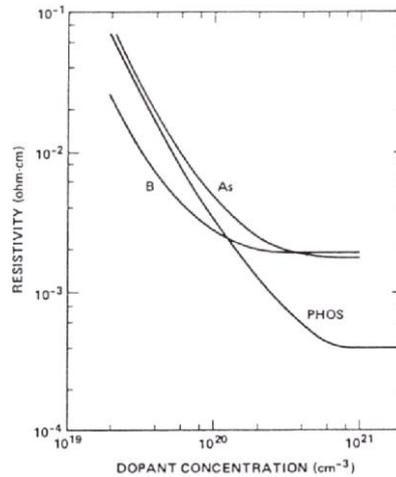
### II.2.2.3 L'implantation ionique :

L'implantation ionique revient à bombarder à haute énergie des atomes dopants pour les faire pénétrer dans la couche polysilicium. Pour cela, on accélère des ions d'espèces dopantes à haute énergie (des dizaines de kilo-Volt). L'implantation ionique a des effets destructifs sur la structure cristalline du matériau et doit être suivie d'une étape de recuit qui répare ces défauts mais surtout qui active les dopants implantés (ces atomes passent de sites interstitiels en sites substitutionnels). L'atout de cette technique réside à la fois dans le contrôle des niveaux et profils du dopage, mais surtout leur localisation avec précision. Cependant, on peut également atteindre des niveaux de résistivité plus bas que ceux obtenus par diffusion.

Les paramètres caractéristiques d'une implantation sont la dose et l'énergie d'accélération utilisées. La dose correspond à la quantité d'atomes dopants implantée par unité de surface et est exprimée en atomes/cm<sup>2</sup>. L'énergie a pour sa part une incidence sur la pénétration moyenne des atomes dopants. La relation qui lie dose et dopage dépend du profil d'implantation. Dans le cas d'une couche mince de polysilicium, abordé ultérieurement dans le dernier chapitre, comme la répartition après le recuit d'activation devient uniforme, le dopage est lié à la dose par la relation (2) suivante :

$$N_{Dopage} = \frac{D_{implantée}}{L_{épaisseur}} \quad [II.4]$$

Les résultats de la littérature [1] présentés sur la figure II.5 montrent les possibilités qu'offre le dopage du polysilicium par implantation. Les trois courbes présentent les résistivités de couches dopées par les trois dopants les plus usités à savoir, l'arsenic (As) et le phosphore (Ph) pour le type N et le bore (B) pour le type P. Pour chacun, on note qu'à forts niveaux de dopages (>2.10<sup>20</sup>at/cm<sup>3</sup>), un mécanisme de solubilité limite vient saturer leur incorporation en site substitutionnel et se traduit par une valeur « plancher » de la résistivité. On note tout de même que pour le phosphore la résistivité minimale correspondante est environ 5 fois plus réduite que celle obtenue avec le Bore ou l'Arsenic.



**Figure II- 5: Evolution de la résistivité en fonction de la concentration en dopant.**

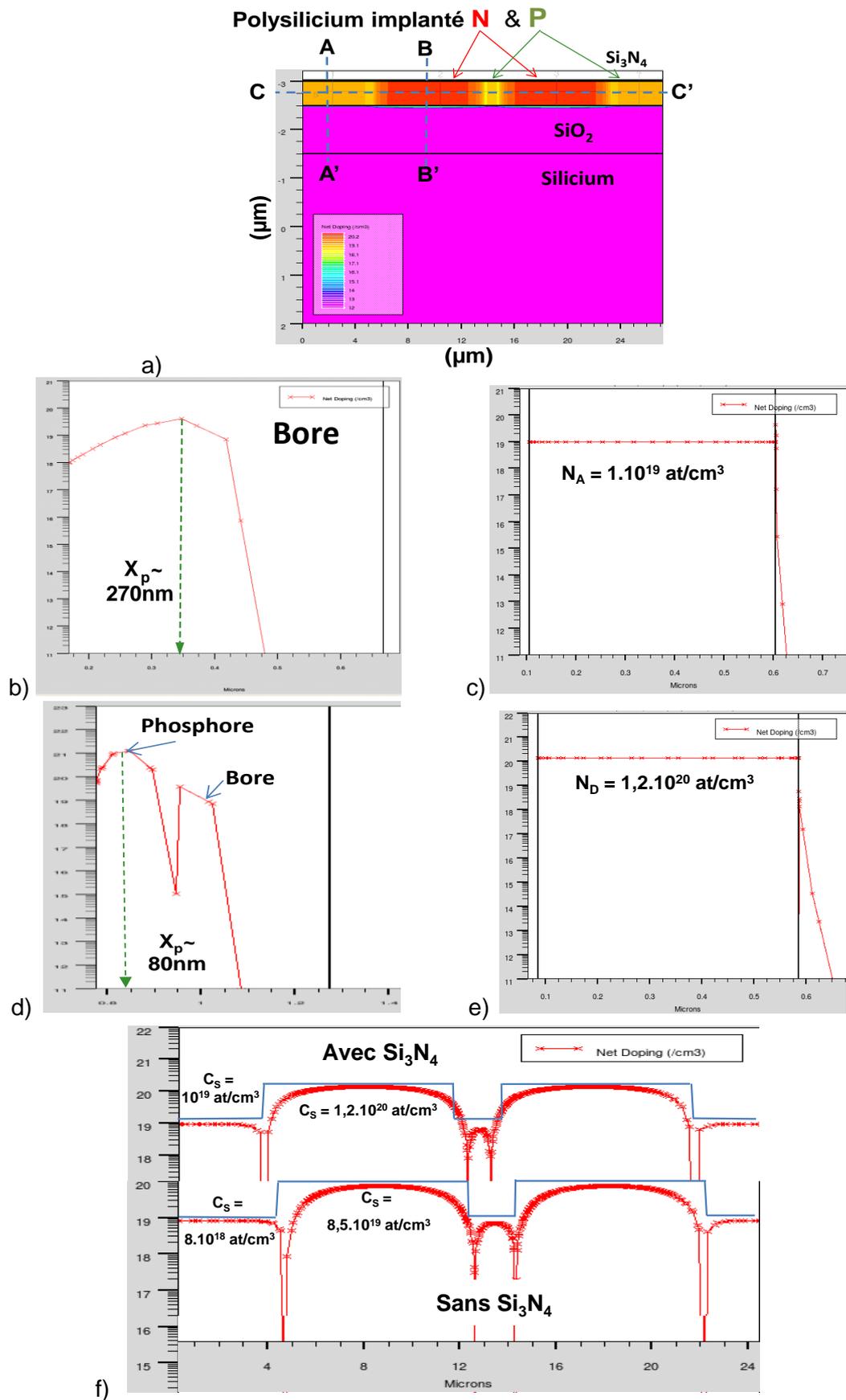
L'autre paramètre important concerne le recuit post implantation visant la redistribution et l'activation des atomes implantés. Dans notre cas de couches de polysilicium, le recuit uniformise le dopage du film, l'énergie d'implantation ne joue aucun rôle ( $E=50$  keV).

### II.2.3 Etude du recuit d'activation de l'implantation ionique

L'étude de ce recuit a été menée à l'aide de l'outil de simulation technologique ATHENA. Quels que soient nos efforts concernant la description de la structure ou le maillage retenu, on sait que la forte dispersion des propriétés structurales du matériau polysilicium, liée aux conditions d'élaborations, conduira à une étude plus qualitative que quantitative, qui nous sera précieuse pour la conception à venir de nos capteurs et a pour but :

- de prédire la valeur des paramètres d'implantation de bore et de phosphore (dose 'D' et énergie 'E') permettant l'obtention respective des dopages de type P & N souhaités,
- de connaître le profil en dopage après recuit et analyser l'éventuelle diffusion latérale,
- d'évaluer la pertinence de la couche de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  d'encapsulation avant l'étape de recuit.

Pour cela, la structure simulée correspond à une implantation de phosphore localisée à l'aide d'un masque de résine AZ1529 ( $2.7\mu\text{m}$ ) dans un film de  $0.5\mu\text{m}$  de polysilicium, préalablement implanté Bore, déposé sur un wafer de silicium passivé (oxyde thermique). La première implantation pleine plaque de bore est présentée sur la Figure II.6.b et a pour paramètre :  $E=50\text{keV}$  &  $D=5.10^{14}$  at/ $\text{cm}^2$ . On note que le profil des dopants après implantation est classique (gaussien), mais qu'après recuit d'activation d'une heure à  $950^\circ\text{C}$  sous azote ce profil de dopage devient uniforme. Il en est rigoureusement de même pour l'implantation ( $E=50\text{keV}$ ;  $D=10^{16}$ at/ $\text{cm}^2$ ) de phosphore (cf. fig. II.6.c), le tout conduisant à l'élaboration de jonctions PN planes (sans gradient de dopage en surface), ce qui aura un rôle majeur sur les performances des dispositifs. Nos multiples simulations montrent que, quelle que soit l'énergie d'implantation, et donc la répartition des dopants après implantation, l'importante diffusivité du film polysilicium conduit à l'obtention d'un profil uniforme.

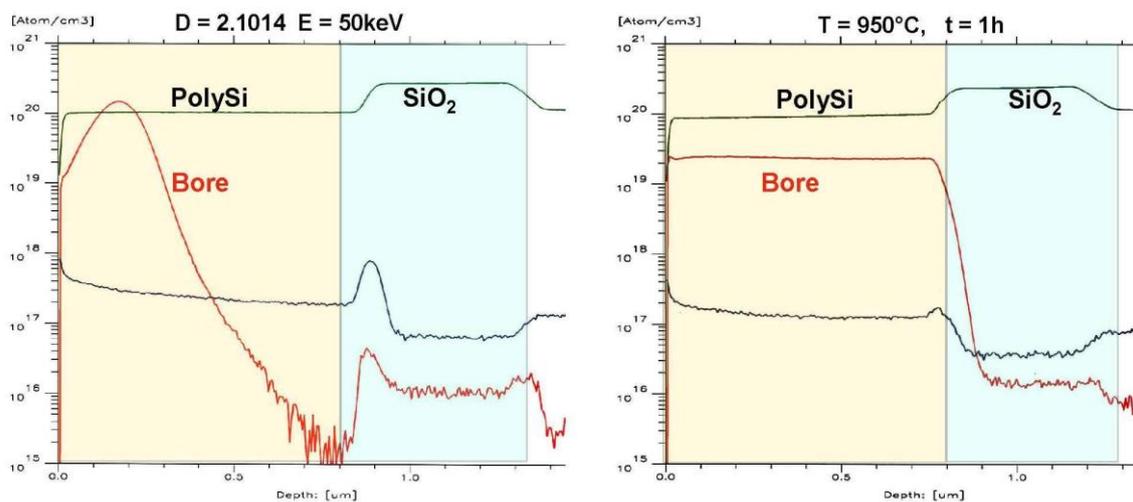


**Figure II- 6: Etude Athéna de l'implantation et l'activation des dopants dans le polysilicium : définition de la structure a); profils des ions Bore implantés b) avant & après recuit c); profils des ions Phosphore implantés d) avant & après recuit e); f) influence de l'encapsulation (avec & sans  $\text{Si}_3\text{N}_4$ )**

Enfin, la figure II.6.f montre clairement l'intérêt d'encapsuler car on constate que cette couche limite l'exo-diffusion. Ainsi, on obtient un dopage maximal de  $N_D=1,2 \cdot 10^{20} \text{at/cm}^3$  &  $N_A=10^{19} \text{at/cm}^3$  avec  $\text{Si}_3\text{N}_4$  contre  $N_D \sim 9 \cdot 10^{19} \text{at/cm}^3$  &  $N_A=8 \cdot 10^{18} \text{at/cm}^3$  sans encapsulation. Une vue en coupe, non représentée ici, permet de conclure que l'absence d'encapsulation se traduit par une réduction de 30% du niveau moyen de dopage lié à l'exodiffusion.

De même cette simulation permet d'observer les diffusions latérales des atomes de bore et de phosphore. Lors de la conception de nos structures, la largeur minimale de la zone faiblement dopée (bore) sera de  $5 \mu\text{m}$ .

Enfin, pour valider nos simulations technologiques, nous avons procédé par analyse par spectroscopie de masse d'ions secondaire (SIMS) à la mesure du profil avant et après recuit ( $950^\circ\text{C}$ , 1h) d'implantation de bore et présentés ces mesures sur les figures II.7.a & b.

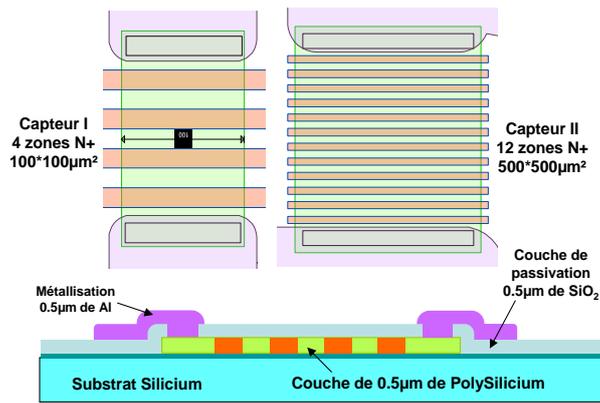


**Figure II- 7: Profil SIMS du bore implanté dans  $0.8 \mu\text{m}$  de polysilicium a) avant et b) après recuit**

On obtient, comme prédit par ATHENA, un profil uniforme du dopage ce qui est important pour les performances de nos réalisations. Cette uniformisation des dopants est liée à la diffusivité accrue dans le polysilicium par rapport au silicium monocristallin. Il en va de même pour le dopage par phosphore.

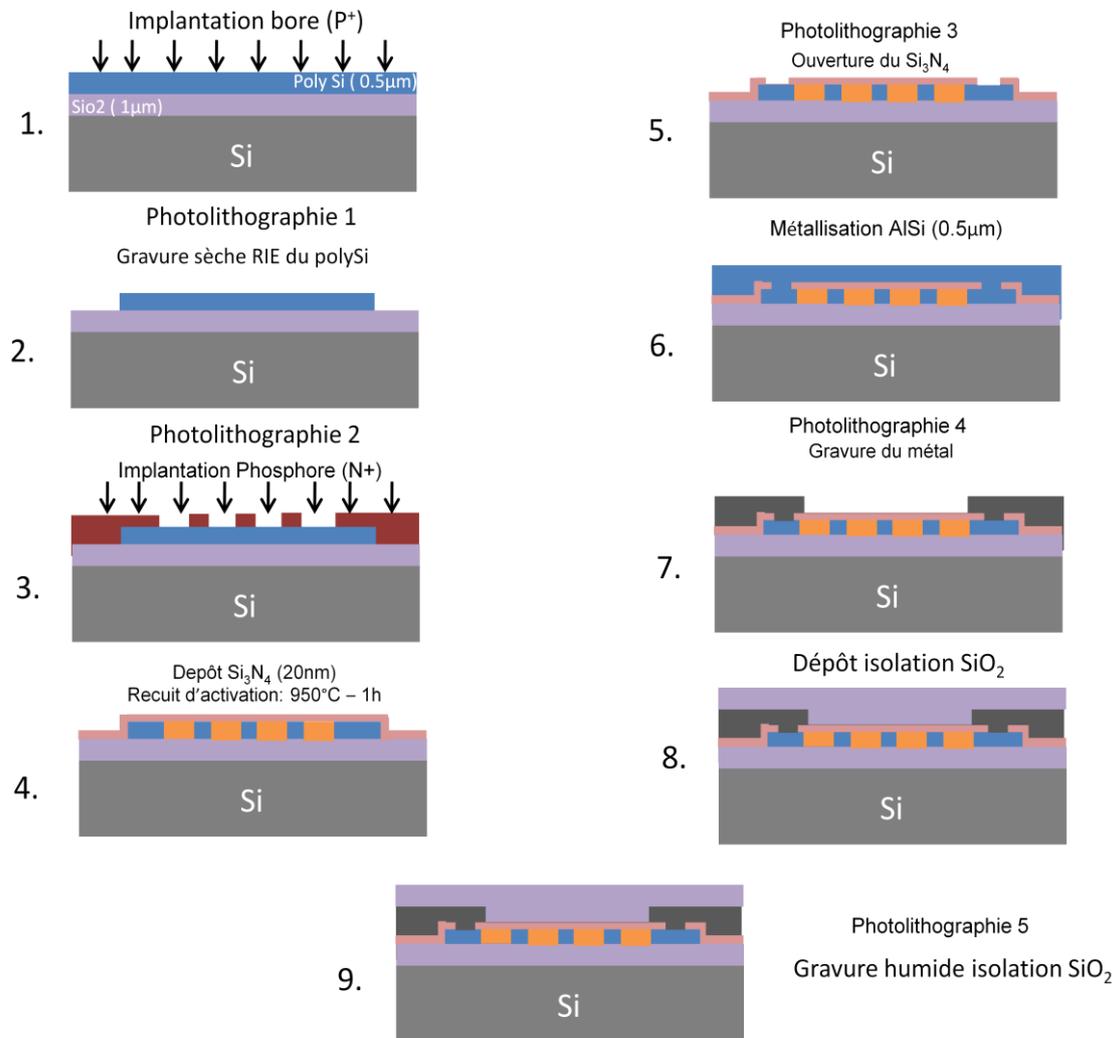
## II.2.4 Processus de fabrication des ESS.

Des tests antérieurs nous ont permis de mettre en évidence que des capteurs dont la conduction est limitée par une barrière de potentiel tunnel sont très sensibles à la température. Notre capteur thermique correspond à une succession de diodes PN réalisées dans un film de polysilicium. La largeur des canalisations microfluidiques envisagées sont de  $500 \mu\text{m}$ , nous avons retenu deux géométries de capteur :  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$  (capteur I) et  $500 \times 500 \mu\text{m}^2$  (capteur II) qui nous permettront de mesurer respectivement au centre de la canalisation et sur toute sa largeur. La figure II-8 représente une vue de dessus et une vue en coupe schématiques des capteurs retenus.



**Figure II- 8: Géométrie et vue en coupe des capteurs I et II retenus**

Le capteur I est composé de 4 barrettes de type N de 15µm de large implantées dans une couche de polysilicium de type P et le capteur II intègre 12 barrettes de type N de 20µm de large. Nous avons reporté sur la figure II-9 le détail de l'enchaînement des étapes technologiques du processus de réalisation.



**Figure II- 9: Description du processus de fabrication retenu**

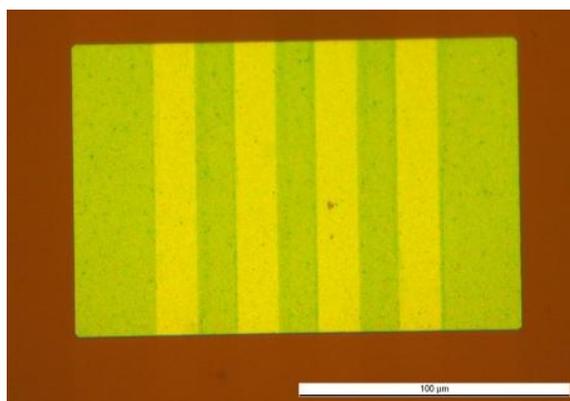
Tout d'abord, avant de déposer le film de polysilicium, il convient de passiver la surface si le substrat hôte est conducteur (Silicium, SiC, ...). Pour le silicium on débute par un nettoyage des wafers suivi d'une oxydation thermique humide conduisant à un oxyde d'épaisseur 0,5  $\mu\text{m}$  suffisante pour garantir l'isolation. Dans le cas du SiC, on procèdera à un dépôt par LPCVD ou PECVD de 0.5  $\mu\text{m}$  de  $\text{SiO}_2$  pour passiver la surface.

Puis on effectue le dépôt LPCVD de polysilicium à 605 °C pendant 60 min pour obtenir une épaisseur de 0.5  $\mu\text{m}$  suffisante pour la réalisation des jonctions PN. Le dopage de la zone faiblement dopée est réalisé par implantation de Bore (type P) pleine plaque (figure II.9.1). Les paramètres d'implantation issus des simulations ATHENA (Silvaco) sont une énergie moyenne d'accélération des ions de 50keV à trois doses différentes ( $2.10^{14}$ ,  $5.10^{14}$  et  $1.10^{15}$   $\text{cm}^{-2}$ ) pour explorer une plage de dopages allant de  $N_A = 4.10^{18}$ ,  $10^{19}$  et  $2.10^{19}$   $\text{cm}^{-3}$ . Cette étude évaluera l'influence du niveau de dopage sur la conduction dans le polysilicium dopé P et l'évolution de la tension Zener correspondante.

L'étape suivante est la délimitation des motifs de polysilicium par photolithographie suivie d'une gravure sèche par RIE (Reactive Ionic Etching) (figure II.9.2). Compte tenu de la faible épaisseur du polysilicium à graver, nous avons choisi comme résine de protection la résine AZ1529 d'épaisseur 2.7 $\mu\text{m}$ . Puis on procède à la gravure sèche (GIR ou RIE) du film de polysilicium, pour ne conserver que les zones actives des capteurs. Le gaz utilisé est le Tétrafluorométhane ( $\text{CF}_4$ ), la gravure est effectuée à une puissance de 500 Watts et un débit de 50sccm. Le temps de gravure est de 130 secondes, ce qui nous fait une vitesse de gravure d'approximativement 0.27  $\mu\text{m}/\text{min}$ , vu que l'épaisseur de polysilicium à graver fait plus de 0.55 $\mu\text{m}$ .

Après délimitation des motifs de Polysilicium, nous procédons au dopage localisé de type N (localisation des jonctions PN) par implantation localisée. Cette localisation du dopage fait appel à un masque de résine (AZ 1529 - 2.7 $\mu\text{m}$ ) : nous avons simulé sous Athéna et vérifié expérimentalement que l'épaisseur est suffisante pour masquer l'implantation de phosphore à une énergie de 50keV quelle que soit la dose considérée.

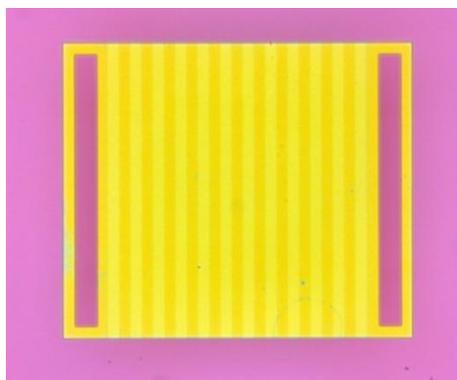
Pour garantir un dopage de type N et compenser le type P déjà existant, la dose de phosphore sera au moins 10 fois supérieure à celle de Bore. De plus, pour des critères d'ohmicité du contact métal/polysilicium (N), le dopage en surface devra être supérieur à  $C_s > 10^{20}$   $\text{at}/\text{cm}^3$ . Ainsi une dose de  $D=10^{16}$   $\text{at}/\text{cm}^2$  garantit une concentration en atomes phosphore dans la couche de polysilicium d'environ  $2.10^{20}$   $\text{at}/\text{cm}^3$ . Cette implantation localisée est illustrée par la photo suivante en figure II.10, où l'on distingue clairement les zones dopées N (jaune) de celles dopées P (vert).



**Figure II- 10: Localisation des zones implantées arsenic dans le capteur type I**

L'encapsulation du film de polysilicium est réalisée par un dépôt LPCVD de 20nm de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  et permettra de réduire l'exo-diffusion des dopants lors du recuit d'activation (figure II.9.5). En effet, sans cette couche près de 30% des atomes implantés exo-diffuseraient lors de cette étape thermique et en plus la concentration en surface chuterait à près de  $10^{19}$  at/cm<sup>3</sup> venant rendre problématique la prise de contact. La forte diffusivité des dopants utilisés dans le polysilicium nous permet de limiter la température du recuit d'activation à 950°C pendant une heure, ce qui s'avèrera déterminant par la suite et notamment pour la réalisation de nos capteurs sur d'autres types de substrat (Verre, SiC).

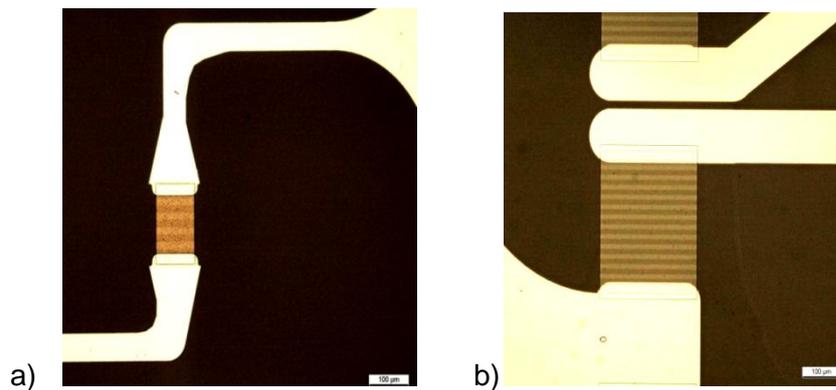
Après ce recuit, on procède à une photolithographie (AZ 1529) suivie d'une gravure sèche par RIE du nitrure de silicium (figure II.9.6) pour ménager des ouvertures de contacts à l'extrémité de nos capteurs comme le montre la figure II.11.



**Figure II- 11: Ouverture des contacts d'un capteur II**

En ce qui concerne le choix du métal de contact, nos études antérieures ont montré que moyennant un niveau de dopage adapté ( $N_A > 10^{19}$  cm<sup>-3</sup> &  $N_D > 10^{20}$  cm<sup>-3</sup>) la métallisation d'AlSi par pulvérisation cathodique répond à nos attentes et nécessite un léger recuit : bonne ohmicité du contact ( $\rho_c \sim 10^{-6}$  Ω.cm<sup>2</sup>) et bonne adhérence du métal sur les zones passivées ( $\text{Si}_3\text{N}_4$  dans notre cas) (fig. II.9.7). Comme le bain d'attaque aluminium (et AlSi) est très sélectif vis-à-vis du polysilicium, de l'oxyde et du nitrure de silicium, la délimitation des motifs métalliques (figure II.9.8) se fait par attaque aqueuse avec un simple masque de résine AZ 11529 (fig. II.12). Une épaisseur de 600nm d'AlSi est suffisante pour garantir une bonne tenue lors de la microsoudure

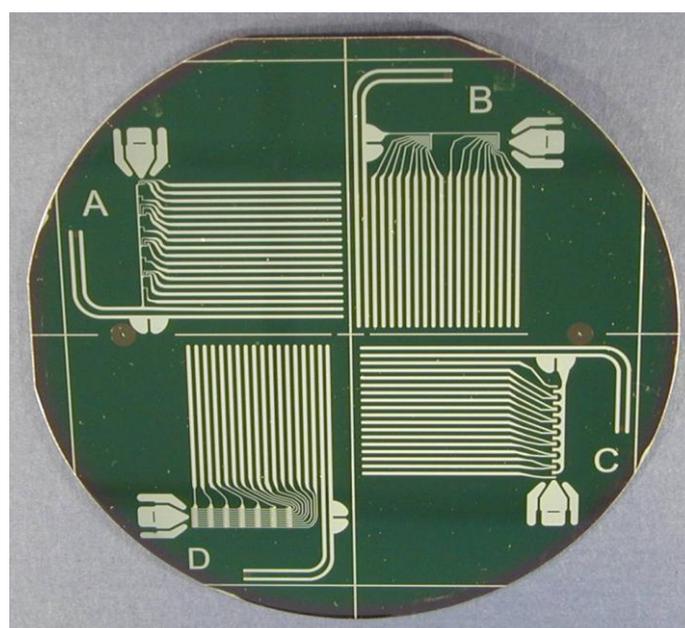
thermosonique des fils d'aluminium. Enfin un recuit de 30 min. à 400°C sous  $N_2H_2$  favorise la formation du contact ohmique et renforce la tenue mécanique du métal.



**Figure II- 12: Détail des plots de métallisation AISi d'un capteur I a) & capteur II b)**

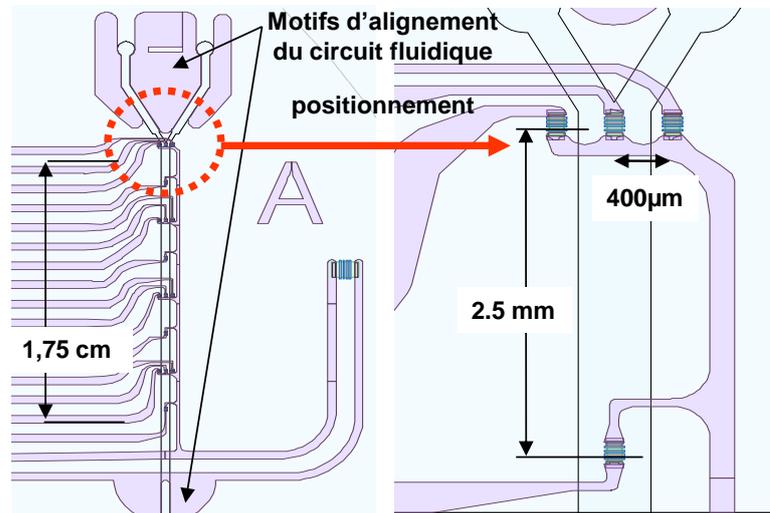
Les premiers tests électriques sans passivation finale ont mis en évidence de gros problèmes de dispersion des caractéristiques I(V) liés aux courants de fuites. Pour y palier, nous avons ajouté une couche de passivation en surface (figure II.9.9) qui isole électriquement les pistes métalliques les unes des autres et rend la plateforme insensible aux contaminations et aux liquides présents dans le réseau microfluidique placé au-dessus. Nous avons opté pour un dépôt PEVCD de  $Si_3N_4$ , pour assurer une bonne tenue chimique.

La figure II.13 montre les quatre types de plateformes de mesures réalisées sur un même substrat de silicium de 4 pouces. Les circuits microfluidiques que nous comptons tester correspondent à une jonction en Y réalisée par moulage de PDMS reporté sur un substrat de verre de 100 $\mu$ m d'épaisseur et de 2 pouces de diamètre. Cela a guidé notre conception des plateformes en déportant à plus de 3 cm la zone de prise de contact.



**Figure II- 13 : Substrat de silicium intégrant 4 plateformes d'instrumentation thermique**

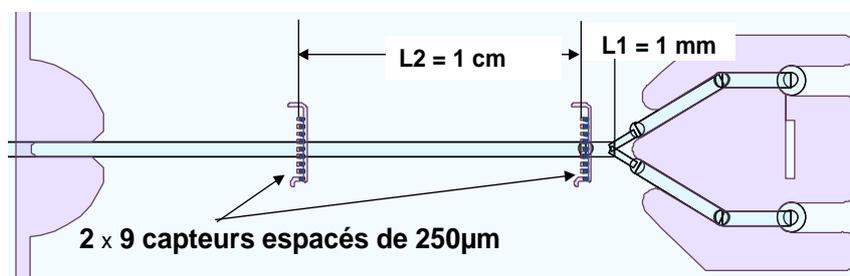
Différentes possibilités sont offertes pour intégrer les capteurs précédemment décrits au dispositif microfluidique. Pour mesurer le profil longitudinal en température, nous avons disposé 16 capteurs de type I, au centre et de part et d'autre de la canalisation de  $500\mu\text{m}$  de largeur. Comme le présente la figure II.14, les capteurs sont distants de  $2.5\text{mm}$  et espacés latéralement de  $400\mu\text{m}$ .



**Figure II- 14: Détail de la plateforme de mesures longitudinales de la température**

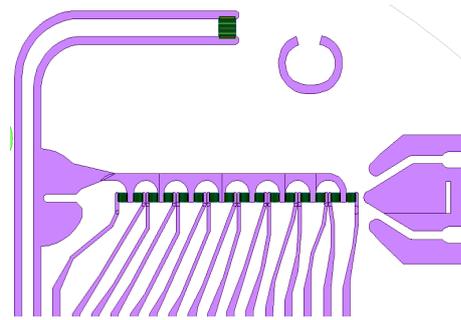
On note également les motifs métalliques ménagés pour aligner le circuit micro fluidique lors des tests. Enfin, un élément chauffant positionné latéralement nous permettra d'effectuer un autotest et même une calibration de la plate forme avant les mesures.

Pour mesurer le profil transversal en température nous avons disposé 9 capteurs (type I) de part et d'autre de la canalisation, près la jonction en Y (zone de mélange) et à  $1\text{cm}$  de là comme l'illustre la figure II.15. Dans ce cas, les capteurs sont distants de  $250\mu\text{m}$  transversalement, et de  $1\text{cm}$  le long de la canalisation. Cela permet de faire un gradient complet d'une scène thermique et de voir si le matériau a une influence sur l'évolution de la température. Le type de capteur est le même que pour la plateforme A, il garde ses dimensions et ses quatre jonctions PN, comme on peut le voir sur la figure II.10.



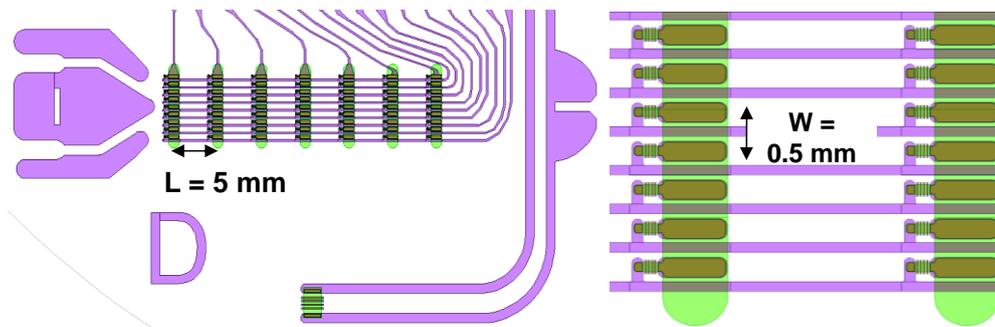
**Figure II- 15: Détail de la plateforme de mesures transversales de la température**

Enfin la dernière plateforme de mesure longitudinale intègre les grands capteurs (Type II) de  $500 \times 500 \mu\text{m}^2$ . Ces capteurs comportent 12 diodes en inverse et devraient être plus sensibles.



**Figure II- 16: Détail de la plateforme de mesures longitudinales de la température avec les capteurs grande tailles (Type II)**

Le dernier type de plateforme est présenté sur la figure II.17 et il intègre matriciellement ( $7 \times 9 \Rightarrow 63$  capteurs) les capteurs type I et permettra d'établir une thermographie de la scène microfluidique pertinente.



**Figure II- 17 : Détail de la plateforme de mesures matricielle de la température.**

Cette approche matricielle, si elle fonctionne correctement, sera particulièrement intéressante et notamment pour des mesures thermiques rapides ( $< 1 \text{ ms}$ ). En effet, nos capteurs présentent un temps de réponse réduit ( $< 10 \mu\text{s}$ ) et devraient être bien adaptés pour les mesures en transitoire.

### II.3 Caractérisations et modélisation électriques équivalente

A l'aide de l'analyseur de composant 'AGILENT' 4156C', nous avons procédé à la caractérisation courant-tension de nos capteurs répartis sur les différentes plateformes. Ces mesures se font tout d'abord à température ambiante, puis seront paramétrées en température. Le contrôle de la température et de son uniformité est assuré par le porte substrat chauffant du testeur sous pointe 'CASCADE' que nous employons : il permet une régulation à  $0.1^\circ\text{C}$  dans une plage de température allant de  $10^\circ\text{C}$  à  $200^\circ\text{C}$ . Le blindage électromagnétique de ce testeur permet de mesurer le femto Ampère dans l'obscurité pour éviter l'éventuelle génération d'un photocourant.

Dans notre application d'instrumentation thermique, il faut polariser le capteur dans la zone la plus sensible à la température et surtout éviter son auto-échauffement. Pour cela, on veillera à ce que cette polarisation se limite à une puissance dissipée de quelques milliwatts. En revanche, dans la perspective de réaliser des actionneurs thermiques, l'auto-échauffement à fort niveau de polarisation pourra être mis à profit.

### II.3.1 Analyse des modes de conduction électrique

Sur la caractéristique courant-tension tracée avec une échelle semi Logarithmique (figure II.18), on observe tout d'abord à très bas niveau ( $I < 1\text{nA}$ ), une première conduction résistive correspondant aux différents courants de fuite : la résistance de fuite correspondante est d'environ  $R_f \sim 5\text{ G}\Omega$ . Il s'en suit une première croissance exponentielle brutale que l'on imputera à la conduction surfacique. Comme on le montrera par la suite c'est cette zone de polarisation comprise entre  $2\text{nA}$  et  $1\mu\text{A}$  qui sera la plus sensible à la variation de température.

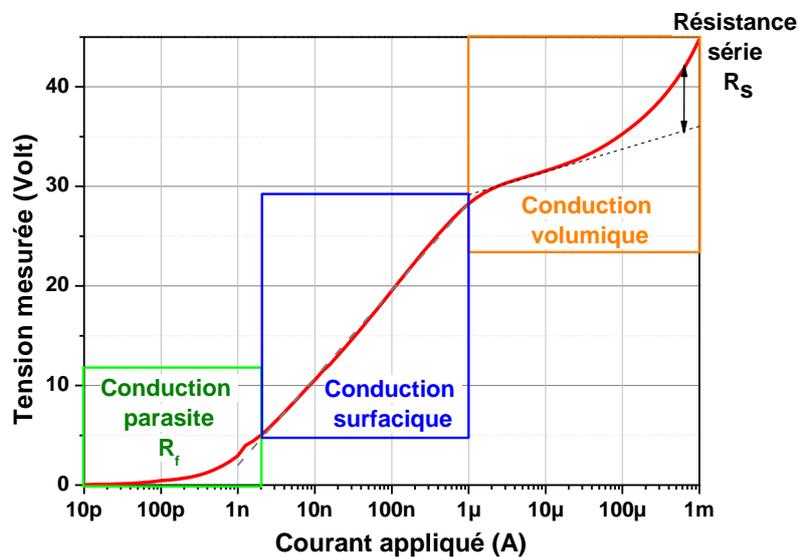
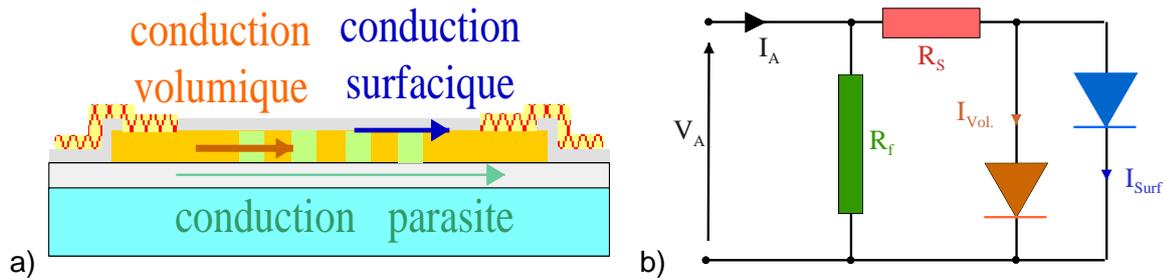


Figure II- 18: La Caractéristique  $V(I)$  en fonction des différents modes de conduction

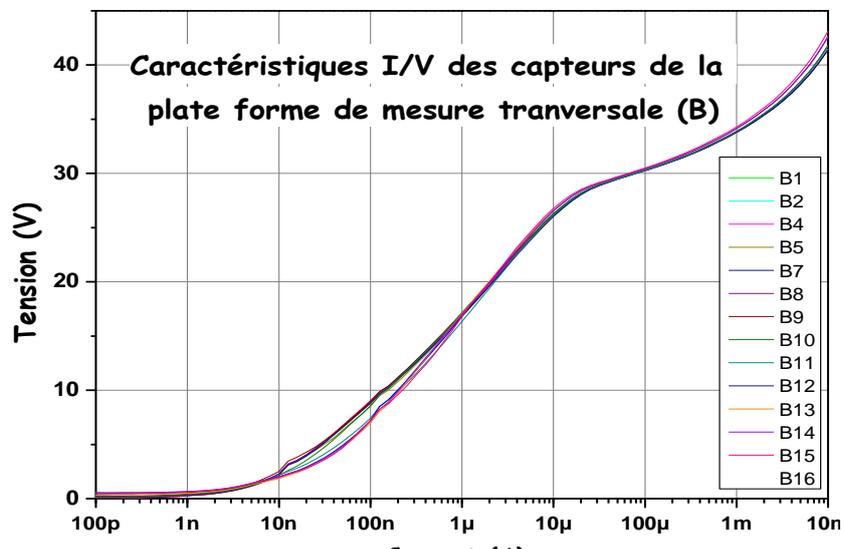
Au-delà du  $\mu\text{A}$ , une seconde croissance exponentielle, moins forte, du courant traduit une conduction volumique car les lignes de courant s'étalent dans toute la section du film de Polysilicium. Enfin à plus haut niveau ( $I > 1\text{mA}$ ), s'ajoute une chute de tension supplémentaire liée à la résistance série  $R_s \sim 8\text{k}\Omega$  correspondant à une conduction résistive dans les zones P ( $N_A = 5.10^{18}\text{at/cm}^3$ ) et N ( $N_D = 2.10^{20}\text{at/cm}^3$ ) du film Polysilicium. Ces différents mécanismes et le modèle électrique équivalent correspondant sont illustrés sur les figures II.19.a et II.19.b. Deux diodes, respectivement de surface et de volume, traduisent ces évolutions exponentielles du courant avec la tension appliquée.



**Figure II- 19: a) Mécanismes de conduction et b) modélisation électrique équivalente**

On note, que si l'on polarise dans la gamme allant de 10nA à 1μA, la chute de tension aux bornes de la résistance série est négligeable, que les courants parasites et celui de volume sont très réduits (>nA) et l'on peut considérer que la tension appliquée se retrouve intégralement aux bornes de la diode de surface, de même que le courant appliqué correspond à celui circulant dans la diode de surface.

Avant d'aller plus dans l'emploi de ces dipôles non linéaires, nous avons vérifié, comme le montre la figure II.20, la reproductibilité de ces caractéristiques I(V) sur les 16 capteurs que comprend notre plateforme de mesure thermique. On peut apprécier que l'on retrouve bien la même évolution des caractéristiques électriques et même noter la bonne uniformité obtenue. On peut, dès lors, envisager de les disposer le long ou en travers d'une canalisation μfluidique pour établir des profils thermiques longitudinaux et transversaux.



**Figure II- 20: Caractéristiques V(I) de plusieurs capteurs d'une même plateforme**

L'uniformité des caractéristiques reflète la maîtrise du processus de fabrication de ces éléments à seuils symétriques et nous permet à présent de caractériser ces capteurs en fonction de la température et de mesurer leurs performances.

### II.3.2 Caractérisation de la sensibilité électrique avec la température.

Le bon contrôle de la température du capteur est assuré par le porte-échantillon de la station de mesure sous pointes 'Cascade' régulé thermiquement. Compte tenu des applications pressenties au niveau chimique, les mesures électriques sont effectuées pour une gamme de température comprise entre 20 et 100°C. La figure II.21 montre l'évolution de la caractéristique  $I(V)$  obtenue à forts niveaux de courant. On note que la tension de seuil, proche de 35V, n'est pas ou peu affectée quand la température croît, alors qu'en même temps la résistance série diminue.

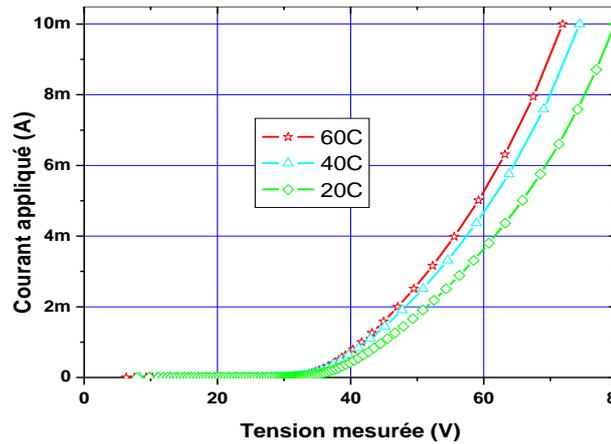


Figure II- 21: Evolution avec la température de la caractéristique  $I(V)$  à fort niveau de courant

Ce premier constat macroscopique mérite d'être affiné en traçant la caractéristique  $V(I)$  sur une échelle semi-logarithmique (figure II.22). On retrouve pour chaque température, les différents types de conduction précédemment identifiés.

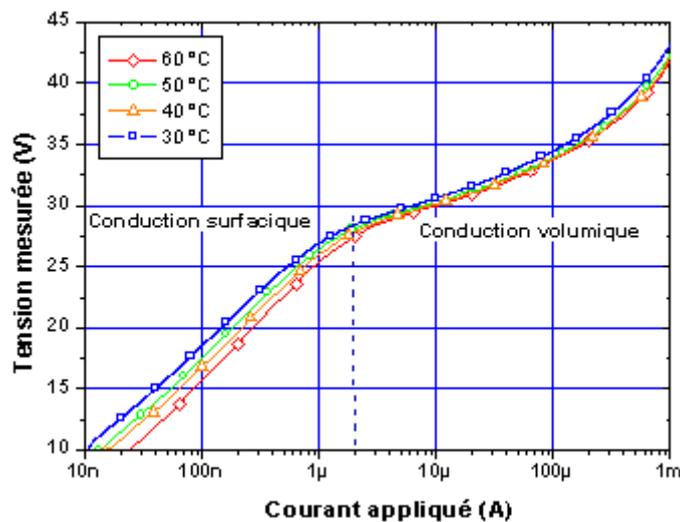
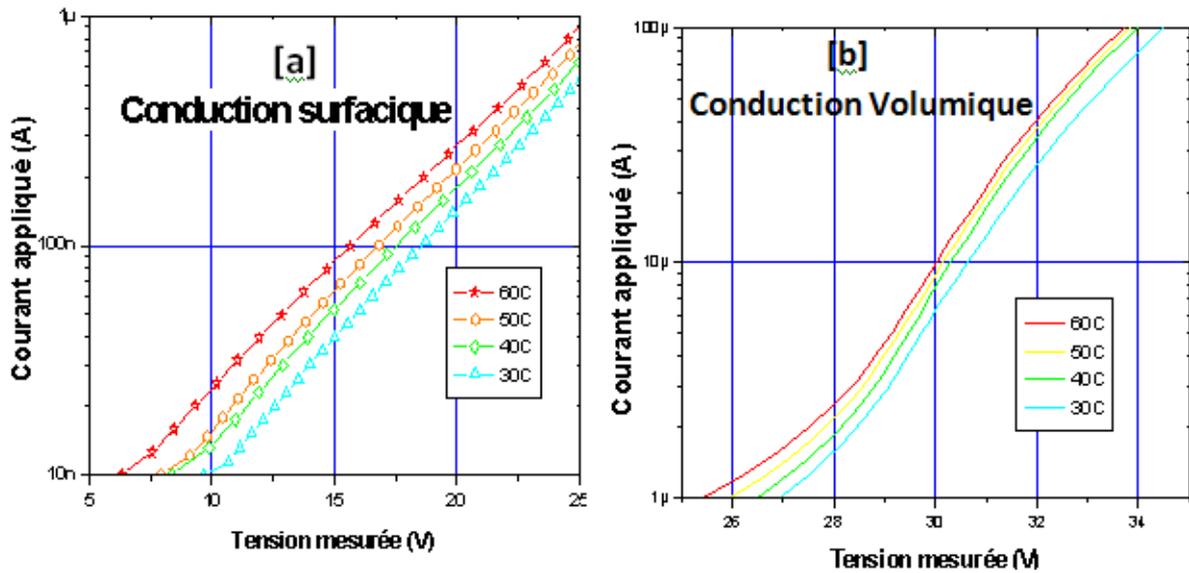


Figure II- 22: Evolution de la caractéristique  $V(I)$  avec la température à bas niveau de courant

On note que les courbes à bas niveau (conduction surfacique) sont nettement dissociées les unes des autres et que la sensibilité en température est la plus forte. Cette remarque est confirmée en dilatant les zones correspondant respectivement à la conduction surfacique (1nA à 1µA) et volumiques (1µA à 100µA) comme le montrent les courbes  $V(I)$  des figures II.23.a et II.23.b.



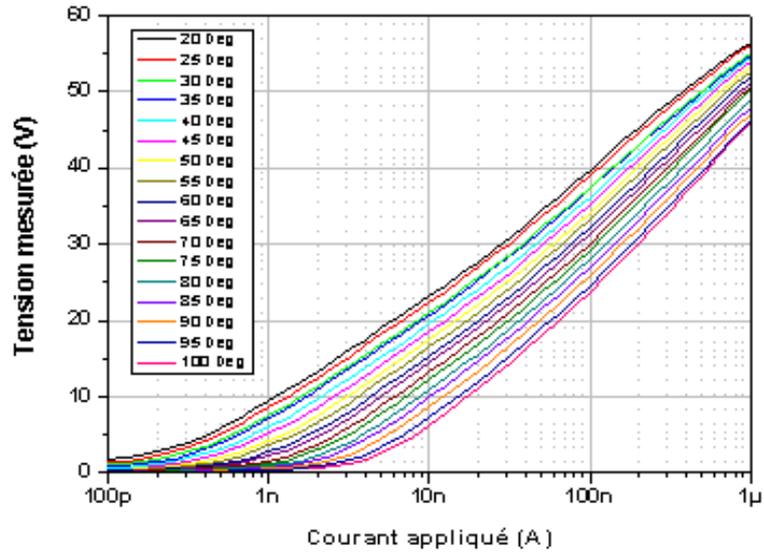
**Figure II-23: Sensibilité en température en conduction surfacique (a) et volumique (b)**

Comme on peut le mesurer sur la figure II.23.a, en se polarisant à  $I_A = 20 \text{ nA}$ , la sensibilité thermique en tension est d'environ  $S_V \sim -110 \text{ mV}/^\circ\text{C}$  ( $S_{rV} \sim -1\%/^\circ\text{C}$ ). Cette même sensibilité thermique en tension chute à  $-16 \text{ mV}/^\circ\text{C}$  pour  $I_A = 10 \mu\text{A}$  en régime de conduction volumique (Figure II.23.b).

Ces mesures nous confirment définitivement que pour optimiser la sensibilité en température, il convient de polariser ces capteurs dans la gamme de courant (ou de tension) correspondant au régime de conduction surfacique avec en plus la garantie de limiter l'auto-échauffement.

Sur la figure II.24, nous avons reporté, pour la zone de détection optimale, les caractéristiques  $V(I)$  d'un capteur de grande dimension (type II : 12 diodes) pour une gamme de températures comprises entre  $20^\circ\text{C}$  et  $100^\circ\text{C}$  avec un pas de  $5^\circ\text{C}$ . Comme pour le capteur de type I, à courant appliqué donné, la décroissance linéaire de la tension mesurée avec l'augmentation de la température traduit une sensibilité thermique en tension constante dans cette plage de température.

Ainsi, pour une polarisation de  $I_A = 10 \text{ nA}$ , la tension chute de  $23 \text{ V}$  à  $6 \text{ V}$  pour une température variant de  $20^\circ\text{C}$  à  $100^\circ\text{C}$  respectivement, correspondant à une sensibilité thermique en tension de  $S_V = -212 \text{ mV}/^\circ\text{C}$ . Cet accroissement de la sensibilité thermique en tension est directement imputable à l'augmentation du nombre de diodes placées en série (12 diodes pour le type II contre 4 pour le type I).

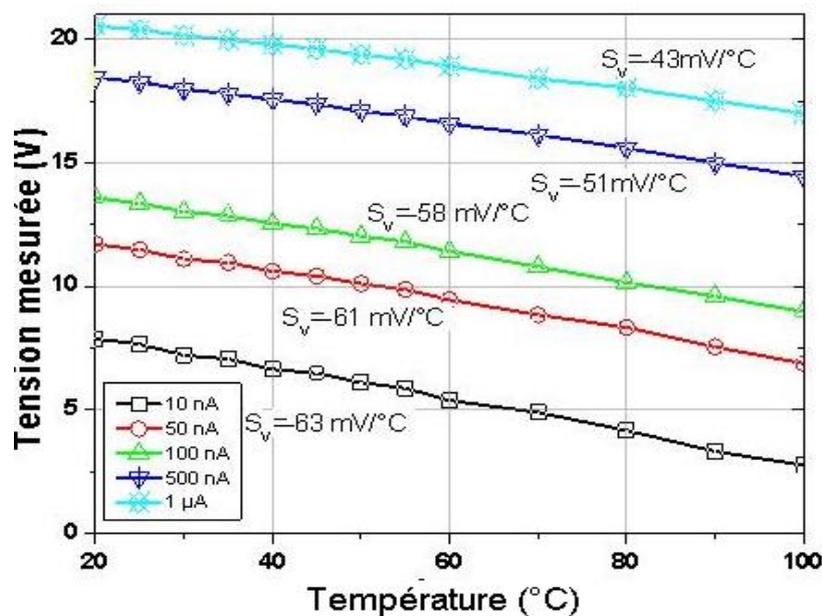


**Figure II-24: Evolution de la caractéristique  $V(I)$  d'un grand capteur avec la température**

On peut également s'intéresser à la sensibilité thermique en courant en se polarisant à  $V_A=15$  V aux bornes du capteur : on observe une augmentation de courant de 1nA à 16.5nA toujours pour une variation en température de 80°C, ce qui correspond à une sensibilité thermique relative en courant de  $S_{rI}= 20\%/^{\circ}\text{C}$ . En revanche, contrairement à la sensibilité thermique en tension, la sensibilité thermique en courant ne varie pas avec le nombre de diodes placées en série.

### II.3.2.1 Etude de la sensibilité thermique en tension

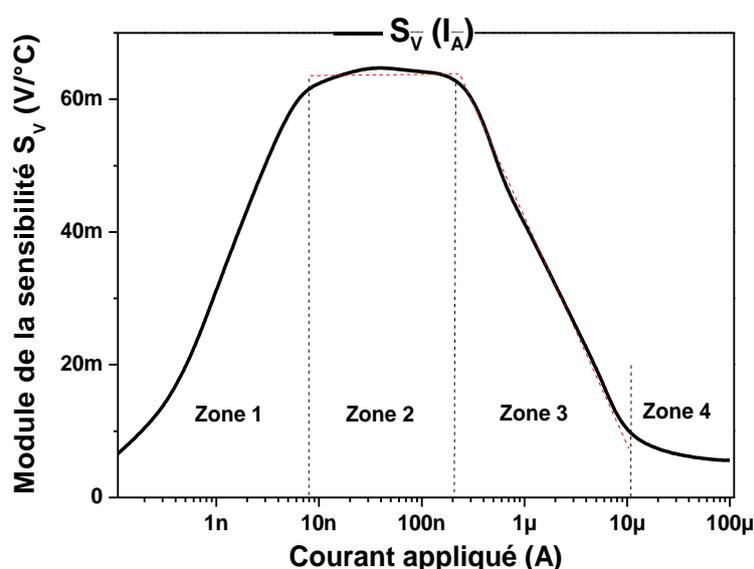
L'observation de la figure II.22 laisse prévoir que la sensibilité thermique en tension varie avec le courant de polarisation et c'est pourquoi dans le cas du capteur I, nous avons tracé l'évolution de la tension (Figure II.25) en fonction de la température pour différents courants de polarisation.



**Figure II-25: Evolution de la tension en fonction de la température pour différents courants**

Pour un courant de polarisation donné, la variation linéaire de la tension avec la température montre que la sensibilité thermique en tension est constante et vaut pour  $I_A=10\text{nA}$  environ  $S_V \sim -63\text{mV}/^\circ\text{C}$ .

Sur cette même figure II.25, on constate que la sensibilité thermique en tension baisse quand le courant de polarisation croît : pour mieux appréhender et comprendre cette évolution avec le courant, nous l'avons reporté sur la figure II.26 sur une large gamme de courant de polarisation.



**Figure II- 26: Evolution du module de la sensibilité thermique en tension avec le courant**

On peut distinguer quatre zones distinctes :

- la zone 1 qui fait apparaître une augmentation de la sensibilité  $S_V$  avec le courant appliqué. Ce dernier correspondant à la somme du courant parasite ( $I_{Rf}$ ) et du courant de surface ( $I_{\text{Surf}}$ ), on peut imputer cette augmentation à un accroissement moins rapide du courant dans la résistance de fuite  $R_f$  (cf. le schéma électrique équivalent de la fig. II.15.b) que celui conduit par la diode de surface ( $I_{\text{Surf}}$ ). Cette zone 1 correspond donc à la frontière entre la conduction parasite et surfacique.

- la zone 2 qui correspond quasiment à la seule conduction surfacique et à une valeur constante et maximale de la sensibilité qui atteint  $S_V = -65\text{mV}/^\circ\text{C}$ . Même si la gamme de polarisation comprise entre 10nA à 200nA peut être exploitable, en pratique on préférera se polariser près de la limite supérieure pour être moins sensible à la dispersion de la résistance de fuite.

- la zone 3 qui voit intervenir une chute de la sensibilité liée à la conduction de volume qui devient, au fur et à mesure que le courant croît, de moins en moins négligeable.

- enfin la zone 4 qui correspond à la sensibilité de la seule conduction volumique qui ne vaut plus que  $S_V = -6\text{mV}/^\circ\text{C}$ , environ 10 fois moins sensible qu'en conduction surfacique.

Nous avons également évalué l'impact de l'éclairement (photo-courant) en commençant par mesurer les caractéristiques  $V(I)$  à 20°C dans l'obscurité et sous éclairage, puis comparé ces dernières à celle correspondant à 21°C dans l'obscurité (Figure II.27). Comme l'écart entre ces courbes est réduit, nous avons limité le balayage en courant ( $I_A$  de 0 à 10nA).

On observe que l'écart entre les mesures dans l'obscurité et sous éclairage est très réduit et correspond à un photo-courant de l'ordre de 0.1nA. De même, un accroissement d'un degré (courbe en rouge) est bien dissocié et donc par la suite, en se polarisant à quelques dizaines de nano Ampère, on négligera l'éventuel photo-courant et son impact sur nos mesures.

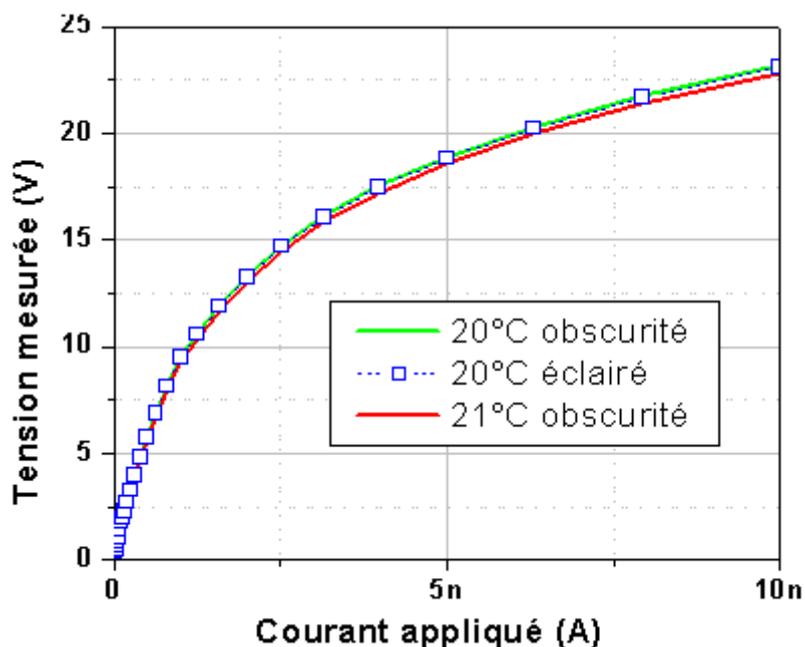


Figure II- 27: Influence de la lumière sur les caractéristiques  $V(I)$  des capteurs

### II.3.2.2 Etude de la sensibilité en courant

Pour mesurer la sensibilité thermique en courant il convient de se polariser à tension appliquée constante et de mesurer le courant en faisant varier la température de 20°C à 100°C. La figure II.28 représente les évolutions du courant avec la température, pour des tensions de polarisation comprises entre 10V et 40V.

On note cette fois que le courant croît exponentiellement (échelle semi-Log.) avec la température, et ainsi le courant mesuré est multiplié par 20 pour une élévation en température de 80°C. Cette croissance exponentielle du courant avec la température empêche la détermination d'une constante correspondant à la sensibilité thermique en courant. En effet, plus l'écart en température considéré est grand, plus la sensibilité correspondante est grande. Ainsi on passe d'une sensibilité thermique relative en courant d'environ 5% pour une variation de 10°C à près de 20% pour une variation de 80°C.

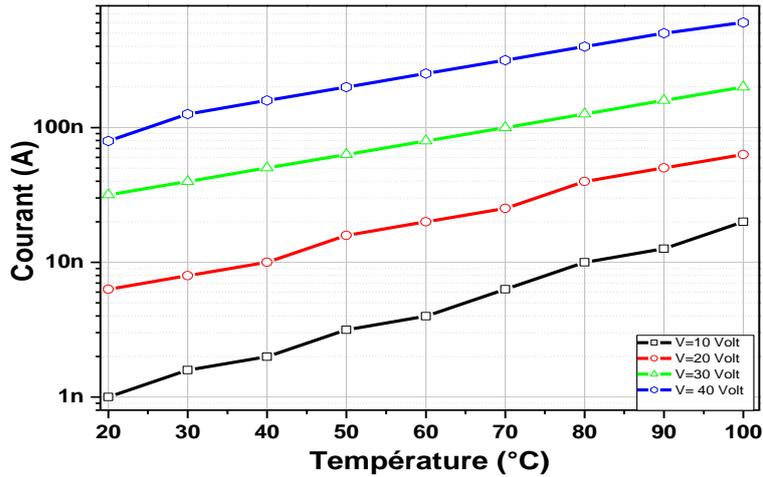


Figure II- 28: Evolution du courant en fonction de la température pour différentes tensions.

On peut déduire de ces mesures la loi liant le courant mesuré  $I_{mes}$ , correspondant à une température à mesurer  $T_{mes}$ , au courant référent  $I_{ref}$  correspondant à la température ambiante  $T_{amb}$  comme l'exprime l'équation ci dessous :

$$I_{mes}(T_{mes}) = I_{ref}(T_{amb}) \exp\left(\frac{T_{mes}-T_{amb}}{T_0(V_A)}\right) \quad [II. 5]$$

où  $T_0$  est la température caractéristique du capteur et sa valeur évolue avec la tension de polarisation  $V_A$ . On peut déterminer la valeur de la température caractéristique  $T_0$  à l'aide de l'expression suivante :

$$T_0(V_A) = \frac{T_{mes}-T_{amb}}{\ln\left(\frac{I_{mes}}{I_{ref}}\right)} \quad [II. 6]$$

Sur la figure II.29, nous avons tracé l'évolution de cette température caractéristique avec la tension appliquée au capteur.

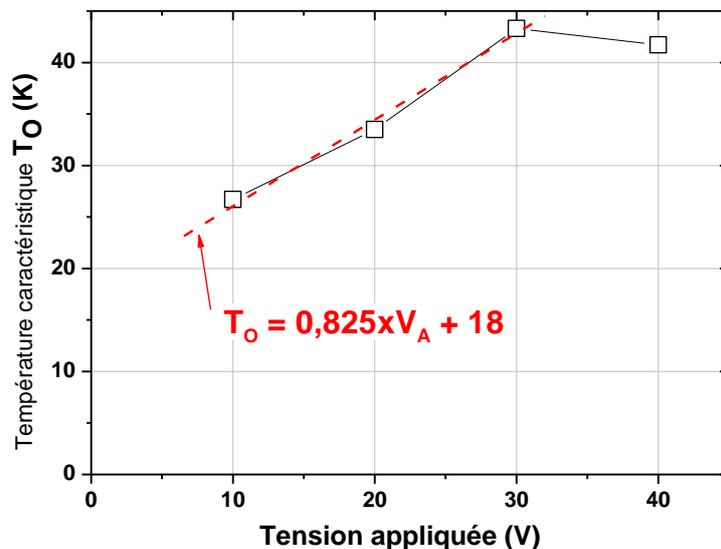


Figure II- 29: Evolution de la température caractéristique  $T_0$  avec la tension appliquée  $V_A$

Si on limite l'analyse à une plage de tension  $V_A$  comprise entre 5V et 30V, on constate que cette température caractéristique croît linéairement avec la tension de polarisation. Comme déjà observé sur la sensibilité en tension, plus la polarisation est faible, plus  $T_0$  sera faible et donc la sensibilité en courant sera élevée.

Au final, même s'il paraît délicat d'exploiter la sensibilité thermique en courant de nos capteurs pour une mesure absolue de la température, on peut aisément déterminer une élévation en température ( $\Delta T = T_{mes} - T_{ref}$ ) à l'aide de l'équation suivante et cela quelle que soit la polarisation appliquée:

$$\Delta T = T_0(V_A) \times \ln \left( \frac{I_{mes}}{I_{ref}} \right) \quad \text{[II.7]}$$

### II.3.3 Influence des paramètres technologiques sur les performances des capteurs

Nous nous sommes attachés précédemment à bien montrer que nos capteurs présentent une sensibilité optimale en régime de conduction surfacique. Différents tests technologiques et électriques, nous ont montré que les performances de ces capteurs sont insensibles à l'épaisseur de la couche de polysilicium. Dès lors, outre la longueur de la jonction de surface (périmètre de la diode PN), seul le niveau de dopage de la zone faiblement dopée (type P dans notre cas) peut affecter les caractéristiques et performances de ces capteurs, notamment la tension Zener des jonctions PN et la résistance série. L'autre motivation pour modifier le dopage vient du niveau très faible du courant mesuré (quelques nA) qui, conjugué à la valeur élevée de la tension de polarisation (quelques dizaines de Volts), complique sérieusement l'instrumentation électronique. Pour répondre à cette considération liée à l'instrumentation, il est important d'accroître le courant autour du micro-ampère et réduire la tension de fonctionnement à 5V ou moins.

L'étude sur l'influence du dopage de type P, porte sur trois niveaux de dopage réalisé sur 6 wafers ayant subi le même processus technologique. Les implantations de Bore ( $P^+$ ) s'effectuent toujours à une énergie de 50keV et avec des doses de  $2.5 \times 10^{14}$ ,  $5 \times 10^{14}$  et  $10^{15}$  at/cm<sup>2</sup> pour obtenir respectivement  $N_A = 5 \times 10^{18}$ ,  $10^{19}$  et  $2 \times 10^{19}$  at/cm<sup>3</sup>. Les figures II.27.a et b présentent les caractéristiques tension/courant du wafer 3 ( $N_A = 10^{19}$  at/cm<sup>3</sup>) et du wafer 5 ( $N_A = 2.10^{19}$  at/cm<sup>3</sup>), dont le dopage est plus élevé que celui du capteur précédemment présenté (cf. fig. II.22 =>  $N_A = 5 \times 10^{18}$  at/cm<sup>3</sup> correspondant au wafer 1). Leur comportement électrique présenté sur les figures II.30 est très semblable, mais les tensions mesurées pour un courant donné sont nettement plus réduites pour le dopage le plus élevé.

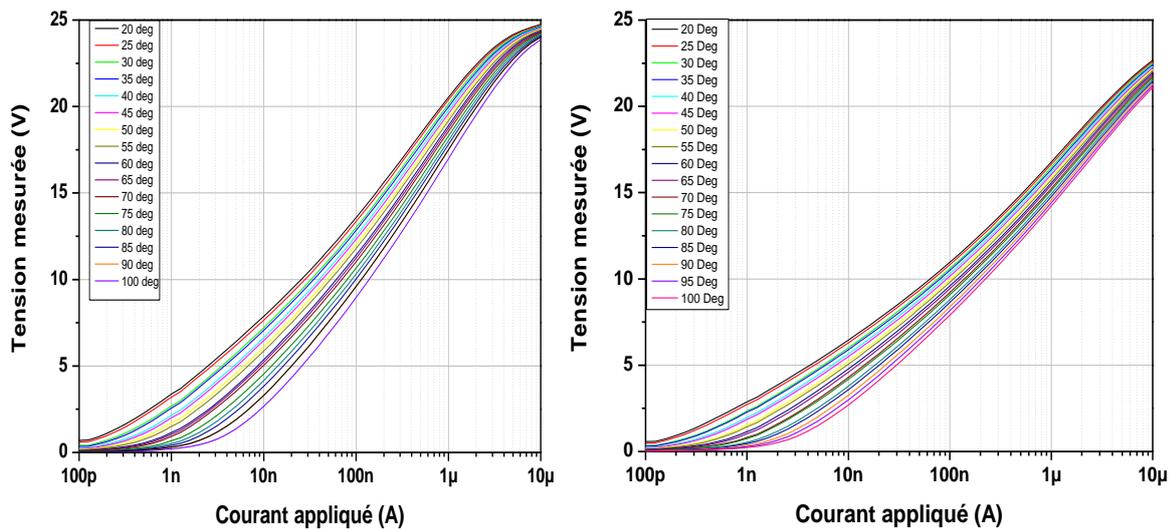


Figure II- 30: Caractéristiques  $V(I)$  pour un dopage P : a)  $10^{19} \text{ cm}^{-3}$  et b)  $2.10^{19} \text{ cm}^{-3}$

Pour montrer l'influence du dopage à une température donnée, nous avons tracé sur la figure II.31, les courbes  $V(I)$  mesurées pour les trois niveaux de dopage à température ambiante ( $20^\circ\text{C}$ ). Comme attendu, on observe une chute très importante de la tension mesurée, à courant de polarisation donné. Ainsi, en considérant un courant  $I_A = 10 \text{ nA}$  (zone de conduction surfacique), on obtient une tension de  $14.5\text{V}$  pour un dopage de  $5.10^{18} \text{ cm}^{-3}$ , contre  $7\text{V}$  pour  $10^{19} \text{ cm}^{-3}$  et enfin  $6\text{V}$  pour  $2.10^{19} \text{ cm}^{-3}$ .

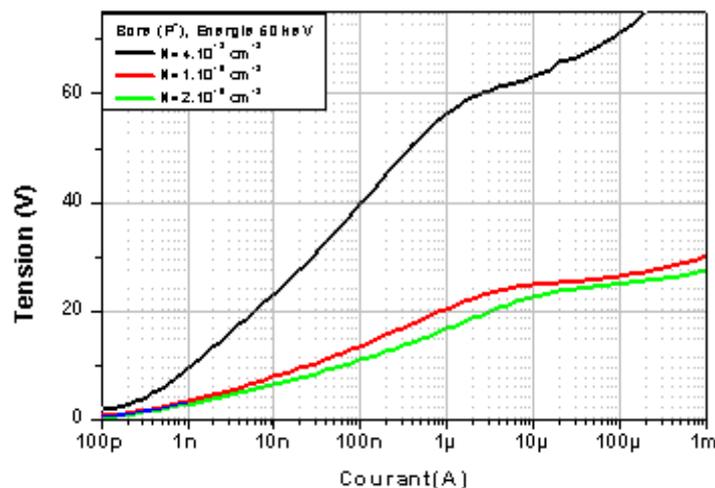


Figure II- 31: Influence du dopage de type P sur les caractéristiques électriques  $V(I)$

La baisse significative de la tension dans la zone de conduction surfacique, conjuguée à l'accroissement du courant, permet d'envisager plus sereinement l'association de ces capteurs avec des amplificateurs opérationnels classiques. De plus, on note que la limite de la zone de conduction surfacique croît avec l'augmentation du niveau de dopage comme l'illustrent les flèches sur la figure II.31.

Il est clair que la diminution de la tension de fonctionnement avec l'augmentation du dopage se traduit par une diminution de la sensibilité thermique en tension. C'est pourquoi nous avons réalisé une étude comparant les sensibilités thermiques relatives en tension pour évaluer l'impact de l'accroissement du dopage. L'évolution du module de la sensibilité thermique relative

en tension  $[S_{rV}]$  présentée sur la figure II.32, montre que cette dernière reste constante à une valeur maximale  $S_{rV \max} = -1.5\%/V$  sur une plage de courant de polarisation allant de 0.1nA à près de 10nA et ce quel que soit le dopage considéré.

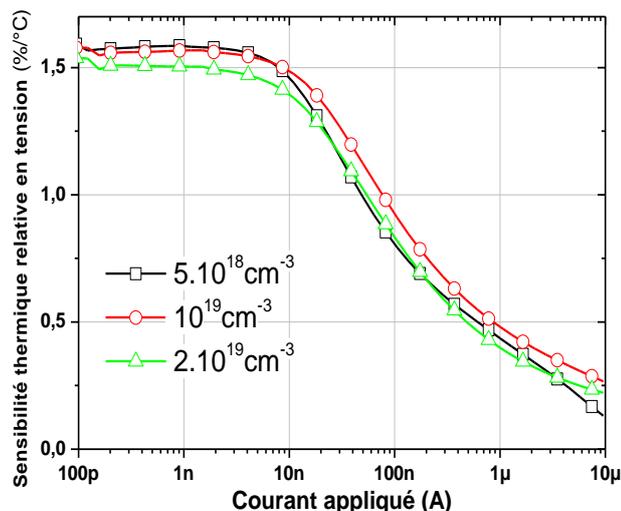


Figure II- 32: Influence du dopage sur la sensibilité thermique relative en tension

Ces remarques nous confortent dans l'idée d'accroître le dopage pour optimiser les caractéristiques électriques du capteur pour l'instrumentation, sans que ce soit au détriment de la sensibilité. La sensibilité relative en courant présente le même comportement peu sensible au dopage considéré.

## II.4 Modélisation comportementale

Cette étude vise, à partir de mesures effectuées sur nos capteurs de type I ( $A=100 \times 100 \mu\text{m}^2$  comprenant 4 jonctions PN en inverse, dopé à  $N_A=10^{19} \text{ at/cm}^3$ ), à extraire un premier modèle électrique équivalent simple traduisant fidèlement l'évolution de la caractéristique  $I(V)$  pour une gamme de courant allant de 100pA à 1mA. Ce travail de modélisation débute par l'extraction d'un premier modèle purement électrique valide dans une large gamme de courant. Puis nous aborderons la modélisation thermique-électrique proprement dite en ne considérant que le fonctionnement capteur en conduction surfacique seule et donc sans auto échauffement.

### II.4.1 Modélisation électrique

En se plaçant au-delà de 100pA, nous pouvons négliger l'influence de la résistance de fuite  $R_F$ , et l'extraction du modèle peut se faire de la façon suivante. Comme l'illustre la figure II.33, l'extrapolation à très bas niveau de courant permet de déterminer le courant de saturation ( $I_{D_{\text{surf}} \text{ sat}}$ ) et le facteur de non idéalité ( $n_s$ ) correspondant à la diode de surface. Une extrapolation semblable à plus haut niveau permet d'obtenir les mêmes paramètres ( $I_{D_{\text{Vol. sat}}}$ ,  $n_v$ ) correspondant à la diode de volume. Enfin, au-delà du milliampère on peut déduire de l'écart entre la courbe asymptotique et la courbe mesurée la valeur de la résistance série  $R_s$ .

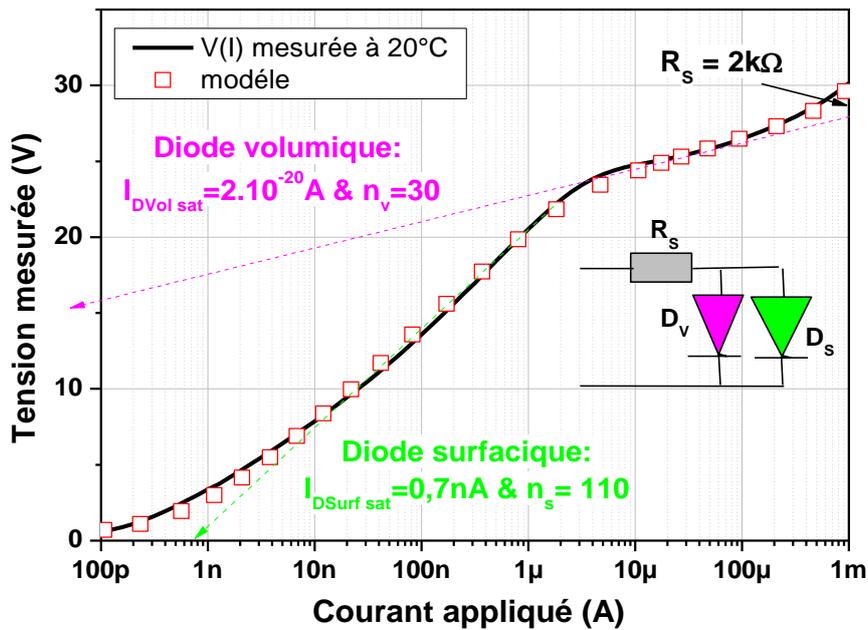


Figure II- 33: *Extraction des paramètres du modèle électrique équivalent*

Comme nous avons négligé la résistance de fuite, le courant appliqué au capteur  $I_A$  est la somme des courants dans la diode de surface et celle de volume ( $I_A = I_{DS} + I_{DV}$ ). Ces deux courants suivent les équations suivantes :

$$I_{D\ Surf} = I_{D\ Surf\ sat} \times \left[ \exp\left(\frac{V_A}{\frac{kT}{q} \times n_s}\right) - 1 \right] \quad [II.8]$$

et

$$I_{D\ Vol} = I_{D\ Vol\ sat} \times \left[ \exp\left(\frac{V_A - R_s I_A}{\frac{kT}{q} \times n_v}\right) - 1 \right] \quad [II.9]$$

Où  $I_{D\ Surf\ sat}$  &  $I_{D\ Vol\ sat}$  sont respectivement le courant de saturation de la diode de surface et celle de volume,  $n_s$  &  $n_v$  sont les facteurs d'idéalité des diodes de surface et de volume  
 $k$  est la constante de Boltzmann =  $1,38.10^{-23} \text{ m}^2.\text{kg}.\text{s}^{-2}.\text{K}$   
 $q$  est la charge élémentaire d'un électron =  $1,6.10^{-19} \text{ C}$   
 $T$  est la température (Kelvin)  
et enfin  $V_A$  est la tension mesurée (Volt)

A bas niveau de polarisation ( $I_A < 1\mu\text{A}$ ) la présence de la résistance série n'affecte pas la valeur de la tension aux bornes des diodes et peut donc être légitimement négligée. En revanche elle ne peut être occultée du calcul du courant volumique. Sur la figure II.30, on peut apprécier le bon accord entre la mesure et notre modélisation électrique.

Pour aller plus loin dans la modélisation pour intégrer la sensibilité en température, il convient d'étudier l'évolution des paramètres ( $I_{D\ sat}$  &  $n$ ) du modèle avec la température.

## II.4.2 Modélisation thermique - électrique des capteurs

Pour établir notre modèle thermique-électrique, nous commençons par extraire des caractéristiques  $V(I)$  paramétrées en température, l'évolution du courant de saturation et du facteur d'idéalité de la diode de surface reporté sur la figure II.31. C'est par extrapolation à  $V_A = 0V$  de la courbe  $V(I)$  que l'on déduit la valeur du courant de saturation  $I_{D \text{ surf sat}}$  et cela pour les différentes températures comprises entre 20°C et 100°C. Le facteur d'idéalité  $n_s$  (cf Fig. II.34) est déterminé à l'aide de l'équation suivante :

$$n_s = \frac{V_A}{\frac{kT}{q} \times \ln \left( \frac{I_A}{I_{D \text{ surf sat}}} + 1 \right)} \quad [\text{II. 10}]$$

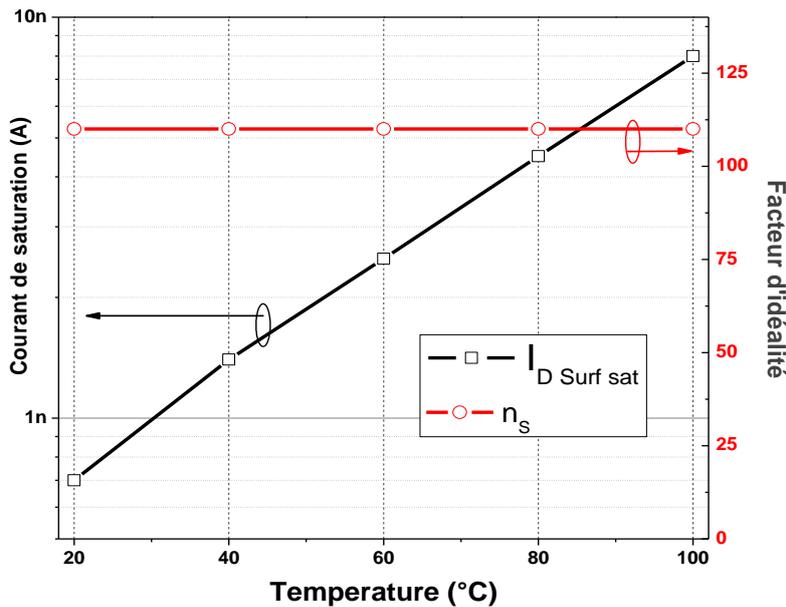


Figure II- 34 : Evolution du courant de saturation et du facteur d'idéalité de la diode de surface

Comme le traduit l'échelle logarithmique en courant, le courant de saturation de la diode de surface évolue exponentiellement avec la température et se traduit par l'équation :

$$I_{D \text{ Surf sat}}(T) = I_{D \text{ Surf sat}}(0 \text{ K}) \times \exp \left( \frac{T}{T_0} \right) \quad [\text{II.11}]$$

Où  $T$  est la température exprimée en °K,  $I_{D \text{ Surf sat}}(0^\circ\text{K})$  correspond à l'extrapolation du courant de saturation à  $T=0^\circ\text{K}$  ( $I_{D \text{ Surf sat}}(0^\circ\text{K}) = 120 \text{ fA}$ ) et enfin  $T_0 = 34^\circ\text{K}$

On note également que le facteur d'idéalité est certes élevé ( $n_s=110$ ), mais que sa valeur est invariante avec la température. Pour être encore plus précis dans notre modèle et pouvoir aussi appréhender le fonctionnement à fort niveau (en actionneur thermique), nous avons réitéré cette extraction des paramètres pour la diode de volume. La modélisation globale est comparée avec l'expérience sur les courbes de la figure II.35.

On peut apprécier l'excellent accord entre notre modèle et les courbes expérimentales et ce pour plus de sept décades en courant. Un meilleur accord à très bas niveau peut être obtenu en intégrant dans le modèle la résistance de fuite.

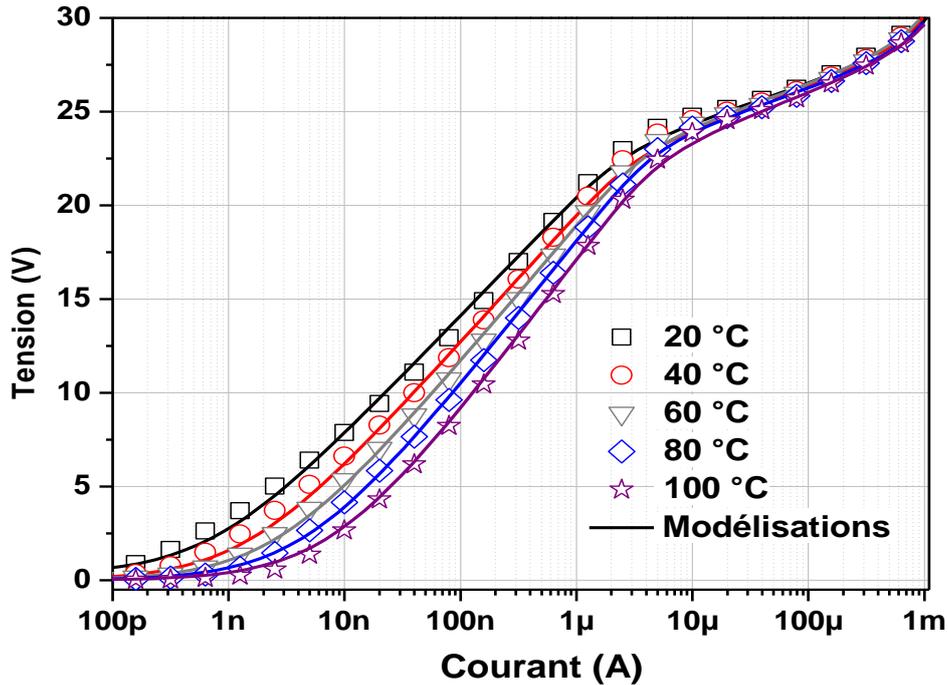


Figure II- 35: *Comparaison de la courbe expérimentale et de la courbe théorique.*

Enfin, nous avons mené le même travail d'extraction des paramètres du modèle pour les trois niveaux de dopage explorés et le tableau II.1 en fait la synthèse.

Dopage ( $\text{cm}^{-3}$ )	$R_s$ ( $\Omega$ )	$I_{D \text{ surf sat}}$ (A)	$n_s$	$I_{D \text{ vol sat}}$ (A)	$n_v$
$5 \cdot 10^{18}$	2700	$2 \cdot 10^{-9}$	345	$3 \cdot 10^{-19}$	41
$10^{19}$	2000	$7 \cdot 10^{-10}$	110	$2 \cdot 10^{-20}$	31
$2 \cdot 10^{19}$	750	$8 \cdot 10^{-10}$	95	$3 \cdot 10^{-17}$	35

Tableau II. 1: *Influence du dopage sur les paramètres du modèle*

On obtient une diminution de la résistance série et du facteur d'idéalité, un accroissement du courant de saturation de la diode de surface, quand le niveau de dopage croit.

## II.5 Caractérisation en bruit des capteurs

Les mesures de sensibilité ont clairement mis en évidence les potentialités de nos capteurs. Il convient à présent de renforcer ces caractérisations électriques par des mesures de bruit de fond pour tenter d'évaluer leur limite de détectivité (plancher de bruit). La structure étant constituée de jonctions, en direct et en inverse, en série avec une résistance, on s'attend à trouver un bruit de grenaille en  $1/f$  à basse fréquence, puis un plancher de bruit lié au bruit thermique. Les mesures de densité spectrale de bruit en courant sont présentées sur la figure II.36 à différents niveaux de polarisation pour connaître son influence sur le spectre de bruit.

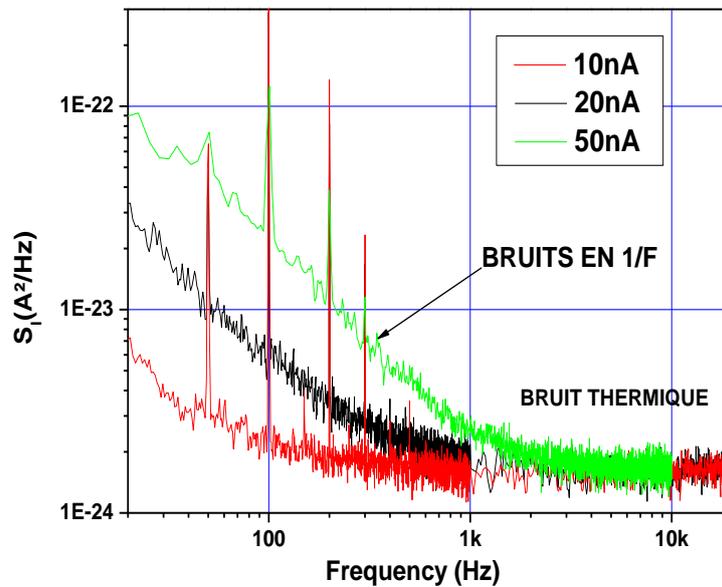


Figure II- 36: Evolution de la densité spectrale du bruit en courant

Nous disposons d'un équipement de mesure de bruit qui permet, quand le dispositif mesuré est bien placé dans une cage de faraday, l'isolant ainsi de toute source extérieure de bruit, de mesurer la densité spectrale du bruit en courant de quelques  $10^{-25} \text{A}^2/\text{Hz}$ . Nous avons procédé à cette mesure spectrale de bruit pour trois niveaux de courant de polarisation et ainsi évalué son impact sur le bruit généré. On obtient une évolution classique correspondant à une décroissance rapide du bruit à basse fréquence (bruit en  $1/F$ ) lié aux jonctions suivi d'un plateau correspondant au bruit thermique lié aux zones résistives ( $R_s$ ). Ce plancher est à une densité spectrale de bruit en courant d'environ  $2.10^{-24} \text{A}^2/\text{Hz}$  et peut être déterminé à l'aide de la relation suivante :

$$S_i = \frac{4KT}{R} = 2.14 \times 10^{-24} \text{A}^2/\text{Hz} \quad \text{[II. 12]}$$

Dans notre cas la résistance correspondante calculée à  $20^\circ\text{C}$  est de  $R=7.8 \text{k}\Omega$ . Le bruit mesuré est proche de la limite mesurable par la chaîne d'analyse de bruit et sa valeur extrêmement réduite ne devrait pas affecter nos mesures, même les plus ultimes (le milliKelvin). Enfin, on note que cette densité à basse fréquence croît avec le niveau de polarisation, mais qu'au-delà du kHz elles sont toutes les trois confondues avec le niveau du plancher de bruit. Donc si ce bruit venait à perturber nos mesures, une mesure à l'aide d'une détection synchrone permettrait de s'affranchir de l'impact du bruit basse fréquence ( $1/F$ ).

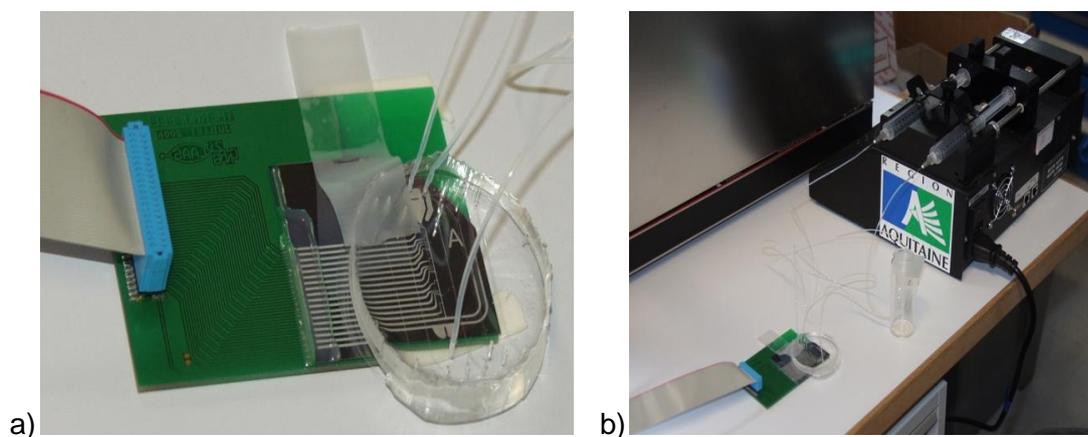
## II.6 Instrumentation thermique d'un circuit microfluidique

### II.6.1 Dispositif expérimental

A présent, nous souhaitons évaluer les potentialités de nos capteurs dans une application microfluidique. Après découpe des wafers, on dispose de quatre plateformes d'instrumentation qu'il convient de coller chacune sur un circuit imprimé dédié (Printed Chip Board ou PCB) et

d'interconnecter à l'aide de fils de micro-soudure en aluminium. Enfin, pour protéger les fils de 25 $\mu$ m de diamètre, on enrobe la zone d'interconnexion avec un gel silicone. Ce montage de la plateforme est présenté sur la figure II.37.a, et l'on voit que le circuit microfluidique, constitué d'un wafer de 100 $\mu$ m de verre coiffé du circuit fluide obtenu par moulage de PDMS, est simplement disposé au dessus. Enfin, pour garantir un bon transfert thermique, une huile silicone est insérée entre le verre et la zone capteur en silicium. A l'aide d'une alimentation programmable 'Agilent 4156C', on pourra polariser et mesurer quatre capteurs simultanément.

Un système de pousse seringue (figure II.37.b), nous permet d'ajuster le débit constant sur les deux voies d'entrée. En s'appuyant sur des résultats reportés dans la littérature et des tests préalables par thermographie infrarouge, la réaction acido-basique exothermique testée doit générer une élévation en température de 2.5 °C dans le canal.



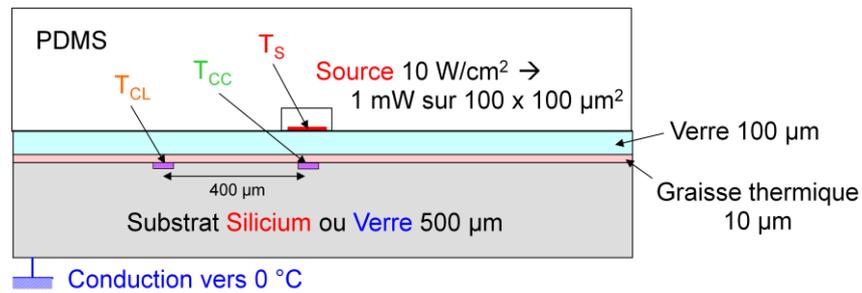
**Figure II- 37 : a) Montage de la plateforme sur PCB, b) banc microfluidique complet**

Le positionnement du canal microfluidique au dessus de nos capteurs s'est avéré simple, rapide et précis. En revanche la transduction thermique induite par la réaction chimique n'a pas pu être observée. Cela est du soit à l'excès de bruit de fond ou des parasites qui rendent impossible l'extraction du signal, soit à d'autres raisons d'origines thermiques. L'importante perturbation électrique des signaux mesurés n'est pas du au bruit de fond du capteur, mais plutôt aux longues pistes d'interconnexions conjugué à l'absence de plan de masse. Après avoir rajouté cette dernière et moyenné sur 8 mesure, nous réduisons de plusieurs décades ces perturbations. Néanmoins, on n'a pas détecté de signal corrélable au transitoire thermique.

C'est pourquoi, à l'aide du simulateur multi physique ABAQUS, nous avons tenté de prédire l'élévation en température au niveau du capteur.

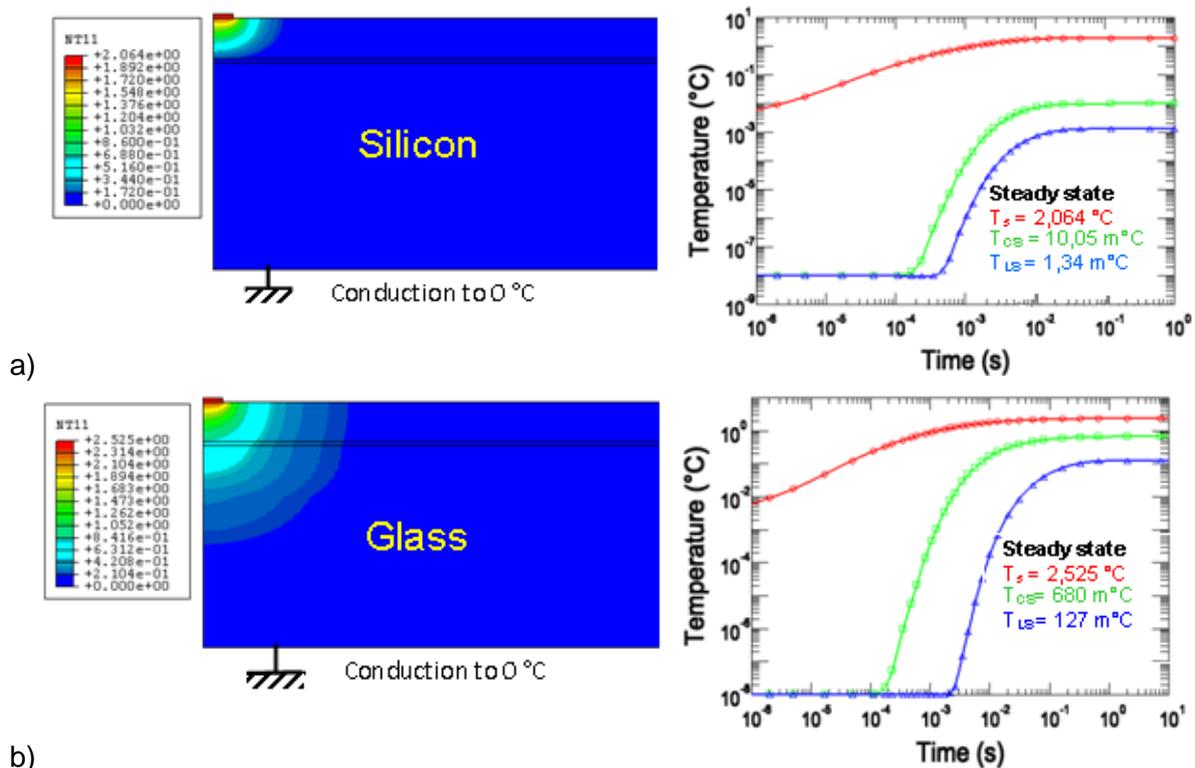
## II.6.2 Simulations thermiques

Ces simulations de transfert thermique aident à comprendre et surtout pondérer la conduction thermique vers le capteur dans la configuration illustrée sur la figure II.38.



**Figure II- 38: Structure retenue pour la simulation thermique**

On considère une source dissipant un flux de puissance de  $10 \text{ W/cm}^2$  positionné à l’aplomb du premier capteur sur l’opercule de  $100 \mu\text{m}$  de verre suivi d’une couche de  $10 \mu\text{m}$  de graisse thermique. Un second capteur placé latéralement à  $400 \mu\text{m}$  nous permet d’analyser la dilution du flux de chaleur. Enfin, dans nos simulations transitoires thermiques, nous considérerons des substrats respectivement en silicium et en verre comme le montrent les figures II.39.a & b.



**Figure II- 39: Simulations transitoires thermiques a) sur substrat silicium & b) sur substrat verre.**

On peut voir que le transitoire thermique est nettement plus rapide dans le cas du silicium, comparé à celui du verre (de même pour le couplage latéral). Ainsi il faut moins de 10ms pour atteindre la température stationnaire pour le silicium contre plus de 100ms dans le cas du verre. De même, compte tenu de leur conductivité thermique respective, l’élévation de température du capteur sur silicium n’est que de  $10 \text{ m}^\circ\text{C}$ , contre près de  $2^\circ\text{C}$  dans la canalisation microfluidique. Cette valeur très réduite suffit pour expliquer nos problèmes expérimentaux lors des premiers tests sur substrat silicium. Quant à lui, l’emploi d’un substrat verre conduit à une élévation en température de  $2.5 \text{ }^\circ\text{C}$  dans la canalisation, et de presque  $0.7 \text{ }^\circ\text{C}$  au niveau du capteur rendant plus aisée la mesure.

Pour la suite de nos travaux plusieurs voies s'ouvrent :

- la réalisation des capteurs sur substrat verre, pertinente pour une amélioration de la mesure. Il faudra tout de même veiller à la compatibilité des étapes thermiques ( $T_{\max} \sim 1000^\circ\text{C}$ ) avec l'emploi d'un substrat de verre,
- le report du circuit microfluidique sur la plateforme en silicium pour une lecture directe et surtout plus rapide.

## II.7 Conclusions

Dans ce second chapitre nous avons présenté le premier processus technologique mis en œuvre, correspondant à un capteur de  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$  comprenant pas moins de 8 diodes PN tête-bêche. Nous avons amplement montré que l'élément à seuils symétriques a une forte sensibilité en température. Néanmoins en observant sa caractéristique  $I(V)$ , on peut déplorer que la zone à forte sensibilité soit à très bas niveau de courant ( $I_A \sim 10\text{nA}$ ) rendant l'instrumentation plus délicate. A cela s'ajoute une tension de polarisation élevée ( $V_A \sim 20\text{V}$ ), qu'il conviendra elle aussi de réduire. En effet, une instrumentation 'classique' fait appel à des capteurs commerciaux dont le point de fonctionnement est compris entre 1V et 5V et un courant proche du micro-ampère.

Pour atteindre cet objectif ( $V_A < 5\text{V}$ ,  $I_A = 1\mu\text{A}$ ), plusieurs évolutions sont envisagées :

- tout d'abord se limiter à deux jonctions PN en inverse pour réduire la tension de fonctionnement,

- puis augmenter le niveau de dopage de la zone faiblement dopée qui impose la tension Zéner, la zone P dans notre cas. Ainsi en augmentant le dopage Bore de  $N_A = 5 \cdot 10^{18}$  à  $10^{19} \text{cm}^{-3}$  et en polarisant à  $I_A = 10\text{nA}$  (sensibilité thermique optimale), la tension de fonctionnement correspondant à 2 jonctions chute de 7V à 4V en accord avec notre objectif. Cette augmentation du dopage a également pour effet d'accroître le courant de 3.2nA à 29nA mesuré à  $V_A = 5\text{V}$  respectivement pour  $N_A = 5 \cdot 10^{18}$  à  $10^{19} \text{cm}^{-3}$ . Cet accroissement d'un facteur 9 ne suffit pas à rehausser le courant à une valeur proche du micro-ampère,

- enfin modifier le premier design pour augmenter le périmètre de la jonction détectrice. En effet pour une largeur de  $W = 100\mu\text{m}$  ces dispositifs disposent d'une largeur de diode de surface  $W_{D \text{ surf}} \sim 2W = 200\mu\text{m}$ . [cf figure II.8]. Donc pour atteindre le micro-ampère, il conviendra de modifier le design et augmenter la largeur des jonctions PN de  $W = 100\mu\text{m}$  actuellement, à près de  $W = 3000\mu\text{m}$  tout en maintenant une taille réduite du détecteur pour garantir une mesure localisée.

Nos études sur l'impact du dopage sur les performances des capteurs ont démontré que ce paramètre n'avait pas d'incidence sur les sensibilités relatives en tension et courant. La décroissance linéaire de la tension avec la température, polarisation à courant constant, permet d'extraire une sensibilité en tension qui est constante sur un large plateau de courant. On obtient

ainsi une sensibilité d'environ  $S_V = -25\text{mV}/^\circ\text{C}$  par diode polarisée en inverse. En revanche l'évolution du courant avec la température, à tension appliquée constante, est exponentielle et peut être exploitée pour une mesure différentielle de température.

Dans la perspective d'utiliser nos capteurs dans une instrumentation multi-capteurs, nous avons proposé un premier modèle électrique, puis thermique et électrique complet. Ainsi en modélisant nos capteurs à l'aide d'une simple diode équivalente polarisée en direct, il est possible de traduire fidèlement, sur une plage de sept décades en courant, le comportement du dipôle en fonctionnement capteur (à bas niveau de courant). Cette modélisation sera mise à profit lors de la conception de l'électronique à l'aide du simulateur PSpice.

Aux considérations électriques, nous avons ajouté celles liées aux mécanismes thermiques notamment en raison de l'emploi d'un substrat de silicium. Comme nous l'avons montré, les prochains capteurs devront être réalisés sur substrat de verre et nécessiteront la prise en compte de considérations liées à la compatibilité thermique de ce nouveau type de substrat.

C'est ce qui a guidé la conception de plateformes d'instrumentation thermique différentes intégrant de nouveaux capteurs : ce sera l'objet du prochain chapitre de cette thèse.



# **Chapitre III:**

## **Capteur thermique optimisé et instrumentation microfluidique**



La première génération de capteurs, amplement étudiée dans le chapitre précédent, nous a permis de mieux cerner l'impact des paramètres technologiques sur leurs performances (point de fonctionnement, sensibilité,...). A présent, nous souhaitons mettre à profit ce travail pour concevoir et réaliser de nouveaux capteurs optimisés. Un point de fonctionnement autour du microampère et une polarisation en tension de quelques Volts sont attendus. Dans la perspective d'instrumentation thermique de circuits microfluidiques, nous devons adapter le premier processus de fabrication sur substrat silicium pour la réalisation de plateformes multi-capteurs sur substrat de verre. Souhaitant étoffer les potentialités d'applications, nous avons également réalisé des capteurs sur substrat de carbure de silicium (SiC) fritté, ce qui ouvre des perspectives vers l'instrumentation de micro réacteurs chimiques.

### III.1 Nouveau design du capteur et des plateformes

Comme l'a montré le second chapitre, ce nouveau design de capteurs doit se traduire par une augmentation de la largeur des jonctions PN, sans pour autant trop accroître la surface de détection pour garantir une mesure ponctuelle. C'est pourquoi nous nous sommes limités à une surface active du capteur de  $200 \times 200 \mu\text{m}^2$ , contre  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$  dans la première génération. Cet accroissement d'un facteur 4 de la surface de détection, nous permet de proposer un nouvel arrangement des diodes et ainsi faire croître le périmètre de  $200 \mu\text{m}$  ( $W=100\mu\text{m}$ ) à  $4000 \mu\text{m}$ , ce qui devrait multiplier par un facteur 20 le courant mesuré pour tendre vers le microampère escompté.

Concernant la réduction de la tension de polarisation, nous avons réduit le nombre de diode à deux ou une et fixé le dopage à  $N_A=10^{19} \text{cm}^{-3}$ .

La figure III.1 montre une vue de dessus de l'ancien et du nouveau type de capteurs pour les comparer. En observant les lignes de courant représentées, on comprend que ce nouveau design revient à mettre pas moins de dix E.S.S de  $200\mu\text{m}$  de large en parallèle.

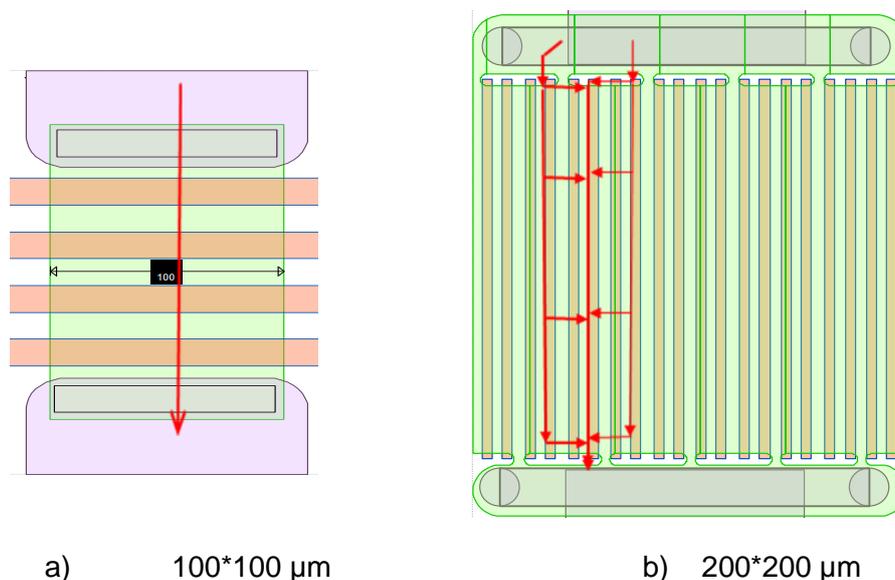
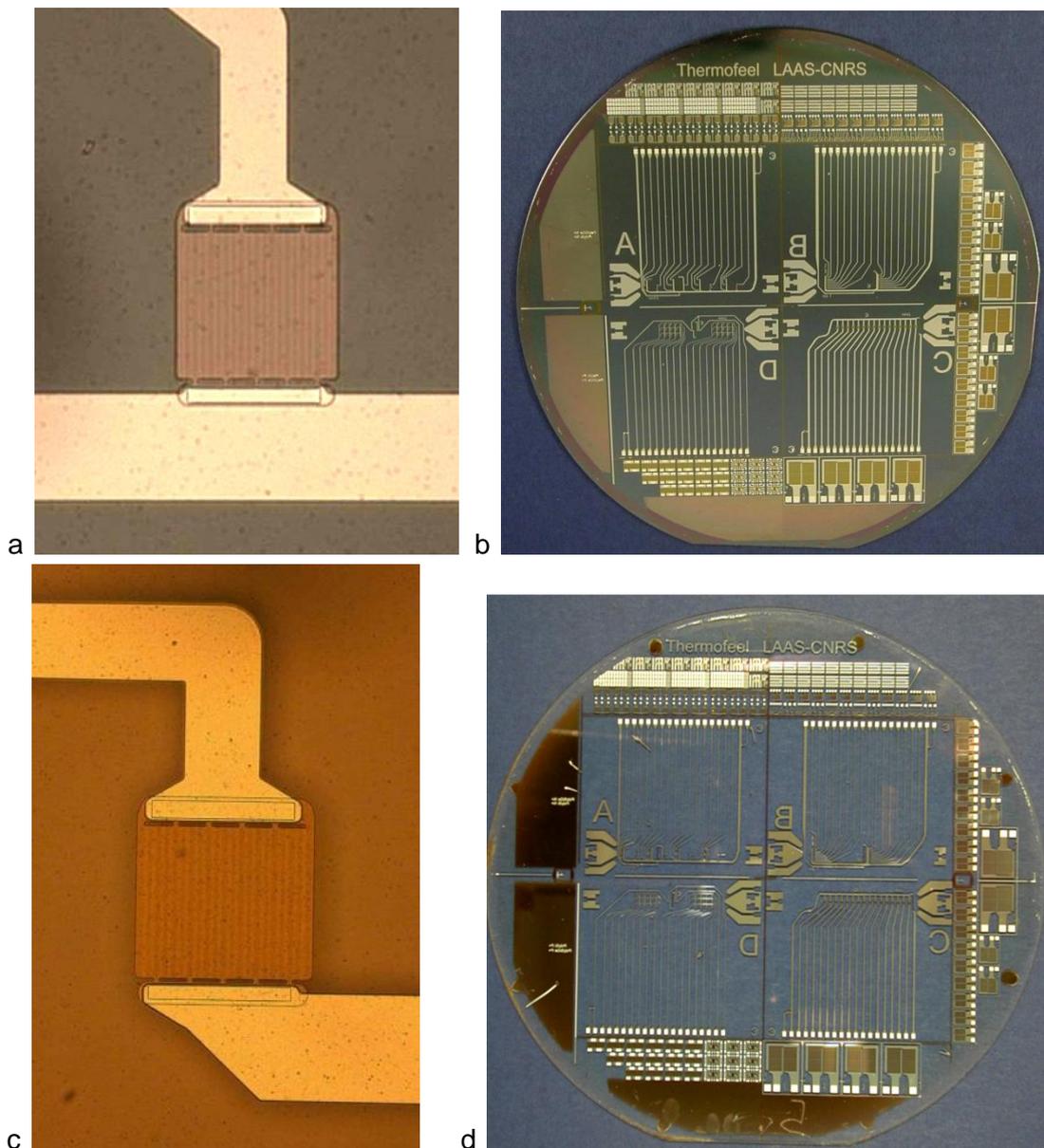


Figure III- 1: vue de dessus des capteurs de la première génération a) et seconde génération b) V.

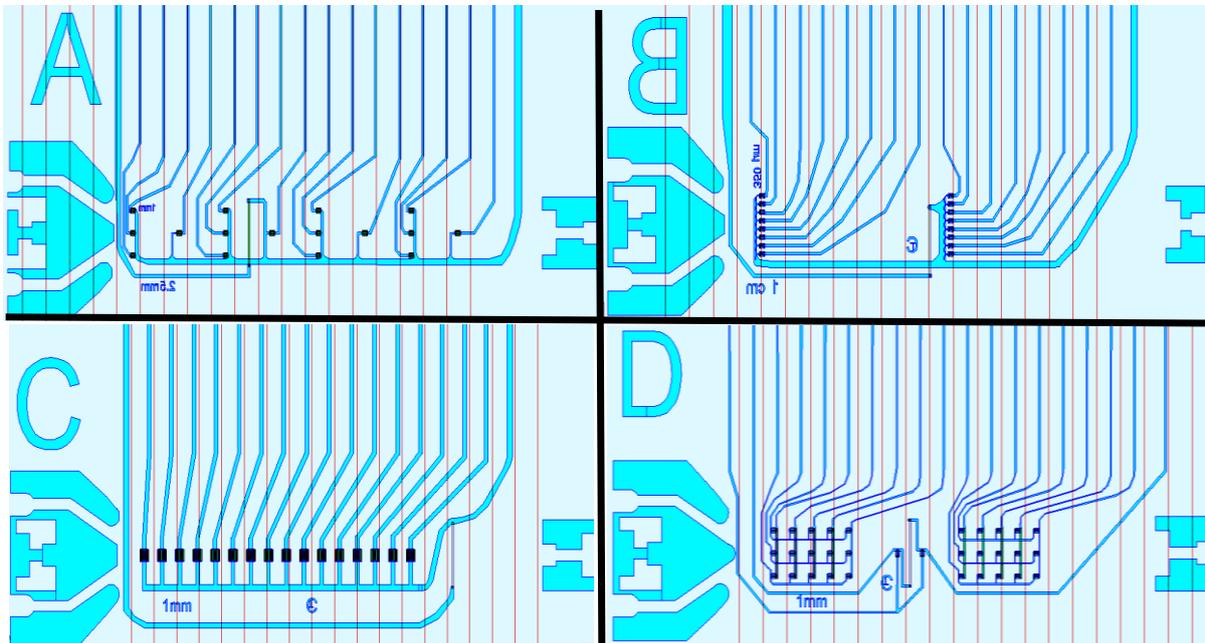
Pour s'assurer de l'amélioration des performances, nous avons processé en parallèle les deux générations de capteurs sur substrat silicium et verre. Nous ne redétaillons pas la technologie de réalisation car les étapes du processus d'élaboration sont identiques à celles présentées au second chapitre. Cependant, nous avons légèrement baissé la température d'activation de 1050°C à 950°C et surtout opté pour des substrats en silice fondue. En effet, plusieurs tests nous ont permis d'établir que ce type de substrat ne présente aucune déformation après des étapes thermiques atteignant 1000°C, contrairement au substrat en quartz ou borosilicate. Enfin, on notera que l'étape préalable de passivation de la surface par SiO<sub>2</sub> est inutile dans le cas du substrat verre.

Les photos sur les figures III.2.a & b et III.2.c & d montrent les capteurs et l'ensemble des plateformes réalisés respectivement sur substrat silicium et verre (transparence).



**Figure III- 2: Photos a) d'un capteur et b) d'une plateforme sur silicium; Photos c) d'un capteur d) d'une plateforme sur verre**

Nous avons ajouté en périphérie des plateformes présentées sur la figure III.3, d'autres capteurs pour tester l'influence de la surface globale de la zone détectrice par exemple. L'ensemble de la surface des plateformes est passivée par une couche de d'oxyde PECVD, à l'exception des ouvertures ménagées pour les interconnexions pour microsoudure de la plateforme collé sur un circuit imprimé.



**Figure III- 3: Détails des plateformes du second processus de fabrication.**

Nous retrouvons les plateformes de mesures longitudinale, transversale et matricielle conservant la disposition des capteurs (espacements). Le capteur matriciel est passé d'une matrice de 7x9 capteurs à 2 matrices de 5x3 capteurs qui permettront une lecture plus précise et plus rapide, en revanche nous disposerons de moins de points de mesures (30 capteurs). Nous nous limités à 16 éléments ce qui conduit à 16 plots d'interconnexion afin de réaliser une instrumentation sur 4 bits.

## III.2 Caractérisations électriques et thermique

Les caractérisations électriques sont réalisées comme précédemment à l'aide du testeur sous pointe 'Cascade' associé à l'analyseur de composant 'Keithley 4200' dédié aux mesures à faibles niveaux. Le pilotage en température du porte substrat permet d'explorer la gamme de température allant de 20 °C à 100 °C.

Notre premier test concerne l'homogénéité des caractéristiques tension/courant sur silicium. La figure III.4 présente les courbes courant-tension de plusieurs capteurs identiques maintenus à 20°C. On peut apprécier la faible dispersion de ces caractéristiques qui confirme que de réduire le nombre de diodes (de 4 à 2) n'affecte pas l'homogénéité et souligne encore notre bonne maîtrise technologique

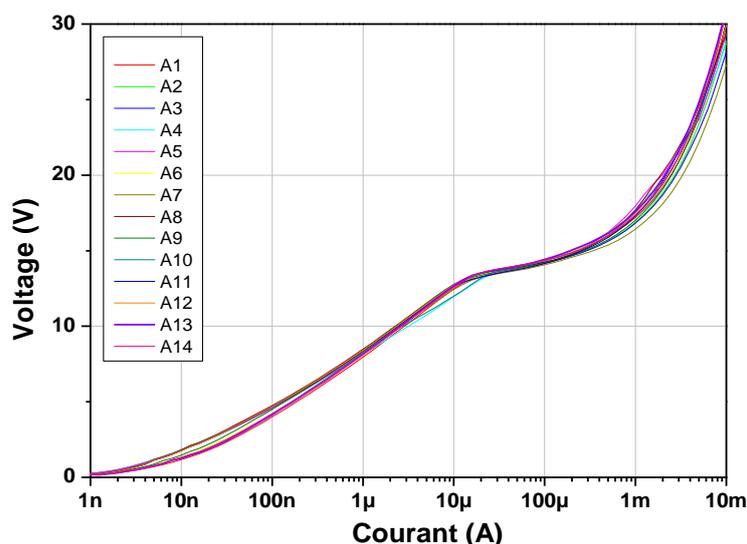


Figure III- 4: Ensemble des capteurs de la plateforme A sur un wafer silicium à 20°C

Cette homogénéité améliorée, comparée à celle de nos premiers capteurs, est due au recentrage des capteurs sur le wafer qui garantit l'uniformité du faisceau lors des implantations de bore et de phosphore, donc une meilleure maîtrise des dopages. Nous allons maintenant comparer, à niveau égal de dopage ( $N_A=10^{19} \text{ cm}^{-3}$ ), les caractéristiques électriques des deux générations de capteurs.

### III.2.1 Influence du design : comparaison 1<sup>ière</sup> et 2<sup>nd</sup> génération de capteur

Pour montrer l'amélioration apportée par l'évolution du design des capteurs, dictée par des considérations liées à l'instrumentation, nous avons tracé sur la figure III.5 la comparaison des caractéristiques I(V) de capteurs de 1<sup>ère</sup> et 2<sup>nd</sup> génération (à une ou deux diodes) à température ambiante ( $T_{\text{amb}}=20^\circ\text{C}$ ) avec un dopage identique de  $N_A=10^{19} \text{ cm}^{-3}$ .

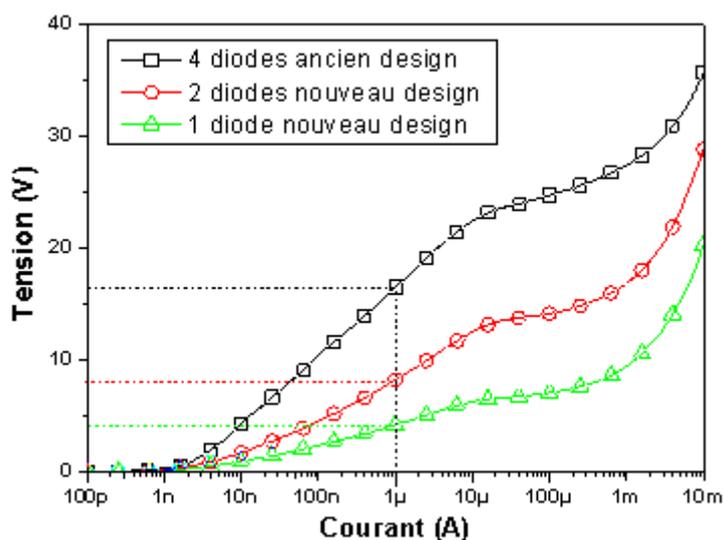


Figure III- 5: Comparaison des caractéristiques  $V(I)$  de l'ancien et du nouveau capteur.

On constate que les objectifs visés lors du design de ces nouveaux capteurs sont atteints. En effet, pour une tension de 5 Volt, on a multiplié le courant dans le composant par 100 environ, ce qui permet d'envisager une mesure du courant plus aisée (le  $\mu\text{A}$  contre la dizaine de  $\text{nA}$ ). De même la baisse de tension d'un facteur 4 (1 diode contre 4 précédemment) permet d'envisager plus sereinement une électronique d'instrumentation plus classique, précise et moins onéreuse (applications grand public). Ce nouveau design est donc validé pour l'aspect polarisation sur substrat silicium, mais concernant nos applications d'instrumentations microfluidique, l'emploi de wafers de verre (silice fondue) s'avère un nouveau défi technologique à relever.

### III.2.2 Influence du choix du substrat : Silicium, Verre, ...

Pour étudier l'impact du substrat hôte sur lequel est déposé notre film actif de Polysilicium, considérons deux capteurs identiques réalisés simultanément respectivement sur substrats silicium et verre. Leurs caractéristiques électriques sont présentées sur la figure III.6.

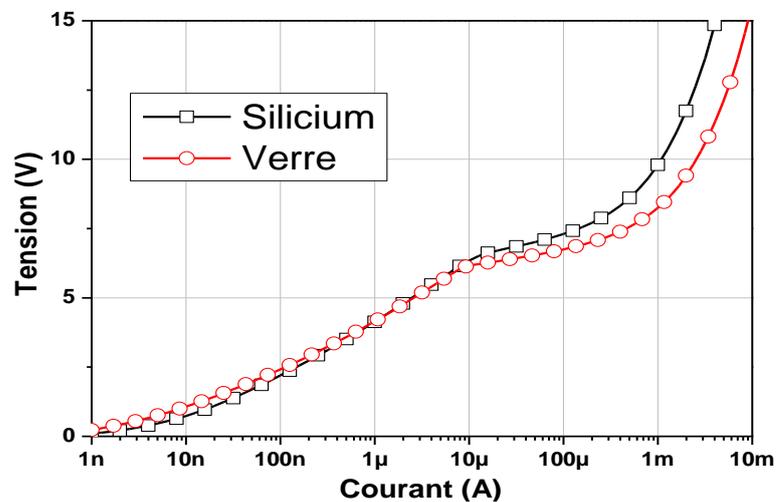


Figure III- 6: Comparaison de la caractéristique I/V de capteurs sur substrat de verre et silicium.

Les deux caractéristiques (verre/silicium) présentent la même évolution et nous laisse présager que la sensibilité thermique ne sera pas dégradée. A bas niveau de polarisation, pour une tension donnée, on remarque que le courant dans le capteur sur verre est plus faible. Cela traduit que la résistance de fuite  $R_f$  est plus élevée sur substrat verre et induira une augmentation de la plage optimale du courant de polarisation garantissant une sensibilité thermique en tension maximale. Enfin à plus haut niveau, à tension de polarisation donnée, le courant est plus élevé dans les capteurs sur le substrat verre et se traduit aussi par une réduction de la résistance série ( $R_s(\text{verre}) = 710 \Omega$  et  $R_s(\text{silicium}) = 1580 \Omega$ ). Cet écart est imputable à un niveau de dopage bore plus élevé des le cas du substrat verre par rapport à celui du silicium. Comme nous avons visé la même dose, à la précision de l'implanteur ionique près, il semble que cet écart soit du au rendement d'activation.

### III.2.3 Caractérisation de la sensibilité électrique avec la température des nouveaux capteurs sur substrats Silicium et Verre

Nous montrons dans ce paragraphe l'évolution avec la température des caractéristiques  $I(V)$  des nouveaux capteurs réalisés sur substrat silicium et verre, et ainsi nous pourrions quantifier l'impact du nouveau design et du choix du substrat hôte.

#### III.2.3.1 Evolutions des caractéristiques Tension/courant avec la température.

La figure III.7 montre l'évolution de la caractéristique  $V(I)$  d'un nouveau capteur à une diode de  $200 \times 200 \mu\text{m}^2$ , fabriqué sur un wafer de silicium (fig.III.7.a) et de verre (fig III.7.b), pour un balayage en courant compris entre  $1\text{nA}$  et  $1\text{mA}$  et une plage de température comprise entre  $20^\circ\text{C}$  et  $100^\circ\text{C}$  avec un pas de  $20^\circ\text{C}$ .

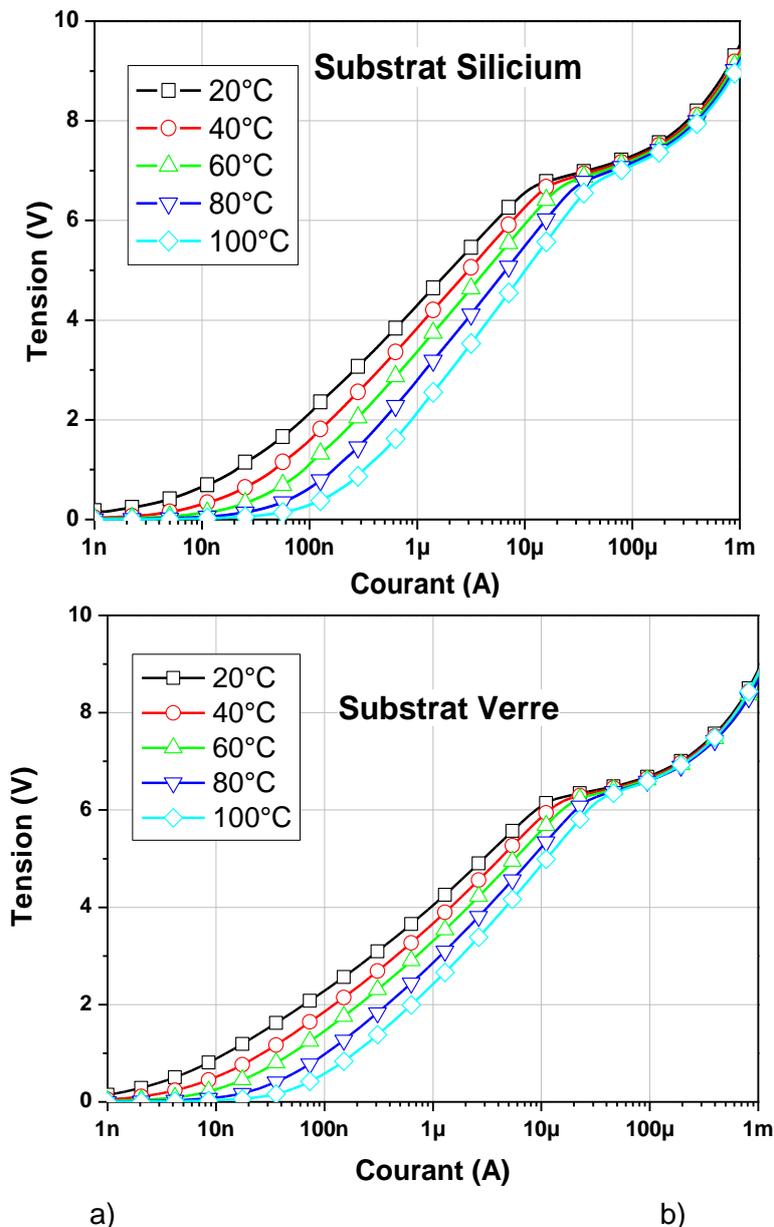
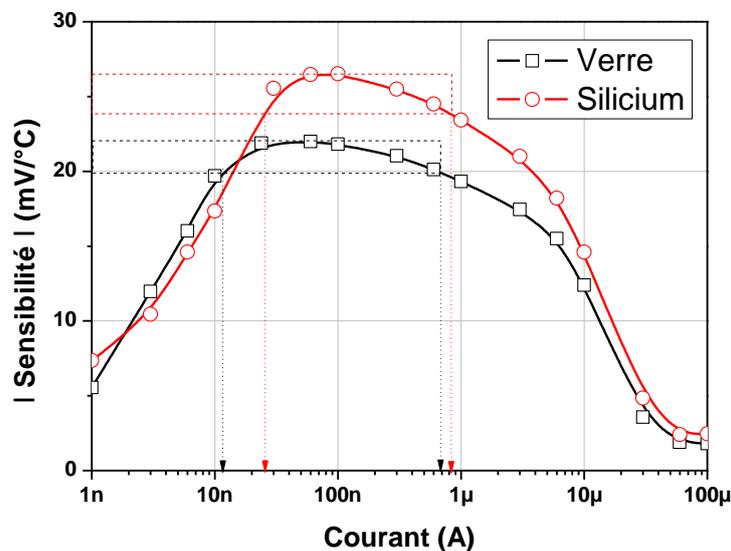


Figure III- 7: Evolution avec la température de la caractéristique  $V(I)$  d'un capteur sur substrat silicium a) et verre b)

On constate que la zone de détection (conduction surfacique) est bien comprise entre 1V et 6 V et correspond à des courants allant de 0.01 à 30  $\mu$ A. Ce nouveau capteur répond de façon satisfaisante à nos attentes quant à son point de fonctionnement et devrait simplifier l'instrumentation.

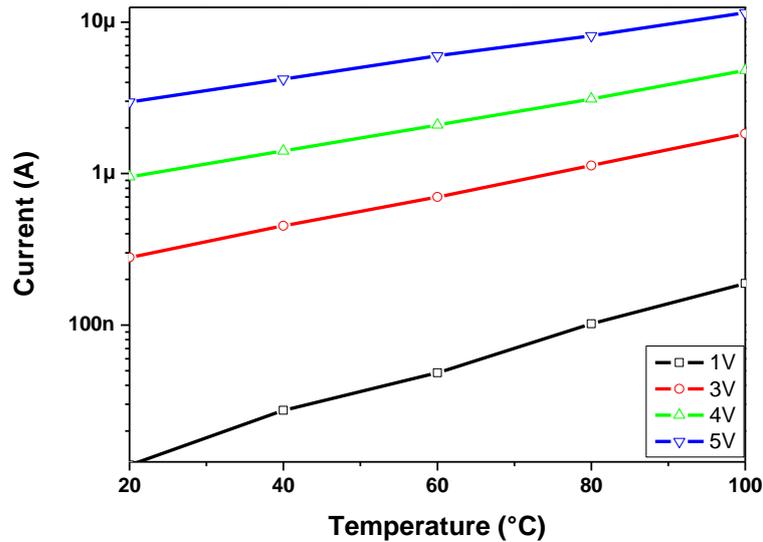
Comme les caractéristiques V(I) obtenues sur verre sont très semblables à celles sur silicium, nous avons tracé sur la figure III.8 l'évolution de la sensibilité thermique en tension avec courant de polarisation pour les deux types de substrats. La sensibilité thermique en tension maximale est de -26.6mV/°C pour le capteur sur silicium contre - 22.4 mV/°C sur verre et s'explique par la dispersion du niveau de dopage bore, mais la sensibilité relative reste proche de -1.3%/°C.



**Figure III- 8: Evolution de la sensibilité thermique en tension du capteur sur silicium et verre en fonction du courant de polarisation**

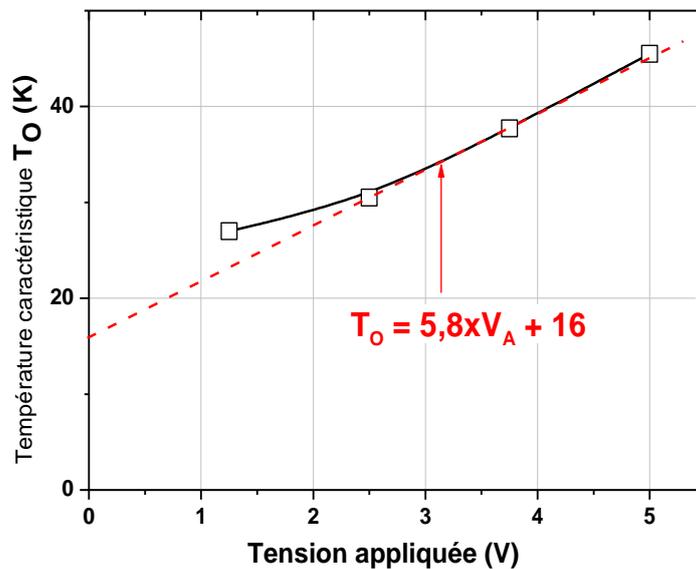
Comme attendu, on note que si l'on considère la zone de sensibilité comprise entre 90% et 100% de la valeur maximale, on obtient une plage de courant de 11nA à 600nA sur substrat verre, contre 25nA à 810nA pour le silicium. On retrouve bien l'amélioration apportée par l'emploi de substrat verre qui, en minimisant les fuites (pas de conduction dans le substrat), permet d'étendre vers les bas niveaux la zone optimale du courant de détection.

Néanmoins cette courbe montre que notre conception n'est pas encore satisfaisante car le plateau de sensibilité est centré autour de 400nA, contre au moins 1 $\mu$ A souhaité. Pour y parvenir, nous devons accroître la largeur des jonctions d'un facteur 2.5. L'actuelle largeur globale de jonction est de  $W_j = 2$  mm (10 bras de  $W=200\mu$ m) et nous le confirmerons en analysant les performances des nouveaux grands capteurs ( $A_{\text{capteur}}=500 \times 500\mu\text{m}^2$ ) de 5 mm de largeur de jonction (10 bras de  $W=500\mu$ m). Pour étudier la sensibilité en courant, nous avons tracé sur la figure III.8 l'évolution du courant avec la température pour une tension donnée.



**Figure III- 9: Evolution du courant avec la température, à tension donnée pour un capteur sur verre**

Ces capteurs présentent une variation exponentielle du courant avec la température (tracé semi-log) et sont donc régis par les mêmes équations que celles décrites dans le chapitre II. Après calcul à l'aide de l'équation [II.11] on obtient l'évolution de la température caractéristique avec la tension de polarisation comme le présente la figure III.10 ci-dessous.



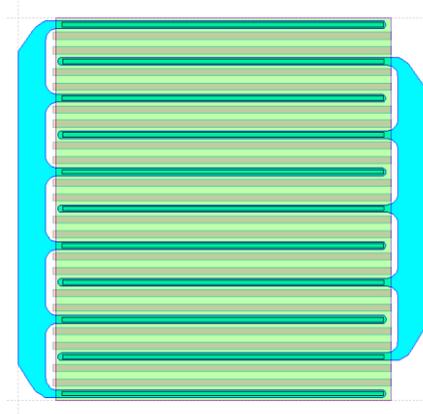
**Figure III- 10 : Evolution de la température caractéristique avec la tension de polarisation**

A nouveau on retrouve une évolution linéaire ( $T_0(V_A)$  sur la courbe) de cette température caractéristique dans la plage de tension comprise entre 2.5 et 5V correspondant à la zone optimale de détection ou la sensibilité en tension est quasiment constante.

### III.2.3.2 Caractéristiques d'un grand capteur

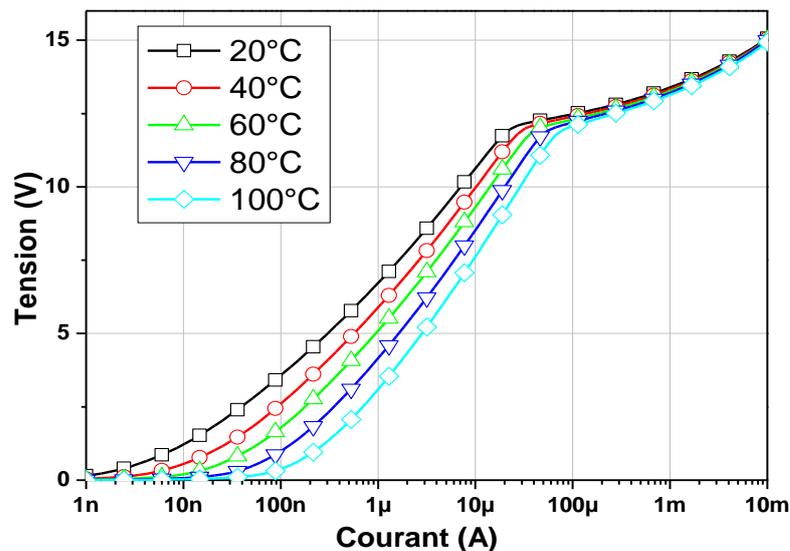
Ce grand capteur de surface  $500 \times 500 \mu\text{m}^2$  présenté sur la figure III.11, intègre deux diodes en inverse et en série et la prise de contact est inter-digitée. En effet cette approche limite la

résistance série et permet de mieux répartir le courant de surface entre les jonctions en mode détection. En mode actionneur, la métallisation inter-digitée permet d'uniformiser la puissance dissipée et donc l'auto-échauffement et prévient de problèmes liés à la focalisation des lignes de courants.



**Figure III- 11: Design du grand capteur de 500x500 µm<sup>2</sup>**

Ce design nous permettra d'atteindre des courants plus élevés et sera pertinent dans une instrumentation basée sur l'analyse de la réponse thermique transitoire. Nous allons maintenant vérifier grâce à l'évolution des caractéristiques courant/tension de l'élément quelles en sont les performances (figure III.12).



**Figure III- 12: Caractéristique courant tension du capteur 500x500µm<sup>2</sup> sur verre**

On retrouve l'évolution classique et l'on note que le contact inter-digité induit une réduction significative de la résistance série. A partir de ces caractéristiques  $V(I)$ , nous avons déterminé et reporté sur la figure III.13 l'évolution du module de la sensibilité thermique en tension avec le courant de polarisation, en comparant les substrats de silicium et de verre.

Cette évolution est bien conforme à notre objectif de centrer cette courbe autour du micro ampère. L'écart entre le composant sur verre et sur silicium est semblable à celui du précédent dispositif (rendement d'activation). Cette sensibilité est de  $S_v = -54$  mV/°C pour le capteur sur silicium et  $S_v = -47$  mV/°C pour celui sur verre. Ce type de capteur intègre deux jonctions en

inverse et l'on retrouve la valeur d'environ  $-25\text{mV}/^\circ\text{C}$ / jonction obtenu sur les précédents dispositifs. Dans nos futures conceptions, la largeur de jonction sera supérieure à  $5\text{mm}$  pour garantir une sensibilité optimale au-delà du micro-ampère, dans un capteur de  $1\text{mm}^2$ .

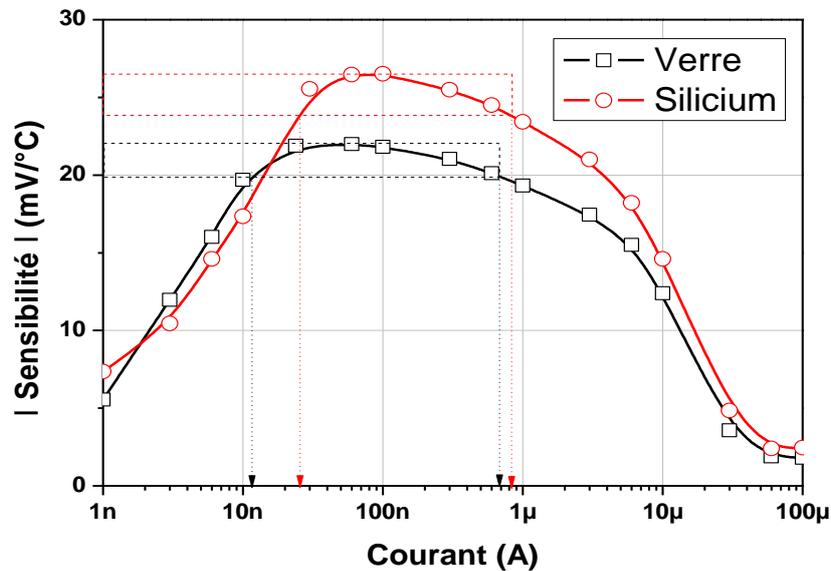


Figure III- 13: Evolution de la sensibilité thermique en tension des grands capteurs sur silicium et verre en fonction du courant de polarisation

### III.2.4 Arrangement et adressage matriciel

Dans la perspective de réaliser une multi-instrumentation d'un circuit microfluidique, il s'avère judicieux de disposer et adresser matriciellement les capteurs comme l'illustre la figure III.14. Cette approche permet de réduire significativement le nombre de plots d'interconnexion. On peut ainsi à l'aide de seize plots adresser pas moins de 64 capteurs.

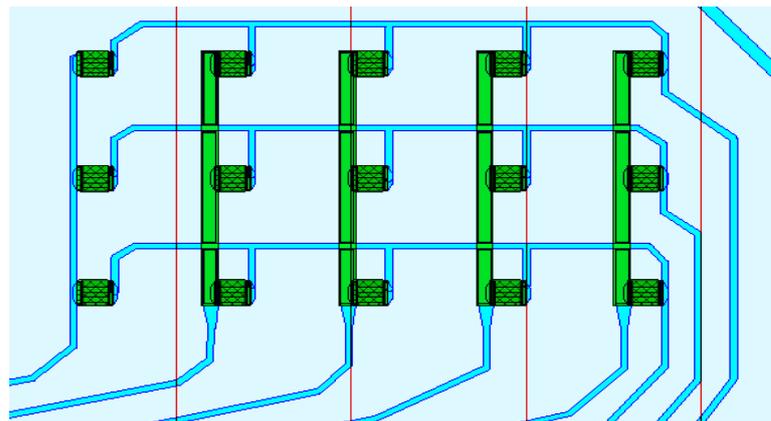


Figure III- 14: Dessin d'une matrice de quinze capteurs

Dans notre cas, la matrice comprend cinq colonnes et trois lignes permettant d'adresser quinze capteurs. Les travaux de la thèse de Maxime Dumonteuil [76] ont abordé les problèmes liés à l'arrangement matriciel d'actionneurs thermiques. A présent, notre étude concerne l'utilisation des ESS en fonctionnement détecteur, et la polarisation à bas niveau peut induire de

nouveaux problèmes. Avant d'aller plus loin, nous avons comparé sur la figure III.15 la caractéristique  $V(I)$  d'un capteur dans une matrice avec celui d'un même capteur isolé.

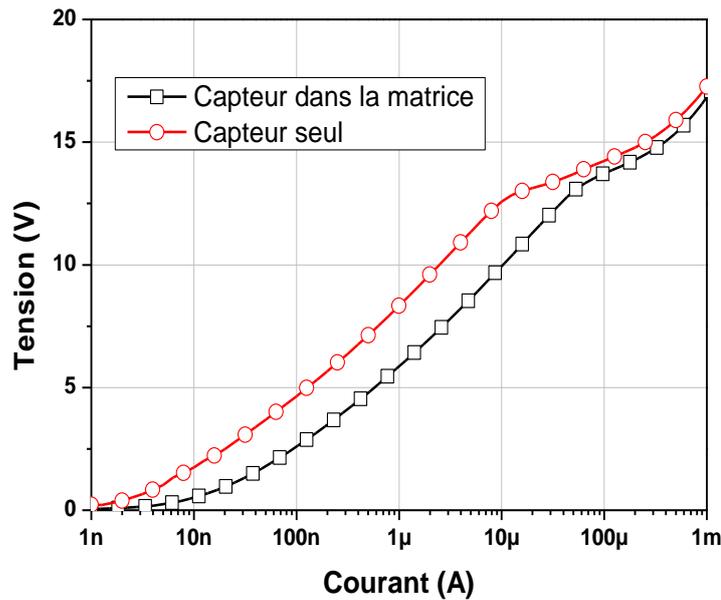
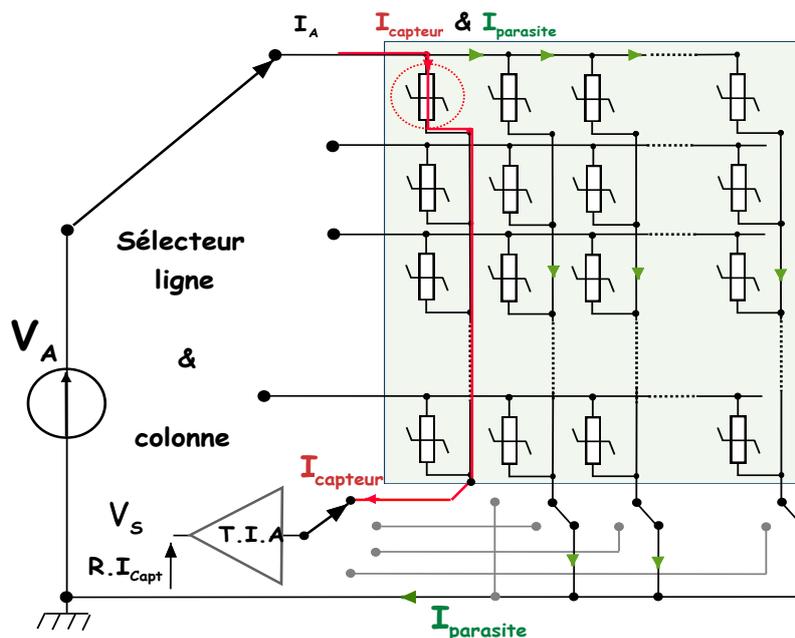


Figure III- 15: comparaison des  $V(I)$  de capteur individuel et matriciel

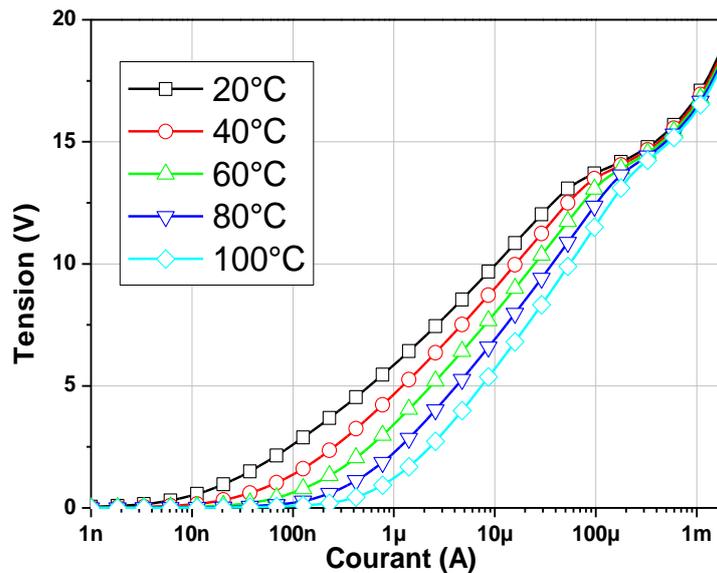
Comme on peut l'observer, l'écart est trop important ( $I_{\text{Capt Mat}} > 4.I_{\text{Capt}}$ ) pour mesurer le courant dans le capteur adressé. Il est difficile de prédire la proportion du courant à mesurer dans le capteur adressé et celle du courant parasite dans le reste de la matrice. Une telle dispersion est d'autant plus inacceptable que la dimension de notre matrice est réduite ( $3 \times 5$  éléments). Cela devient définitivement inexploitable si l'on considère des matrices de  $16 \times 16$  ou même  $32 \times 32$  capteurs. Dans tous les cas cela nuit à la précision de la mesure du courant conduit par le capteur sélectionné et pour palier à cela nous devons faire appel au circuit spécifique d'adressage présenté sur la figure III.16 (proposé par Denis Lagrange, IR service instrumentation LAAS/CNRS) : par mise à la masse des colonnes non sélectionnées, on élimine le courant induit par la conduction parasite.



**Figure III- 16:** Circuit d'instrumentation dédié aux capteurs matriciels

Le courant du capteur est aiguillé vers un amplificateur trans-impédance (T.I.A) qui permet non seulement d'amplifier mais aussi de ne manipuler qu'une tension.

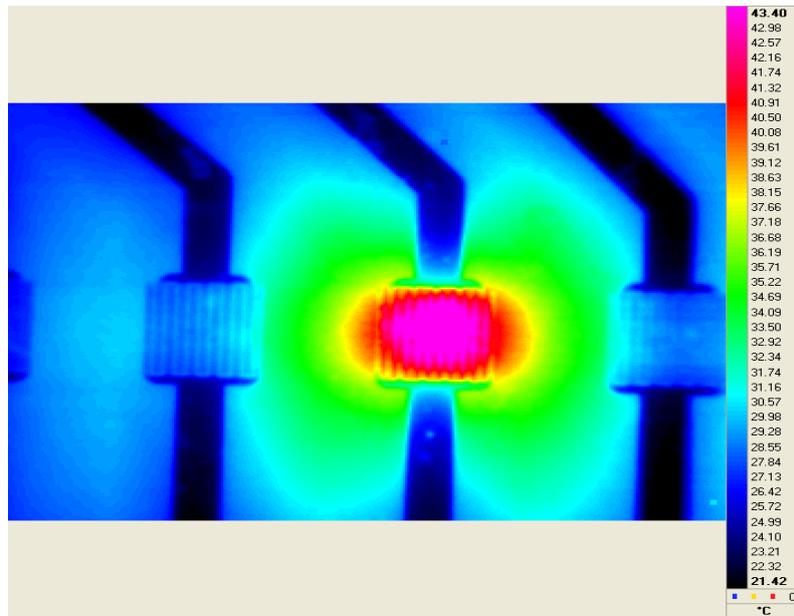
Enfin, ne pouvant aller plus loin dans notre caractérisation sous pointes et donc sans le circuit d'instrumentation dédié, nous avons tout de même souhaité vérifier que la somme du courant de mesure et du courant parasite restait sensible à la variation de température comme le montre la figure III.17. Ainsi pour un courant appliqué de  $2 \mu\text{A}$  on obtient une sensibilité thermique en tension de  $S_V = -58 \text{ mV}/^\circ\text{C}$ , mais cette mesure n'est plus localisée au seul capteur adressé mais intègre la conduction parasite s'étalant sur l'ensemble de la matrice.



**Figure III- 17 :** Caractéristiques V(I) avec la température d'un capteur matriciel

### III.3 Actionnement thermique

Ce paragraphe, vise à quantifier la température générée pour une puissance appliquée donnée. Pour y parvenir, nous utilisons la caméra infrarouge thermique disponible dans la salle de caractérisation électrique du laboratoire. Pour traduire la cartographie infrarouge en thermographie, on doit connaître l'émissivité du matériau de surface. Dans notre cas, il s'agit du film de polysilicium qui a une émissivité d'environ 0,55. Mais pour une meilleure performance de la lecture thermographique nous avons peint en noir l'ensemble de la plateforme ainsi le coefficient d'émissivité se rapproche de 1. Malgré cela nous voyons très clairement que le métal continue d'avoir une émissivité différente puisqu'il apparaît clairement à la caméra infrarouge alors que nous n'avons pas actionné nos éléments et qu'ils évoluent dans un environnement thermostaté.



**Figure III- 18: Composant sur verre 500\*500  $\mu\text{m}^2$  .**

Nous allons montrer dans ce paragraphe l'impact de la conductivité thermique du substrat verre. En effet, la conductivité thermique est de  $K_{\text{TH Si}} = 149 \text{ W/m.K}$  pour le silicium, contre  $K_{\text{TH Ver.}} = 1.2 \text{ W/m.K}$  pour le verre donc le verre nous permettra d'avoir une meilleure approche et une élévation beaucoup plus locale en température qui facilitera la quantification de ces évolutions par la caméra infrarouge. Sur les images thermographiques présentées sur les figures III.18 , nous pouvons voir les deux types de tailles de nos éléments à seuil symétriques que nous avons fabriqué.

Ces photos illustrent bien la bonne localisation de la chaleur dans le substrat de verre. Ainsi sur les images, sur l'élément de la taille de  $200 \times 200 \mu\text{m}^2$  nous avons une élévation en température de l'ordre de  $45^\circ\text{C}$  pour une puissance dissipée qui est égale à  $172 \text{ mW}$ , nous pouvons aussi observés en III-18 a) que les autres éléments qui ne subissent pas cette alimentation ont une température qui est similaire à la température ambiante. Pourtant ils ne sont éloignés que de  $740 \mu\text{m}$  ce qui prouve bien la bonne isolation thermique de notre support de verre. En ce qui concerne le grand élément de  $500$  par  $500 \mu\text{m}^2$  qui est représenté par la figure III-18 b). L'importante diffusion latérale de la chaleur passe de quelques centaines de micromètres sur verre à plusieurs millimètres sur silicium. De même cette auto-échauffement de  $5^\circ\text{C}$  est obtenu pour une puissance dissipée de  $60 \text{ mW}$  sur substrat verre, contre  $500 \text{ mW}$  sur substrat silicium.

Pour aller plus loin dans la caractérisation thermique, nous avons tracé sur la figure III.19 l'évolution l'élévation de la température en fonction de la puissance dissipée de nos éléments à seuil symétrique à deux diodes en inverse et de  $500 \times 500 \mu\text{m}^2$  sur substrat verre.

Pour provoquer une élévation de température de  $50^\circ\text{C}$  environ au centre de l'élément chauffant, il faut appliquer une puissance de  $240 \text{ mW}$  et  $1 \text{ W}$  respectivement sur substrat verre et silicium. Nous avons également reporté sur ce graphique l'évolution théorique donnée par l'équation suivante :

$$T_{\text{composant}} = T_{\text{amb}} + R_{\text{TH}} \times P_{\text{dis}} \quad \text{[III. 1]}$$

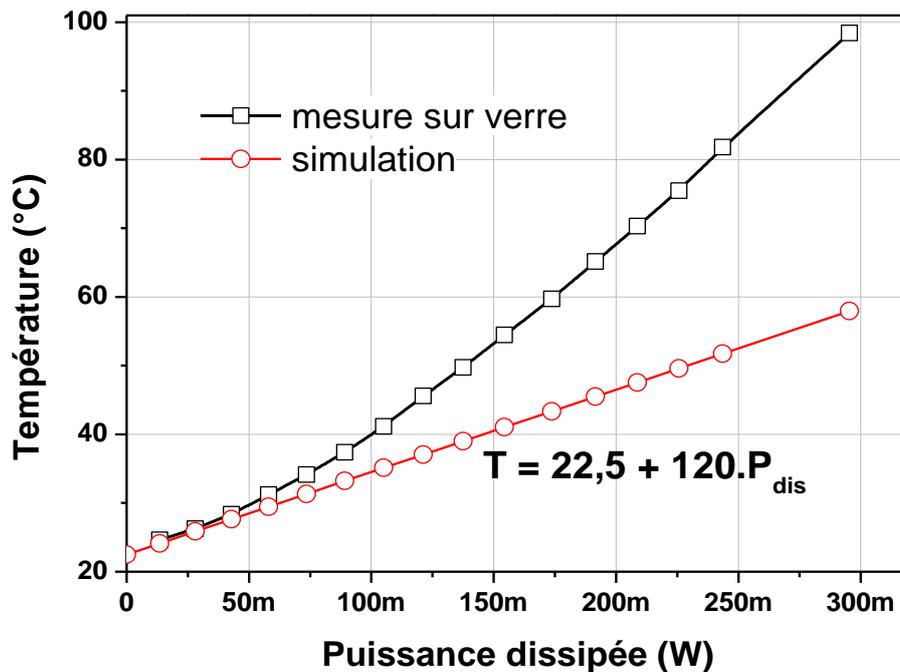


Figure III- 19: Evolution de la température avec la puissance dans 'un capteur sur verre de 500x500  $\mu\text{m}^2$

On remarque que le bon accord à bas niveau de puissance dissipé (quelques dizaines de milliwatts), n'est pas conservé quand la puissance croît. En effet, la forte dégradation de la conductivité thermique avec la température est à l'origine de l'accroissement de la résistance thermique. Pour s'en persuader, nous avons tracé ci-dessous sur la figure III.20, les évolutions de la résistance thermique avec la puissance dissipée sur substrat silicium et verre.

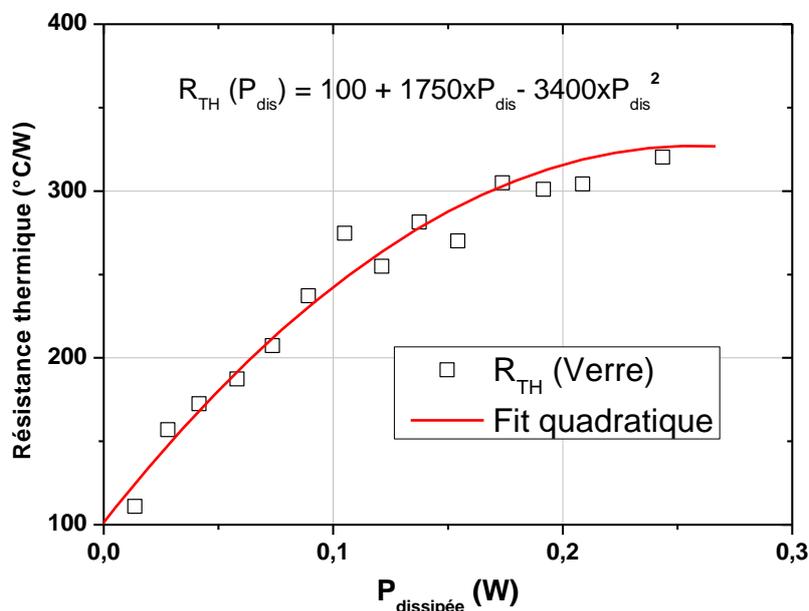


Figure III- 20: Evolution de la résistance thermique avec la puissance dissipée sur verre et silicium

On constate bien que la résistance thermique n'est pas constante et qu'une loi quadratique lie son accroissement avec la puissance appliquée.

Pour conclure ce paragraphe, nous avons clairement montré l'intérêt de réaliser des éléments chauffants sur substrat verre. Ainsi pour une puissance appliquée réduite ( $\sim 0.3\text{W}$ ) on atteint une température de  $100^\circ\text{C}$ . Le caractère non linéaire de l'évolution de la température avec la puissance appliquée, oblige à considérer la loi quadratique qui lie résistance thermique et puissance dissipée. On a également mis en évidence que vu sa faible conductivité thermique, ce type de substrat limite la diffusion latérale de la chaleur et permet ainsi un actionnement thermique localisé.

### III.4 Capteur thermique sur substrat SiC

Toujours dans le souci d'étendre les potentialités d'applications de nos capteurs, nous les avons réalisés sur wafer de carbure de silicium (SiC). En effet ce matériau a pour propriétés très intéressantes d'être quasi inattaquable chimiquement et s'avère bien adapté pour la réalisation de microréacteur chimique mettant en œuvre des réactions à base d'acide fluorhydrique fréquemment rencontrées en pharmacologie. De plus c'est un excellent conducteur thermique favorable à l'amélioration de la réponse temporelle des capteurs. La technique mise en œuvre par la société **BOOSTEC** pour réaliser ces wafers est le frittage, technique amplement mise à profit dans la réalisation de miroirs de télescope.

Cette technique part de poudre de silicium et de carbone, compressée puis recuite très haute température ( $>2200^\circ\text{C}$ ) pour faire fusionner les différents éléments. Après sciage on procède à une rectification de la surface de ce matériau poly-cristallin pour réduire la rugosité. On obtient ainsi une rugosité moyenne comprise entre  $0.2$  et  $0.3\ \mu\text{m}$  selon les données du fabricant, et pour vérifier cela nous avons procédé à une mesure au microscope confocal permettant une mesure de rugosité avec une précision de  $10\ \text{nm}$  (figure III.21). Nous obtenons une rugosité moyenne de l'ordre de  $0.29\ \mu\text{m}$ , en accord avec les données du fabricant. En revanche on distingue dans certaines zones des microfissures de plusieurs microns de profondeur ( $2\ \mu\text{m}$  max).

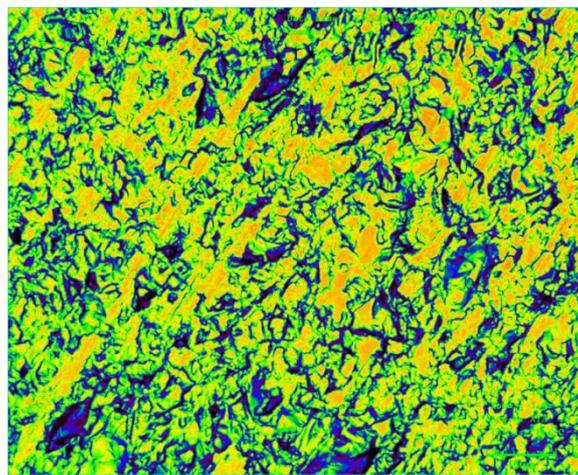


Figure III- 21: Mesure de la surface du wafer de SiC à l'aide du microscope confocal

Cette très forte rugosité locale aura un impact sur les performances de nos capteurs. Cette rugosité de plusieurs micromètres est à comparer avec les  $0.5\mu\text{m}$  d'épaisseur du polysilicium et les quelques dizaines de nanomètres de rugosité des substrats verre ou silicium. Les premiers substrats de SiC étudiés étaient semi-isolants lors du test quatre pointes. Les nouveaux modifiés pour être nettement moins rugueux, sont semi-conducteurs et nécessitent l'insertion d'une couche isolante sur le substrat avant le dépôt de polysilicium. Ce dépôt LPCVD de  $1\mu\text{m}$  d'oxyde de silicium a pour mérite de réduire la rugosité du wafer avant le dépôt du film actif, sans garantir le fonctionnement des dispositifs pour autant. La figure III.22 montrent des photographies des capteurs sur SiC fritté en fin de réalisation.

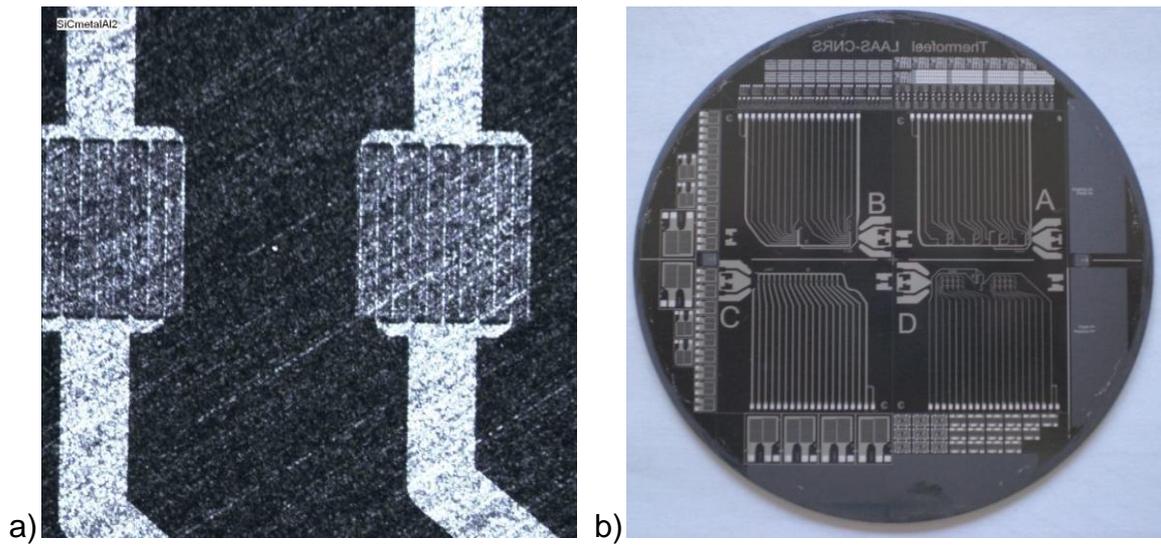


Figure III- 22: a) détail du capteur de  $500 \times 500 \mu\text{m}^2$  et b) du wafer entier de SiC

Cette forte rugosité induite par l'étape de rectification n'a pas constitué un obstacle à la réalisation technologique et notamment lors des étapes de photolithographies. Pour montrer l'influence du choix du substrat et de sa rugosité, nous avons tracé la caractéristique tension/courant d'un capteur de  $200 \times 200 \mu\text{m}^2$  sur les trois types de substrat (figure II.23).

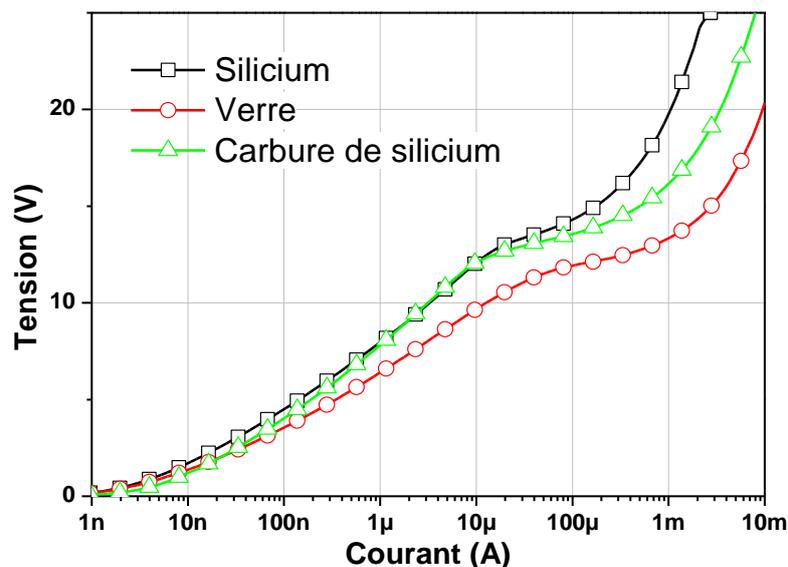
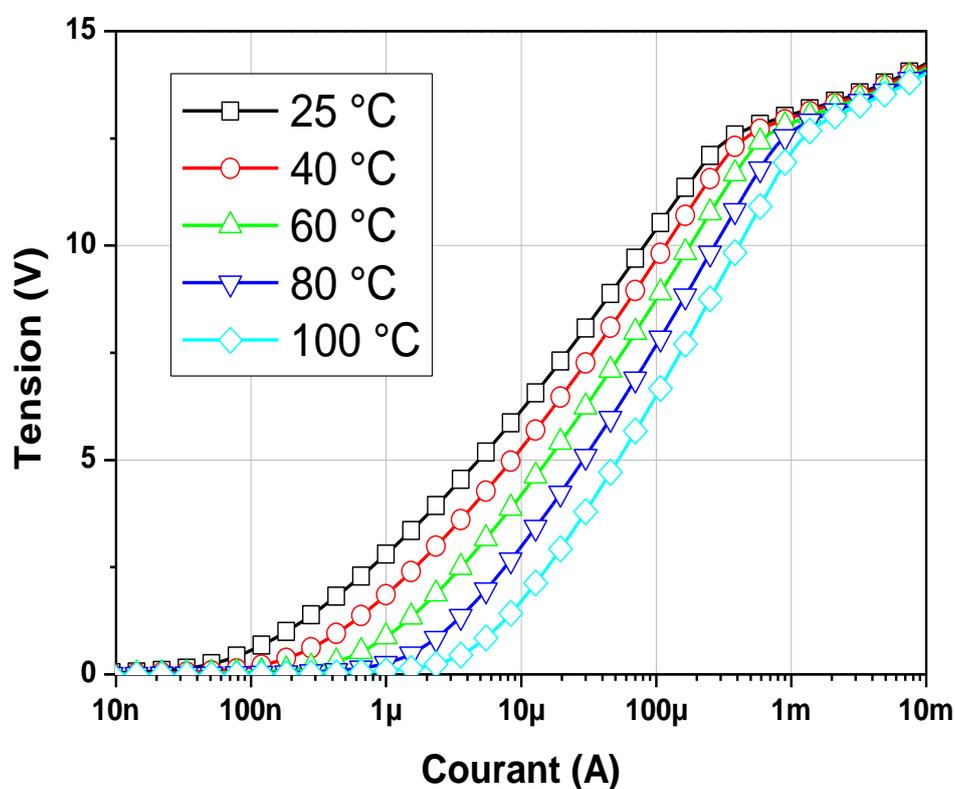


Figure III- 23: Influence du substrat (Si, Verre et SiC) sur la caractéristique  $V(I)$

La caractéristique des capteurs sur carbure de silicium et celle sur silicium sont très semblables, seul le comportement à haut niveau semble différer. Cet écart peut simplement s'expliquer non seulement par la conductivité thermique plus élevée du SiC comparée à celle du silicium, mais aussi par la présence d'une rugosité significative venant modifier la surface effective de la jonction de surface.

Toutefois, peu de capteurs de  $200 \times 200 \mu\text{m}^2$  sur SiC ont bien fonctionné, car des mécanismes de diffusion accélérée liés à la forte rugosité ont induit la coalescence des deux zones dopées phosphore (N+) distantes de  $10 \mu\text{m}$ .

Pour vérifier que la sensibilité thermique était bien présente, nous avons mesuré et tracé sur la figure III.24 les caractéristiques V(I) des plus grands capteurs de  $4 \times 4 \text{ mm}^2$ , comprenant deux zones N+ de  $20 \mu\text{m}$  de large et distante de  $20 \mu\text{m}$ .

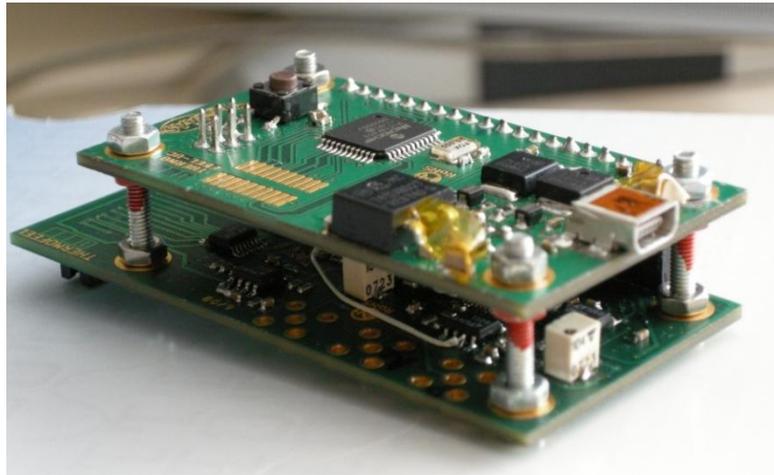


**Figure III- 24: Courbe courant tension avec évolution de la température d'un capteur sur SiC**

La sensibilité thermique en tension mesurée est de  $S_V = - 58 \text{ mV}/^\circ\text{C}$  pour une zone optimale de détection comprise entre  $0.5 \mu\text{A}$  et  $50 \mu\text{A}$ . Ces performances sont équivalentes à celles mesurées sur les autres types de substrats. La seule limitation venant de la diffusion latérale du phosphore, il convient de prévenir cela en augmentant la distance inter-jonctions.

### III.5 Instrumentation

Le service d'instrumentation du laboratoire s'est fortement impliqué dans la réalisation du système électronique d'instrumentation thermique des plateformes multi-capteurs. Il est alimenté à l'aide d'un câble USB qui assure aussi le transfert des données mesurées vers l'ordinateur. Voici Les figures III.25.a & b montrent les photos du détail de la carte d'instrumentation dédiée et l'ensemble du banc d'instrumentation thermo-fluidique.



a)



b)

**Figure III- 25: a) carte électronique d'instrumentation dédiée et b) dispositif complet d'instrumentation relié à l'interface d'un PC.**

Un microcontrôleur gère le pilotage de la polarisation en tension des capteurs. Dans la perspective d'une mesure différentielle, pour accéder à l'élévation en température transitoire induite par la réaction chimique exothermique, nous avons disposé sur nos plateformes un capteur de référence hors de la zone des mesures micro fluidiques. C'est à l'aide d'un multiplexeur que l'on vient sélectionner tel ou tel capteur parmi les seize disposés longitudinalement et transversalement. Dans notre instrumentation, nous n'avons exploité que les plateformes intégrant 16 capteurs adressables individuellement (16 électrodes individuelles, une électrode commune et enfin une électrode pour le capteur référent).

Tout d'abord, deux amplificateurs transimpédance sont employés pour mesurer simultanément capteur sélectionné (mesure locale près d'un micro-canal) et référent. Puis un amplificateur à gain variable ( $G_v=1$  à 100) donne une image de l'accroissement en courant. Après conversion analogique/numérique, ces informations sont exportées vers un PC sur lequel on procède à un post traitement. Le schéma électrique du circuit est illustré sur la figure III.26.

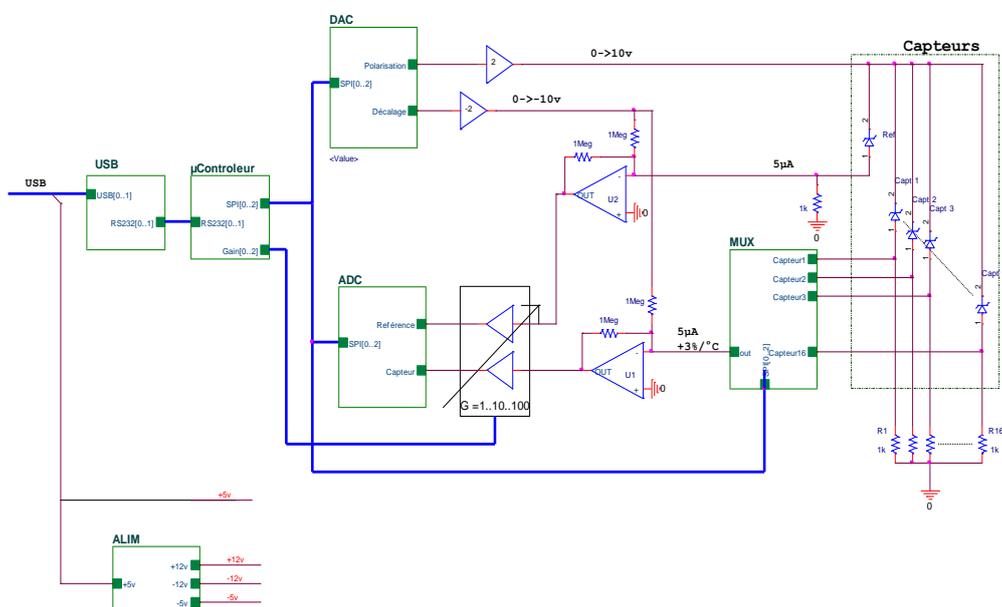
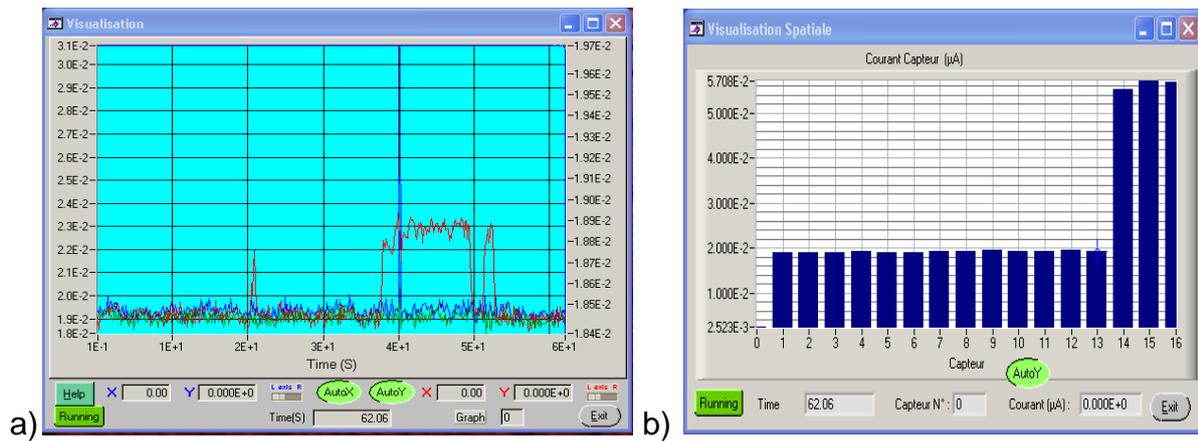


Figure III- 26: Schéma bloc de la carte d'instrumentation.

Cette électronique associée à une interface graphique réalisée sous Labwindow CVI, permet de procéder à des acquisitions temporelles. L'interface comprend une commande qui permet d'ajuster la polarisation du capteur à une tension comprise entre 0 et 10 V. L'amplificateur à gain et offset variable permet dans une phase de calibration de compenser les éventuelles dispersions des caractéristiques des capteurs.

Puis l'interface graphique présentée sur la figure III.27 permet de visualiser la cartographie du courant des 16 capteurs d'instrumentation thermique et du capteur référent. Une représentation de l'évolution temporelle du courant de quatre capteurs simultanément sur une fenêtre permet de suivre le transitoire thermique en sélectionnant les capteurs pertinents.

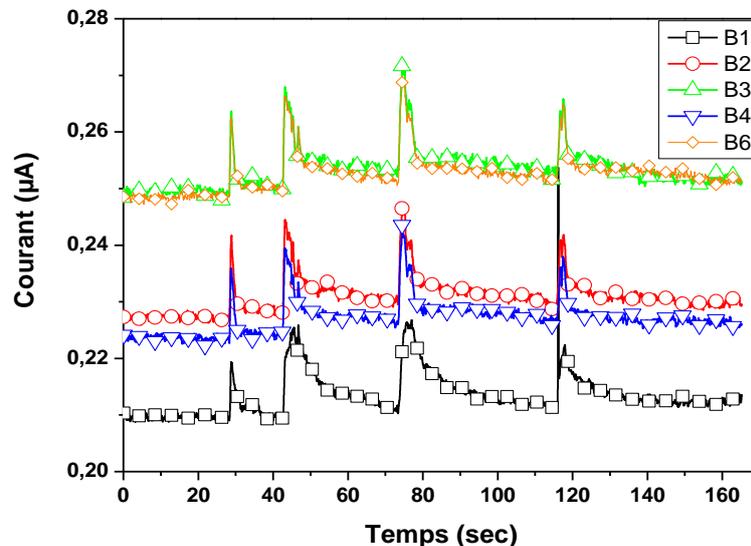


**Figure III- 27: a) Chronogramme en courant & b) suivi du courant en temps réel des 16 capteurs**

Ces différents graphiques nous permettent de suivre et d'analyser en temps réel les variations en courant parcourant nos éléments et donc après traitement de remonter au suivi temporel en température des réactions chimiques à analyser. La mesure du courant dans les 16 capteurs prend 20 ms, ce qui correspond à environ une acquisition/milliseconde par capteur, ce qui en fait un détecteur rapide.

Pour procéder à un auto-test de nos composants, nous avons également intégré un ruban chauffant permettant de chauffer le wafer et d'étalonner la sensibilité de chaque capteur et corriger les dispersions en ajustant gain et offset de l'amplificateur programmable. On peut également ajuster les paramètres d'acquisition (temps de capture, fréquence d'échantillonnage) et effectuer une moyenne sur 4, 16 & 64 mesures pour limiter l'effet du bruit et des parasites électriques.

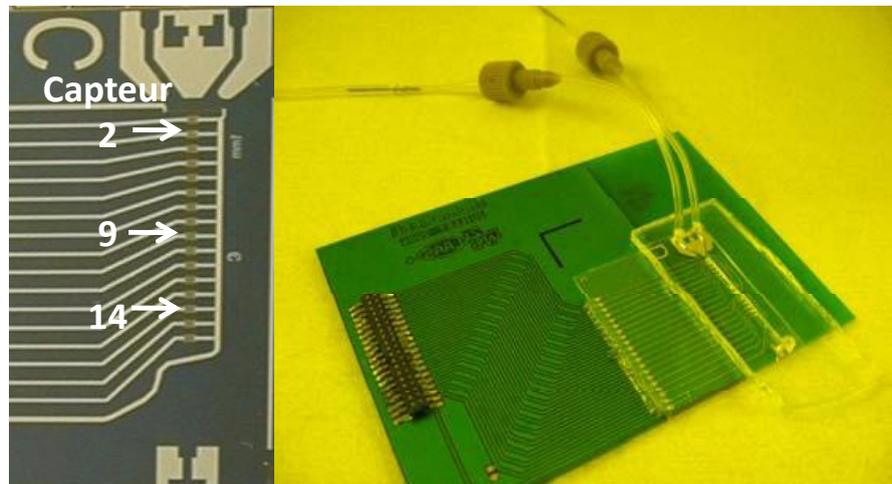
Un premier test expérimental a été effectué, tout simplement en soufflant de l'air chaud sur le dispositif, pour voir si une élévation de température sur l'ensemble des capteurs était détectable. L'interface permet de sauvegarder et transférer les données sous forme d'un fichier données (.dat) que l'on peut exploiter sur un tableur type Excel ou Origin. Un exemple d'évolution temporelle du courant dans cinq capteurs est illustré sur la figure III.28.



**Figure III- 28: Mesure de la variation temporelle du courant**

Les quatre pics de courant correspondent aux quatre temps de chauffe à l'aide du décapeur thermique. On note que l'élévation est très rapide, alors que le retour à l'équilibre est plus long et traduit l'évacuation complète de la chaleur emmagasinée. Enfin, on constate la dispersion des niveaux de courant à l'équilibre pour une même tension de polarisation, ce qui impose d'ajuster gain et offset pour harmoniser ces différentes courbes avant exploitation.

Le premier circuit microfluidique réalisé correspond à une jonction en Y avec des canaux de 500 µm de largeur sur 50 µm de haut. Ce canal est réalisé par moulage de PDMS sur un wafer 4" de silicium intégrant le moule en SU-8. Un traitement OTS de la surface du moule garantit un démoulage aisé. Après mélange du PDMS avec le durcisseur (proportion 1/10 du poids du PDMS) et dégazage, pour enlever les bulles d'air apparues lors du mélange, on coule le mélange sur le moule SU-8 avant de cuire l'ensemble à une température de 75°C pendant 30 minutes. Puis, pour réaliser le collage du PDMS sur le substrat hôte (silicium ou verre), nous plaçons dans un plasma (300 Watts pendant 30 secondes) les deux faces à coller (substrat et PDMS). La figure III.29 montre ce canal PDMS relié au pousse seringue 'Fluidgent', reporté sur le substrat verre comprenant les capteurs, le tout étant placé sur le PCB relié à l'électronique de mesure.



**Figure III- 29: circuit microfluidique collé sur la plateforme d'instrumentation thermique**

Le Fluidgent assure le contrôle très précisément les débits de liquide par actionnement pneumatique. Notre premier test consiste à injecter alternativement dans l'un puis l'autre canal de la jonction en Y, de l'eau froide, chaude et enfin froide.

Une caractérisation électrique préalable, nous permet de déterminer la loi comportementale de variation du courant avec la température de trois capteurs (C2, 9 & 14) présentant des caractéristiques similaires. Cette évolution est présentée sur la figure III.30 ci-dessous et l'équation correspondante est la suivante :

$$T(^{\circ}C) = 33x \ln(I_A) + 540 \text{ [III. 2]}$$

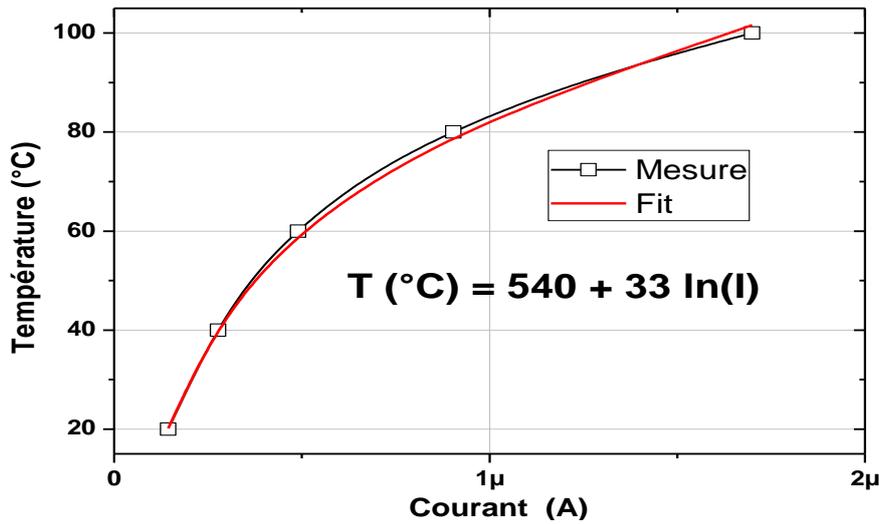


Figure III- 30: Evolution du courant en fonction de la température des capteurs 500x500 μm<sup>2</sup>

Connaissant cette loi, nous pouvons à partir du fichier stockant les courants mesurés avec le temps, tracer en post traitement l'évolution temporelle de la température des trois capteurs le long de la canalisation microfluidique présenté (figure III.31)

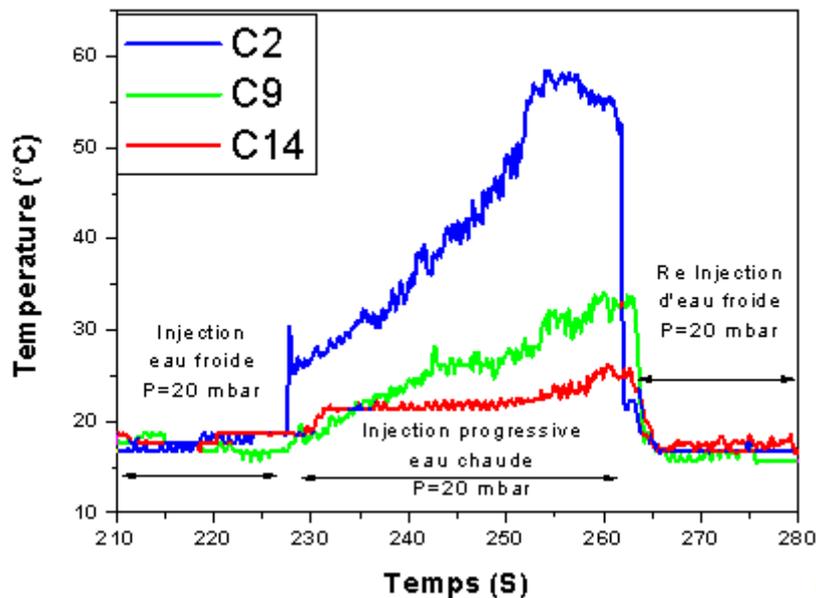


Figure III- 31 : Evolution de la température en fonction du temps.

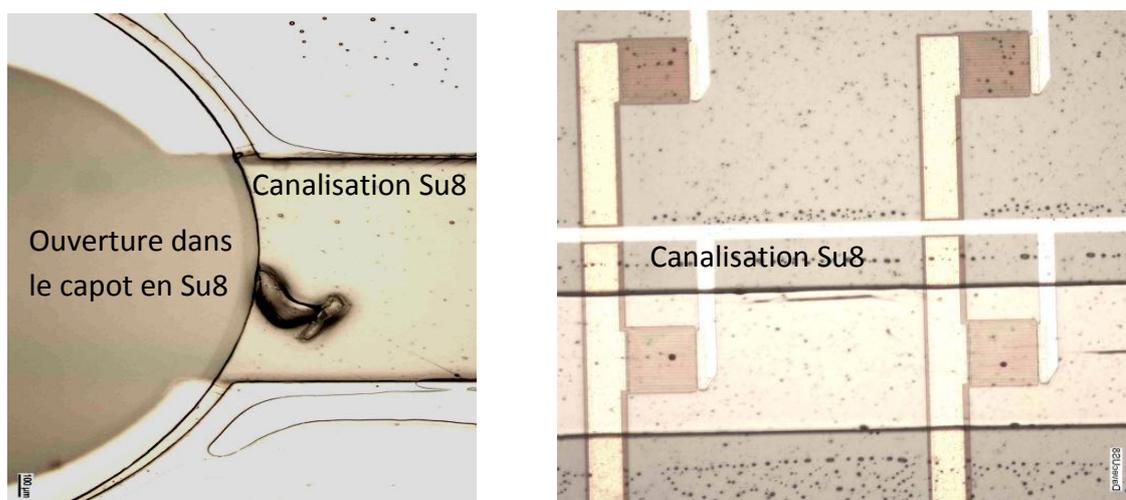
Tous d'abord, nous n'injectons que de l'eau froide et les trois capteurs donnent à peu près la même température. Puis de l'eau chauffée à 70°C est injectée de façon progressive jusqu'à atteindre une pression de 20 mbar. On observe bien un transitoire lié à l'inertie thermique et l'on note le retard temporel lié à la disposition des capteurs C2, C9 & C14 respectivement distants de 1mm, 1 cm et 2 cm. On voit qu'au niveau du premier capteur C2, la température maximale n'excède pas 60°C, ce qui est cohérent avec les 70°C injectés à l'entrée des canalisations. Tout d'abord, on observe un premier transitoire thermique rapide (0.5 sec.) que l'on peut imputer au transitoire fluide, puis le second de 26.5 secondes pour atteindre la valeur maximale est lié à l'extraction de la chaleur par conduction dans le substrat puis par convection avec l'air ambiant.

Enfin, quand on stoppe l'arrivée d'eau chaude, en injectant à nouveau l'eau froide, nous observons la descente rapide de la température qui traduit l'extraction de la chaleur par l'eau froide dans la canalisation et en moins de 5 secondes la température se stabilise à sa valeur initiale proche de 20°C.

On constate que le signal est fortement bruité et cela nuit à la pertinence de nos mesures. Nos mesures de bruit de fond, présentées au second chapitre, écartent les problèmes liés au bruit intrinsèque du capteur. Nous avons donc testé différentes configurations de mesures pour limiter l'amplitude des signaux parasites. L'emploi d'un plan de masse réduit certes ce bruit, mais ne suffit pas et il reste un important travail pour mieux « blinder » la connectique d'extraction du signal.

Cette expérience préliminaire valide donc notre instrumentation thermique dédiée aux applications microfluidiques, mais a également mis à jour d'autres problèmes. Tout d'abord, le PDMS n'est pas le meilleur matériau pour la réalisation de circuit microfluidique dédié aux réactions chimiques (porosité, sensible aux solvants, ...). A cela s'ajoute un problème de tenue mécanique lors de la montée en pression dans les canalisations autour de 1 bar.

Pour tenter de résoudre ces problèmes, nous avons choisi de remplacer le PDMS par la résine photosensible négative SU-8. La structure fluide est alors obtenue directement par photolithographie ce qui favorise son positionnement sur les capteurs de température et la réalisation de canalisations possédant des flans verticaux de plusieurs centaines de micromètres si nécessaire : dans notre application 50 µm suffisent. Après délimitation des parois verticales de la canalisation en Su8, le capotage est assuré par laminage d'un film de 10 µm de SU-8, suivi d'une photolithographie permettant de dégager les ouvertures pour l'injection des fluides. Cette technique développée au laboratoire a fait l'objet de nombreux travaux [77,78] la figure III.32 montre une canalisation reportée sur nos capteurs ainsi que l'ouverture permettant l'injection des fluides dans le film laminé sur la canalisation.



**Figure III- 32: Photo du canal microfluidique en SU-8 reporté sur les capteurs de température**

Les canalisations en résine SU-8 ainsi réalisées sont mécaniquement et chimiquement plus résistantes. Il suffit de rincer (solvant et/ou eau D.I.) pour nettoyer les canaux entre différents tests successifs de réaction chimique : les circuits de tests ne sont plus à ‘usage unique’ comme c’est souvent le cas pour les réalisations en PDMS.

Afin de connecter les canaux aux différents pousse-seringues du système de mesure Fluigent, il a été nécessaire de réaliser des plots de connexions en PDMS pour assurer une bonne étanchéité. Ces derniers sont fixés sur la Su8 à l’aide d’une colle photosensible (cf figure III.33).

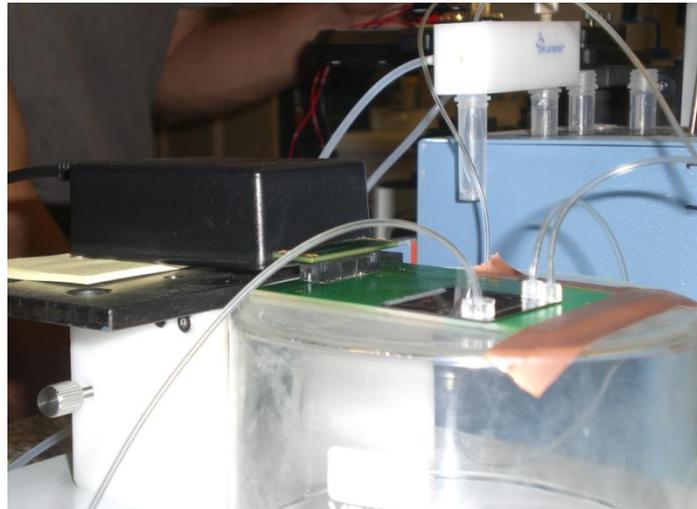


Figure III- 33 : Photo de l'ensemble du dispositif de mesure pour des canaux en Su8

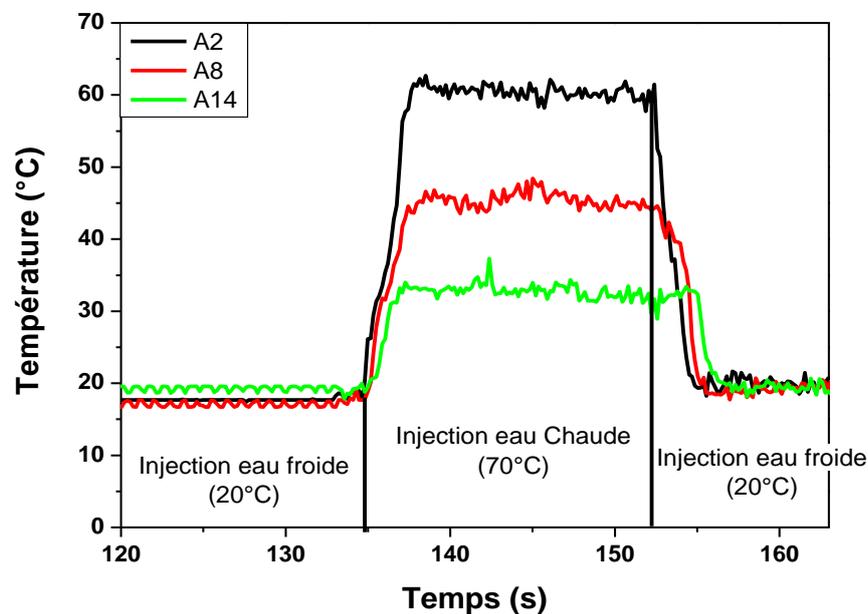


Figure III- 34 : Evolution de la température dans la canalisation en fonction du temps pour le dispositif SU8

La figure III-33 permet de valider l'approche Su-8 en utilisant les mêmes paramètres que pour les canaux PDMS, à savoir deux canaux remplis d'eau l'un à 70 °C et l'autre aux alentours de 20 °C. Nous observons, pour les trois capteurs placés le long de la canalisation, une montée cohérente que ce soit au niveau du temps de réponse qu'au niveau de la valeur de température trouvée.

Le bruit de détection est toujours présent et nous empêche de pouvoir détecter des températures au-delà du demi-degré Celsius, malgré les capacités bien plus hautes des capteurs. De plus la connexion entre les canaux Su-8 et le dispositif de mesure Fluigent est assurée par des plots en PDMS qui, à forte pression et après des utilisations répétées, ne possèdent plus une bonne étanchéité : il faudrait donc envisager un autre type de connecteur. Ce sont là des points à améliorer si l'on veut rendre le système plus performant.

### III.6 Fluxmètre

Dans ce paragraphe, nous avons souhaité illustrer une autre application utilisant nos capteurs sur le wafer silicium et verre. Dans l'objectif de réaliser un fluxmètre, et même à plus long terme un calorimètre, nous avons conçus de grands capteurs de (4x4mm<sup>2</sup>) à deux diodes en série (fig. III.35.a). Puis nous les avons conditionnés, l'un sur l'autre comme l'illustre le schéma de principe III.33.5, dans un boîtier de type TO 220 (fig.III.35.c).

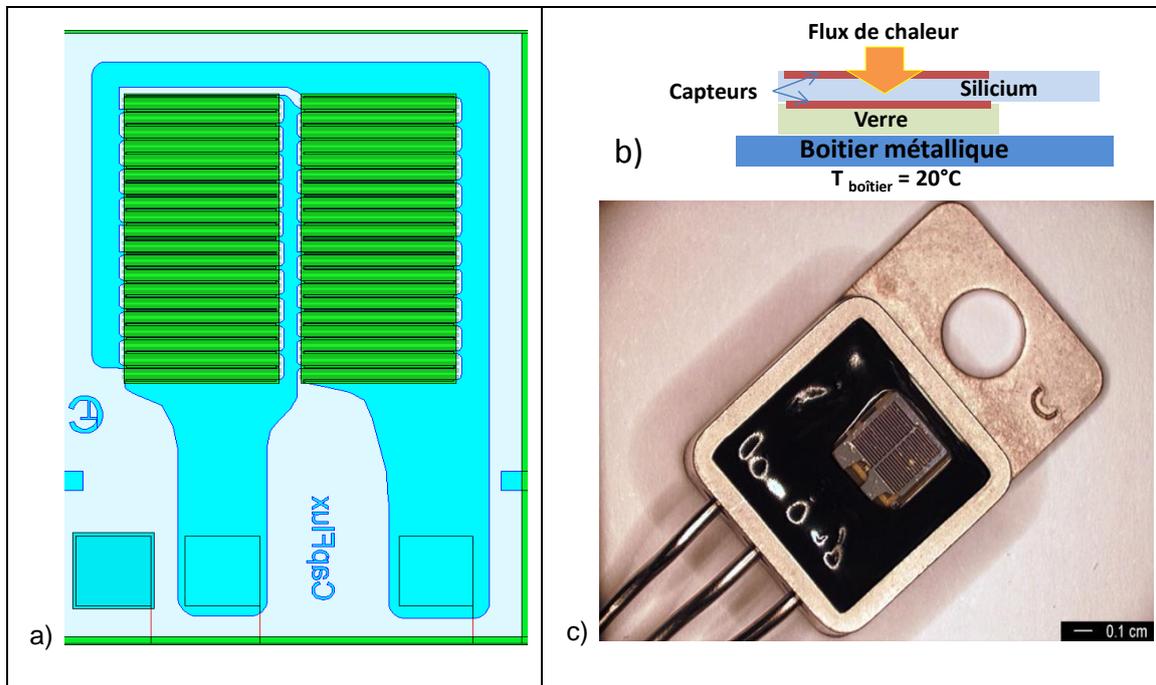
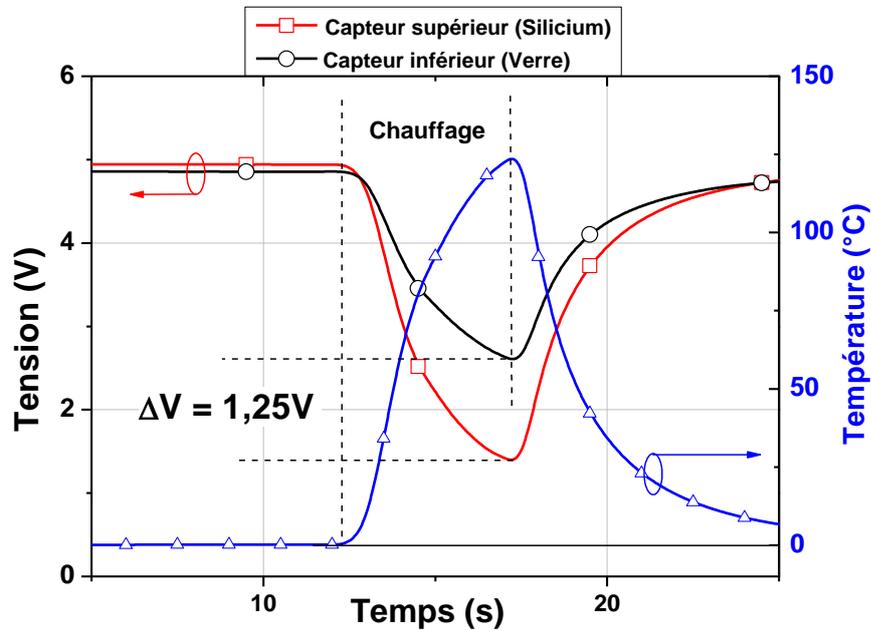
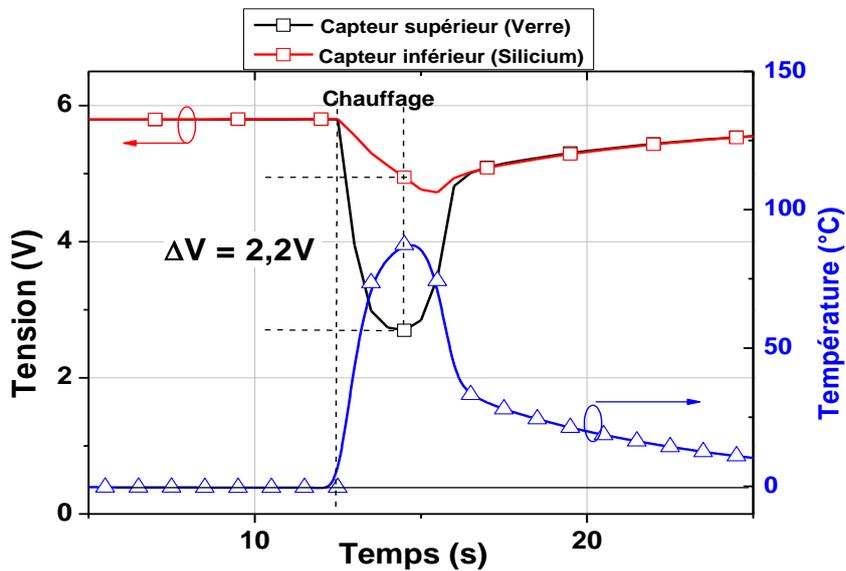


Figure III- 35: a) Dessin d'un gros capteur de 4x4 mm<sup>2</sup> et b) schéma et c) vue du conditionnement

Pour tester notre fluxmètre, nous avons placé le boîtier TO 220 sur un bloc de laiton ( $T_{\text{boîtier}} \sim 20^{\circ}\text{C}$ ) et approché à 1 cm de la surface une buse chauffante soufflant de l'air chauffé à  $300^{\circ}\text{C}$ . Nous avons testé successivement la configuration 'A' silicium sur verre sur boîtier et 'B' verre sur silicium, et tracé l'évolution temporelle des dérives en tension de nos capteurs (supérieur et inférieur) et de l'élévation en température (figures III.36.a&b).



a) Structure A



b) Structure B

**Figure III- 36: évolution temporelle des dérives en tension et élévation en température des structures a) silicium sur verre et b) verre sur silicium**

en tension est de 1.25V, cela correspond à une élévation en température de  $125^{\circ}\text{C}$  contre  $86^{\circ}\text{C}$  pour la structure B. En effet, l'écart en tension résulte bien sur de la différence des températures mais aussi et surtout d'une sensibilité plus élevée du capteur sur silicium au détriment de celui sur verre ( $S_V(\text{Si}) \sim -50\text{mV}/^{\circ}\text{C}$  &  $S_V(\text{Verre}) \sim -44\text{mV}/^{\circ}\text{C}$ ). De plus, le transitoire thermique dans le cas de l'empilement B est ralenti par l'inertie de l'échauffement de la puce en verre, et se traduit par un retard proche de la seconde.

Pour quantifier les performances du fluxmètre, nous avons chauffé l'élément supérieur et observé la dérive en tension provoquée sur le capteur inférieur polarisé en courant à  $3\mu\text{A}$ . Nous avons fait dissiper en puissance allant de quelques milliwatts à plusieurs centaines et mesuré le module de la variation en tension comme l'illustre la figure III.37.

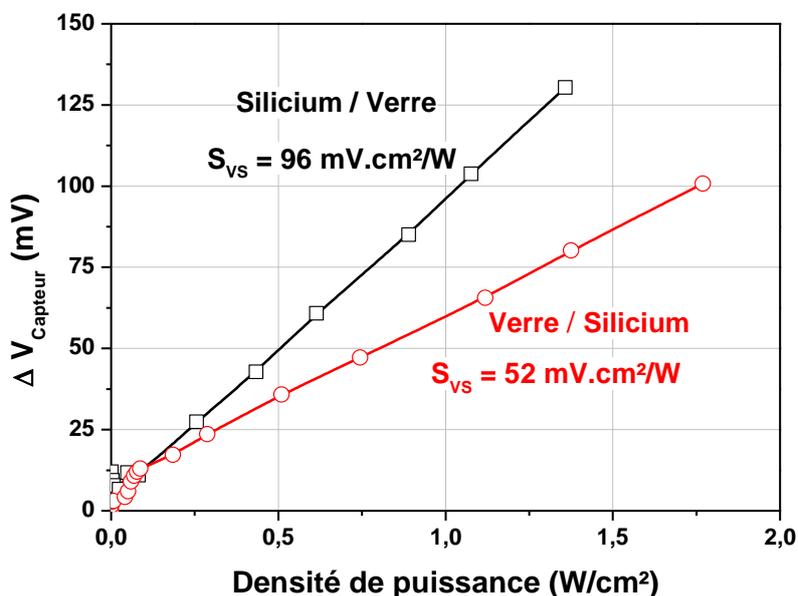


Figure III- 37: évolution de la variation en tension avec la densité de puissance

Malgré nos efforts pour minimiser les signaux parasites, nous n'avons pas pu obtenir de mesures fiables à basse densité de puissance ( $S < 0,1 \text{W/cm}^2$ ). Néanmoins nous obtenons des sensibilités allant de  $-52$  et même  $-96 \text{ mV/W/cm}^2$  pour respectivement l'empilement capteur sur verre/silicium et silicium/verre. Pour réduire ce plancher de détection, il sera judicieux d'opter pour une mesure en courant que l'on sait nettement plus sensible et l'environnement de la mesure devra aussi être mieux contrôlé (réduire les pertes par convection).

### III.7 Caractérisations fréquentielles

Jusque-là nous nous sommes uniquement intéressés au comportement statique de nos capteurs. La mesure de la densité spectrale de bruit en courant a montré qu'il était important de se placer au-delà d'un kHz pour éviter le bruit en  $1/f$ . C'est pourquoi nous nous sommes penchés sur l'étude du comportement fréquentiel de nos grands capteurs. Les dimensions importantes de ces capteurs ( $5 \times 5 \text{mm}^2$ ) simplifient la mesure fréquentielle de l'impédance et évitent de se heurter à des limites de précision de l'appareillage de mesure. Enfin, en se plaçant dans la zone de détection optimale (conduction surfacique), le modèle électrique complet peut être simplifié et correspondre à la mise en parallèle de la conductance et de la capacité des jonctions polarisées en inverse. La mesure de l'évolution fréquentielle du module et de la phase de l'impédance sont présentées sur la figure III.38.a & b en considérant une polarisation à courant constant de  $20\mu\text{A}$ .

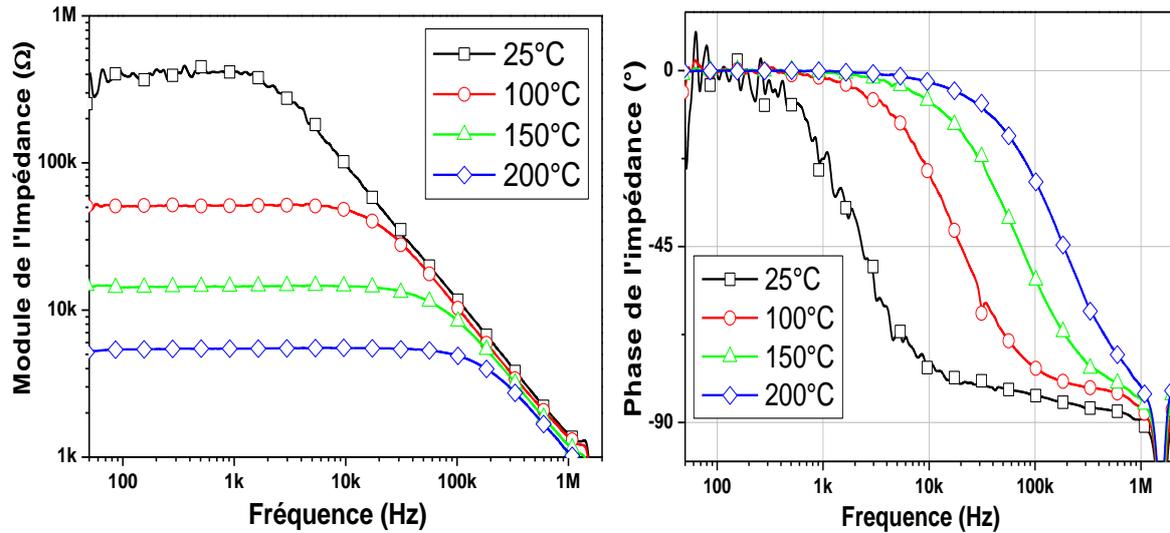


Figure III- 38: évolution fréquentielle a) du module et b) de la phase de l'impédance d'un grand capteur

Comme attendu on obtient une évolution fréquentielle du premier ordre et l'on peut déterminer l'évolution des éléments résistif et capacitif du modèle correspondant. On note que le capteur conserve à haute température (200°C) ses caractéristiques de détection. Les figures III.39.a & b montrent l'évolution respective de la résistance et de la capacité avec la fréquence paramétrée en température. On retrouve la variation de la résistance avec la température conforme aux mesures en régime statique. Par contre on constate que la capacité des jonctions reste quasi insensible à l'accroissement en température.

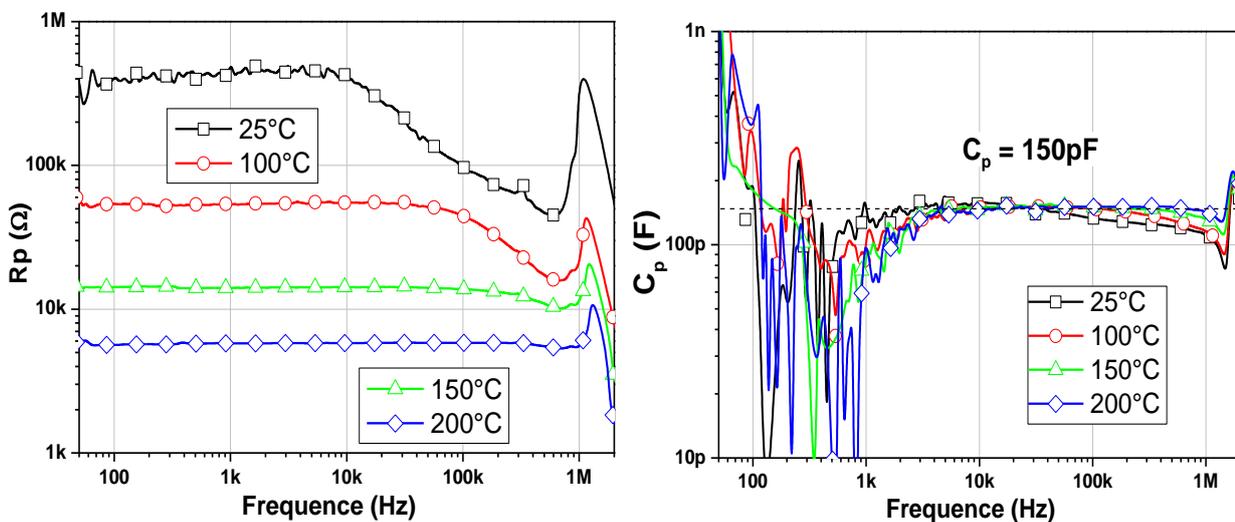


Figure III- 39: a) Résistance en fonction de la fréquence b) capacité en fonction de la fréquence

Concernant la détermination de la résistance, seules les mesures à basse fréquence ( $f < 1\text{kHz}$ ) sont pertinentes car le module de l'impédance est confondu avec la valeur de la résistance du circuit RC parallèle. De façon semblable, à haute fréquence ( $f > 5\text{kHz}$ ), le module correspond à la réactance ( $1/C_p\omega$ ) et permet d'extraire la valeur de la capacité. Cette détermination des éléments du circuit équivalent, déduites des mesures, permet d'extraire l'évolution de la résistance et la fréquence de coupure avec la température comme le montrent respectivement les figures III.40 et III.41.

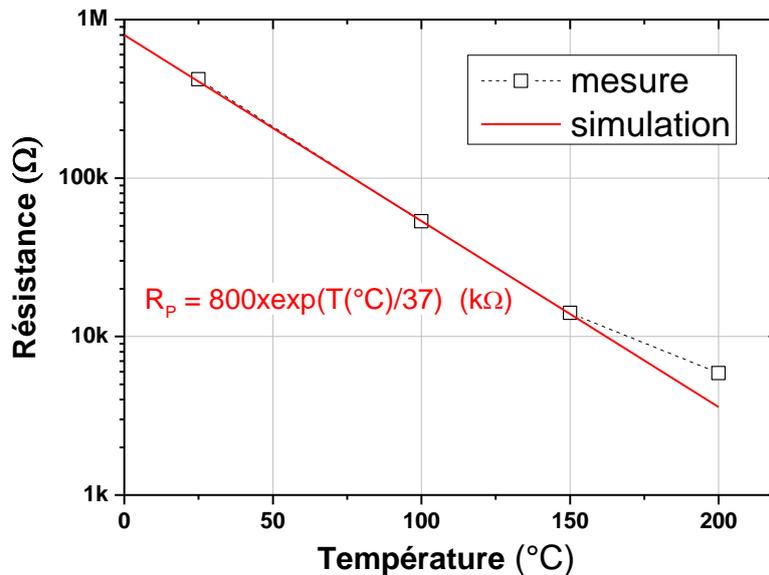


Figure III- 40: Evolution de la résistance en fonction de la température

On observe la décroissance exponentielle de la résistance avec la température et la loi qui régit son évolution peut s'écrire sous la forme suivante :

$$R_{\text{Capteur}}(T_{\text{mesurée}}) = R_{\text{Capteur}}(T=0^{\circ}\text{C}) \times e^{\frac{T_{\text{mesurée}}(^{\circ}\text{C})}{T_0}} \quad [\text{III. 3}]$$

Pour la polarisation considérée ( $I_{\text{capteur}} = 30\mu\text{A}$ ),  $R_{\text{Capteur}}(0^{\circ}\text{C})$  correspond à la résistance à  $0^{\circ}\text{C}$ , elle vaut  $800\text{k}\Omega$  et est obtenue par extrapolation. La température caractéristique  $T_0$  est de  $37^{\circ}\text{C}$ , et sa valeur est conforme à celles précédemment déterminées sur différents design de capteur.

Dans certain cas d'instrumentation, il peut être intéressant de déterminer la température, non plus à l'aide de mesures électriques (I, V ou Z) mais plutôt fréquentielles (fréquence de coupure) ou temporelle (période d'un montage astable). C'est pourquoi nous avons tracé l'évolution de la fréquence de coupure en fonction de la température (figure III.41), et son évolution est exponentielle en accord avec la relation [III.4].

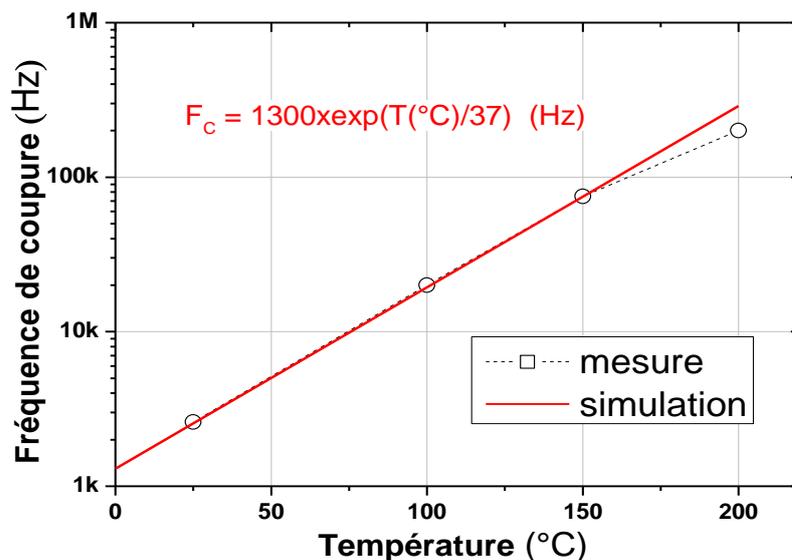


Figure III- 41: Fréquence de coupure en fonction de la température.

$$F_C (T_{mesurée}) = \frac{1}{2\pi R_P(T_{mesurée}) C_P} \quad [III. 4]$$

A partir de cette courbe expérimentale on peut déduire la loi [III.5] de croissance de la fréquence de coupure avec la température. Comme précédemment,  $F_C (0^\circ\text{C})$  est la fréquence de coupure extrapolée à  $T=0^\circ\text{C}$  et vaut  $F_C (0^\circ\text{C}) = 1.3 \text{ kHz}$ , la température caractéristique  $T_0 = 37^\circ\text{C}$  pour la polarisation considérée.

$$F_C (T_{mesurée}) = F_C (0^\circ\text{C}) e^{\frac{T_{mesurée} (^\circ\text{C})}{T_0}} \quad [III. 5]$$

Pour conclure ce paragraphe sur l'analyse fréquentielle de l'impédance, nous avons montré que nos capteurs sont modélisables par un circuit RC parallèle où seule la partie résistive est sensible à la température par une loi exponentielle. Cela sera mis à profit dans nos prochaines réalisations et notamment permettra de s'affranchir du bruit en  $1/f$  en fonctionnant au-delà de 1000Hz. On pourra exploiter la variation exponentielle de la résistance dans la réalisation d'un astable réalisant une conversion température-fréquence.

### III.8 Autres détections : capteur de déformation mécanique

Nous savons que les contraintes peuvent affecter les courants de surface des composants sur silicium monocristallin. C'est pourquoi nous avons voulu évaluer l'effet d'une déformation mécanique sur la caractéristique statique de nos capteurs en silicium polycristallin. L'expérience mise en œuvre est représentée sur la figure III.42

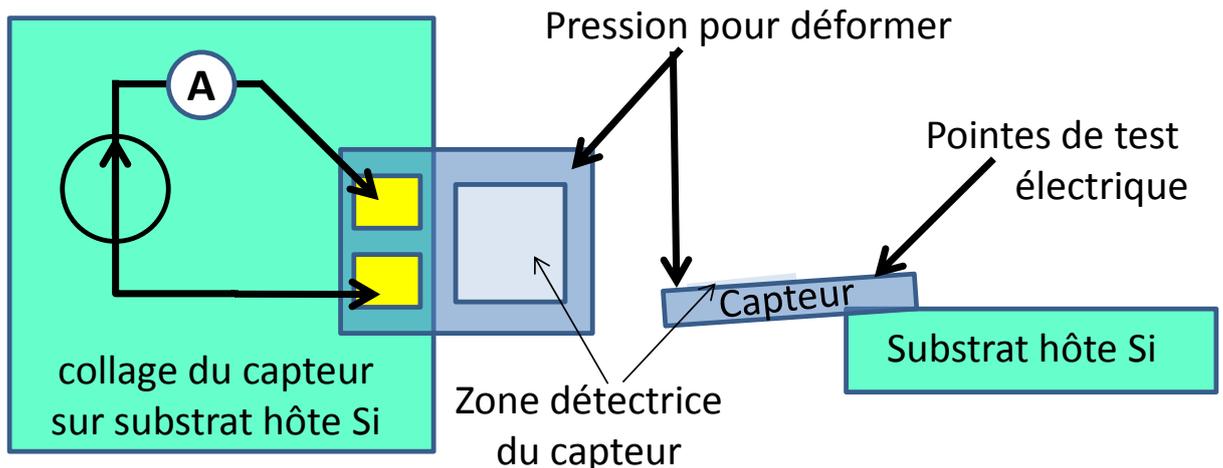


Figure III- 42: Schéma explicatif pour vérifier la sensibilité à la déformation

Nous exerçons une faible pression à l'extrémité du capteur, dont la base est collée sur un wafer de silicium. Lors de ce test, deux pointes sont employées pour mesurer la caractéristique courant/tension, la troisième appuie sur l'extrémité du capteur et exerce une pression qui déforme légèrement la couche active de polysilicium du capteur. Les graphiques des figures III.43.a & b montrent respectivement les évolutions de la caractéristique courant/tension et de la résistance correspondante avec et sans déformation en tension du capteur dont la surface active est de  $2 \times 2 \text{ mm}^2$ .

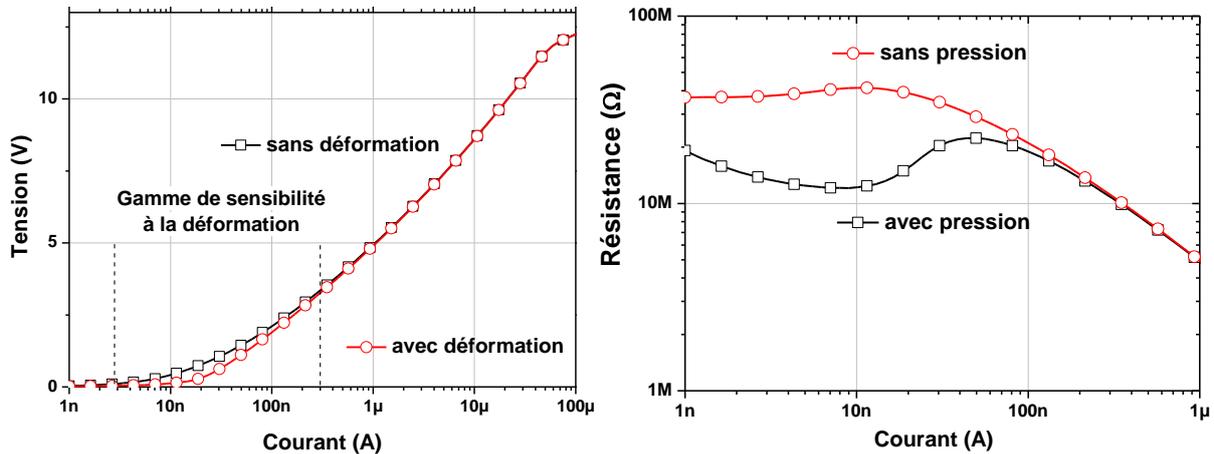


Figure III- 43: Evolution de la caractéristique  $V(I)$  a) et de la résistance b) avec et sans déformation

On observe que c'est à bas niveau ( $< 0.3 \mu\text{A}$ ) que les caractéristiques sont dissociées, au-delà du microampère elles sont quasiment confondues. On note la même tendance sur le tracé de l'évolution de la résistance avec le courant et on peut conclure que cette contrainte en tension accroît le courant et par conséquent se traduit par une réduction de la valeur de la résistance correspondante. Pour bien quantifier cette modification de la résistance (avec et sans contrainte), nous avons tracé l'évolution de la sensibilité relative de la résistance avec le courant (figure III.44)

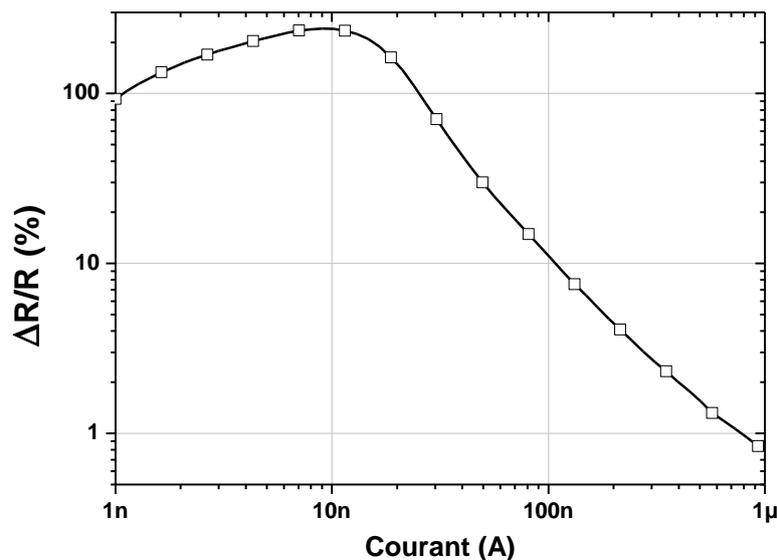


Figure III- 44: Evolution de la sensibilité relative de la résistance avec la courant de polarisation

De façon similaire à la sensibilité en température, le capteur passe par une sensibilité relative maximale proche de  $\Delta R/R_0=250\%$  pour un courant optimal de 10nA. Ce même capteur présente une sensibilité thermique en tension maximale de  $-55\text{mV}/^\circ\text{C}$  pour un courant optimal de  $2\mu\text{A}$ . Cette sensibilité à la déformation est à comparer aux quelques centièmes de % que l'on obtient à l'aide d'une jauge métallique.

Néanmoins, ce courant optimal de détection mécanique est extrêmement réduit et il conviendra de mener un travail supplémentaire pour le faire croître à une valeur d'environ  $1\mu\text{A}$ .

### III.9 Conclusions :

Au cours de ce dernier chapitre nous avons présenté beaucoup de résultats. Tout d'abord nous avons démontré que notre étude préalable développée au second chapitre a permis la conception de nouveaux capteurs plus en adéquation avec une instrumentation classique. Cette optimisation a concerné le point de fonctionnement nominal des capteurs en réduisant leur tension de polarisation entre 2V et 5V, contre 30V précédemment. De même, nous avons, par le biais d'un design astucieux et d'un dopage adapté, accru la longueur de la jonction PN à 2mm pour accroître le courant optimal de détection autour du micro-ampère, contre la dizaine de nano ampère dans le premier dispositif.

Pour étendre les champs applicatifs de notre filière de capteurs thermiques, nous avons réalisé et caractérisé des capteurs sur différents substrats : silicium, verre et SiC. Les performances obtenues sont proches, différent légèrement à bas niveau (peu de conduction parasite sur substrat verre) et à plus haut niveau car le couplage électrothermique est sensible à la conductivité thermique des différents substrats. La réalisation de ces capteurs sur substrat de silice fondue ne pose aucun problème, moyennant une légère réduction de la température d'activation.

La réalisation de ces même capteurs sur substrats de carbure de silicium fritté, a été démontré malgré leur forte rugosité ( $R_{A \text{ max}} \sim 2\mu\text{m}$ ). Le SiC, compte tenu de sa résistance aux agressions chimiques conjuguée à sa grande conductivité thermique, est un matériau idéal pour la réalisation de micro réacteurs chimiques où la mesure et le contrôle de la température sont une forte préoccupation. Ce matériau amélioré pour réduire sa rugosité, s'avère semi-conducteur et une couche de passivation est nécessaire avant le dépôt du film de polysilicium: la suite du processus de fabrication n'a pas nécessité d'aménagement spécifique et les performances des capteurs sur SiC sont semblables à celles mesurées sur silicium.

Puis, nous avons présenté les résultats sur l'instrumentation thermique d'un circuit microfluidique. Nous avons validé notre approche de plate forme et malgré les signaux parasites, nous avons réalisé une électronique permettant une acquisition multicapteurs (16 capteurs) avec une sensibilité d'environ  $0.1^\circ\text{C}$ . Le circuit microfluidique a fait appel à la technologie de moulage

PDMS, mais des problèmes d'étanchéité sont rapidement apparus. C'est pourquoi nous avons opté pour une nouvelle approche, développée au LAAS, correspondant à l'empilement de films de résine SU-8 par laminage. Elle permet la réalisation de micro-canalisation multi-niveaux et a pour grand intérêt d'aligner par photolithographie avec précision ( $\sim 2 \mu\text{m}$ ) le circuit microfluidique sur les capteurs disposés sur la plateforme.

Nous avons également étudié la réalisation d'un fluxmètre et même un calorimètre utilisant nos capteurs. Pour mesurer de forts flux de chaleur avec des transitoires rapides, il faut empiler deux capteurs silicium et on obtient une sensibilité proche de  $-50 \text{ mV/W/cm}^2$ . Pour la mesure de phénomènes transitoires plus lents, le capteur sur verre est préférable et présente une sensibilité double de  $-100 \text{ mV/W/cm}^2$ .

Enfin, pour des objectifs plus prospectifs, nous avons mesuré l'évolution fréquentielle de l'impédance paramétrée en température et montré son évolution du premier ordre ( $R_p//C_p$ ). Seule la partie résistive est sensible à la température et se traduit par une décroissance exponentielle de cette dernière avec la température. En revanche si l'on s'intéresse la fréquence de coupure, son évolution est exponentielle et trouvera son intérêt dans une conversion température fréquence (astable). Nous avons également sur ce banc pu faire croître la température à  $200^\circ\text{C}$  et constaté que notre capteur conservait sa sensibilité thermique.

Enfin, une étude préliminaire sur l'influence des contraintes sur les caractéristiques électriques a clairement montré les potentialités des éléments à seuils symétriques pour la réalisation de capteurs mécaniques. Un travail important reste tout de même à mener pour les rendre compatibles avec une électronique d'instrumentation classique (grand public).



# Conclusion Générale



Cette thèse a traité de la conception, la réalisation et la caractérisation de plateformes d'instrumentations thermiques pour des applications microfluidiques. Outre l'aspect multi capteurs, nous avons travaillé à leur intégration dans une réalisation microfluidique. De plus, notre objet d'étude concernait le suivi d'une réaction exothermique acido-basique au cours de son écoulement dans un micro canal, nécessitant une forte sensibilité (résolution  $>0,1^{\circ}\text{C}$ ).

Nous avons commencé par dresser un état de l'art, qui inventorie les différents types de capteurs en soulignant leurs avantages et inconvénients respectifs. L'incapacité des capteurs existant à répondre à nos attentes nous a conduits à proposer un nouveau type de capteurs beaucoup plus sensibles, basés sur la conduction en inverse d'une jonction Zéner ( $\text{P}^+\text{N}^+$ ). De plus ces jonctions PN sont inscrites dans un film de polysilicium déposé par LPCVD et permet d'envisager plusieurs types de support mécanique (substrat de silicium, Verre, SiC, céramique,...)

La seconde partie détaille la réalisation technologique et analyse l'impact des paramètres topologiques et de dopage sur les performances de ce nouveau type de capteurs. Tout d'abord on note que le processus est délibérément épuré (il ne comporte que 5 niveaux de masquage), et il est compatible CMOS. Puis, lors de l'analyse de l'évolution des caractéristiques électriques avec la température, nous avons montré que la zone de détection la plus sensible à la température correspond aux bas niveaux de courant ( $<100\text{nA}$ ). Cela nécessitera, pour être compatible avec une électronique d'instrumentation standard, de faire évoluer le design et la technologie pour accroître ce courant de mesure à une valeur proche du micro ampère dans les réalisations à venir.

Enfin, nous avons montré clairement que la sensibilité thermique maximale en tension est d'environ  $\sim -25\text{mV}/^{\circ}\text{C}$ /diode en inverse. Donc pour accroître sa valeur, il suffit d'augmenter le nombre de diodes en inverse, ainsi nous avons obtenu une sensibilité supérieure à  $-220\text{mV}/^{\circ}\text{C}$  sur des capteurs intégrant 4 diodes en inverse. En revanche, cela n'a quasiment pas d'impact sur le courant qui lui croît exponentiellement avec la température et cette très forte sensibilité est exploitable pour la mesure de très petits écarts de température ( $>0,1^{\circ}\text{C}$ ). Enfin, l'étude de l'influence du niveau de dopage de la zone faiblement dopée qui conditionne la valeur de la tension Zéner, zone de type P dans notre cas, montre qu'accroître ce dopage de  $4.10^{18}$  à  $2.10^{19}$   $\text{at}/\text{cm}^3$  permet simultanément de multiplier par vingt le niveau du courant de mesure et diviser par deux la tension de polarisation. Malgré ces points favorables pour faciliter l'instrumentation, ces améliorations restent insuffisantes pour permettre à cette première génération de capteurs de répondre aux critères escomptés ( $V_{\text{Capt}} < 5\text{V}$  &  $I_{\text{Capt}} \sim 1\mu\text{A}$ ). Ces études sur l'influence de la topologie et sur le dopage ont été mises à profit dans la troisième partie pour élaborer de nouveaux capteurs optimisés. Les premières mesures sur des capteurs réalisés sur substrat silicium ont montré le fort drainage et étalement thermique lié à la bonne conductivité thermique de ce type de substrat, et nous a conduit à envisager des réalisations sur substrats Verre (silice fondue).

Dans cette troisième et dernière partie, nous avons présenté la seconde génération de capteurs thermiques optimisés et leurs performances validant les études du second chapitre. Outre l'évolution du design, nous avons montré leur faisabilité sur substrat de silice fondue. Puis nous avons illustré la réalisation des plateformes d'instrumentation thermique proprement dites en présentant notamment les différents types de mesures : longitudinales, transversales et matricielles. Avant d'aborder la validation expérimentale, nous avons présenté l'électronique développée au laboratoire permettant l'acquisition multiplexée des courants des seize capteurs qu'intègre chaque plateforme. Nous avons pu notamment montrer que malgré le bruit (bruit de

fond et surtout parasites extérieurs) notre électronique est capable de faire une acquisition complète des seize capteurs en moins de 30ms avec une résolution inférieure à 0.1°C. Une première validation de notre instrumentation thermique a concerné le suivi longitudinal de l'écoulement d'un liquide chaud le long d'un micro canal de 3cm et permet non seulement d'appréhender la température mais plus encore, les transitoires thermiques souvent porteurs d'informations supplémentaires ou complémentaires.

Aux réalisations microfluidiques classiques, reposant sur un moulage de PDMS, simple mais souvent poreux et à usage unique, nous avons préféré réaliser nos micro-canalisation en résine SU-8 avec capotage par laminage.

Dans un souci d'étendre les champs applicatifs de nos capteurs, nous avons élaboré des capteurs sur un substrat de carbure de silicium fritté. En effet, ce SiC obtenu par frittage et produit par la société BOOSTEC, permet de réaliser des microréacteurs chimiques dont les parois sont insensibles aux agressions chimiques. Malgré leurs efforts pour minimiser la rugosité, des fissures de plus de 2  $\mu\text{m}$  perdurent, néanmoins les composants réalisés ont présenté un fonctionnement semblable à ceux réalisés sur silicium.

Nous avons également, dans un but beaucoup plus prospectif, mis en évidence la sensibilité à la lumière et aux déformations mécaniques à très bas niveau de courant.

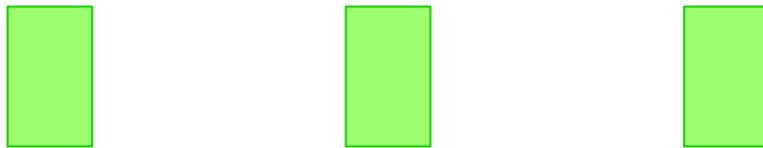
Pour conclure, un travail pour réduire la dispersion des caractéristiques des capteurs est nécessaire et une importante étude sur le design reste à mener pour faire de cette filière de capteurs thermiques, une filière générique pour la réalisation de plateformes de capteurs multiphysiques (température, lumière, déformation mécanique,...). Enfin, les prochaines études associeront ce type de capteurs à des transistors MOS permettant, dans un premier temps de réaliser une préamplification et filtrage, et à terme un traitement numérique complet du signal (compatibilité CMOS).

# Annexes

## VI.1 Niveau de masque du premier process

Les masques ne sont pas pris dans l'ensemble mais juste sur trois capteurs de la plateforme A qui ont une taille de  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$

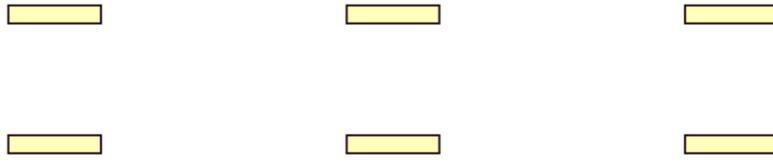
### 1. Délimitation du poly



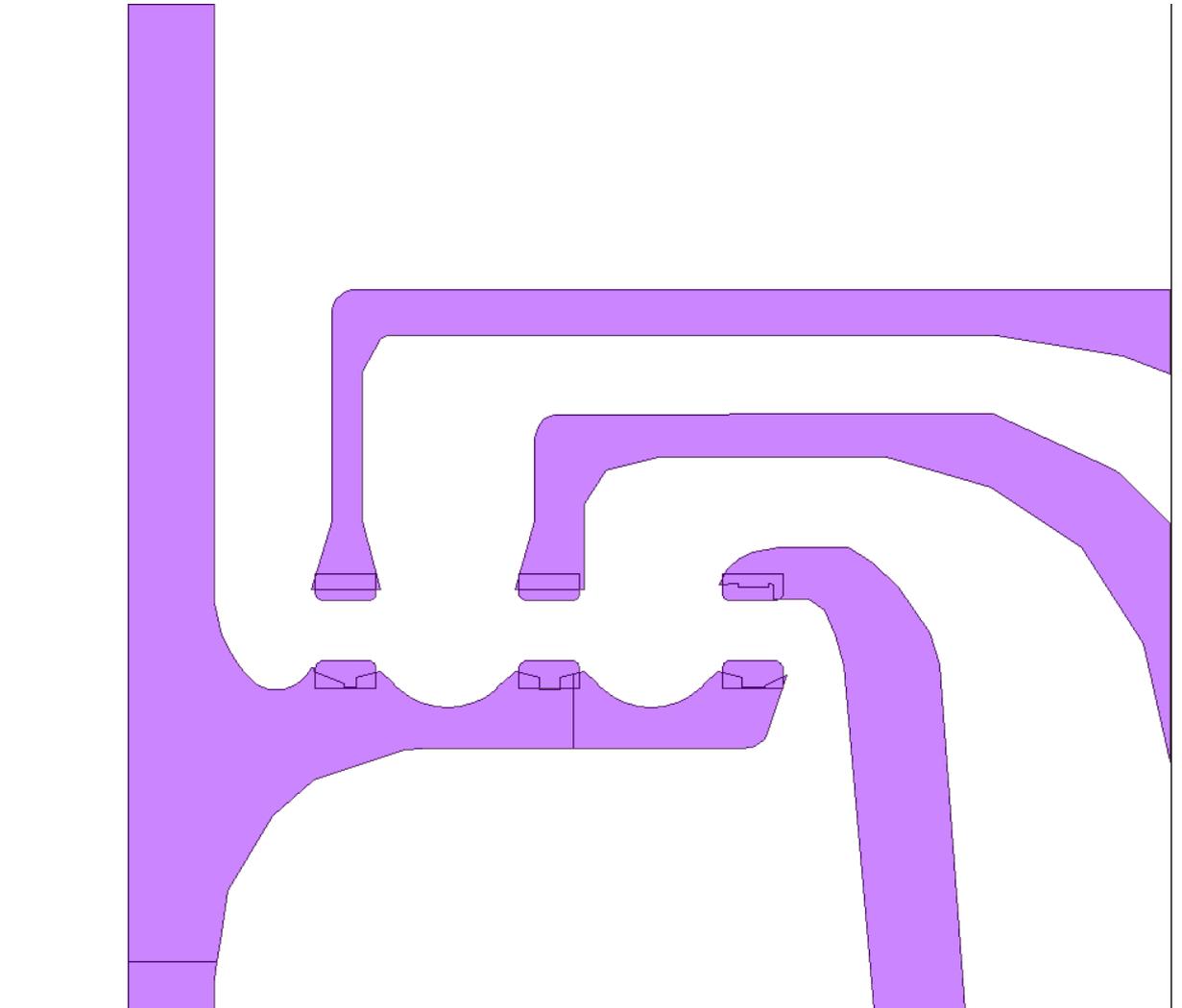
### 2. Implantation du phosphore



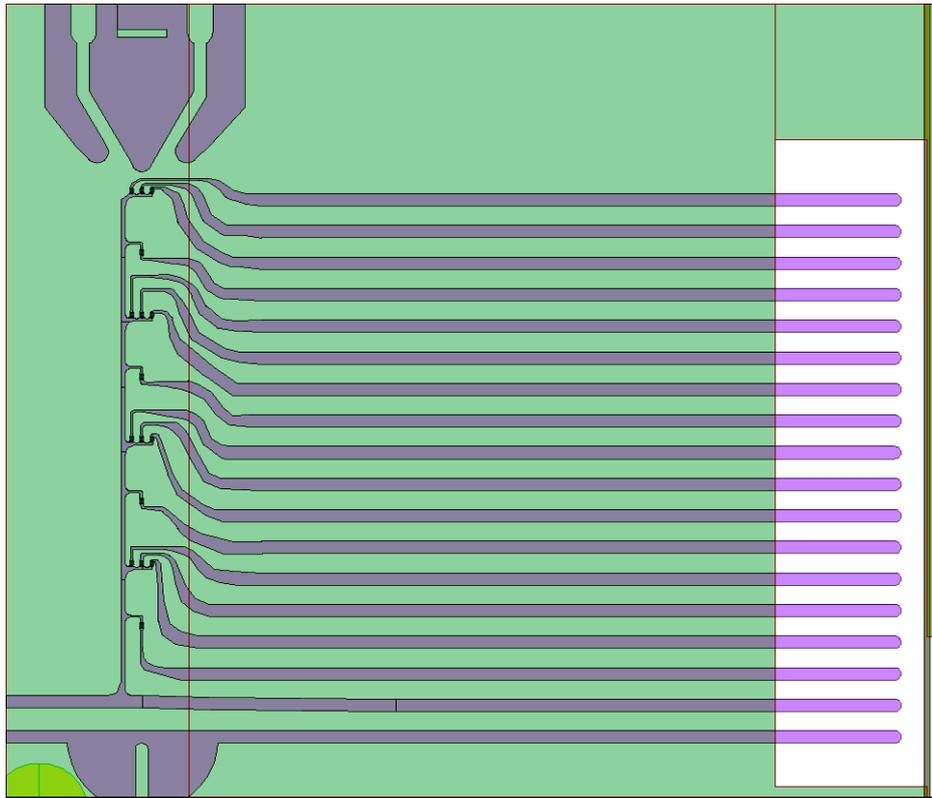
### 3. Ouverture contact



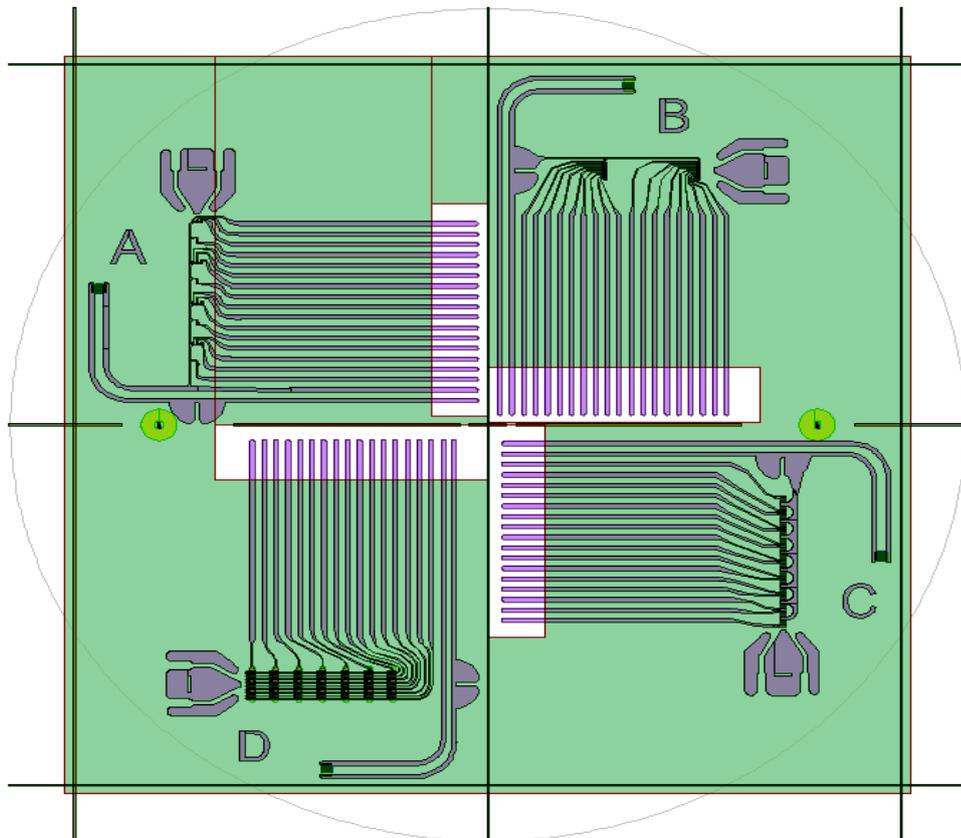
#### 4. Métallisation aluminium



#### 5. Isolation avec plateforme A en entier



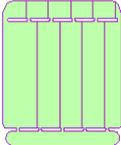
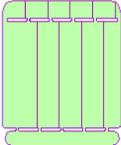
6. Vue d'ensemble du wafer avec tout le jeu de masque



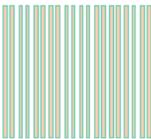
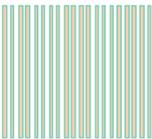
# IV.2 Niveau de masque du second process

Pour décrire les masques de ce second processus de fabrication

## 1. Délimitation polysilicium



## 2. Implantation phosphore



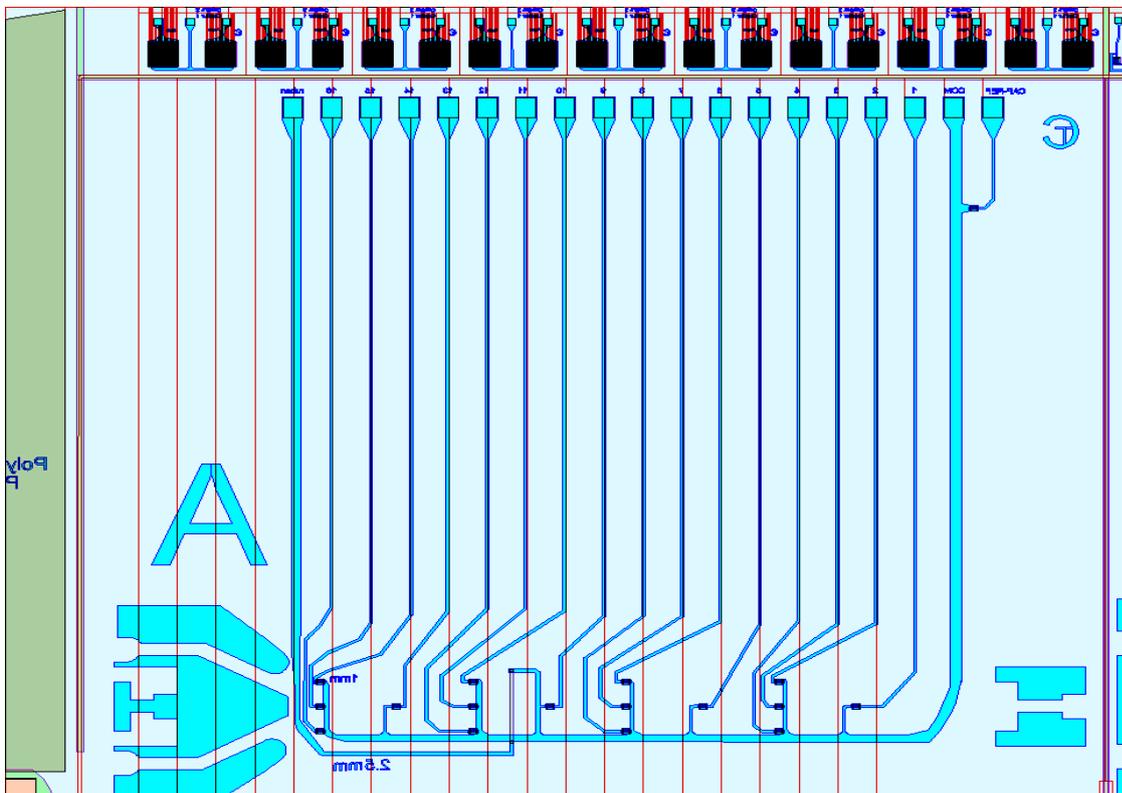
## 3. Ouverture de contact



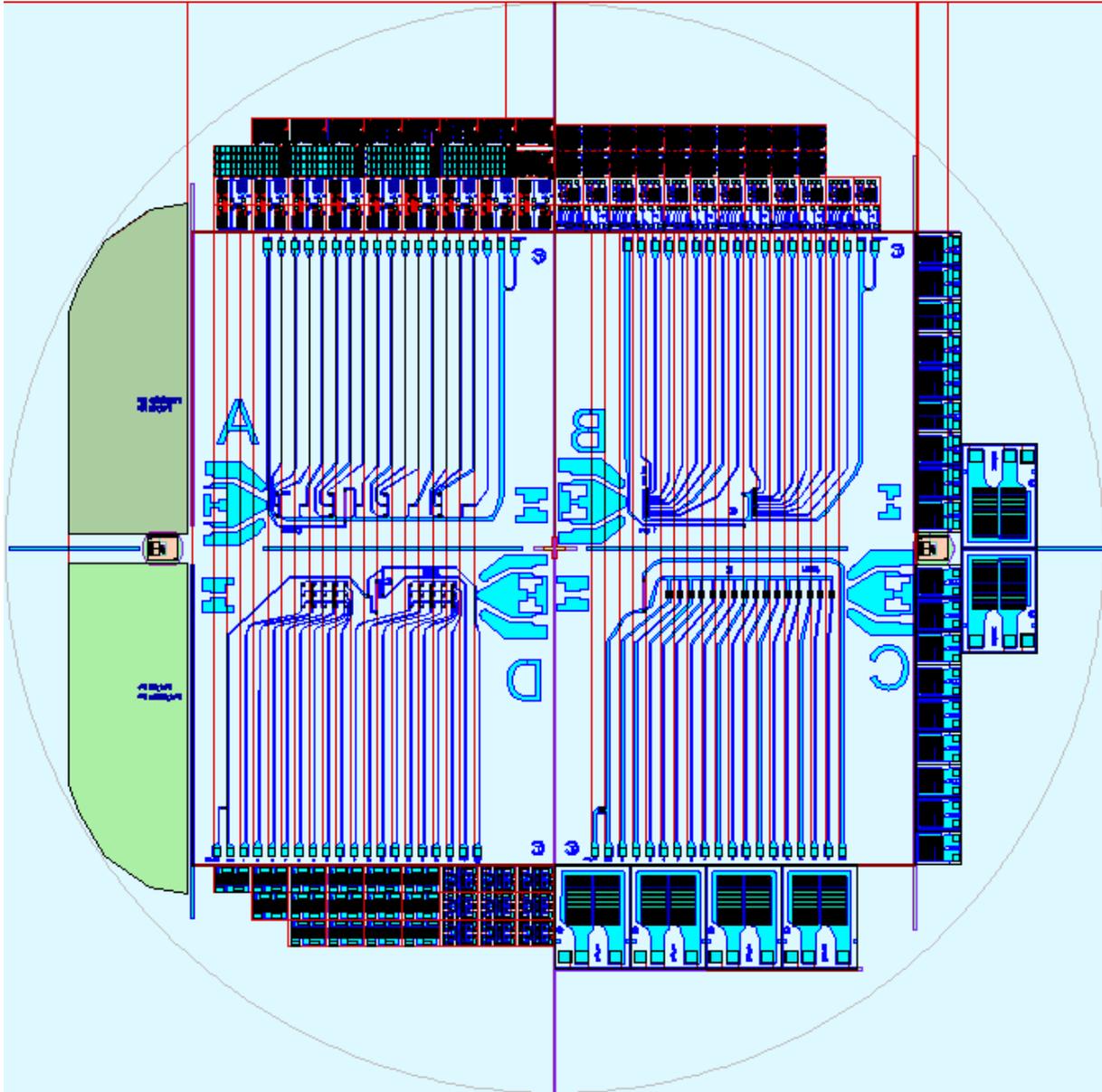
#### 4. Métallisation aluminium



#### 5. Isolation et process finis



6. Vue d'ensemble du wafer.





# Référence bibliographique



- [1] **Seebeck effect in silicon**, T.H. Geballe and G.W. Hull, Bell telephone Laboratories, New Jersey, , Physical review, Volume 98 , number 4 (1955)
- [2] **Multijunction thermal converter with adjustable output voltage current characteristics**, M. Klonz and F. J. Wilkins, *IEEE Trans. Instrum.Meas.*, 1M-293 PP. 409-4123 Dec. (1980).
- [3] **Accurate Thin Film Multijunction Thermal Converter on a Silicon Chip**, Manfred Klonz and Thomes Weimann , IEEE Transaction on instrumentation and measurement , vol 38, N°2, April 1989.
- [4] **Fabrication and properties of Si-Based high-sensitivity microcalorimetric gas sensor** , M.Zaninni and al., Sensor and Actuators A48 , p.187-192 (1995).
- [5] **Integrated array sensor for detecting organic solvent**, J.W Gardner and al. , Sensor and actuators B 26-27, p.135-139, (1995).
- [6] **Si-planar-pellistor: designs for temperature modulated operation**, Robert Aigner and al., Sensors and Actuators B 33 , p. 151-155 (1996)
- [6] **Thin-film gas sensor implemented on a low-power-consumption micromachined silicon structure**, Vincenzo Guidi and al, Sensors and Actuators B 49 , p. 88–92 (1998).
- [7] **Thermal properties of suspended porous silicon micro-hotplates for sensor applications**, C. Tsamis and al, IMEL/NCSR “Demokritos”, 15310 Aghia Paraskevi, P.O. Box 60228, Athens, Greece, Sensors and Actuators B 95, p. 78–82 (2003) .
- [8] **Low-voltage and low-power optimization of micro-heater and its on-chip drive circuitry for gas sensor array**, Yaowu Mo and al, Sensors and Actuators A 100 , p. 94–101 (2002) .
- [9] **Design and optimisation of a high-temperature silicon micro-hotplate for nanoporous palladium pellistors**, S.M. Lee and al., Microelectronics Journal 34, p.115–126 (2003) .
- [10] **Thermal characterization of a microheater for micromachined gas sensors**, M. Baroncini and al., Sensors and Actuators A 115, p. 8–14 (2004) .
- [11] **Micro Gas Sensor Array With Neural network for Recognizing Combustible Leakage Gases**, Dae-Sik Lee and al. , IEEE sensor journal(2004).
- [12] **Development of Ultra Low Power Consumption Hotplates for Gas Sensing Applications**, I. Elmi,IEEE and al.,SENSORS (2006).
- [13] **High-temperature low-power performing micromachined suspended micro-hotplate for gas sensing applications**,J. Cerda Belmonte and al. , Sensors and Actuators B 114, p. 826–835 (2006).
- [14] **An Integrated Surface Micromachined Convex Microhotplate Structure for Tin Oxide Gas Sensor Array**, Bin Guo and al. , IEEE SENSORS JOURNAL, VOL. 7, NO. 12, (2007).
- [15] **Batch fabrication of metal oxide sensors on micro-hotplates**, E Barborini and al. , J. Micromech. Microeng. **18** (2008).

- [16] **Integration of MOX gas sensors on polyimide hotplates**, D. Briand and al. , Sensors and Actuators B 130, p. 430–435 (2008).
- [17] **Reliability improvement of suspended platinum-based micro-heating elements**, J. Courbat and al., Sensors and Actuators A 142, p.284–291 (2008) .
- [18] **Monolithically integrated micro flow sensor for lab-on-chip applications**, Microelectronic L. Schöler and al., Engineering 78–79, 164–170 (2005).
- [19] **Integrated Temperature and Humidity Sensor Based on MEMS**, Zhen Fang and al., IEEE (2004).
- [20] **Fabrication of a microchannel integrated with inner sensor and the analysis of its laminar flow characteristics**, Hoojoon Park, Sensor and actuators A103, p.317-329 (2003).
- [21] **A microfluidic system for automatic cell culture**, Chun-Wei Huang and al., J. Micromech. Microeng. 17, p.1266–1274 (2007) .
- [22] **Precise temperature control of microfluidic chamber for gas and liquid phase reactions**, Alex I.K. Lao and al. , Sensors and Actuators 84, p. 11–17 (2000).
- [23] **Design and theoretical evaluation of a novel microfluidic device to be used for PCR** , Minqiang Bu and al. , J. Micromech. Microeng. 13, S125–S130 (2003) .
- [24] **A Microfluidic Platform Using Molecular Beacon-Based Temperature Calibration for Thermal Dehybridization of Surface-Bound DNA**, Arash Dodge and al., Anal. Chem., 76, p.1778-1787 (2004).
- [25] **A micromachined AC thermal sensor for monitoring the liquid-gas interface in a microchannel**, Sun Rock Choi and al. , Sensors and Actuators A 150, p. 40–45 (2009) .
- [26] **Thermal conductivity measurement from 30 to 750 K : the 3w method**, David G. Cahill, Rev. Sci. Instrum. 61, (1989).
- [27] **Two-terminal longitudinal hotwire sensor for monitoring the position and speed of advancing liquid fronts in microfluidic channels**, Kee Suk Ryu, APPLIED PHYSICS LETTERS 88, 104104 (2006).
- [28] **EPMA and XRD study on nickel metal thin film for temperature sensor**, Yan Weiping and al, Sensors and Actuators A (2006).
- [29] **Development of a micro-thermal flow sensor with thin-film thermocouples**, Tae Hoon Kim and Sung Jin Kim, J. Micromech. Microeng. 16 , p. 2502–2508 (2006).
- [30] **Thermal distribution microfluidic sensor based on silicon**, Yan Weiping and al. , Sensors and Actuators B 108 p. 943–946 (2005).
- [31] **Polydimethylsiloxane microfluidic chip with integrated microheater and thermal sensor**, Jinbo Wu and al, BIOMICROFLUIDICS 3, 012005 (2009)
- [32] **Design and simulations of SOI CMOS micro hotplate gas sensors** , F. UDREA and al., Sensor and actuators B 78 , p.180-190 (2001).

- [33] **A Monolithic CMOS Microhotplate-Based Gas Sensor System**, Muhammad Y. Afridi and al. , IEEE SENSORS JOURNAL, VOL. 2, NO. 6, (2002).
- [34] **Thermal optimization of micro-hotplates that have a silicon island**, Danick Briand and al. , J. Micromech. Microeng. 12 , p. 971–978 (2002) .
- [35] **3D nonlinear modeling of microhotplates in CMOS technology for use as metal-oxide-based gas sensors**, M Graf and al. , J. Micromech. Microeng. 15 p. 190–200 (2005).
- [36] **Diode temperature sensor array for measuring micro-scale, surface temperatures with high resolution**, Young Han and Sung Jin Kim, Sensors and Actuators A 141 (2008).
- [37] **Multipurpose MEMS thermal sensor based on thermopiles**, Danijela Randjelovic and al. , Sensors and Actuators A 141, p.404–413 (2008) .
- [38] **Integrated Thermopile Sensors** ,A. W. VAN HERWAARDEN, Sensors and Actuators, A2/-A23 p. 621-630 (1989).
- [39] **MiCROfLUiDiC HYbRiD SYSTEMS**, Hakho Lee1 and al. .
- [40] **A monolithically integrated CMOS labchip using sensor devices** , H. Schafer, Applied Surface Science 255 p. 646–648 (2008) .
- [41] **A 0.18  $\mu\text{m}$  CMOS capacitive sensor Lab-on-Chip** ,Ebrahim Ghafar-Zadeh and al. , Sensors and Actuators A 141 p. 454–462 (2008) .
- [42] **An Integrated Thermo-Capacitive Type MOS Flow Sensor**, Kwang Ming Lin and al. , IEEE ELECTRON DEVICE LETTERS, VOL. 17, NO. 5, (1996).
- [43] **A flow sensor for liquids based on a single temperature sensor operated in pulsed mode**, P. Bruschi and al., Sensors and Actuators A 110 , p. 269–275 (2004) .
- [44] **Polysilicon: a versatile material for Microsystems**, P.J. French , Sensors and Actuators A 99 p. 3–12 (2002) .
- [45] **Theory of Conduction in Polysilicon: Drift-Diffusion Approach in Crystalline-Amorphous-Crystalline Semiconductor System-Part II: General  $I$ - $V$  Theory**, A. N. KHONDKER and al. , IEEE (1984).
- [46] **A Model for Conduction in Polycrystalline Silicon-Part I: Theory**, MOHAMMAD M. MANDURAH and al. , IEEE TRANSACTIONS ON ELECTRON DEVICES, VOL. ED-28, NO. 10, OCTOBER (1981).
- [47] **A Model of Electrical Conduction in Polycrystalline Silicon**, DINESH PRASAD JOSHI AND RAM SAHAI SRIVASTAVA, IEEE TRANSACTIONS ON ELECTRON DEVICES, VOL. ED-31, NO. 7, (1984).
- [48] **The electrical properties of polycrystalline silicon films**, John Y.W Seto, J.Appl.Phy, Vol.46 No.12 (1975).
- [49] **Polycrystalline Silicon for Integrated Circuits and Displays**, T.I. Kamins , Kluwer Academic Publishers (1998).

- [50] **Long-Term Stability and Electrical Properties of Compensation Doped Poly-Si IC-Resistors**, Matts Rydberg and Ulf Smith , IEEE TRANSACTIONS ON ELECTRON DEVICES, VOL. 47, NO. 2 ( 2000).
- [51] **THEORY OF SWITCHING IN POLYSILICON-/J-P+ SILICON STRUCTURES**, *ELECTRONICS LETTERS, Vol.17 No. 1 (1981)*.
- [52] **Tin Oxide Gas Sensor Fabricated Using CMOS Micro-Hotplates and *In -Situ* Processing**, John S. Suehle, IEEE ELECTRON DEVICE LETTERS, VOL. 14, NO. 3 (1993).
- [53] **Low-power micro gas sensor**, Duk-Dong Lee, Sensors and Actuators B 33 p. 147-150 (1996).
- [54] **Optimization of an integrated SnO<sub>2</sub> gas sensor using a FEM simulator**, S. Astier, Sensors and Actuators A 69 , p. 205-211 (1998).
- [55] **Detection of low NO concentrations with low power micromachined tin oxide gas sensors**, M.C. Horrillo and al. , Sensors and Actuators B 58 p.325–329 (1999).
- [56] **Thermal characterization of microheaters from the dynamic response**, Balaji Jayaraman and al., J. Micromech. Microeng. **19** (2009)
- [57] **SOI CMOS Compatible Low-Power Microheater Optimization for the Fabrication of Smart Gas Sensors**, Jean Laconte, IEEE SENSORS JOURNAL, VOL. 4, NO. 5( 2004).
- [58] **Hotplate-Based Monolithic CMOS Microsystems for Gas Detection and Material Characterization for Operating Temperatures up to 500 °C**, Diego Barrettino, IEEE JOURNAL OF SOLID-STATE CIRCUITS, VOL. 39, NO. 7 (2004).
- [59] **Monolithic integration of micro-channel on disposable flow sensors for medical applications**, S. Billat , Sensors and Actuators A 145–146, p. 66–74 (2008) .
- [60] **Reliability of freestanding polysilicon microheaters to be used as igniters in solid propellant microthrusters**, Danick Briand, Sensors and Actuators A 135 , p. 329–336 (2007).
- [61] **Calorimetric biosensors with integrated microfluidic channels**, Yuyan Zhang , Biosensors and Bioelectronics 19, p. 1733–1743 (2004).
- [62] **Fabrication of nanofluidic devices in glass with polysilicon electrodes**, V.G. Kutchoukov, Sensors and Actuators A 123–124, p. 602–607 (2005).
- [63] **Design, fabrication and characterization of a MEMS safe pyrotechnical igniter integrating arming, disarming and sterilization functions**, P Pennarun , J. Micromech. Microeng. **16** p . 92–100 (2006) .
- [64] **Integrating micromachined fast response temperature sensor array in a glass microchannel**, Zhenlan Xue, Huihe Qiu, Sensors and Actuators A 122 ,p. 189–195 (2005).
- [65] **MEMS flow sensors for nano-fluidic applications**, Shuyun Wu, Sensors and Actuators A 89 , p. 152±158 (2001) .

- [66] **Simulation and optimization of a micro Fluidic Flow sensor**, A. Rasmussen, Sensors and Actuators A 88 , p. 121±132 (2001).
- [67] **A polysilicon flow sensor for gas flow meters**, Tokudai Neda and al., Sensors and Actuators A 54 , p. 626-631 (1996)
- [68] **Realization and performance of thin SiO<sub>2</sub>/SiN<sub>x</sub> membrane for microheater applications**, Carole Rossi , Sensors and Actuators p. 241-245 A 64 (1998).
- [69] **Flow characteristics in a microchannel system integrated with arrays of micro-pressure sensors using a polymer material**, H S Ko and al, J. Micromech. Microeng. **18** (2008).
- [70] **Design, fabrication and characterization of a conducting PDMS for microheaters and temperature sensors**, Han-Sheng Chuang, J. Micromech. Microeng. **19** (2009).
- [71] **Microhotplates with TiN heaters**, J.F. Creemer and al., Sensors and Actuators A 148, p. 416–421 (2008).
- [72] **Operation and short-term drift of polysilicon-heated CMOS microstructures at temperatures up to 1200 K**, M Ehmann and al, J. Micromech. Microeng. **11**, p.397–401 (2001).
- [73] **Fabrication of a high-temperature microreactor with integrated heater and sensor patterns on an ultrathin silicon membrane**, R.M. Tiggelaar and al, Sensors and Actuators A 119 ,p. 196–205 (2005) .
- [74] **Tungsten-Based SOI Microhotplates for Smart Gas Sensors**, Syed Z. Ali and al, JOURNAL OF MICROELECTROMECHANICAL SYSTEMS, VOL. 17, NO. 6 (2008).
- [75] **High performances of new microhotplate for gas sensors**, Ph. Menini and al., Eurosensors (2008).
- [76] **Solution générique pour l'adressage matriciel de micro-actionneurs thermiques et optimisation de micro-sources thermiques**, Thèse de Maxime Dumonteuil, rapport LAAS n°06374, février 2006
- [77] **Etude et développement d'une plateforme microfluidique dédiée à des applications biologiques. Intégration d'un actionneur sur substrat souple**, thèse de Rémy Fulcrand (LAAS-CNRS), 2009
- [78] **Microtechnologies polymères pour les laboratoires sur puces**, thèse de **Patrick Abgrall**, 2006.
- [79] <http://aviatechno.free.fr/thermo/thermo01.php>
- [80] <http://aviatechno.free.fr/thermo/thermo04.php>
- [81] **Conception et réalisation d'une matrice de micro éjecteurs adressables individuellement pour la fonctionnalisation de bio puce**, thèse de David Jugieu , 2005



# Tableau des figures



<i>Figure I. 1: Représentation schématique d'un microréacteur</i> .....	22
<i>Figure I. 2: Vue en coupe schématique d'un capteur sur membrane [5]</i> .....	24
<i>Figure I. 3: Vue d'une micro plaque chauffante suspendue [8]</i> .....	24
<i>Figure I. 4: Réseau de microplaques chauffantes suspendues [14]</i> .....	25
<i>Figure I. 5: Capteurs de gaz sur feuille polyimide et sur silicium [16]</i> .....	25
<i>Figure I. 6: Photo de capteurs de flux Platine intégrés dans un canal [18]</i> .....	26
<i>Figure I. 7: Comparaison entre une géométrie de membrane et de résistance chauffante carrée et circulaire [75]</i> .....	26
<i>Figure I. 8: Différentes géométries de résistance chauffante en platine et leur influence sur la répartition en température [9]</i> .....	27
<i>Figure I. 9: Vue du capteur AuPt sur verre intégré dans un canal SU8 [18]</i> .....	27
<i>Figure I. 10: Vue MEB d'une résistance Platine intégrée dans un canal silicium [20]</i> .....	28
<i>Figure I. 11: Capteur thermique en film mince pour mesurer l'interface de phase [25]</i> .....	29
<i>Figure I. 12: Vue du procédé de réalisation de fils conducteurs par injection dans un canal PDMS [31]</i> .....	30
<i>Figure I. 13: Vue en coupe de la plaque chauffante et du heater en TiN [71]</i> .....	30
<i>Figure I. 14: Capteur de gaz en technologie SOI et heater en Tungstène [74]</i> .....	31
<i>Figure I. 15: Capteur de gaz intégré dans la technologie SOI-CMOS [57]</i> .....	32
<i>Figure I. 16: Vue en coupe du procédé de fabrication des micro-initiateurs en polysilicium et photo des micropoutres obtenues [60]</i> .....	33
<i>Figure I. 17: Process de fabrication des capteurs de flux avec microcanal suspendu [65]</i> .....	33
<i>Figure I. 18: Description du process de fabrication et vue au MEB du canal SU8 intégré avec le réseau de capteurs de pression [69]</i> .....	34
<i>Figure I. 19: Principe de l'effet Seebeck et du thermocouple [79]</i> .....	35
<i>Figure I. 20 : Conversion tension température pour les différents thermocouples [79]</i> .....	36
<i>Figure I. 21: Topologie de surface des thermocouples Cu/CuNi44 sur membrane [3]</i> .....	36
<i>Figure I. 22: Vue de thermocouples Chromel/Alumel sur quartz [29]</i> .....	37
<i>Figure I. 23: Vue schématique d'une thermopile p<sup>+</sup>-Si / Aluminium sur silicium [38]</i> .....	37
<i>Figure I. 24: Schéma et réalisation de thermopiles à partir de thermocouples p<sup>+</sup>Si/Al [37]</i> .....	38
<i>Figure I. 25: Vue en coupe schématique d'un microcalorimètre CMOS SOI intégrant des MOSFET pour éléments chauffants et pour l'électronique de contrôle [32]</i> .....	39
<i>Figure I. 26: Vue en coupe schématique d'une microplaque chauffante pour capteurs de gaz MOSFET [34]</i> .....	39

Figure I. 27: Représentation schématique d'une caractéristique courant-tension d'une diode silicium [36].....	40
Figure I. 28: Vue du réseau de diodes capteurs de température (DTSA) [36].....	40
Tableau I. 1: Différents types de thermocouples commercialisés [78].....	35
Tableau I. 2: Comparaison des différentes technologies de fabrication d'éléments chauffants [74].....	42
Tableau I. 3: Comparaison de différents types capteurs et performances associées [79].....	43
Figure II- 1: Présentation de la plateforme d'instrumentation thermique .....	48
Figure II- 2 : Schéma électrique et caractéristique $I(V)$ d'un élément à seuils symétriques (ESS).....	48
Figure II- 3 : Caractéristique courant/tension d'un élément à seuil symétrique .....	49
Figure II- 4 : Influence de la température sur la caractéristique $I(V)$ d'un élément à seuil symétrique .	50
Figure II- 5: Evolution de la résistivité en fonction de la concentration en dopant. ....	54
Figure II- 6: Etude Athéna de l'implantation et l'activation des dopants dans le polysilicium : définition de la structure a); profils des ions Bore implantés b) avant & après recuit c); profils des ions Phosphore implantés d) avant & après recuit e); f) influence de l'encapsulation (avec & sans $Si_3N_4$ ) .	55
Figure II- 7: Profil SIMS du bore implanté dans $0.8\mu m$ de polysilicium a) avant et b) après recuit .....	56
Figure II- 8: Géométrie et vue en coupe des capteurs I et II retenus .....	57
Figure II- 9: Description du processus de fabrication retenu .....	57
Figure II- 10: Localisation des zones implantées arsenic dans le capteur type I .....	59
Figure II- 11: Ouverture des contacts d'un capteur II.....	59
Figure II- 12: Détail des plots de métallisation AlSi d'un capteur I a) & capteur II b) .....	60
Figure II- 13 : Substrat de silicium intégrant 4 plateformes d'instrumentation thermique .....	60
Figure II- 14: Détail de la plateforme de mesures longitudinales de la température.....	61
Figure II- 15: Détail de la plateforme de mesures transversales de la température .....	61
Figure II- 16: Détail de la plateforme de mesures longitudinales de la température avec les capteurs grande tailles (Type II).....	62
Figure II- 17 : Détail de la plateforme de mesures matricielle de la température. ....	62
Figure II- 18: La Caractéristique $V(I)$ en fonction des différents modes de conduction.....	63
Figure II- 19: a) Mécanismes de conduction et b) modélisation électrique équivalente.....	64
Figure II- 20: Caractéristiques $V(I)$ de plusieurs capteurs d'une même plateforme .....	64

<i>Figure II- 21: Evolution avec la température de la caractéristique <math>I(V)</math> à fort niveau de courant</i> .....	65
<i>Figure II- 22: Evolution de la caractéristique <math>V(I)</math> avec la température à bas niveau de courant</i> .....	65
<i>Figure II- 23: Sensibilité en température en conduction surfacique (a) et volumique (b)</i> .....	66
<i>Figure II- 24: Evolution de la caractéristique <math>V(I)</math> d'un grand capteur avec la température</i> .....	67
<i>Figure II- 25: Evolution de la tension en fonction de la température pour différents courants</i> .....	67
<i>Figure II- 26: Evolution du module de la sensibilité thermique en tension avec le courant</i> .....	68
<i>Figure II- 27: Influence de la lumière sur les caractéristiques <math>V(I)</math> des capteurs</i> .....	69
<i>Figure II- 28: Evolution du courant en fonction de la température pour différentes tensions.</i> .....	70
<i>Figure II- 29: Evolution de la température caractéristique <math>T_0</math> avec la tension appliquée <math>V_A</math></i> .....	70
<i>Figure II- 30: Caractéristiques <math>V(I)</math> pour un dopage P : a) <math>10^{19}cm^{-3}</math> et b) <math>2.10^{19}cm^{-3}</math></i> .....	72
<i>Figure II- 31: Influence du dopage de type P sur les caractéristiques électriques <math>V(I)</math></i> .....	72
<i>Figure II- 32: Influence du dopage sur la sensibilité thermique relative en tension</i> .....	73
<i>Figure II- 33: Extraction des paramètres du modèle électrique équivalent</i> .....	74
<i>Figure II- 34 : Evolution du courant de saturation et du facteur d'idéalité de la diode de surface</i> .....	75
<i>Figure II- 35: Comparaison de la courbe expérimentale et de la courbe théorique.</i> .....	76
<i>Figure II- 36: Evolution de la densité spectrale du bruit en courant</i> .....	77
<i>Figure II- 37 : a) Montage de la plateforme sur PCB, b) banc microfluidique complet</i> .....	78
<i>Figure II- 38: Structure retenue pour la simulation thermique</i> .....	79
<i>Figure II- 39: Simulations transitoires thermiques a) sur substrat silicium &amp; b) sur substrat verre.</i> .....	79
<i>Tableau II. 1: Influence du dopage sur les paramètres du modèle</i> .....	76
<i>Figure III- 1: vue de dessus des capteurs de la première génération a) et seconde génération b) <math>V...</math></i> ...	85
<i>Figure III- 2: Photos a) d'un capteur et b) d'une plateforme sur silicium; Photos c) d'un capteur d) d'une plateforme sur verre</i> .....	86
<i>Figure III- 3: Détails des plateformes du second processus de fabrication.</i> .....	87
<i>Figure III- 4: Ensemble des capteurs de la plateforme A sur un wafer silicium à 20°C</i> .....	88
<i>Figure III- 5: Comparaison des caractéristiques <math>V(I)</math> de l'ancien et du nouveau capteur.</i> .....	88
<i>Figure III- 6: Comparaison de la caractéristique <math>I/V</math> de capteurs sur substrat de verre et silicium.</i> .....	89

Figure III- 7: Evolution avec la température de la caractéristique $V(I)$ d'un capteur sur substrat silicium a) et verre b).....	90
Figure III- 8: Evolution de la sensibilité thermique en tension du capteur sur silicium et verre en fonction du courant de polarisation.....	91
Figure III- 9: Evolution du courant avec la température, à tension donnée pour un capteur sur verre .	92
Figure III- 10 : Evolution de la température caractéristique avec la tension de polarisation.....	92
Figure III- 11: Design du grand capteur de $500 \times 500 \mu\text{m}^2$ .....	93
Figure III- 12: Caractéristique courant tension du capteur $500 \times 500 \mu\text{m}^2$ sur verre.....	93
Figure III- 13: Evolution de la sensibilité thermique en tension des grands capteurs sur silicium et verre en fonction du courant de polarisation .....	94
Figure III- 14: Dessin d'une matrice de quinze capteurs .....	94
Figure III- 15: comparaison des $V(I)$ de capteur individuel et matriciel .....	95
Figure III- 16: Circuit d'instrumentation dédié aux capteurs matriciels.....	96
Figure III- 17 : Caractéristiques $V(I)$ avec la température d'un capteur matriciel .....	96
<b>Figure III- 18: Composant sur verre <math>500 \times 500 \mu\text{m}^2</math> .</b> .....	<b>97</b>
Figure III- 19: Evolution de la température avec la puissance dans 'un capteur sur verre de $500 \times 500 \mu\text{m}^2$ .....	98
Figure III- 20: Evolution de la résistance thermique avec la puissance dissipée sur verre et silicium ..	98
Figure III- 21: Mesure de la surface du wafer de SiC à l'aide du microscope confocal.....	99
Figure III- 22: a) détail du capteur de $500 \times 500 \mu\text{m}^2$ et b) du wafer entier de SiC .....	100
Figure III- 23: Influence du substrat (Si, Verre et SiC) sur la caractéristique $V(I)$ .....	100
Figure III- 24: Courbe courant tension avec évolution de la température d'un capteur sur SiC.....	101
Figure III- 25: a) carte électronique d'instrumentation dédiée et b) dispositif complet d'instrumentation relié à l'interface d'un PC. ....	102
Figure III- 26: Schéma bloc de la carte d'instrumentation.....	103
Figure III- 27: a) Chronogramme en courant & b) suivi du courant en temps réel des 16 capteurs....	104
Figure III- 28: Mesure de la variation temporelle du courant .....	104
Figure III- 29: circuit microfluidique collé sur la plateforme d'instrumentation thermique .....	105
Figure III- 30: Evolution du courant en fonction de la température des capteurs $500 \times 500 \mu\text{m}^2$ .....	106
Figure III- 31 : Evolution de la température en fonction du temps.....	106
Figure III- 32: Photo du canal microfluidique en SU-8 reporté sur les capteurs de température .....	107
Figure III- 33 : Photo de l'ensemble du dispositif de mesure pour des canaux en Su8.....	108

Figure III- 34 : Evolution de la température dans la canalisation en fonction du temps .....	108
Figure III- 35: a) Dessin d'un gros capteur de 4x4 mm <sup>2</sup> et b) schéma et c) vue du conditionnement .	109
Figure III- 36: évolution temporelle des dérives en tension et élévation en température des structures a) silicium sur verre et b) verre sur silicium .....	110
Figure III- 37: évolution de la variation en tension avec la densité de puissance.....	111
Figure III- 38: évolution fréquentielle a) du module et b) de la phase de l'impédance d'un grand capteur .....	112
Figure III- 39: a) Résistance en fonction de la fréquence b) capacité en fonction de la fréquence .....	112
Figure III- 40: Evolution de la résistance en fonction de la température.....	113
Figure III- 41: Fréquence de coupure en fonction de la température.....	113
Figure III- 42: Schéma explicatif pour vérifier la sensibilité à la déformation .....	114
Figure III- 43: Evolution de la caractéristique V(I) a) et de la résistance b) avec et sans déformation	115
Figure III- 44: Evolution de la sensibilité relative de la résistance avec la courant de polarisation .....	115



# Liste des publications



➤ **Conférences nationale :**

- Nouvelle approche technologique pour le développement de capteurs et d'actionneurs de température, 11e Journées Nationales du Réseau Doctoral en Microélectronique (JNRDM), Bordeaux (France), 14-16 Mai 2008, 4p, B.MARTY , T.CAMPS
- Conception et réalisation d'une plateforme d'instrumentation thermique pour les applications micro-fluidiques ,Journées Nationales du GDR MNS, Montpellier (France), 3-5 Décembre 2008, 2p, B.MARTY , T.CAMPS , A.MARTY , J.TASSELLI , D.LAGRANGE
- Développement de capteurs et d'actionneurs thermiques sur substrats de verre pour des applications microfluidiques,Journée De l'école doctorale GEET 5 Mars 2009, Bertrand MARTY

➤ **Conférences internationale :**

- New polysilicon sensor and actuator technology for the développement of a thermal platform , The 15th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (Transducers 2009), Denver (USA), 21-25 Juin 2009, 4p, B.MARTY , T.CAMPS , J.TASSELLI , A.MARTY , D.LAGRANGE.
- Thermal management integration for microfluidics applications,Symposium on Design, Test, Integration & Packaging of MEMS/MOEMS (DTIP'2009), Rome (Italie), 1-3 Avril 2009, 6p, T.CAMPS , B.MARTY , J.TASSELLI , A.MARTY , D.LAGRANGE.
- Potentialities of glass wafers for thermal sensors and actuators development ,1st European Conference on Microfluidics (MicroFlu'08), Bologne (Italie), 10-12 Décembre 2008, 7p, B.MARTY , T.CAMPS , J.TASSELLI , A.MARTY , L.BOUSCAYROL , J.C.MARROT.
- Electrokinetic mixers based on stimuli-responding surfaces ,11th International Conference on Miniaturized Systems for Chemistry and Life Sciences, Paris (France), 7-11 Octobre 2007, pp.910-912 , G.PAUMIER , J.SUDOR , E.COLLE , B.MARTY , A.BANCAUD , T.CAMPS , A.M.GUE .
- A generic technological approach for thermal sensors and actuators development ,18th Workshop on MicroMechanics Europe (MME 2007), Guimaraes (Portugal), 16-18 Septembre 2007, pp.47-50 , T.CAMPS , B.MARTY , J.TASSELLI , A.MARTY , L.BOUSCAYROL , J.C.MARROT.
- B. Marty, " Temperature Measurements Part II: Integrated Temperature Sensors", 1<sup>st</sup>, International GASMEMS Summer School, Eindhoven, the Netherlands, 11 September 2009