



Etude de la reconfigurabilite de circuits RF par des réseaux fluidiques. Conception et fabrication de microsystemes, intégrés sur substrat souple

Stéphane Pinon

► To cite this version:

Stéphane Pinon. Etude de la reconfigurabilite de circuits RF par des réseaux fluidiques. Conception et fabrication de microsystemes, intégrés sur substrat souple. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2012. Français. NNT: . tel-00781783

HAL Id: tel-00781783

<https://theses.hal.science/tel-00781783>

Submitted on 28 Jan 2013

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.



Université
de Toulouse

THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier)

Présentée et soutenue par :

Stéphane PINON

le 10 Décembre 2012

Titre :

Etude de la reconfigurabilité de circuits RF par des réseaux fluidiques.
Conception et fabrication de microsystemes intégrés sur substrat souple.

École doctorale et discipline ou spécialité :

ED GEET : Micro et Nanosystèmes

Unité de recherche :

LAAS-CNRS

Directeur(s) de Thèse :

Ali BOUKABACHE

Jury (noms, prénoms et qualité des membres) :

M. Yves OUSTEN, Rapporteur

M. Pierre BLONDY, Rapporteur

M. Thierry PARRA, Président du jury

M. Bertrand BOCQUET, Examineur

M. Eric RIUS, Examineur

M. Jean-François FAVENNEC, Examineur

M. Gaëtan PRIGENT, Examineur

Remerciements

Ce n'est pas sans émotions que je termine ce manuscrit. Une dernière page se tourne sur quatre belles années passées au LAAS. Quatre années extrêmement enrichissantes à tout point de vue.

Mes premiers remerciements vont à Henri Camon qui, en m'acceptant comme stagiaire, m'a ouvert les portes et guidé dans cette grande maison et cela jusqu'à un sujet de thèse. J'ai ainsi pu découvrir le monde de la recherche avec ses émulations, ses collaborations, ses tensions, ses frictions.

Pendant cette thèse, accompagnée par Ali Boukabache, j'ai énormément appris sur le domaine des hyperfréquences. Je le dois beaucoup à nos amis Brestois et en particulier Jean-François Favennec pour ces explications claires et pédagogiques, mais également au reste de l'équipe Cédric Quendo, Benjamin Potelon et Eric Rius. Et une de mes pensées va Daouda, la deuxième petite main du projet. Nous avons effectué notre thèse ensemble à quelques centaines de kilomètres l'un de l'autre.

Je tiens à remercier les messieurs Ousten et Blondy pour avoir accepté d'être rapporteurs de ce projet et, avec M. Bocquet, d'avoir fait le déplacement pour participer à mon jury de thèse. Je remercie également Thierry Parra et Patrick Pons de leur présence en tant que président du jury et examinateur.

Membre du jury, participant au projet, ancien brestois, ancien du LAAS, Gaëtan Prigent m'a apporté une aide très précieuse aux travers de nombreux conseils et remarques pertinentes, je le remercie très chaleureusement.

Un grand merci aux différents services techniques du LAAS dans leur ensemble, ils fournissent une aide efficace et très utile de part leurs compétences. Et je voudrais remercier Nicolas, Alexandre, Sandrine et Charline du service 2I. Puis, forcément, je me tourne vers la grande famille TEAM, sans qui aucun dispositif n'aurait pu être réalisé et sans qui ma santé mentale aurait été engagée. Ludo pour ses dépôts toujours parfait, Véronique pour ses conseils avisés, Laurent et Adrian pour leur folie et bien plus encore, Fabien, David pour leur aide, particulièrement pendant les phases de doutes et d'errance, merci pour toutes ces discussions diverses et variées.

Et puis vient le tour des copains, une grosse pensée à tous ceux qui sont déjà partis vers d'autres horizons, Jonathan, Maéva, François, Lamine, Yannick. Et ceux qui sont encore au labo, Seb, Hubert, Vincent, Joris, Marc, Loïc et sans oublier évidemment Teddy. Sans vous et nos pauses café, nos controverses et nos blagues du midi, ces années passées auraient été bien fades!

Introduction	1
I. L'essor de la microfluidique au service de la reconfigurabilité de dispositifs micro-ondes.	5
I-1 La microfluidique	6
I-1.1 Fondements et applications historiques.	6
I-1.2 Les technologies développées pour la microfluidique	7
I-1.3 Les fluides à l'échelle micronique.	12
I-2 Le reconfigurabilité des dispositifs micro-onde.	14
I-2.1 Définition et enjeux de la reconfigurabilité	14
I-2.2 L'accordabilité des filtres planaires	15
I-2.3 Les filtres volumiques	17
I-3 L'association microfluidique - hyperfréquences	20
I-3.1 Où retrouve-t-on le couplage microfluidique - hyperfréquences ?	20
I-3.2 Les filtres accordables proposés.	27
Conclusion	30
II. Conception des filtres	37
II-1 Choix technologiques et topologiques planaires	38
II-1-1 Le choix de la technologie planaire	38
II-1-2 Le choix de la topologie	40
II-2 Simulation des structures planaires	44
II-2-1 Les paramètres de simulation	44
II-2-2 Dimensionnement et simulation à vide	46
II-2-3 Simulation de l'accordabilité	48
II-3 Conception des filtres volumiques	56
II-3-1 Le choix de la technologie SIW	56
II-3-2 Dimensionnement et simulation à vide	56
II-3-3 L'accordabilité de la fréquence centrale	59
Conclusion	62

III. Du concept à la réalisation	65
III-1 L'intégration du couplage RF-Microfluidique.	66
III-1-1 Présentation du procédé technologique	66
III-1-2 Présentation des masques	71
III-1-3 Description détaillée du procédé de fabrication.	76
III-2 Les points clés du procédé	80
III-2-1 Le capotage de la dentelle.	80
III-2-2 La métallisation des vias.	81
III-2-3 Les contraintes mécaniques et leurs conséquences	85
III-3 Mesures de l'accordabilité ; validation du concept	88
III-3-1 Présentation du banc de test	88
III-3-2 Mesures à vide	89
III-3-3 Comparaison mesures - simulations	95
III-3-4 Mesures avec des liquides : validation de l'accordabilité.	99
III-4 Vers une adaptation à du semi-volumique	106
Conclusion	108
IV. Les applications proposées ou explorées	111
IV-1 Du filtre accordable au capteur	112
IV-1-1 Etat de l'art des capteurs biologiques hyperfréquences	112
IV-1-2 Utilisation en tant que capteur	113
IV-1-3 Les caractéristiques d'un liquide diélectrique	116
IV-2 Une technologie, un couplage, trois applications.	120
IV-2-1 Bobine accordable	120
IV-2-2 Capteur de température	125
IV-2-3 Contacteurs microfluidiques	127
IV-3 Le Galinstan, le liquide conducteur idéal ?	130
IV-3-1 Présentation et utilisations diverses du Galinstan	131
IV-3-2 Utilisation du Galinstan dans les applications hyperfréquences.	132
IV-3-3 Les difficultés de manipulations	134
Conclusion	137
Conclusion générale	141

Introduction

Les télécommunications hyperfréquences sont issues de besoins militaires. Ce domaine s'est depuis grandement développé et diversifié et ses applications font maintenant partie de notre quotidien : téléphonie mobile, réseaux indoor, internet, télévision numérique par satellite, etc. Cette diversité d'applications sur la bande millimétrique entraîne une augmentation des contraintes sur les spécifications techniques des systèmes hyperfréquences. Ils doivent être légers, petits, peu chers et forcément performants. Avec la multiplication des bandes utiles, ces performances doivent être présentes sur plusieurs canaux. Or dédier une chaîne d'émission-réception pour chaque canal répond difficilement aux contraintes d'encombrement. La reconfigurabilité apparaît donc comme un axe clé de recherche, particulièrement pour les éléments passifs hyperfréquences où la miniaturisation est plus contraignante. Pourtant les systèmes répondant, au moins partiellement, à ce cahier des charges existent et certains sont d'ores et déjà commercialisés. Mais parmi toutes ces solutions expérimentées, des semi-conducteurs (diodes PIN...) aux microsystèmes (switch RF...) en passant par les matériaux agiles (ferromagnétique...), aucune n'est apparue comme la solution idéale associant toutes les contraintes sans contrepartie.

L'objectif principal des travaux présentés dans ce document a été de concevoir une technologie de rupture suffisamment générique pour s'adresser à une multitude de domaines. Pour cela nous avons choisi d'explorer les potentialités des techniques utilisées en microfluidique pour réaliser cette reconfigurabilité. Ce choix résulte de l'extraordinaire essor qu'elle a connu ces dernières décennies. La microfluidique se définit comme une branche de la science dédiée à la manipulation de fluides à petites échelles et est apparue dans les années 70. Les motivations de son développement étaient multiples, elle offrait des solutions à des besoins exprimés par différents domaines tels que la chimie, la biologie ou la défense. Une nouvelle filière technologique, adossée à celle de la micro-électronique, se développe grâce à de nouveaux matériaux polymères spécifiquement dédiés à la microfluidique. Ces technologies plus simples, moins coûteuses et plus rapides facilitent l'expérimentation. Les applications se multiplient dans tous les domaines, et les fluides deviennent aux petites échelles, tour à tour, objets d'étude, moyens de transports de nano-structures, systèmes optiques, réacteurs chimiques, etc. La microfluidique est foisonnante et les technologies associées de plus en plus matures, résultant de l'interaction créative de la science et de l'ingénierie.

Ce travail a pour ambition d'associer deux technologies apparemment disjointes, les dispositifs RF et la microfluidique, pour répondre aux besoins de reconfigurabilité des circuits électroniques de télécommunication. En concertation avec nos partenaires du projet ANR RF-IDROFIL, le LAB-

STICC (Université de Bretagne Occidentale), nous avons défini le cahier des charges permettant de concevoir des dispositifs passifs fonctionnant aux longueurs d'ondes millimétriques qui soient réglables, actionnables ou accordables, en un mot, reconfigurables. Cette démarche d'intégration est potentiellement riche en développements tant à la fois au niveau des applications et qu'en termes de perspectives scientifiques. Parmi celles-ci, l'interaction fluides - ondes électromagnétiques peut être exploitée pour identifier des molécules ou des espèces biologiques d'intérêt. Cette démarche inverse s'intègre totalement dans la récente démarche des laboratoires sur puces (Lab On Chip) utilisant des systèmes de communications sans fils.

Le mémoire de thèse est divisé en quatre grandes parties. Le premier chapitre revient sur les origines et les développements des dispositifs RF. Il explicite le rôle fondamental de l'accordabilité dans les systèmes actuels, mettant en lumière les difficultés à associer performances et intégration et liste les différentes possibilités à travers l'exemple des filtres. Cet exemple est représentatif des technologies d'accord existantes quel que soit l'élément hyperfréquence considéré. Dans le domaine des circuits microondes passifs, associer performance et intégration représente des difficultés considérables et ceci est particulièrement vrai pour les filtres de fréquences. C'est la raison pour laquelle la première application que nous proposons est un filtre hyperfréquence. L'état de l'art de l'accordabilité révèle le caractère innovant de la commande fluide dans ce domaine. Et l'analyse plus générale de la littérature traitant du couplage entre la microfluidique et les hyperfréquences renforce le caractère audacieux du projet, le nombre de publication sur ce sujet étant assez faible.

Le deuxième chapitre décrit la conception de ces filtres accordables réalisée principalement par nos collègues de l'UBO et aux résultats obtenus dans le cadre des travaux de thèse de D-L. DIEDHIOU. Les différentes technologies et topologies ont été choisies sur des critères de performance, d'intégration et de simplicité. Des choix ont donc été effectués et l'analyse des technologies « polymère » du premier chapitre a permis d'identifier les thermodurcissables photosensibles comme la famille la plus adaptée à notre problématique ; le plus connu de ces matériaux étant la SU-8, une résine époxyde. Les designs ont ainsi pu être conçus et optimisés en effectuant des simulations déterminant le positionnement et le dimensionnement optimaux des canaux microfluidiques. Des filtres planaires micro-ruban en SU-8 ont donc été conçus mais seuls des résonateurs 3D permettraient d'atteindre des facteurs de qualité suffisamment élevés. Des filtres basés sur la technologie SIW « Substrate Integrated Waveguide » ont donc été conçus. Ce type de filtres utilise une technologie planaire de type microruban sur laquelle les faces latérales sont métallisées, formant ainsi des cavités intégrées au substrat et dans lesquelles se propagent des modes volumiques. Elle constitue donc un très bon compromis entre intégration des microrubans et performance des filtres volumiques.

Le chapitre trois détaille la fabrication de ces filtres en décrivant les techniques utilisées dans la mise en forme de la SU-8. Ce polymère photosensible a été choisi pour ses nombreux avantages : très

bonnes résistances thermique, chimique, et mécanique ; et une très faible absorption optique dans le proche UV ce qui permet de structurer des couches très épaisses avec de hauts rapports de forme. Elle a donc été utilisée pour la réalisation de filtres accordables en microfluidique planaires et volumiques. Les méthodes de fabrication sont décrites dans le détail, ainsi que les problèmes auxquels nous avons dû faire face avant d'aboutir à des résultats probants. Les structures fonctionnelles totalement intégrées ont été testées au niveau de la circulation des fluides comme au niveau du comportement RF. Différentes mesures ont donc été effectuées afin d'en évaluer les performances sur des filtres réalisés avec différents designs. Les fonctions de reconfigurabilité des circuits RF ont bien été assurées par la circulation de fluides dans les canalisations intégrées dans la puce.

Enfin le quatrième chapitre expose à travers quelques exemples d'applications imaginées et explorées l'énorme potentiel de cette association fluide – micro-ondes. Les débouchés à plus ou moins long termes pourraient ainsi apparaître dans les domaines du radar, des communications haut débit, de l'imagerie passive et de la radioastronomie et cela pourrait concerner de nombreux domaines d'activités tels que la météorologie, l'environnement, les télécommunications, l'observation, la surveillance et la sécurité. Ainsi les filtres, réalisés pour être accordables par des fluides, peuvent devenir par une inversion de leurs paramètres de fonctionnement des capteurs de différentes grandeurs physiques/chimiques....

En conservant la filière technologique à base de SU-8, on peut imaginer outre les filtres étudiés dans cette thèse, des applications plus ciblées. Ainsi, en initiant, pour la première fois au LAAS, une approche RF/micro fluide intégrée sur substrat souple, nous avons pu collaborer à des travaux de fabrication et de mise au point de bobines accordables (avec I.GMATTI), de capteurs de température interrogeables à distance par radar (avec A.TRAILLE et S.BOUAZIZ), ou des switches microfluidiques. Quelle que soient les applications visées, les propriétés des liquides utilisés est un point capital. Pour les trois dernières applications citées précédemment, le liquide doit être un bon conducteur électrique. Pour compléter l'approche initiée dans ce travail, nous nous sommes également intéressés aux propriétés électriques des liquides et à leur utilisation dans nos dispositifs. C'est ainsi que nous avons développé une démarche permettant la reconfigurabilité de nos dispositifs par l'utilisation d'un matériau commercialement disponible, le Galinstan. Les avantages et contraintes d'utilisation de ce matériau sont exposés en détails dans la dernière partie de ce chapitre.

I. L'essor de la microfluidique au service de la reconfigurabilité de dispositifs micro-ondes.

I-1 La microfluidique	6
I-1.1 Fondements et applications historiques.	6
I-1.2 Les technologies développées pour la microfluidique	7
a) Matériaux durs :	8
b) Matériaux « mous » :	10
I-1.3 Les fluides à l'échelle micronique.	12
I-2 Le reconfigurabilité des dispositifs micro-onde.	14
I-2.1 Définition et enjeux de la reconfigurabilité	14
I-2.2 L'accordabilité des filtres planaires	15
a) Les technologies basées sur les semi-conducteurs	15
b) La technologie MEMS	16
c) Les matériaux magnétiques	16
d) Les matériaux à permittivité variable	16
e) Le contrôle optique	17
I-2.3 Les filtres volumiques	17
I-3 L'association microfluidique - hyperfréquences	20
I-3.1 Où retrouve-t-on le couplage microfluidique - hyperfréquences ?	20
a) Les hyperfréquences pour les fluides	20
b) Les fluides pour les hyperfréquences	22
I-3-2 Les filtres accordables proposés.	27
Conclusion	30

I-1 La microfluidique

I-1.1 Fondements et applications historiques.

La microfluidique peut être définie comme l'étude et la manipulation de fluides aux petites échelles. Ce domaine est apparu dans les années 70 avec la miniaturisation d'un dispositif de chromatographie en phase gazeuse [1]. En effet l'analyse moléculaire a exprimé en premier cette volonté de diminuer le volume nécessaire à leurs expérimentations. Mais, outre le fait de diminuer la quantité de l'échantillon et des réactifs, la miniaturisation permet également de séparer ou de détecter des éléments avec une plus grande résolution et une plus grande sensibilité à un moindre coût et en des temps plus courts.

Les premiers travaux ont essayé de miniaturiser pompes, valves et microsystèmes d'injection [2], [3], [4]. Dans les années 90 les microsystèmes fluidiques deviennent de plus en plus complexes. Manz suggère alors d'appeler ces dispositifs des « *micro total analysis systems* » (μ TAS) [5]. Actuellement on parle plus volontiers de « Lab-On-a-Chip » (LOC) pour rendre compte de l'évolution entre sophistication et diversification de ces microsystèmes et de leur intégration plus ou moins poussée sur un même substrat. Le secteur militaire y a vu un intérêt et investit dans ce domaine. Son objectif est de développer des micro-capteurs capables d'être déployés sur les champs de bataille pour répondre aux menaces des armes chimiques et biologiques. Ces financements ont fait parti des principaux moteurs du développement de la microfluidique académique.

Parallèlement les sciences du vivant, et plus particulièrement les problématiques liées à la génomique et à la protéomique, ont également participé à cet essor. Les temps nécessaires au séquençage de génomes ont ainsi pu être largement réduits. Et cela stimule actuellement la nanofluidique. Cette nouvelle réduction d'échelle pourrait permettre de mieux comprendre, entre autre, le fonctionnement de l'ADN. Ainsi la littérature nous fournit un assez grand nombre de biocapteurs [6].

Par ailleurs les systèmes d'impression par jets d'encre sont un bel exemple de microsystèmes microfluidiques matures. Mais on retrouve des MEMS (Micro Electro Mechanical System) impliquant des fluides dans de nombreux domaines tels que les NTIC (Nouvelles technologies de l'information et de communication), l'aéronautique, le spatial ou la robotique. Les microsystèmes participent également à l'essor de la microfluidique.

Enfin il ne faut pas oublier que la base technologique sur laquelle s'est développé ce domaine est la microélectronique avec la photolithographie et ses techniques associées. C'est pourquoi, à ses débuts, la microfluidique privilégiait le silicium et le verre comme matériaux. Il y avait le savoir-faire pour l'un, la transparence pour le second. Mais leur mise en œuvre a un coût et nécessite des moyens

spécifiques. De plus les rapports de forme obtenus sont limités et leur intégration un challenge. L'arrivée, à la fin des années 90, d'un élastomère transparent, le PDMS, donne un élan formidable au domaine. Son utilisation est simple, rapide, à bas coût ; de nouveaux concepts peuvent donc être testés très facilement. L'utilisation de ce matériau souple a facilité l'intégration de valves, pompes, mélangeurs. Les articles traitant de microfluidiques sont donc passés de quelques un par an avant 1995 à quelques dizaines par an autour de 1998, puis à quelques centaines dès 2000 pour atteindre aujourd'hui quelques milliers voire dizaines de milliers par an comme on peut le voir sur le graphique de la Figure 1. Et les lecteurs pourront voir les tendances futures de la microfluidiques dans l'article de Whitesides [7].

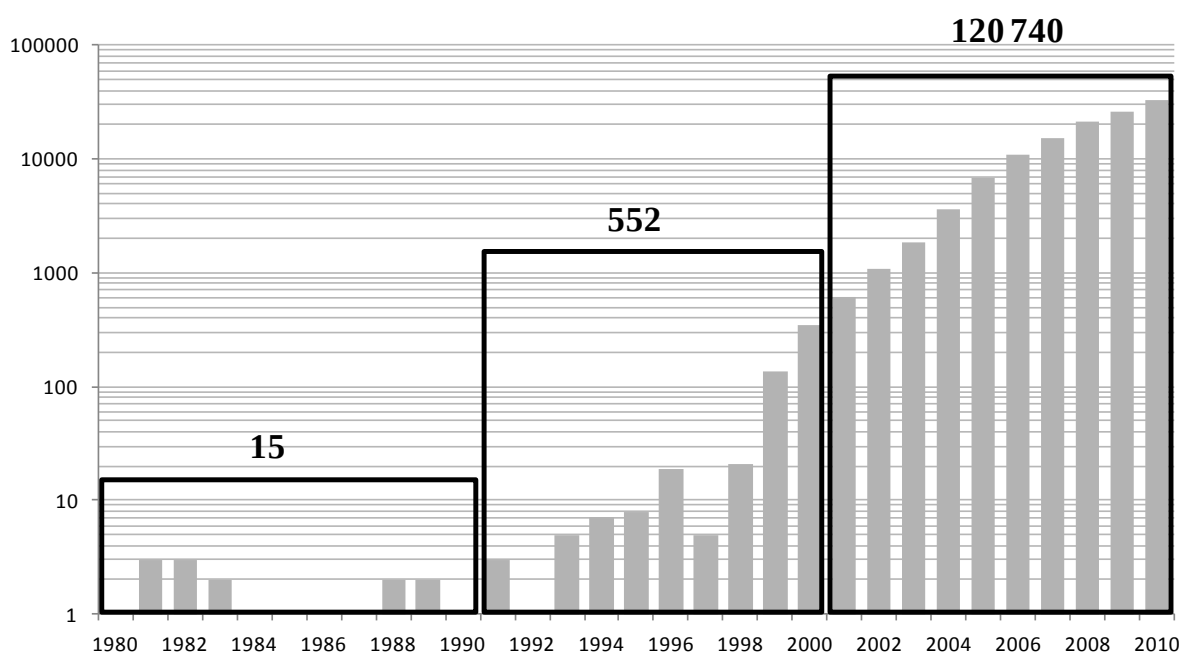


Figure 1 : Nombre de citations annuelles répondant au mot clé *microfluidique* dans la base de données de Web Of Knowledge.

I-1.2 Les technologies développées pour la microfluidique

La microfluidique a su, au départ, s'appuyer sur le savoir-faire de la microélectronique pour ensuite développer ses propres technologies alternatives, devenant pour les chercheurs une véritable boîte à outils à l'interface de nombreux domaines. Nous revenons donc ici sur ces différentes technologies utilisées dans la fabrication des dispositifs microfluidiques. En rappelant dans un premier temps celles classiques utilisant les matériaux comme le verre, le quartz ou le silicium, puis celles alternatives qui mettent en jeu les matériaux polymères dont le développement a permis la forte progression de la thématique. De nombreuses publications décrivent ces technologies, parmi elles celle de Iliescu [8]

pour les matériaux durs et de Becker [9] pour tout ce qui est afférent aux polymères ont été des sources importantes de ce qui suit.

a) Matériaux durs :

Pour les matériaux durs, ceux à base de silicium ou de dioxyde de silicium, la fabrication de motifs passe nécessairement par une étape de gravure. Cela implique donc un masque pour sélectionner les zones à conserver et celles à enlever. La nature de ce masque peut être variée : métal, céramique, polymère ou une combinaison de ces matériaux. La résolution est donc déterminée par la technique de réalisation des masques utilisée ; un masque en résine structuré par de la photolithographie par projection permet d'atteindre des résolutions inférieures au micron pour une insolation par UV, quand un masque usiné dans du métal, sa résolution descendra difficilement en-dessous de plusieurs centaines de microns. Indépendamment de la technique de masquage choisie, il existe deux grands types de gravures, celles dites humide et celles dites sèches.

- La gravure humide consiste en une attaque chimique en solution aqueuse. Les acides utilisés, les vitesses de gravures, la sélectivité par rapport aux matériaux de masquage varient en fonction de la nature du substrat à graver. Mais l'acide fluorhydrique (HF) intervient dans une majorité des cas et réalise principalement des gravures isotropes.

Il est possible également d'effectuer des gravures anisotropes de structures cristallines. Pour le silicium, des solutions à base d'hydroxyde de potassium ou de TMAH (hydroxyde de Tetramethylammonium) sont utilisées. Les plans cristallins (100) sont alors gravés plus rapidement que les plans (111).

- La gravure sèche est une gravure par plasma. Une technique qui associe les effets physiques d'un bombardement ionique et les effets chimiques des ces ions hautement réactifs. Cette technique est assez délicate sur le verre (la mauvaise conductivité thermique du verre entraîne des gradients de température qui peuvent nuire à l'efficacité de la gravure). Par contre celle-ci est très utilisée sur le silicium car elle permet d'atteindre des rapports de forme très importants. Il existe deux principales techniques : le procédé Bosch (le plus répandu) et le procédé cryogénique. Dans les deux cas la gravure est anisotrope grâce à une passivation des flans de gravure en cours de procédé.

Pour avoir une vision un peu globale de toutes ces techniques, nous reprenons ci-après un tableau de Illiescu, Figure 2, qui illustre les différentes possibilités de gravures, avec les vitesses de gravures et la nature du masquage associé.

Etched material	Process	Suitable etchants	Suitable masking layers	Etch rate	Remarks
Glass	Wet	HF/HCl (10/1) HF HF/NH ₄ F	• Cr/Au/Photoresist • Amorphous Si • Molibdenum/photoresist • Amorphous Si/Amorphous SiC/Photoresist	Up to 7–8 $\mu\text{m}/\text{min}$ (for Corning 7740)	The process is strongly dependent on glass composition
	Dry	SF ₆ , C ₄ F ₈ , CF ₄ , CHF ₃	• Ni plated • Thick amorphous Si • SU8 resist	Up to 0.5–0.8 $\mu\text{m}/\text{min}$	The process is strongly dependent on glass composition
Silicon	Dry	Bosch	• Photoresist • SiO₂ (wet or PECVD)	2–30 $\mu\text{m}/\text{min}$	Most recommended
		Cryogenic	• SiO₂ (wet or PECVD) • Metal	Up to 7 $\mu\text{m}/\text{min}$	Smooth walls
	Wet	HNA (HNO ₃ +HF+CH ₃ COOH)	• Si₃N₄ (LPCVD)	4–90 $\mu\text{m}/\text{min}$	Isotropic
		KOH	• Si₃N₄ (LPCVD, PECVD) • SiO₂ (thermal/wet) • SiC (PECVD)	1.4 $\mu\text{m}/\text{min}$ in (100) direction	Anisotropic
		EDP	SiO ₂ , Si ₃ N ₄ , Ta, Au, Cr, Ag, Cu	1.25 $\mu\text{m}/\text{min}$ in (100) direction	Anisotropic
		TMAH	SiO ₂ , Si ₃ N ₄	1 $\mu\text{m}/\text{min}$ in (100) direction	Anisotropic

Figure 2 : Les différentes techniques de gravure du verre et du silicium [8].

La gravure permet de réaliser des structures ouvertes, il est ensuite nécessaire d'effectuer une étape de collage (ou bonding en anglais) pour obtenir des canaux fermés et ainsi assurer l'étanchéité du réseau fluide. Cette technique peut être classifiée en quatre catégories : le collage direct, le collage anodique, le collage par adhésif et le collage eutectique :

- Le collage direct met en contact deux surfaces parfaitement planes, leur adhésion se fait alors par les forces de Van Der Waals. La force de collage est faible, mais des activations de surface ou des recuits plus ou moins importants peuvent l'augmenter. Si le recuit s'effectue au-delà de la température de fusion du matériau (plus de 1400° C pour le Silicium), on parle alors de collage par fusion.
- Le collage anodique consiste à appliquer une différence de potentiel de plusieurs centaines de volts entre un wafer de silicium et un de verre à haute température (entre 300°C et 400°C). Les ions sodium du verre migrent jusqu'à l'interface et assurent un collage électrostatique irréversible. Tous les verres contenant du Na₂O peuvent être collés au silicium par cette méthode.

- Dans le cas du collage adhésif, une couche de colle assure l'étanchéité et la robustesse de l'union. La méthode est simple, peu chère et peut s'appliquer à tout type de matériaux. Le choix de la colle détermine les paramètres de réalisation et la force de l'adhésion. De nombreuses solutions ont été utilisées dans les applications microfluidiques, thermo-plastiques (parylène...), thermodurcissables (polymides...).
- Des colles à base d'alliages métalliques sont également utilisées, cela permet à la fois d'effectuer la jonction et d'assurer une connexion électrique. On parle alors de collage eutectique.

b) Matériaux « mous » :

Mais comme nous l'avons vu, l'essor de la microfluidique est passé et passe par les polymères et leurs procédés de fabrication spécifiques. L'éventail des matériaux polymères est extrêmement large, et les technologies de mise en forme assez variées. Mais selon leur comportement thermomécanique, lié à la nature du lien qui existe entre leurs chaînes de polymères et caractérisé par différents paramètres tels que la température de transition vitreuse ou la température de destruction, trois classes de matériaux peuvent être définies :

- Les thermodurcissables : une réticulation intervient sous l'effet d'une hausse de température ou d'une exposition à une radiation qui peut être typiquement lumineuse ou électronique. Cette transformation est irréversible.
- Les thermoplastiques, dont les liens entre chaînes sont de nature faible, deviennent souples et flexibles au-dessus d'une certaine température, mais redeviennent durs en dessous de celle-ci. Cette température de transition vitreuse est identique après plusieurs cycles.
- Les élastomères présentent de longues chaînes moléculaires peu liées mais entremêlées. Sous l'action d'une force extérieure un réarrangement de ces chaînes apparaît ce qui modifie la forme du matériau mais revient à sa forme initiale lorsque la contrainte est supprimée (selon une définition technique un élastomère présente au moins 200% d'allongement élastique).

En microfabrication les matériaux les plus utilisés de chaque catégorie sont respectivement la SU-8, le PMMA et le PDMS.

- Réplication :

La méthode la plus utilisée pour former les plastiques est la réplication à partir d'un moule. Cette méthode est la moins chère et la plus propice aux grandes séries. Il existe de nombreuses technologies de réplication.

On peut d'abord citer l'emboutissage à chaud. Une feuille de polymère est placée dans un bâti sous vide et chauffée juste au-dessus de la température de transition vitreuse. Le moule est alors chauffé à cette

température et pressé contre le polymère. Cette méthode a une très bonne précision de réplique et permet même de réaliser des structures de quelques dizaines de nanomètres. Un assez grand nombre de travaux ont utilisé cette technique, mais cela reste une technologie de laboratoire du fait des faibles cadences que l'on peut obtenir.

Pour des applications industrielles d'autres procédés sont préférés tel que le moulage par injection, ou le thermoformage. Dans le premier cas le polymère est introduit dans la machine de moulage sous forme de granules, puis chauffé au dessus de la température de fusion et injecté dans le moule. Dans le second de fines feuilles de polymère sont chauffées légèrement au dessus de leur température de transition vitreuse puis comprimées contre le moule par un gaz sous pression. Cette méthode est la plus rapide et la plus simple mais les résultats sont moins précis qu'avec le moulage par injection.

Dans le monde académique, la technique la plus utilisée dans les réalisations microfluidiques est le moulage « gravitationnel » d'élastomère, et de PDMS dans la majorité des cas. Le procédé est très simple, le monomère de l'élastomère est mélangé à un agent réticulant. L'ensemble, encore liquide, est déposé sur un moule présentant des microstructures, le tout est recuit pour accélérer la polymérisation. Une fois celle-ci complète la couche d'élastomère est simplement pelée du moule. Puis pour réaliser des micro-canaux, cette couche est collée sur un substrat. L'excellente propriété d'adhérence du PDMS rend ce collage très facile et peut se faire sur différentes surfaces comme le verre, le silicium, ou sur une autre couche de PDMS ou d'un autre polymère. De plus ce collage peut devenir permanent en effectuant un traitement de surface sur le PDMS tel qu'un plasma d'oxygène.

Toutes les technologies basées sur la réplique nécessitent un moule. Les micro-structures ne pourront donc avoir au mieux que la résolution du moule. D'où l'importance de bien choisir la technique de fabrication selon les critères voulus. Ce moule peut se faire en silicium et être structuré avec l'une des techniques citées précédemment. En métal et dans ce cas usiné par électro-érosion pour des dimensions pas trop faible ou par le procédé LIGA pour des résolutions plus critiques. Ce procédé consiste à déposer une couche de PMMA, de la structurer par rayons X, puis de faire croître un métal par électrochimie. Une fois libérée du substrat cette couche peut servir de base pour la réplique. Enfin la méthode la plus rapide pour fabriquer un moule est l'utilisation de résines photosensibles. Mais ces résines peuvent être directement utilisées pour fabriquer les micro-canaux.

- Les matériaux photo-structurables :

Les résines photosensibles sont également issues de la micro-électronique. Mais historiquement les épaisseurs visées étaient faibles (quelques micromètres). Les résines photosensibles épaisses sont apparues pour apporter des alternatives au procédé LIGA, en remplaçant l'insolation par rayons X du PMMA par une insolation UV. Encore une fois le but était la fabrication de moules de réplique. Parmi ces résines épaisses la plus connue et reconnue est la SU-8. Son monomère est composé de huit

groupes époxydes (d'où son nom). Elle présente de plus une grande stabilité chimique, thermique et mécanique même si ses contraintes internes sont assez importantes. Avec ce type de résines une simple insolation permet de réaliser des structures ouvertes à grands rapports de forme. Ensuite pour les fermer trois grandes stratégies peuvent être mises en œuvre : la double insolation, le remplissage par une couche sacrificielle et le laminage.

- La méthode de la double insolation fonctionne seulement avec des résines qui présentent un spectre d'absorption non uniforme, comme la SU-8 par exemple. L'épaisseur de résine nécessaire à la réalisation des murs et du capot des micro-canaux est déposée en une seule fois. Une première insolation à travers toute la couche structure les murs puis une seconde effectuée à une longueur d'onde plus absorbée réalise le capot. Les rayons étant plus absorbés, ils ne traversent pas toute l'épaisseur, la réticulation ne se fait donc qu'en surface. Après développement les canaux sont ainsi réalisés [10].
- Avec la deuxième méthode, les murs sont photo-structurés normalement puis une couche sacrificielle vient planariser les structures. Ainsi de la résine peut être déposée par-dessus. Cette seconde couche doit cependant avoir des ouvertures pour permettre la dissolution de la couche sacrificielle en fin de processus [11].
- Enfin la technique de laminage qui présente l'avantage de ne pas devoir dissoudre une résine présente dans les canaux. En effet dans cette méthode des films secs de SU-8 non réticulés sont reportés par laminage sur la structure ouverte [12].

I-1.3 Les fluides à l'échelle micronique.

Nous avons défini la microfluidique comme l'étude et la manipulation de fluides aux petites échelles. Cette distinction entre étude et manipulation est intéressante, car la maîtrise des techniques de microfluidique décrites précédemment permet de mettre en évidence des phénomènes spécifiques, liés aux échelles de mesure et d'analyse, et par conséquent de mieux les comprendre, ou d'en expliquer de nouveaux. La manipulation du fluide permet donc son étude. Mais une fois les phénomènes physique compris, ils peuvent être utilisés et exploités pour fabriquer des dispositifs innovants répondant à des problématiques issues de divers domaines. L'étude du fluide permet donc sa manipulation.

Le fluide peut être ainsi l'objet d'étude et mettre en lumière des phénomènes physiques inhérents à l'échelle microscopique. A ces dimensions le rapport volume sur surface est très faible, les phénomènes surfaciques deviennent donc prépondérants et les forces liées aux tensions de surface ou aux frottements supplantent les phénomènes inertiels et gravitationnels.

Une conséquence du caractère négligeable de la gravitation est la nature laminaire des écoulements au sein de micro-canaux. Le nombre de Reynolds qui représente le rapport entre les forces d'inertie et les

forces visqueuses est généralement inférieur à 1 en microfluidique. Les échanges sont donc principalement diffusifs et le nombre de Péclet qui quantifie le rapport entre le transfert par convection et le transfert par conduction est donc inférieur à 1 également. C'est pourquoi de nombreux travaux ont essayé d'accélérer les mélanges au sein des micro-systèmes [13]. Il existe de nombreux nombres sans dimension en dehors de ceux de Reynolds et Péclet qui permettent d'expliquer la physique de la microfluidique, nous ne les listerons pas ici mais une lecture des travaux de Squires et Stones permettra d'avoir une vision assez complète de la théorie [14], [15]. La microfluidique a donc permis la caractérisation des écoulements de fluides aux petites échelles.

De plus la compréhension des effets électrocinétiques a permis d'exploiter au mieux la prépondérance des effets de surface à cette échelle. En effet la circulation de fluides a pu être effectuée par des voies nouvelles telles que : l'électro-osmose, le fluide est mis en mouvement par l'application d'un champ électrique ; l'électrophorèse, le champ électrique ne met en mouvement que les particules chargées présentes au sein du fluide. Ou inversement, la circulation forcée du fluide crée un courant électrique (' streaming current ' en anglais.).

La distinction que nous venons de faire entre étude et manipulation permet d'apercevoir la multitude de fonctions que peut avoir un fluide dans un système microfluidique. Ces rôles peuvent venir de l'intérêt pour les caractéristiques du fluide, ou alors pour les propriétés d'un élément transporté par le fluide, des nano-particules ou des colloïdes par exemple. On peut également parler de la formation de gouttes et de bulles réalisable grâce à la microfluidique, le fluide peut être alors le milieu environnant d'une réaction chimique, ou former des structures optiques singulières. L'optofluidique, illustre très bien cette variété de fonctions qu'offre la microfluidique aux liquides [16], [17]. Pour notre part, dans la perspective d'élargir encore les champs d'applications de la microfluidique, nous avons voulu étudier l'association de liquides et d'ondes électromagnétiques hautes fréquences (supérieures à 2 GHz). Et plus particulièrement l'utilisation de liquides dans la reconfigurabilité de circuits hyperfréquences. Il convient donc de regarder l'état de l'art dans cette thématique.

I-2 Le reconfigurabilité des dispositifs micro-onde.

I-2.1 Définition et enjeux de la reconfigurabilité

Les systèmes d'émission/réception en ondes millimétriques ou micro-ondes ont des applications dans trois grands domaines : les systèmes militaires, les équipements de mesure et les systèmes de communication (satellite, radio cellulaire...). Chaque domaine a des contraintes spécifiques. Mais que ce soit pour un système de poursuite ou de guidage de missiles, pour des détecteurs radars sur un large spectre de fréquences, ou pour une utilisation de systèmes de communication multi-bandes, la reconfigurabilité des éléments d'une chaîne d'émission/réception apparaît pertinente. En effet, avec l'apparition de nouvelles normes, l'augmentation des canaux utiles et l'encombrement du spectre, les compromis entre les performances, la taille et le coût sont de plus en plus difficiles à réaliser et nécessitent de rechercher de nouvelles réponses technologiques. La Figure 3 montre, sur un exemple d'architecture d'une chaîne d'émission-réception tri-bandes de téléphonie sans fil [18], les différents éléments dont l'accordabilité présente un intérêt.

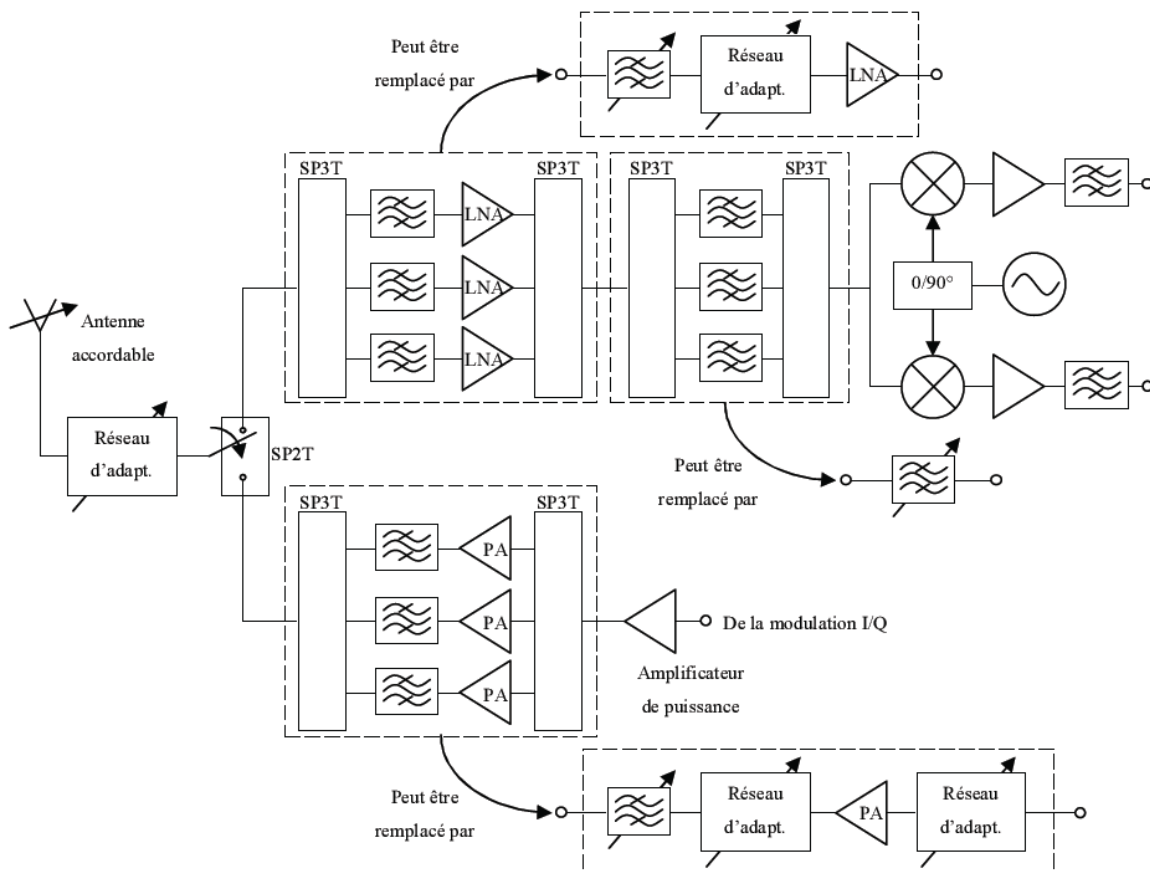


Figure 3 : Architecture d'une chaîne d'émission-réception tri-bandes de téléphonie sans fil proposée par Rebeiz illustrant la pertinence de l'accordabilité.[18],

Ainsi de nombreuses études traitent de l'accordabilité d'antennes¹, de déphaseurs¹, de diviseurs de puissance¹, d'adaptateurs d'impédance¹, d'amplificateurs de puissance¹, de filtres¹. Les contacteurs ont également fait l'objet de nombreuses publications, particulièrement ceux à base de MEMS, et illustrent l'attrait que représente la reconfigurabilité des appareils micro-onde¹.

I-2.2 L'accordabilité des filtres planaires

Comme nous avons pu le voir sur la Figure 3 le filtrage intervient à tous les niveaux de la chaîne d'émission/ réception et tient donc un rôle primordial dans toutes les communications sans fils. Il permet de séparer des signaux utiles du spectre électromagnétique en limitant les interférences et en rejetant une partie du bruit.

L'accordabilité des filtres planaires hyperfréquences a été largement étudiée dans la littérature. Les techniques qui permettent leur réalisation sont nombreuses, et nous pouvons les classer en cinq catégories (nous reprenons la classification pertinente utilisée, entre autre, dans les thèses de Vu et de Hoarau [19], [20]) : Les technologies basées sur les semi-conducteurs, la technologie MEMS, celles utilisant des matériaux magnétiques, celles utilisant des matériaux à permittivité variable et enfin celles basées sur un contrôle optique.

a) Les technologies basées sur les semi-conducteurs

- Micro-commutateurs

Les micro-interrupteurs peuvent être à base de diodes PIN ou de transistors. La fréquence de résonance est alors commutée entre deux états. L'accord n'est donc pas continu mais discret, et la plage d'accord est théoriquement « illimitée ». Mais les perturbations introduites ne permettent pas de conserver à l'identique la fonction hyperfréquence désirée.

- Varactors

La capacité d'une diode varactor varie avec la tension de polarisation inverse appliquée à ses bornes ; le but étant toujours de faire varier la longueur électrique des résonateurs. Le ratio entre le maximum et le minimum de la capacité est typiquement de l'ordre de 5 à 10.

¹ on trouvera de nombreux exemple de ces dispositifs accordables dans la thèse de Pistono [18], Le but de cette partie n'étant pas de faire un état de l'art exhaustif mais de montrer la vitalité de cette thématique.

La technologie « semi-conducteur » présente une grande rapidité de commutation (1 à 100 ns) et de petites tailles. Ce sont des techniques maîtrisées et commercialisées ce qui permet de réduire les coûts. Par contre les jonctions semi-conductrices ne sont pas linéaires, et sont une source de bruit importante ce qui peut être particulièrement gênant pour des composants passifs. De plus le silicium induit de nombreuses pertes, celles-ci peuvent être réduites par l'utilisation de matériaux spécifiques, mais dans ce cas les coûts sont bien supérieurs.

b) La technologie MEMS

Les MEMS sont actuellement très utilisés dans la réalisation de filtres ou autres systèmes électroniques accordables [21] ; l'attrait de cette technologie vient de leur bon facteur de qualité Q ($Q > 300$ à 21 GHz [22]). Il existe deux types de MEMS : les MEMS de type varactor (capacité variable sous forme de cantilever ou de pont inter masse) et ceux dits à contact. On retrouve la distinction faite pour les semi-conducteurs, les varactors réalisent un accord continu et les micro-interrupteurs un accord discret.

Les principaux avantages de cette technologie sont leur faible consommation de puissance, leurs très faibles pertes d'insertion et leurs forts facteurs de qualité. Cependant le temps de commutation de ces varactors est encore lent (de l'ordre de la μs) et leur intégration reste très difficile. Enfin, pour des applications embarquées, les tensions d'activation sont encore trop élevées (de l'ordre de 20 à 80V).

c) Les matériaux magnétiques

Les matériaux ferromagnétiques sont des matériaux dont les propriétés magnétiques (perméabilité μ) changent en fonction du champ magnétique statique appliqué $\mu=f(H)$. De nombreux travaux ont été publiés ces dernières décennies sur les dispositifs hyperfréquences accordables utilisant les matériaux ferromagnétiques [23]. Ceux utilisés en hyperfréquence sont principalement des ferrites, soit sous forme massive soit sous forme d'empilement [24].

A noter que les dispositifs de commande sont souvent très encombrants, l'exemple des bobines de Helmholtz est significatif. Ceci est le principal frein à leur utilisation dans les systèmes miniatures.

d) Les matériaux à permittivité variable

- matériau ferroélectrique

Les matériaux ferroélectriques ont une permittivité diélectrique qui varie en fonction du champ électrique statique environnant. Leurs propriétés diélectriques dépendent également de la température. Plusieurs structures de filtres accordables utilisant des matériaux ferroélectriques ont été développées, et le Baryum Strontium Titanate (BST) peut être cité comme le matériau le plus utilisé pour les dispositifs micro-ondes accordables.

Malgré les pertes importantes de ces matériaux plusieurs travaux les utilisent pour réaliser des dispositifs hyperfréquences accordables. Autre point négatif, une plage d'accord suffisamment large requiert des tensions de polarisation assez élevées (par exemple 200 V sont nécessaires pour faire passer la fréquence centrale d'un filtre de 1,6 à 2 GHz [25]).

- cristaux liquides

Les cristaux liquides présentent également une permittivité qui varie sous l'effet d'un champ électrique ou magnétique basse fréquence. Dans le cas des cristaux liquides utilisés pour l'accord microonde, ce sont les cristaux liquides thermotropes, Leurs molécules de forme allongées peuvent être orientées dans le sens du champ électrique appliqué. La permittivité du substrat dépend de cette orientation, la longueur électrique d'une ligne de propagation peut donc être ajustée par une commande électrique. Les tensions de commande de ces substrats sont relativement faibles, généralement inférieures à une quinzaine de volts. Cependant, leur temps de réponse sont importants, typiquement supérieurs à la milliseconde.

e) Le contrôle optique

Le contrôle optique est moins fourni dans la littérature, mais nous l'évoquons car, comme pour les ferroélectriques, l'accord se fait par une modification des caractéristiques de propagation du signal. L'effet photoconducteur permet de convertir des photons en paires électron-trou dans un substrat semi-conducteur. La spécificité remarquable de cette solution est le caractère local des modifications de conductivité et de permittivité.

Nous ne parlons ici que du contrôle optique « direct » qui agit directement sur le substrat. Il existe également un contrôle optique « indirect » lorsque le signal agit sur un composant intermédiaire pour réaliser l'accord, une photodiode par exemple. Mais dans ce cas, les performances du dispositif hyperfréquence dépendent de l'élément intermédiaire et non de la source lumineuse.

Nous nous sommes focalisés sur les filtres planaires, car c'est là que l'accordabilité a été le plus étudié et donc que la littérature est la plus fournie. De plus pour les autres types de filtres on retrouve la plupart des solutions décrites précédemment ; comme on peut le voir pour le cas des filtres volumiques.

I-2.3 Les filtres volumiques

En technologie 3D, les topologies de filtres passe bande ne sont pas aussi nombreuses qu'en planaire. La plupart des filtres passe bande volumiques développés sont réalisés soit par des cavités métalliques [26], [27] (guide d'onde, cavité réentrante etc..) soit par des résonateurs diélectriques [28], [29], [30].

De nouvelles solutions sont été développées ces dernières années telles que les LTCC (Low Temperature Co-fired Ceramic) [31] ou les SIW (Substrate Integrated Waveguide) [32]. L'utilisation de ces technologies a permis la conception et la réalisation de résonateurs et de filtres de petites tailles pour des facteurs de qualité plus élevés qu'en technologie planaire.

Les caractéristiques principalement recherchés pour un filtre passe bande accordable « idéal » sont : un facteur de qualité élevé, un large domaine d'accord, une bonne linéarité, un bon niveau de pertes d'insertion, une petite taille, une faible consommation de puissance, une grande vitesse de réglage etc. Un filtre passe bande accordable de ce type serait un élément clé dans les systèmes reconfigurables futurs. Mais le compromis entre tous ces paramètres reste difficile à trouver [33]. Certains dispositifs accordables planaires, par exemple à base de MEMS, offrent quelques avantages tels que : une taille compacte, un réglage rapide, une large plage d'accord, mais leur facteur de qualité reste limité par la nature planaire de leurs résonateurs.

Récemment, des résonateurs guide d'onde accordables ont été présentés. Ils ont un facteur de qualité élevé, une large plage de réglage et conduisent à des structures de petite taille [33]. Les filtres à résonateur diélectrique apparaissent actuellement comme les modèles de référence pour la majorité des filtres RF utilisés dans les applications sans fil et satellitaires [34]. La Figure 4 [34] montre le niveau des pertes d'insertion en fonction de la taille de quelques résonateurs micro ondes typiques avec un intervalle estimé de valeur de Q pour chaque catégorie de résonateur à 5 GHz. On s'aperçoit cependant sur cette figure que les résonateurs diélectriques et en guide d'onde ont des facteurs de qualité plus élevés, mais ils sont aussi plus volumineux.

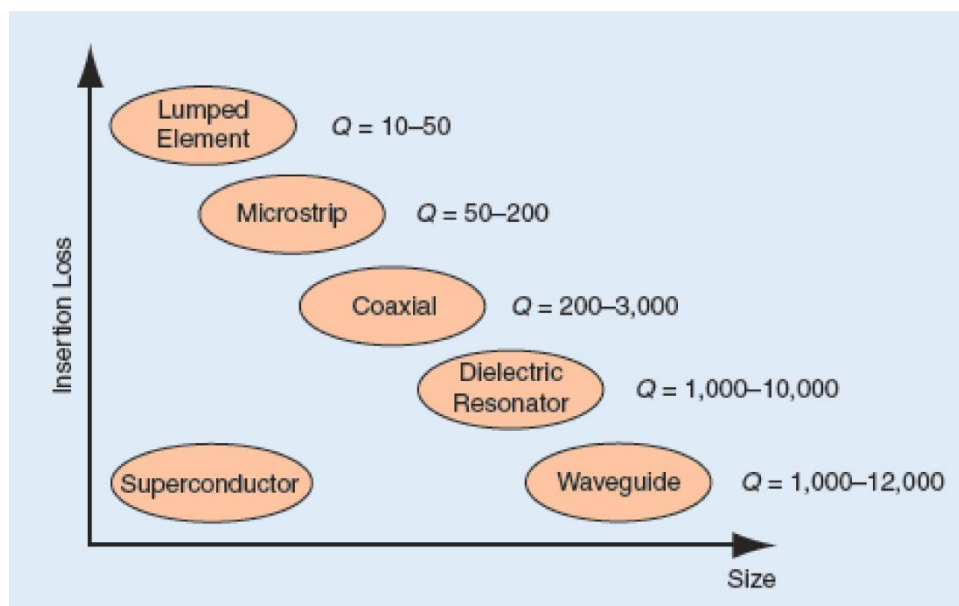


Figure 4 : Représentation des pertes d'insertion en fonction de la taille des résonateurs micro ondes à 5 GHz [34].

L'accordabilité en fréquence centrale des dispositifs volumiques fait intervenir, en plus des éléments d'accord mécaniques, plusieurs éléments d'accord utilisés en planaire tels que, les MEMS, les varactors, les matériaux agiles etc. Cependant s'il est facile de contrôler la fréquence centrale des filtres passe bande planaires, ce n'est pas le cas des filtres passe bande volumiques. En effet, la commutation de la fréquence centrale est plus difficile à mettre en œuvre car elle s'obtient en modifiant la quantité d'énergie électromagnétique stockée (perturbation du champ électromagnétique) dans la cavité. Beaucoup de recherches ont été effectuées dans ce domaine. Ils ont été réalisés dans différentes technologies, notamment sur la base de systèmes micro-électromécaniques (MEMS) [33], [35], de matériaux ferromagnétiques [36] et ferroélectriques [37], de filtres à base de cavités à modes évanescents [38], [39] et de filtres à résonateurs diélectriques [40], [28].

Les filtres volumiques présentent donc des performances électriques bien supérieures aux autres types de filtres grâce à des facteurs de qualité élevés. Malheureusement cela se fait au détriment de l'encombrement.

I-3 L'association microfluidique - hyperfréquences

I-3.1 Où retrouve-t-on le couplage microfluidique - hyperfréquences ?

La partie I-1 a montré que la microfluidique peut apporter des solutions dans un éventail extrêmement large de domaines. La partie I-2 a souligné la pertinence des systèmes RF reconfigurables, et a listé les technologies permettant la réalisation de l'accordabilité d'éléments RF au travers d'un composant clé particulier : le filtre. Il apparaît que les hyperfréquences n'apparaissent pas dans la première partie, et la microfluidique n'apparaît pas dans la seconde. C'est à la fois un choix et une réalité, ce couplage n'est pas inexistant mais rare.

Les travaux au croisement de ces deux domaines peuvent être classés en deux catégories, ceux dont les dispositifs RF recherchent des informations sur les liquides, et ceux qui recherchent une amélioration des performances RF grâce à l'utilisation de liquides.

a) Les hyperfréquences pour les fluides

L'intérêt des hyperfréquences pour les liquides n'est pas apparu avec la microfluidique. Les mesures diélectriques sur les liquides présentent l'intérêt scientifique de révéler la structure et les interactions entre les molécules - ce qui peut être étudié par spectroscopie diélectrique. Gregory and Clarke [41] résument les principales techniques utilisées pour les mesures diélectriques de liquides polaires. Ces techniques sont macroscopiques mais ce sont les mêmes que l'on retrouve dans les microsystèmes. La différence est dans la volonté de miniaturiser pour diminuer les volumes [42], ou pour détecter des faibles changements de propriétés électriques [43]. L'intégration de la microfluidique dans la caractérisation de fluides s'est principalement appuyée sur la technologie PDMS [44], [45] ; la simplicité de mise en œuvre et le faible coût en sont les principales raisons.

Cette miniaturisation a ouvert la voie à des capteurs plus complexes. Un capteur de biomolécules [46] a ainsi été fabriqué. Grâce à une méthode d'auto-assemblage représentée en Figure 5, la glucose oxydase (GOx) se fixe sur une couche de poly-dimethyldiallyl-ammonium-chloride (PDAC). Cette couche « sonde » est fixée par une modification de surface de la couche en BCB (benzocyclobutènes) et en cuivre du substrat. Une première mesure des caractéristiques RF est alors effectuée ; elle constitue la mesure de référence. La biomolécule est immobilisée sur les récepteurs et la puce nettoyée pour enlever les différentes espèces en surplus. Une seconde mesure RF est alors effectuée. Les deux mesures sont comparées et une différence de puissance de perte de 0,8 dB est mesurée à 1,9 GHz. Cette valeur est supérieure à celle du signal de bruit, la biomolécule a donc bien été détectée.

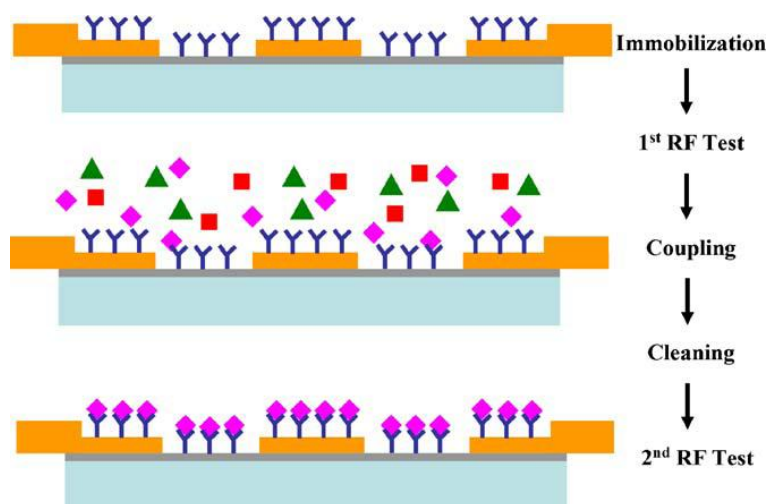


Figure 5 : Capteur de biomolécules. Une couche « sonde » à base de glucose oxydase est auto-assemblée sur les lignes de transmissions (1^{er} schéma). Une première mesure établit cet état comme référence. Le dispositif est trempé dans une solution contenant les biomolécules, puis rincé. Une seconde mesure permet de détecter les espèces piégées [46].

D'autres capteurs étudient différents types de cellules. Sanghyun *et Al.* [47] déterminent les caractéristiques d'un fluide à partir de lignes coplanaires. Du fait de la toxicité du diméthylsulfoxyde (DMSO) sur les cellules de rein embryonnaire humain (HEK-293), la permittivité complexe d'une solution de cellules en suspension varie en la présence de DMSO. Grenier *et Al.* [48] utilisent également les variations de la permittivité relative mesurée à partir de lignes coplanaires, mais cette fois pour déterminer la concentration de cellules endothéliales de veines ombilicales. Quant à Dalmay *et Al.* [49], ils utilisent une structure résonante pour discriminer deux types de cellules. De même dans un autre article de Grenier *et Al.* [50], un décalage de fréquence de résonance est utilisé pour discriminer des cellules mortes et vivantes.

Nous pouvons citer également les travaux de Jang *et Al.* [51], qui grâce à la fabrication d'un dispositif microfluidique spécifique, Figure 6 et Figure 7, arrive à immobiliser une cellule unique HeLa (une cellule cervicale épithélioïde humaine cancéreuse). La partie fluidique, en PDMS, est collée sur une structure coplaire, et alignée pour que la cellule piégée soit placée à l'extrémité de la sonde. Cette sonde dispose d'une terminaison en circuit ouvert pour être plus sensible aux effets capacitifs que rajoute la présence de la cellule. Une mesure d'impédance a montré qu'une seule cellule HeLa pouvait être discriminée de son milieu de culture.

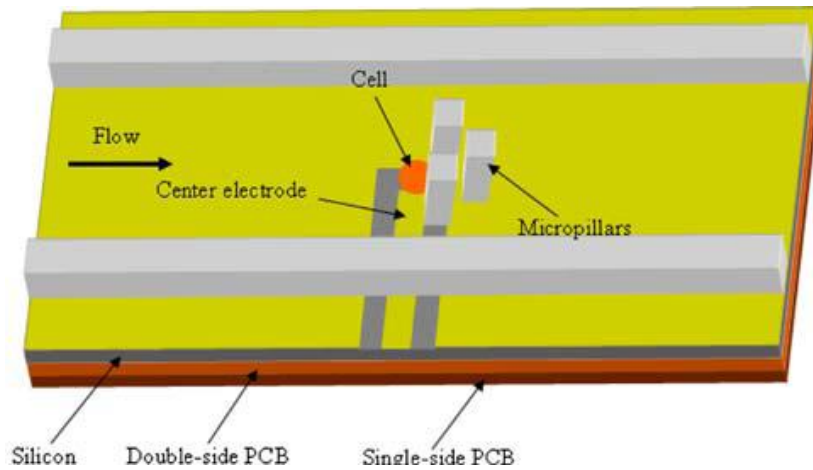


Figure 6 : Schéma de la cellule unique piégée et placée à l'extrémité de la sonde ouverte [51].

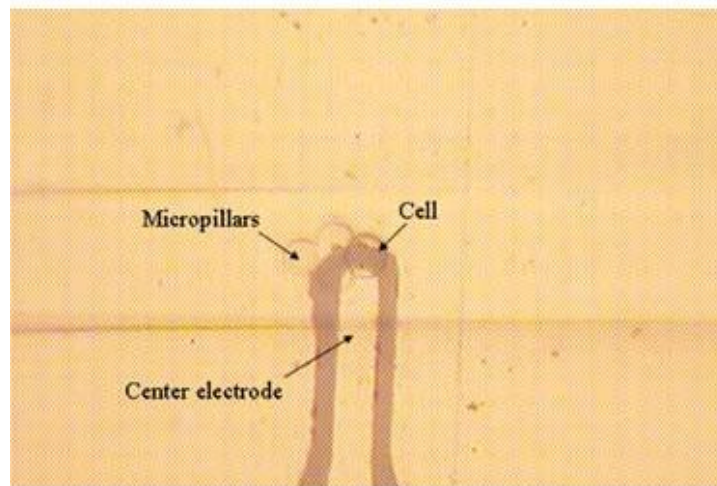


Figure 7 : une image agrandie de la cellule unique piégée [51].

b) Les fluides pour les hyperfréquences

Parmi les motivations qui ont permis l'apparition de ce type de couplage, on retrouve la volonté d'améliorer les capacités variables. Que ce soit pour des designs à plaques parallèles ou à peignes, le fait de les immerger dans un liquide diélectrique permet dans un même temps d'augmenter la permittivité du milieu, et donc de diminuer les tensions d'actionnement, d'accroître la tension de claquage et d'ajouter de l'amortissement mécanique, ce qui favorise un meilleur positionnement de la partie mobile [52] [53].

Choi *et Al.* [54] ont également développé des capacités variables basées sur l'utilisation de fluides non miscibles. L'accordabilité ne dépend ainsi plus de parties mobiles mécaniques mais seulement de la différence entre les deux fluides et de la position de leur front. Ils ont ainsi fait circuler de l'huile plus ou moins enrichie en nanoparticules de BST (Barium Strontium Titanate) entre deux électrodes parallèles dans un canal en PDMS. Une variation de la capacité de 15% est obtenue en passant de l'air

à de l'huile silicone à 2.5 GHz et elle augmente jusqu'à 27.8% avec 40% de nano-particules dans l'huile.

Le mélange huile de silicone - nanoparticules est attractif car il associe les faibles pertes de l'huile (tangente delta inférieure à 10^{-4}) et la haute permittivité du BST. Il a ainsi permis à Huff *et Al* [55] de réaliser des adaptateurs d'impédance coaxiaux accordables, Figure 8, ainsi qu'un filtre SIW (Substrate Integrated Wavelength) accordable [56], Figure 9. Un pilier d'accord diélectrique permet de modifier la permittivité et donc la fréquence de travail du filtre. Celle-ci passe de 12 GHz lorsque le pilier est rempli d'air à 9 GHz lorsqu'il est rempli par un mélange d'huile de silicone et de billes de BST à une fraction volumique de 0.5. Cependant, nous ne sommes pas exactement dans un couplage hyperfréquence - microfluidique car il ne s'agit pas de dispositifs issus de microfabrication.

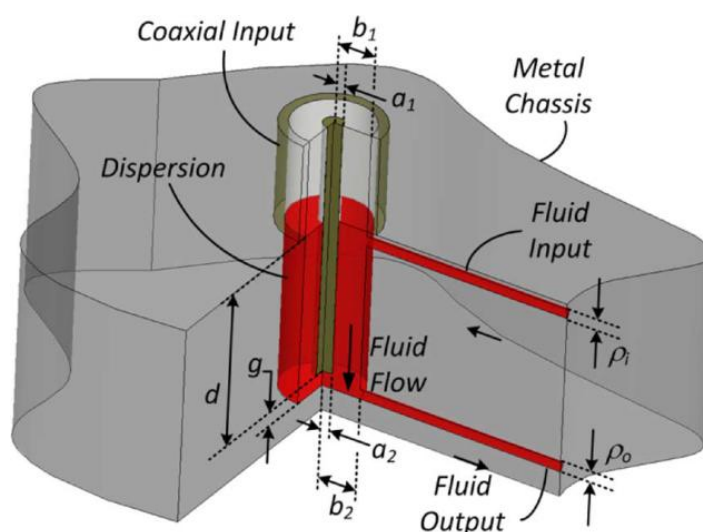


Figure 8 : Transformateur d'impédance coaxial microfluidique (COSMIX) [55].

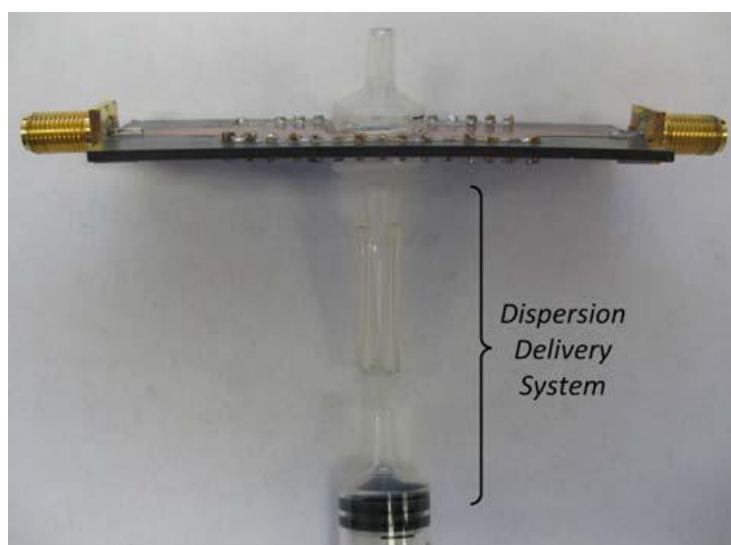


Figure 9 : Filtre SIW avec connecteurs SMA [56].

On retrouve également ce couplage dans des déphaseurs. Le Cloirec *et Al.* ont modélisé des déphaseurs et des lignes de retard variables grâce à la circulation d'un fluide [57]. Le déphaseur se présente sous la forme d'une ligne de transmission micro-ruban comportant deux stubs, l'un en court-circuit, le second en circuit ouvert sous lequel il y a un canal microfluidique. Pour un remplissage complet du canal par de l'isopropanol, les simulations donnent un rapport entre le déphasage apporté sur les pertes d'insertion de 9.36°/dB, et un déphasage par unité de longueur de 11.5°/mm. Ils montrent qu'en mettant 16 cellules en série il est possible d'obtenir un déphasage de 90°. De même dans une deuxième publication, il simule une ligne de retard accordable, Figure 10, constituée d'un microruban sous lequel il y a un canal microfluidique [58].

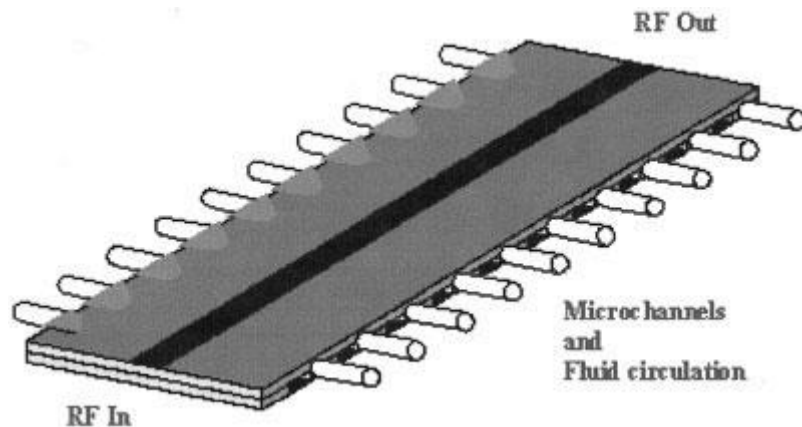


Figure 10 : Conception d'une ligne à retard microfluidique faite par 10 cellules élémentaires en cascade [58].

Un autre déphaseur intègre un canal microfluidique en PDMS au dessus d'une ligne coplanaire, perpendiculaire à celle-ci. Le dispositif a été validé par l'utilisation d'air et d'éthanol. Puis des billes de polystyrène de 10µm de diamètre sont ajoutées à l'éthanol pour en moduler la constante diélectrique, ce qui induit une modulation des propriétés de retard de la ligne corrélée à la concentration en billes [59]. Une variation du temps de propagation de 29% est atteinte pour une fraction volumique de billes allant de 0 à 20%. Dans un autre article, la permittivité d'un substrat de lignes coplanaires est modifiée grâce à des micro-canaux situés entre les plans de masses et la ligne de transmission, parallèle donc à la ligne [60].

Une inductance variable accordable par microfluidique a été proposée par El Gmati *et Al.* [61]. Un canal est disposé au dessus d'une bobine planaire à double enroulement, Figure 11. Un liquide conducteur court-circuite progressivement le nombre de tours diminuant d'autant la valeur de l'inductance, Figure 12. Elle passe ainsi de 5.5 nH en l'absence de liquide à 2.5 nH lorsque le canal est rempli par de l'eau salée.

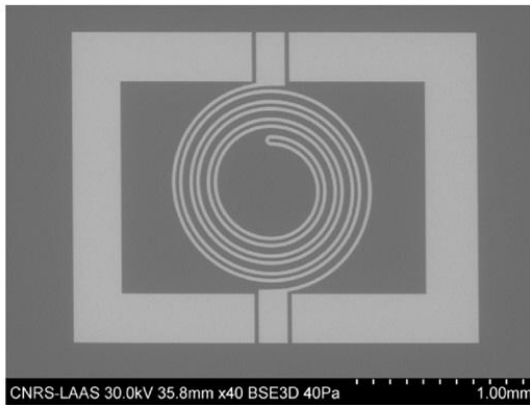


Figure 11 : Photographie des bobines au cours de leur fabrication [61].

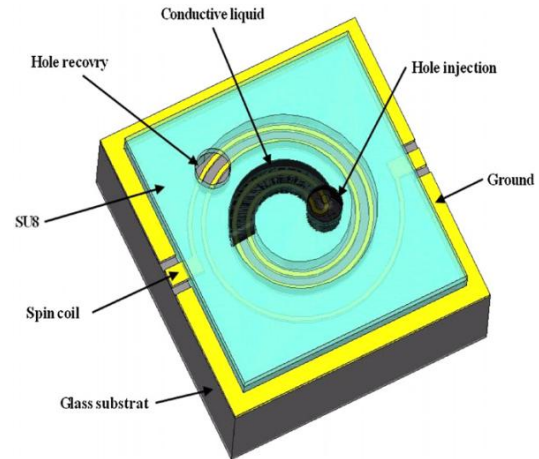
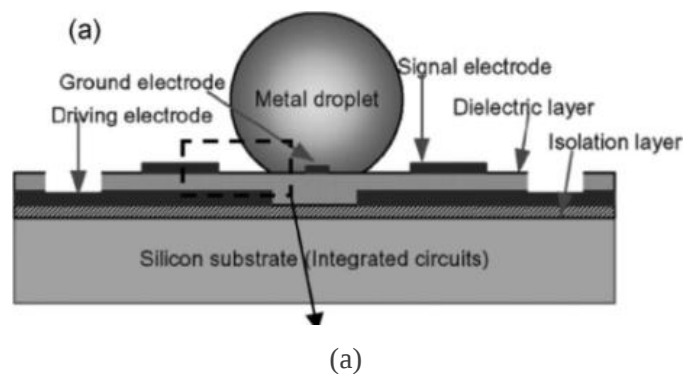


Figure 12 : Schéma 3D de la structure de l'inductance variable [61].

Une différence importante du dernier exemple cité par rapport aux précédents est la nature du fluide, jusqu'à présent les liquides étaient des liquides diélectriques, or dans ce dernier exemple, le liquide doit être un bon conducteur électrique. Les premiers relais mouillés au mercure, apparu dans les laboratoires Bells dans les années 40, sont les premières applications d'un couplage entre un liquide et un circuit électronique. L'utilisation de liquides métalliques permettait de palier les défauts d'un contact solide-solide des relais électromécaniques (rebonds, arcs électriques). La réduction d'échelle n'a pas changé la problématique. Les micro-switches à base de MEMS pâtissent également du contact solide-solide. Plusieurs travaux ont donc utilisé des liquides métalliques pour améliorer les performances des micro-switches [62]. Et Sen *et Al.* ont fait une synthèse des progrès des micro-switches à liquide métallique de ces dernières décennies [63].

Une seconde approche dans l'utilisation d'un contact liquide – solide est d'actionner directement le liquide en s'affranchissant de toute partie mécanique mobile. Une part importante de ces travaux utilise des gouttes, Figure 13, et l'actionnement est soit électrostatique [64], [65] soit par électromouillage [66].



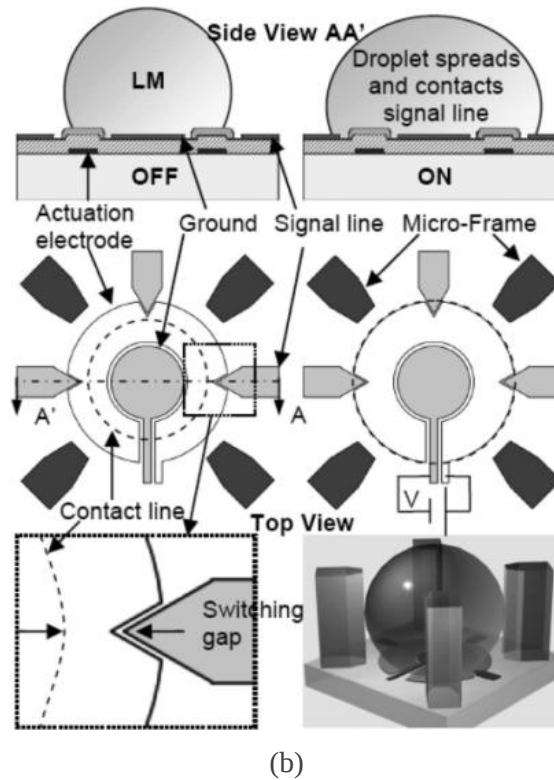


Figure 13 : Schéma de micro-switches à liquide métallique actionné électrostatiquement [65] (a), actionné par électromouillage [66] (b).

Mais tous les travaux n'ont pas utilisé des gouttes. Simon *et Al* [67] ont développé dès 1996 un micro-switch constitué d'un canal en V reliant deux réservoirs, l'électrode du signal traverse le canal perpendiculairement mais présente une discontinuité au fond de celui-ci. La transmission s'effectue donc uniquement quand du mercure reconnecte ces deux électrodes. Pour assurer son actionnement, une différence de pression est appliquée entre les deux réservoirs, ceux-ci contiennent un liquide diélectrique dans lequel le mercure est immergé. Cette différence de pression est pilotée par une résistance chauffante. La puissance nécessaire pour l'actionnement est d'environ 100 mW, le temps de commutation obtenu de 10 ms et la fréquence maximale de fonctionnement de 100 Hz. Cependant des difficultés de positionnement et des problèmes de fuites diminuent les performances du dispositif.

Une autre application de microswitch à actionnement thermique a été développée dans les laboratoires d'Agilent au Japon par Kondoh *et Al* [68]. Comme sur le dispositif précédent l'actionnement se base sur l'expansion thermique, seulement ici il n'est pas question de positionner le mercure mais de le séparer en plusieurs parties. Comme on peut le voir sur la Figure 14, les contacts L et M sont initialement connectés. Quand le courant passe dans l'élément chauffant D se situant dans l'un des deux réservoirs, le gaz qu'il contient se dilate. Il se crée ainsi une discontinuité entre les contacts L et M et dans un même temps une connexion des contacts M et R. Le temps de commutation mesuré est

de 0.92 ms, avec une perte d'insertion de moins de 1 dB, une isolation meilleure que 20 dB pour des fréquences allant jusqu'à 18 GHz.

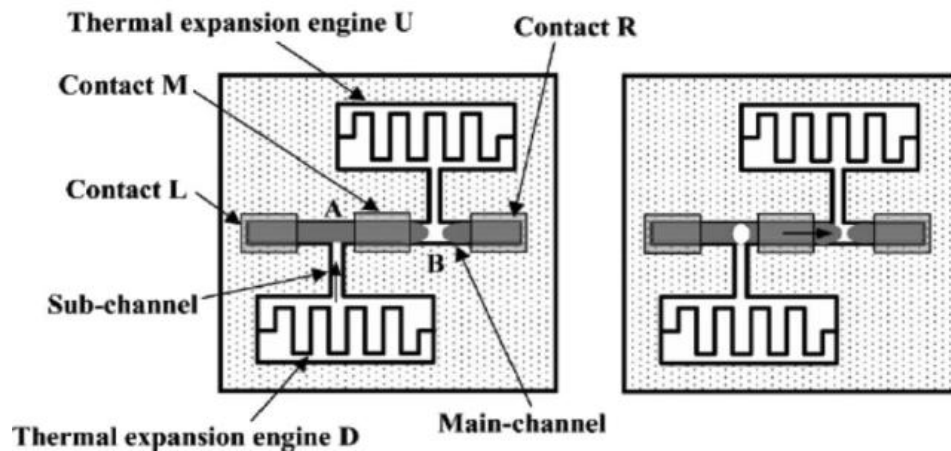


Figure 14 : Schéma d'un micro-switch actionné thermiquement [68]

L'équipe de D. Peroulis de l'université de Purdue aux états-Unis a fabriqué un microswitch capacitif [69]. Un liquide métallique est encapsulé dans une solution de téflon, lorsque qu'il est placé au dessus de la ligne coplanaire, il crée un court-circuit.

Il apparaît donc que l'utilisation de fluides pour l'amélioration des performances d'éléments hyperfréquences n'est pas foisonnante. Et quand bien même on retrouve quelques déphaseurs et capacités, la littérature est principalement constituée de micro-switches.

I-3-2 Les filtres accordables proposés.

L'état de l'art précédent a mis en lumière la quasi-inexistence de filtres accordables utilisant les techniques de la microfluidique. Notre objectif est donc ici de réaliser de tels dispositifs. Le principe de ce couplage se rapproche des matériaux agiles ; l'accord se fait par une variation des propriétés du substrat. Mais à l'instar du contrôle optique cette modification ne sera que locale, elle ne se fera qu'à l'intérieur de canaux micro-fluidiques. Cette technologie devrait pouvoir être performante à plusieurs niveaux, mais orientera alors les choix de la technologie de fabrication utilisée.

Comme nous l'avons vu précédemment les caractéristiques d'un filtre passe bande accordable « idéal » sont : un facteur de qualité élevé, un large domaine d'accord, une bonne linéarité, de faibles pertes d'insertion, une petite taille, une faible consommation de puissance, une grande vitesse de réglage.

- Nous avons également vu que le facteur de qualité d'un filtre planaire n'égale jamais celui d'un filtre volumique. Cette remarque impose une contrainte sur le choix de la technologie de fabrication : elle devra être compatible avec des structures tridimensionnelles. Les technologies à base de matériaux durs (Silicium ou verre) pêchent de ce côté. En effet comme nous l'avons vu dans la première sous partie, la réalisation de grands rapports de forme avec de fortes épaisseurs passe, pour ces matériaux, par de la gravure sèche par plasma et par des techniques de bonding. Deux technologies lourdes à mettre en œuvre et coûteuses.
- Le deuxième critère est un large domaine d'accord. Dans le cas d'une technologie fluide, plus le contraste entre la permittivité du substrat et celle du fluide sera grande plus la plage d'accord sera large. Le liquide devra donc avoir la plus grande permittivité possible et le substrat la plus faible. Encore une fois le silicium et le verre sont distancés par les polymères puisque la constante diélectrique du silicium est 11.8, celle du verre autour de 5 et celles des polymères autour de 2.5 à 3.
- Ensuite, du fait de la conservation des dimensions du résonateur, seuls les paramètres du substrat varient, une bonne linéarité devrait donc être obtenue.
- Les pertes d'insertion seront d'autant plus faibles que les liquides utilisés auront des faibles pertes (idéalement une tangente delta inférieure à 10^{-4}).
- Pour ce qui est l'encombrement, l'avantage d'un contrôle fluide est la possibilité d'enterrer le canal. Dans ce cas, le filtre accordable n'est pas plus grand que le filtre non-accordable.
- La consommation de puissance dépendra du type d'actionnement choisi pour déplacer le fluide. Mais toujours est-il que cette puissance ne sera nécessaire que pendant les phases transitoires.
- Le seul point sur lequel un contrôle fluide rivalisera difficilement avec l'existant est la vitesse de réglage ; les composants semiconducteurs étant largement plus rapides.

Notre but est donc de réaliser des filtres accordables grâce à des moyens microfluidiques, dans un premier temps planaire mais en gardant la perspective de passer en volumique par la suite ; et les avantages que l'on peut attendre d'une telle association sont nombreux. Les technologies de fabrications spécifiques de la microfluidique, à savoir celles à bases de polymères, apparaissent de plus comme les plus pertinentes,.

Comme nous l'avons vu dans la première partie, les polymères peuvent se diviser en trois grandes catégories : Les élastomères, les thermoplastiques et les thermodurcissables.

Un critère important pour le choix du polymère va être sa résistance chimique aux différents solvants ainsi qu'aux acides et aux bases. Quant aux liquides qui permettront de réaliser l'accord en fréquences, ils seront de nature variée et devraient permettre d'obtenir les réponses RF voulues. De ce fait les élastomères sont de moins bons candidats car ils gonflent en présence de solvants. La résistance aux

solvants des thermoplastiques n'est pas exceptionnelle non plus, mais leur principal défaut va venir de la difficulté d'empiler les couches pour atteindre du tridimensionnel. En effet leur température de mise en forme est identique à celle de leur température de transition vitreuse. La structuration d'une seconde couche détériorera donc la première. Ainsi les thermodurcissables présentent les meilleurs caractéristiques pour notre cahier des charges. Une distinction peut être cependant faite entre les thermodurcissables purs et les thermodurcissables photosensibles. Ces derniers sont beaucoup plus adaptés à la réalisation de dispositifs microfluidiques, et le plus remarquable de cette catégorie est la SU-8.

Conclusion

La microfluidique est apparue dans les années 70 comme une déclinaison des techniques de fabrication de la micro-électronique. Les motivations de son développement étaient multiples, et elle offrait des solutions aux besoins exprimés par différents domaines tels que la chimie, la biologie ou la défense. Parmi ces besoins la miniaturisation et la diminution des temps nécessaires aux analyses étaient partagées par plusieurs acteurs de la société ; le concept de laboratoires sur puce (Lab-On-Chip) a ainsi fait son apparition. Les travaux traitant de microfluidique sont alors encore marginaux car les technologies utilisées, issues de la microélectronique, nécessitent des moyens coûteux et restent peu versatiles. L’envol de ce domaine vient de l’utilisation de nouveaux matériaux, des polymères et parmi eux, le plus remarquable, le PDMS. Une nouvelle filière technologie se développe à partir de ces matériaux « mous », dédiée plus spécifiquement à la microfluidique. Ces technologies plus simples moins coûteuses et plus rapides facilitent l’expérimentation. La fabrication d’un micro-canal ne nécessite plus de plasma pour effectuer une gravure d’un wafer de silicium, ni d’un bâti de collage anodique pour fermer les micro-canaux d’une plaque en verre ; elle peut se faire par un moulage en PDMS puis une fonctionnalisation de surface pour obtenir un système microfluidique totalement transparent. Les applications se multiplient dans tous les domaines, et les fluides deviennent aux petites échelles, tour à tour, objets d’étude, moyens de transports de nano-structures, systèmes optiques, réacteurs chimiques, etc. La microfluidique est foisonnante et les technologies associées de plus en plus matures, résultant de l’interaction créative de la science et de l’ingénierie.

L’utilisation des ondes millimétriques et micro-ondes est quant à elle bien plus ancienne et la technologie associée déjà mature. Mais avec la multiplication des systèmes de télécommunications, les systèmes d’émissions et de réceptions doivent intégrer de nouvelles contraintes. La multiplication des normes, l’encombrement du spectre électromagnétique, la légèreté et le volume réduit demandés par les nouveaux appareils nécessitent l’utilisation de composants reconfigurables. Ceci est particulièrement vrai pour les composants passifs qui sont difficiles à miniaturiser. De nombreuses voies ont été explorées pour réaliser la flexibilité et l’accordabilité des composants et circuits RF. Par l’exemple des filtres planaires, un élément clé de la chaîne d’émission/réception, on retrouve toutes les solutions possibles : celle basée sur les semi-conducteurs, la technologie MEMS, celle utilisant des matériaux magnétiques, celle utilisant des matériaux à permittivité variable ou encore celles basées sur un contrôle optique. Cependant aucune solution ne s’est imposée, toutes présentent des points faibles. L’un des principaux problèmes reste leur faible facteur de qualité qui restreint leurs performances. Pour de meilleures performances il est nécessaire de passer par des technologies volumiques, mais

dans ce cas l'accordabilité est bien plus difficile à obtenir comme le montre le nombre limité d'articles traitant de ce sujet dans la littérature.

Les hyperfréquences recherchent la solution idéale pour réaliser des systèmes reconfigurables, dans le même temps la microfluidique continue son expansion vers d'autres domaines d'applications. Et nous sommes ainsi au début du couplage hyperfréquence/microfluidique, qui constitue une application exotique que ce soit du point de vue hyperfréquence ou microfluidique. Les premiers travaux apparus sont issus de la miniaturisation de dispositifs de spectroscopie des liquides diélectriques, les considérations sont donc loin de la problématique des hyperfréquences. Les travaux où des liquides jouent un rôle pour les hyperfréquences traitent principalement de micro-interrupteurs à base de liquides conducteurs. Les travaux qui présentent des composants passifs accordables grâce à de la microfluidique sont assez rares, et parmi eux, ceux qui traitent de filtres encore plus, la majorité sont des déphaseurs. C'est pourquoi les travaux présentés dans cette thèse cherchent à réaliser des filtres accordables grâce à la microfluidique. Les avantages attendus d'un contrôle fluide sont multiples : un large domaine d'accord, des pertes d'insertion faibles, une bonne linéarité. De plus, pour avoir un bon facteur de qualité, il est nécessaire de passer par des filtres volumiques. Les technologies à bases de silicium ou de verre apparaissent comme moins pertinentes, à causes de la difficulté de fabriquer des structures tridimensionnelles et de leurs fortes constantes diélectriques. Les technologies « polymère » sont donc plus appropriées et parmi elles les thermodurcissables photosensibles combinent une très bonne résistance chimique et mécanique et une facilité de mises en œuvre même pour des structures multi-niveaux ; le plus connu de ces matériaux est la SU-8, une résine époxy.

- [1] S. C. Terry, J. H. Jerman, et J. B. Angell, « A gas chromatographic air analyzer fabricated on a silicon wafer », *Electron Devices, IEEE Transactions on*, vol. 26, n° 12, p. 1880 - 1886, déc. 1979.
- [2] H. T. G. van Lintel, F. C. M. van De Pol, et S. Bouwstra, « A piezoelectric micropump based on micromachining of silicon », *Sensors and Actuators*, vol. 15, n° 2, p. 153-167, oct. 1988.
- [3] S. Shoji, M. Esashi, et T. Matsuo, « Prototype miniature blood gas analyser fabricated on a silicon wafer », *Sensors and Actuators*, vol. 14, n° 2, p. 101-107, juin 1988.
- [4] J. Růžička et E. H. Hansen, « Integrated microconduits for flow injection analysis », *Analytica Chimica Acta*, vol. 161, n° 0, p. 1-25, 1984.
- [5] A. Manz, N. Graber, et H. M. Widmer, « Miniaturized total chemical analysis systems: A novel concept for chemical sensing », *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 1, n° 1-6, p. 244-248, janv. 1990.
- [6] K.-K. Liu, R.-G. Wu, Y.-J. Chuang, H. S. Khoo, S.-H. Huang, et F.-G. Tseng, « Microfluidic Systems for Biosensing », *Sensors*, vol. 10, p. 6623-6661, juill. 2010.
- [7] G. M. Whitesides, « The origins and the future of microfluidics », *Nature*, vol. 442, n° 7101, p. 368-373, juill. 2006.
- [8] C. Iliescu, H. Taylor, M. Avram, J. Miao, et S. Franssila, « A practical guide for the fabrication of microfluidic devices using glass and silicon », *Biomicrofluidics*, vol. 6, n° 1, p. 016505-016505-16, mars 2012.
- [9] H. Becker et C. Gärtner, « Polymer microfabrication technologies for microfluidic systems », *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, vol. 390, n° 1, p. 89-111, 2008.
- [10] J. M. Dykes, D. K. Poon, J. Wang, D. Sameoto, J. T. K. Tsui, C. Choo, G. H. Chapman, A. M. Parameswaren, et B. L. Gray, « Creation of embedded structures in SU-8 », 2007, vol. 6465, p. 64650N-64650N-12.
- [11] L. J. Guerin, M. Bossel, M. Demierre, S. Calmes, et P. Renaud, « Simple and low cost fabrication of embedded micro-channels by using a new thick-film photoplastic », in , *1997 International Conference on Solid State Sensors and Actuators, 1997. TRANSDUCERS '97 Chicago, 1997*, vol. 2, p. 1419 -1422 vol.2.
- [12] P. Abgrall, C. Lattes, V. Conédéra, X. Dollat, S. Colin, et A. M. Gué, « A novel fabrication method of flexible and monolithic 3D microfluidic structures using lamination of SU-8 films », *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 16, p. 113, 2006.
- [13] N.-T. Nguyen et Z. Wu, « Micromixers—a review », *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 15, n° 2, p. R1-R16, févr. 2005.
- [14] T. M. Squires et S. R. Quake, « Microfluidics: fluid physics at the nanoliter scale », *Rev. Mod. Phys.*, vol. 77, p. 977-1026, 2005.
- [15] H. A. Stone, A. D. Stroock, et A. Ajdari, « Engineering flows in small devices: microfluidics toward a lab-on-a-chip », *Annu. Rev. Fluid Mech.*, vol. 36, p. 381-411, 2004.
- [16] D. Psaltis, S. R. Quake, et C. Yang, « Developing optofluidic technology through the fusion of microfluidics and optics », *Nature*, vol. 442, n° 7101, p. 381-386, juill. 2006.
- [17] U. Levy et R. Shamai, « Tunable optofluidic devices », *Microfluidics and Nanofluidics*, vol. 4, n° 1, p. 97-105, 2008.
- [18] E. Pistono, « Conception et réalisation de filtres microondes planaires accordables par varactors, à base de structures périodiques », Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2006.
- [19] C. Hoarau, « Dispositifs accordables en radiofréquence : Exemples d'un adaptateur d'impédance accordable et d'un filtre passe-bas contrôlé optiquement », THESE, Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2008.
- [20] T.-M. Vu, « Contribution à la mise en oeuvre de fonctions accordables à MEMs RF en bade millimétrique sur silicium », Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2010.
- [21] H. A. C. Tilmans, W. D. Raedt, et E. Beyne, « MEMS for wireless communications: from RF-MEMS components to RF-MEMS-SiP », *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 13, n° 4, p. S139-S163, juill. 2003.
- [22] A. Abbaspour-Tamijani, L. Dussopt, et G. M. Rebeiz, « Miniature and tunable filters using MEMS capacitors », *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, vol. 51, n° 7, p. 1878 - 1885, juill. 2003.

- [23] E. Salahun, G. Tanné, P. Quéffélec, M. Lefloc'h, A.-L. Adenot, et O. Acher, « Application of ferromagnetic composite in different planar tunable microwave devices », *Microwave and Optical Technology Letters*, vol. 30, n° 4, p. 272–276, 2001.
- [24] M. Pardavi-Horvath, « Microwave applications of soft ferrites », *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 215-216, n° 0, p. 171-183, juin 2000.
- [25] J. Nath, W. Fathelbab, P. D. Franzon, A. I. Kingon, D. Ghosh, J.-P. Maria, et M. B. Steer, « A tunable combline bandpass filter using barium strontium titanate interdigital varactors on an alumina substrate », in *Microwave Symposium Digest, 2005 IEEE MTT-S International*, 2005.
- [26] A. E. Atia et A. E. Williams, « Dual Mode Canonical Waveguide Filters », in *Microwave Symposium Digest, 1977 IEEE MTT-S International*, 1977, p. 397 -399.
- [27] A. Kirilenko, L. Rud', V. Tkachenko, et D. Kulik, « Design of Bandpass and Lowpass Evanescent-Mode Filters on Ridged Waveguides », in *Microwave Conference, 1999. 29th European*, 1999, vol. 3, p. 239 -242.
- [28] F. Huang et R. R. Mansour, « Tunable compact dielectric resonator filters », in *Microwave Conference, 2009. EuMC 2009. European*, 2009, p. 559 -562.
- [29] M. Memarian et R. R. Mansour, « Dual-band half-cut dielectric resonator filters », in *Microwave Conference, 2009. EuMC 2009. European*, 2009, p. 555 -558.
- [30] R. Zhang et R. R. Mansour, « Dual-Band Dielectric-Resonator Filters », *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, vol. 57, n° 7, p. 1760 -1766, juill. 2009.
- [31] J.-H. Lee, S. Pinel, J. Papapolymerou, J. Laskar, et M. M. Tentzeris, « Low-loss LTCC cavity filters using system-on-package technology at 60 GHz », *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, vol. 53, n° 12, p. 3817 - 3824, déc. 2005.
- [32] D. Stephens, P. R. Young, et I. D. Robertson, « Millimeter-wave substrate integrated waveguides and filters in photoimageable thick-film technology », *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, vol. 53, n° 12, p. 3832 - 3838, déc. 2005.
- [33] R. Stefanini, M. Chatras, A. Pothier, J.-C. Orlianges, et P. Blondy, « High Q tunable cavity using dielectric less RF-MEMS varactors », in *Microwave Integrated Circuits Conference, 2009. EuMIC 2009. European*, 2009, p. 391 -394.
- [34] R. Mansour, « High-Q tunable dielectric resonator filters », *Microwave Magazine, IEEE*, vol. 10, n° 6, p. 84 -98, oct. 2009.
- [35] W. D. Yan et R. R. Mansour, « Micromachined Millimeter-wave Ridge Waveguide Filter with Embedded MEMS Tuning Elements », in *Microwave Symposium Digest, 2006. IEEE MTT-S International*, 2006, p. 1290 -1293.
- [36] R. Skedd et G. Craven, « New type of magnetically tunable multisection bandpass filter in ferrite-loaded evanescent waveguide », *Magnetics, IEEE Transactions on*, vol. 3, n° 3, p. 397 - 401, sept. 1967.
- [37] N. M. Alford, O. Y. Buslov, V. N. Keis, A. B. Kozyrev, P. K. Petrov, et A. Y. Shimko, « Band-pass tunable ferroelectric filter based on uniplanar dielectric resonators », in *Wireless Technology, 2008. EuWiT 2008. European Conference on*, 2008, p. 282 -285.
- [38] J. Huang, R. Vahldieck, et H. Jin, « Computer-aided design of circular ridged waveguide evanescent-mode bandpass filters using the FDTLM method », in *Microwave Symposium Digest, 1993., IEEE MTT-S International*, 1993, p. 459 -462 vol.1.
- [39] S. Hajela, X. Gong, et W. J. Chappell, « Widely tunable high-Q evanescent-mode resonators using flexible polymer substrates », in *Microwave Symposium Digest, 2005 IEEE MTT-S International*, 2005, p. 4 pp.
- [40] B. S. Virdee, A. S. Virdee, et L. A. Trinogga, « Novel invasive electronic tuning of dielectric resonators », in *Microwave Symposium Digest, 2003 IEEE MTT-S International*, 2003, vol. 1, p. 51 - 54 vol.1.
- [41] A. P. Gregory et R. N. Clarke, « A review of RF and microwave techniques for dielectric measurements on polar liquids », *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 13, n° 4, p. 727-743, août 2006.
- [42] J. C. Booth, N. D. Orloff, J. Mateu, M. Janezic, M. Rinehart, et J. A. Beall, « Quantitative Permittivity Measurements of Nanoliter Liquid Volumes in Microfluidic Channels to 40 GHz », *Instrumentation and Measurement, IEEE Transactions on*, vol. 59, n° 12, p. 3279 -3288, déc. 2010.

- [43] C. Song et P. Wang, « A radio frequency device for measurement of minute dielectric property changes in microfluidic channels », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 94, n° 2, p. 023901, 2009.
- [44] G. R. Facer, D. A. Notterman, et L. L. Sohn, « Dielectric spectroscopy for bioanalysis: From 40 Hz to 26.5 GHz in a microfabricated wave guide », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 78, n° 7, p. 996, 2001.
- [45] J. Mateu, N. Orloff, M. Rinehart, et J. C. Booth, « Broadband permittivity of liquids extracted from transmission line measurements of microfluidic channels », in *IEEE/MTT-S International Microwave Symposium, 2007*, 2007, p. 523–526.
- [46] Y. . Kim, T. . Park, J. . Kang, M. . Lee, J. . Kim, J. . Park, et H. . Baik, « Biosensors for label free detection based on RF and MEMS technology », *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 119, n° 2, p. 592-599, déc. 2006.
- [47] Sanghyun Seo, T. Stintzing, I. Block, D. Pavlidis, M. Rieke, et P. G. Layer, « High frequency wideband permittivity measurements of biological substances using coplanar waveguides and application to cell suspensions », in *Microwave Symposium Digest, 2008 IEEE MTT-S International*, 2008, p. 915-918.
- [48] K. Grenier, D. Dubuc, P.-E. Poleni, M. Kumemura, H. Toshiyoshi, T. Fujii, et H. Fujita, « Integrated Broadband Microwave and Microfluidic Sensor Dedicated to Bioengineering », *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, vol. 57, n° 12, p. 3246-3253, 2009.
- [49] C. Dalmay, A. Pothier, P. Blondy, F. Lalloue, et M.-O. Jauberteau, « Label free biosensors for human cell characterization using radio and microwave frequencies », in *Microwave Symposium Digest, 2008 IEEE MTT-S International*, 2008, p. 911-914.
- [50] K. Grenier, D. Dubuc, P.-E. Poleni, M. Kumemura, H. Toshiyoshi, T. Fujii, et H. Fujita, « Resonant based microwave biosensor for biological cells discrimination », in *2010 IEEE Radio and Wireless Symposium (RWS)*, 2010, p. 523-526.
- [51] L.-S. Jang, H.-H. Li, J.-Y. Jao, M.-K. Chen, et C.-F. Liu, « Design and fabrication of microfluidic devices integrated with an open-ended MEMS probe for single-cell impedance measurement », *Microfluidics and Nanofluidics*, vol. 8, p. 509-519, juill. 2009.
- [52] P. A. Stupar, R. L. Borwick, et J. DeNatale, « Liquid packaging for MEMS sensors and RF devices », in *TRANSDUCERS, Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, 12th International Conference on*, 2003, 2003, vol. 2, p. 1836-1839 vol.2.
- [53] D. T. McCormick, Z. Li, et N. Tien, « Dielectric fluid immersed MEMS tunable capacitors », in *2003 IEEE MTT-S International Microwave Symposium Digest*, 2003, vol. 1.
- [54] S. O. Choi, Y. K. Yoon, M. G. Allen, et A. T. Hunt, « A tunable capacitor using an immiscible bifluidic dielectric », in *2004 IEEE MTT-S International Microwave Symposium Digest*, 2004, vol. 2.
- [55] G. H. Huff et S. Goldberger, « A Coaxial Stub Microfluidic Impedance Transformer (COSMIX) », *Microwave and Wireless Components Letters, IEEE*, vol. 20, n° 3, p. 154-156, 2010.
- [56] J. D. Barrera et G. H. Huff, « An adaptive SIW filter using vertically-orientated fluidic material perturbations », in *Adaptive Hardware and Systems (AHS), 2010 NASA/ESA Conference on*, 2010, p. 205 -208.
- [57] L. Le Cloirec, A. Benlarbi-Delai, et B. Bocquet, « 3 bit 90/spl deg/millimeter phase shifter using microfluidic technology », in *Microwave Conference, 2004. 34th European*, 2004, vol. 3.
- [58] L. L. Cloirec, A. Benlarbi-Delaï, et B. Bocquet, « New concept of RF functions by microfluidic coupling », *Microwave and Optical Technology Letters*, vol. 48, n° 10, p. 1912-1916, 2006.
- [59] D. Dubuc et K. Grenier, « Microfluidic-based tunable RF true-time delay line », in *Microwave Conference (EuMC), 2010 European*, 2010, p. 1222-1224.
- [60] C. E. Murray, « Characterization of coplanar waveguide circuits with fluidic channels », UNIVERSITY OF MINNESOTA, 2010.
- [61] I. El Gmati, P. F. Calmon, A. Boukabache, P. Pons, R. Fulcrand, S. Pinon, H. Boussetta, M. A. Kallala, et K. Besbes, « Fabrication and evaluation of an on-chip liquid micro-variable inductor », *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 21, n° 2, p. 025018, févr. 2011.
- [62] J. Simon, S. Saffer, F. Sherman, et C.-J. Kim, « Lateral polysilicon microrelays with a mercury microdrop contact », *Industrial Electronics, IEEE Transactions on*, vol. 45, n° 6, p. 854 -860, déc. 1998.

- [63] P. Sen et Chang-Jin Kim, « Microscale Liquid-Metal Switches—A Review », *IEEE Transactions on Industrial Electronics*, vol. 56, n^o. 4, p. 1314-1330, avr. 2009.
- [64] J. Kim, W. Shen, L. Latorre, et C. J. Kim, « A micromechanical switch with electrostatically driven liquid-metal droplet », *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 97, p. 672–679, 2002.
- [65] W. Shen, R. T. Edwards, et C. J. Kim, « Electrostatically Actuated Metal-Droplet Microswitches Integrated on CMOS Chip », *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 15, n^o. 4, p. 879-889, août 2006.
- [66] P. Sen et C.-J. Kim, « A fast liquid-metal droplet switch using EWOD », in *IEEE 20th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, 2007. MEMS, 2007*, p. 767 - 770.
- [67] J. Simon, S. Saffer, et C. J. Kim, « A liquid-filled microrelay with a moving mercury microdrop », *Microelectromechanical Systems, Journal of*, vol. 6, n^o. 3, p. 208–216, 2002.
- [68] Y. Kondoh, T. Takenaka, T. Hidaka, G. Tejima, Y. Kaneko, et M. Saitoh, « High-reliability, high-performance RF micromachined switch using liquid metal », *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 14, n^o. 2, p. 214-220, avr. 2005.
- [69] C. H. Chen, J. Whalen, et D. Peroulis, « Non-toxic liquid-metal 2-100 GHz MEMS switch », in *IEEE/MTT-S International Microwave Symposium, 2007, 2007*, p. 363–366.

II. Conception des filtres

II-1 Choix technologiques et topologiques planaires	38
II-1-1 Le choix de la technologie planaire	38
a) Les micro-rubans	38
b) Les lignes coplanaires	39
c) Les multicouches - multi-technologies	39
d) Le choix	39
II-1-2 Le choix de la topologie	40
a) Utilisation de stubs comme éléments distribués	40
b) Les topologies retenues	41
c) Filtres passe-bande étroite	42
II-2 Simulation des structures planaires	44
II-2-1 Les paramètres de simulation	44
II-2-2 Dimensionnement et simulation à vide	46
a) Les résonateurs	46
b) Les filtres	47
II-2-3 Simulation de l'accordabilité	48
a) position du canal	48
b) largeur du canal	54
II-3 Conception des filtres volumiques	56
II-3-1 Le choix de la technologie SIW	56
II-3-2 Dimensionnement et simulation à vide	56
II-3-3 L'accordabilité de la fréquence centrale	59
a) Cavité SIW unique	59
b) Filtre SIW d'ordre quatre	60
Conclusion	62

II-1 Choix technologiques et topologiques planaires

Les filtres hyperfréquences peuvent être réalisés à l'aide de différentes technologiques et avoir des configurations géométriques variées: volumiques, planaires, acoustiques, hybrides (SIW, LTCC..). Les performances des filtres volumiques sont excellentes mais ils sont encombrants et leur fabrication est lourde à mettre en œuvre. De même pour la filière acoustique, des performances hautes fréquences ne sont atteignables qu'au travers de procédés de fabrication complexes. Enfin les technologies hybrides ont été développées pour allier performance des uns avec intégrabilité des autres, et sont donc à un échelon supérieur de complexité. Le but des travaux présentés ici étant de montrer la faisabilité et la pertinence de filtres hyperfréquences associés à des dispositifs microfluidiques, la technologie la plus facilement intégrable sera privilégiée dans un premier temps. De plus comme les signaux utilisés sont de faibles puissances, la technologie planaire apparaît comme la plus pertinente.

II-1-1 Le choix de la technologie planaire

Il existe trois principales familles de filtres planaires, les micro-rubans, les coplanaires et les multicouches multi-technologies.

a) Les micro-rubans

Les micro-rubans sont constitués d'un ruban métallique sur un substrat diélectrique et un plan de masse sur la face arrière de ce substrat. Sur cette ligne, le mode de propagation est de type quasi-TEM et l'impédance caractéristique, pour une permittivité donnée, est déterminée par le rapport w/h (avec w largeur de la ligne et h hauteur du diélectrique). Les lignes de champs électromagnétiques sont situées principalement dans le substrat diélectrique.

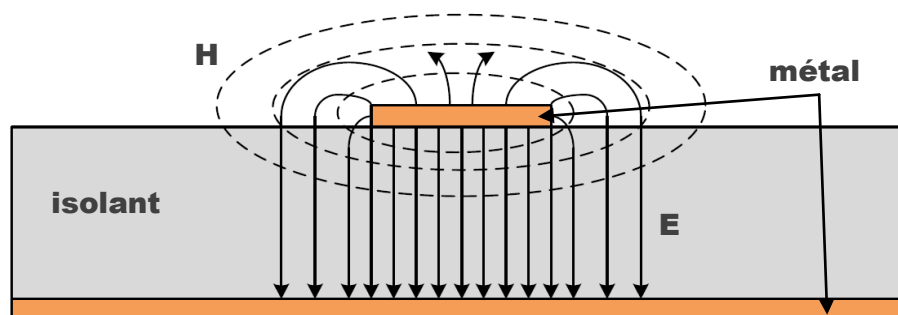


Figure 1 : Répartition des lignes de champs dans un micro-ruban, les traits représentent le champ électrique et les traits pointillés le champ magnétique.

b) Les lignes coplanaires

La ligne coplanaire est constituée d'un ruban métallique central, deux plans de masses se situent de part et d'autre de ce ruban et sont séparés par deux fentes identiques. Deux modes fondamentaux de propagation coexistent, un mode pair quasi-TE dispersif et un mode impair quasi-TEM peu dispersif. Le mode non-dispersif est majoritairement recherché. L'impédance caractéristique est déterminée par le rapport entre la largeur de la ligne et la largeur des fentes. Une même impédance peut donc être réalisée avec différents couples largeur de la ligne - largeur des fentes. Cette souplesse de conception est très appréciée.

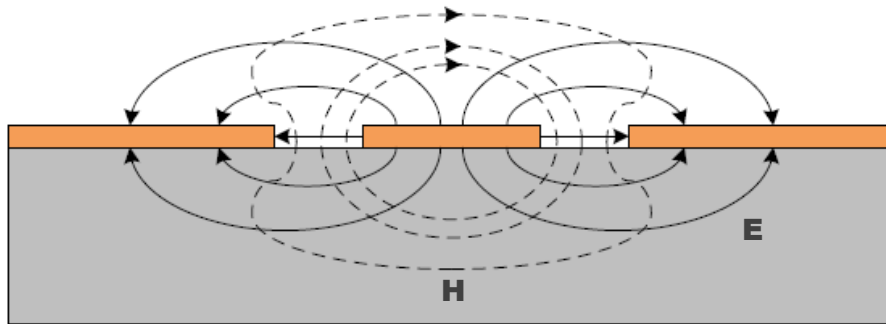


Figure 2 : Répartition des lignes de champs du mode impair dans une ligne coplanaire, les traits représentent le champ électrique et les traits pointillés le champ magnétique.

c) Les multicouches - multi-technologies

Les technologies multicouches / multi-technologies sont composées de différents niveaux de conducteurs et de diélectriques superposés et peuvent être utilisées soit en technologie micro-ruban soit en technologie coplanaire. On peut citer par exemple les CBCPW (Conductor backed coplanar waveguide.), une structure coplanaire associée à un plan de masse sous le diélectrique identique à la technologie micro-ruban. Cette association a pour but d'améliorer les performances et d'atteindre une meilleure compacité. Ainsi des niveaux de couplage important peuvent être obtenus. Puisque cela combine les deux technologies précédentes les processus de fabrication sont plus complexes.

d) Le choix

Le choix de la technologie planaire se fait sur des critères de simplicité et d'efficacité. Les filtres planaires ne peuvent pas rivaliser avec les filtres volumiques en termes de facteur de qualité, ils ne constituent donc qu'une première étape.

En ce qui concerne notre travail de thèse, notre premier objectif a été de valider le concept de filtres accordables avec un contrôle microfluidique. En tant que première étape, la simplicité de réalisation est donc recherchée. Cependant cette validation passe par de bonnes performances en termes de

largeur de bande d'accord et de pertes d'insertion. Comme l'accord se fait par modification des propriétés électriques du substrat, l'efficacité dépendra de la quantité de lignes de champs perturbées par le fluide.

La filière multicouche\multi-technologie est donc écartée sur le critère de simplicité de réalisation. Le choix se fait donc entre les micro-rubans et les lignes coplanaires. La Figure 1 et la Figure 2 illustrent la répartition du champ dans les deux cas. On remarque qu'avec la technologie microruban toutes les lignes de champs traversent le substrat, alors qu'avec les CPW (Coplanar Waveguide) elles pénètrent peu dans le diélectrique. Une solution, pour obliger le champ électrique à pénétrer dans le substrat, est de choisir des dimensions de lignes et d'espacements spécifiques et un substrat avec une grande constante diélectrique. Mais cela impose des contraintes sur les matériaux et donc sur le processus de fabrication des dispositifs. Une autre possibilité est de placer une partie du canal microfluidique en dehors du diélectrique. Mais dans ce cas, le canal ajoute des pertes d'insertion et le filtre non-accordable est plus performant que le filtre accordable.

La technologie microruban apparaît donc comme la plus pertinente puisqu'elle permet d'obtenir une certaine efficacité sans imposer de contraintes sur la réalisation.

II-1-2 Le choix de la topologie

a) Utilisation de stubs comme éléments distribués

Aux fréquences basses, les « briques élémentaires » de filtrage sont les bobines et les condensateurs. Ces éléments ont des caractéristiques fréquentielles très simples. Mais aux fréquences micro-ondes et millimétriques il n'est plus possible de réaliser les circuits avec ce type d'éléments localisés. Les valeurs des composants discrets deviennent peu réalistes. Les capacités, nécessairement faibles, se retrouvent alors du même ordre de grandeur que les capacités parasites. Et les inductances trop faibles posent un problème de dimensionnement (nombre de tours / largeur des pistes).

C'est pourquoi les filtres LC classiques à éléments localisés sont convertis en filtres à éléments distribués. Cette conversion repose sur l'équivalence d'une petite portion de ligne avec les éléments discrets (L, C, ou circuits résonants). Ceci permet donc la réalisation de filtres en technologie microruban puisque l'impédance caractéristique d'une telle ligne est inversement proportionnelle à la largeur de la bande. Des tronçons de lignes perpendiculaires, appelés des stubs, peuvent ainsi réaliser des circuits résonants comme on peut le voir sur le tableau suivant.

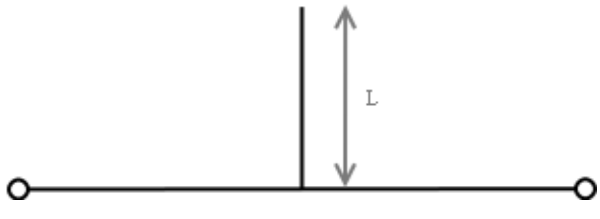
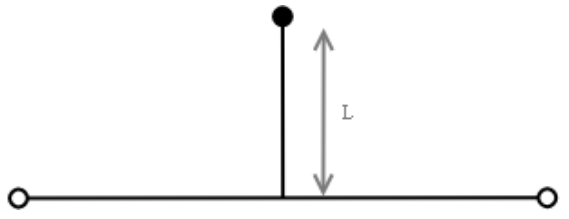
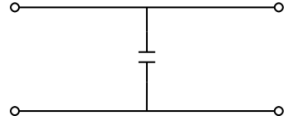
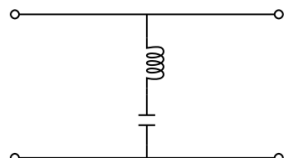
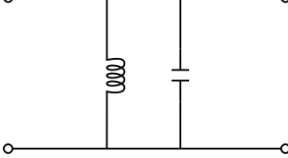
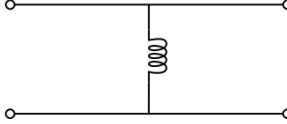
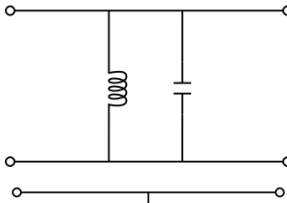
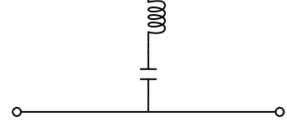
 Stub d'une longueur L en terminaison circuit ouvert	 Stub d'une longueur L en terminaison court-circuit
Comportement équivalent en fonction de L : $L = \lambda/8 \quad \Leftrightarrow$  $L = \lambda/4 \quad \Leftrightarrow$  $L = \lambda/2 \quad \Leftrightarrow$ 	Comportement équivalent en fonction de L : $L = \lambda/8 \quad \Leftrightarrow$  $L = \lambda/4 \quad \Leftrightarrow$  $L = \lambda/2 \quad \Leftrightarrow$ 

Tableau 1 : Comportement d'un stub parallèle en fonction de sa longueur et de sa terminaison.

Lambda est la longueur d'onde de l'onde excitatrice.

b) Les topologies retenues

La topologie à stub est simple, à la conception comme à la fabrication, et elle permet de réaliser des filtres passe-bandes ; une synthèse de ce type de structures est proposée par G. Matthaei [1]. Le choix a donc été de réaliser des filtres planaires micro-rubans à l'aide de stubs. Le cahier des charges n'énonçait aucun gabarit à respecter, l'unique spécification concernait un fonctionnement dans la bande millimétrique. Celle-ci s'étend de 30GHz à 300GHz, la fréquence centrale initiale a donc été fixée à 30GHz. En effet plus la fréquence est faible, moins les contraintes de réalisation sont importantes et moins les moyens de caractérisation sont complexes.

Différentes fonctions ont donc été conçues. Des filtres coupe-bandes : un résonateur quart d'onde avec un chargement en circuit ouvert et un résonateur demi-onde en terminaison court-circuit. Des filtres passe-bandes, les topologies inversées ont été utilisées : un quart d'onde en court-circuit et un demi-onde en circuit ouvert, Figure 3.

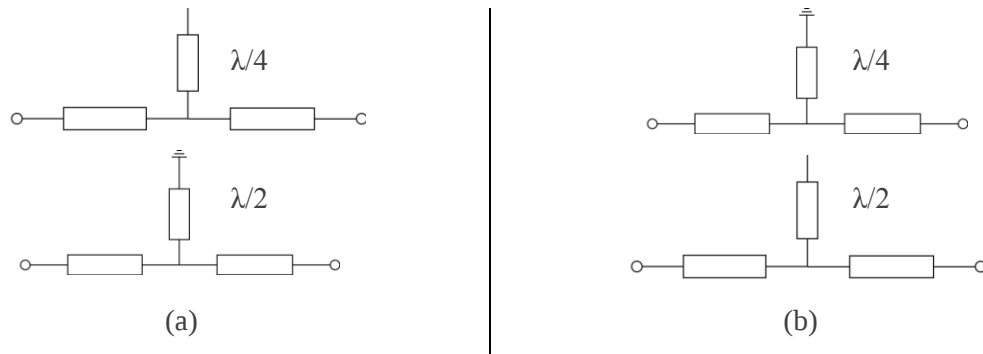


Figure 3 : Deux topologies inversées sont utilisées pour réaliser soit des coupe-bandes (a): un stub quart d'onde en circuit ouvert et un stub demi-onde en court-circuit soit des passe-bandes (b) : un stub quart d'onde en court-circuit et un stub demi-onde en circuit ouvert.

Les résonateurs précédents sont des filtres d'ordre 1 ; pour obtenir de meilleures performances un filtre passe-bandes d'ordre quatre a également été conçu selon le schéma de la Figure 4.

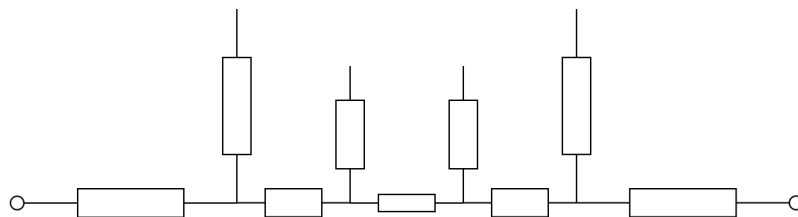


Figure 4 : Topologie du filtre large bande d'ordre quatre.

Tous les filtres passe-bandes présentés ci-dessus sont des filtres larges bandes. Ceci constitue la principale limitation à l'utilisation de stubs, leur utilisation est adaptée pour des bandes passantes supérieures à 30%. Pour une bande passante sélective les niveaux d'impédances deviennent rapidement très faibles et des problèmes de faisabilité apparaissent inévitablement.

c) Filtres passe-bande étroite

Cependant il est possible de réaliser des filtres passe-bandes étroites à partir de stubs. Pour cela une topologie originale a été développée au LEST par C.Quendo [2], [3]: le résonateur DBR (Dual Behavior Resonator). Ces résonateurs sont composés de deux structures coupe-bandes montées en parallèle. Chaque coupe-bande (stub) crée un zéro de transmission à des fréquences différentes, une bande passante apparaît alors suite à un phénomène de recombinaison constructive. Un DBR se caractérise par une fréquence centrale et deux zéros de transmission de part et d'autre. Cette topologie présente l'avantage considérable de pouvoir contrôler indépendamment les fréquences des pôles et des zéros. Ainsi un filtre DBR, composé de plusieurs résonateurs DBR séparés par des inverseurs d'impédance (l'ordre du filtre sera donc le nombre de paires de stubs), peut avoir ses zéros confondus (DBR identiques) ou disjoints (DBR différents). Les bandes rejetées, comme la bande passante,

peuvent être ainsi élargies ou rétrécies à souhait. Initialement le but recherché était l'amélioration de la réjection des filtres passe-bandes.

Dans une technologie micro-ruban, l'utilisation de stubs est la solution la plus facile à dimensionner. Initialement limitée à des fonctions de coupe-bande ou de large passe-bande, la nouvelle topologie DBR permet de réaliser des filtres passe-bande étroite à l'aide de stubs. Cette voie a donc été retenue comme base de réalisation des filtres accordables, Figure 5.

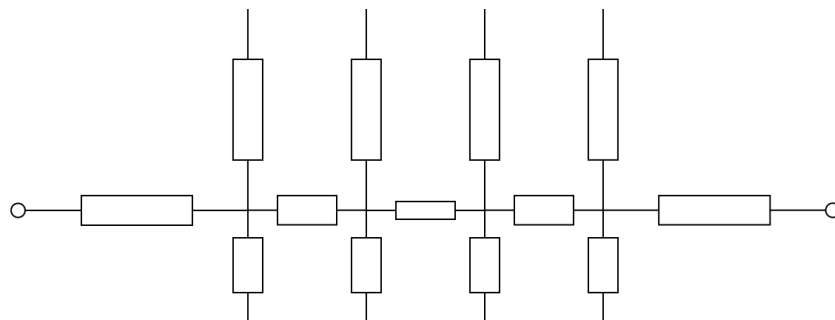
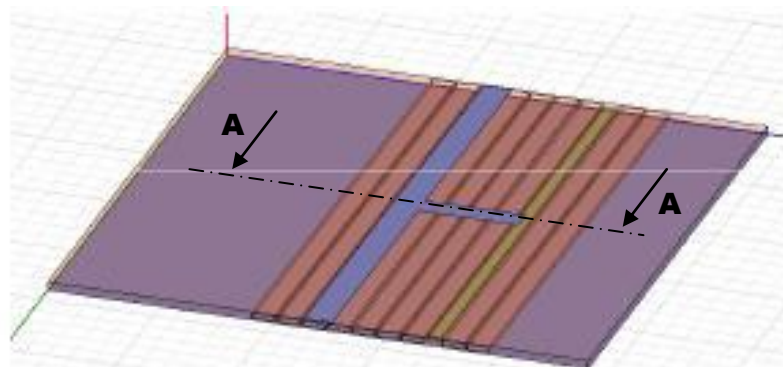


Figure 5 : Topologie du filtre DBR bande étroite d'ordre quatre.

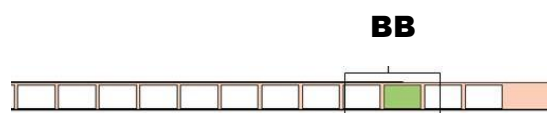
II-2 Simulation des structures planaires

II-2-1 Les paramètres de simulation

Après avoir choisi les topologies d'études, des simulations électromagnétiques à l'aide du logiciel 3D HFSS™ ont été effectuées pour dimensionner les structures et évaluer les performances auxquelles on peut s'attendre. Cela commence par la détermination des paramètres du substrat. Et comme nous l'avons vu au chapitre précédent les résines épaisses photosensibles réunissent de nombreux avantages, c'est pourquoi la SU-8 a été choisi comme substrat sachant que le savoir-faire sur cette résine est présent au sein du laboratoire. Le chapitre suivant détaillera ses propriétés et les procédés de fabrication associés. Cependant ses propriétés diélectriques sont les suivantes : $\epsilon_r = 2.85$, $\tan \delta = 0.04$ à 25 GHz [4]. Clairement un substrat massif en SU-8 ne répond en aucun cas aux exigences des hyperfréquences, seules des valeurs de pertes diélectriques inférieures à 0.0001 sont acceptables. On a donc été amené à concevoir une structure creuse. Cette solution qui consiste à remplacer des parts importantes de résine par de l'air présente plusieurs avantages : les pertes sont minimisées et la permittivité effective du substrat est réduite. Ce dernier point améliorera le contraste diélectrique entre un canal microfluidique vide et un autre rempli d'un liquide et améliorera donc l'agilité des filtres. Enfin les paramètres utilisés pour le métal sont ceux de l'or.



(a)



(b)

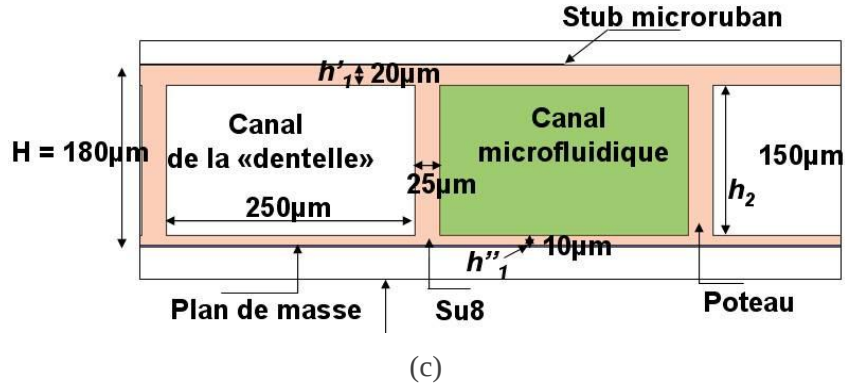


Figure 6 : Schéma de la structure simulée constitué d'une ligne de transmission, d'un stub, d'un canal microfluidique, d'un substrat creux en « dentelle » et d'un plan de masse (a). La coupe AA permet de voir le substrat en dentelle en coupe (b) et le zoom BB les dimensions de cette « dentelle » (c).

Les dimensions de ce substrat sont un compromis entre les exigences RF et les contraintes de fabrication. Les premières souhaitent une épaisseur de substrat la plus importante possible et un minimum de résine pour limiter les pertes. Seulement les limitations de réalisation conjuguées aux nécessités imposées par les dispositifs RF aboutissent au compromis représenté sur la Figure 6, cette structure a été nommée structure en dentelle.

Une approximation de la permittivité effective de cette structure en dentelle supportant les lignes RF peut être faite à partir de la formule suivante [5]

$$\varepsilon_{req} = \frac{(h_1 + h_2) \cdot \varepsilon_1 \cdot \varepsilon_2}{h_1 \cdot \varepsilon_2 + h_2 \cdot \varepsilon_1} \quad (1)$$

où

- h_1 est la somme des deux épaisseurs de couche de la partie inférieure et supérieure de Su8.
- h_2 est la hauteur du canal de la dentelle (air).
- ε_1 et ε_2 sont respectivement les permittivités relatives de la SU-8 et de l'air.

Dans cette approximation la présence des poteaux n'est pas prise en compte. La valeur de la permittivité effective obtenue pour ce substrat en dentelle est de 1.37 pour les épaisseurs respectives h_1 et h_2 de 10 et 20 µm et est les constantes de l'air et de la SU-8, ε_1 et ε_2 de 1 et 2.85.

II-2-2 Dimensionnement et simulation à vide

A partir de la simulation du substrat creux et de la détermination de sa permittivité effective, les différentes topologies étudiées dans ce travail de thèse ont pu être dimensionnées et simulées à vide.

a) Les résonateurs

La structure simulée est représentée en vue de dessus Figure 7 (a). Une métallisation en or repose sur la structure en dentelle. Comme le montrent les courbes des paramètres de transmission S_{22} et de réflexion S_{21} de la Figure 7 (b) et (c), le résonateur quart d'onde présente bien un comportement coupe bande centré sur 30 GHz lorsqu'il est chargé par un circuit ouvert. Et il se comporte en filtre passe bande très large bande lorsqu'il est chargé par un court-circuit.

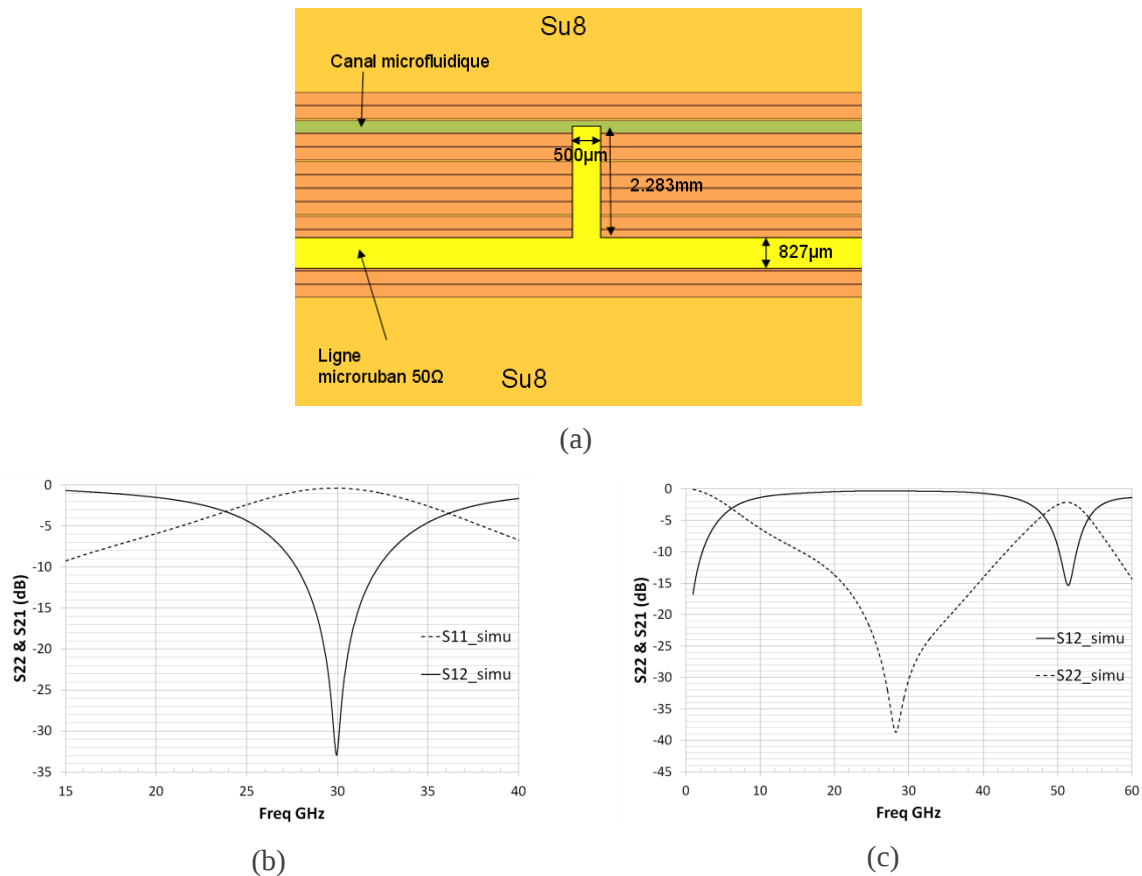
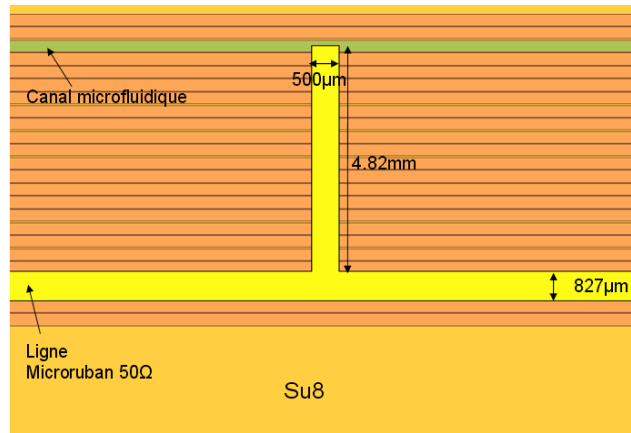
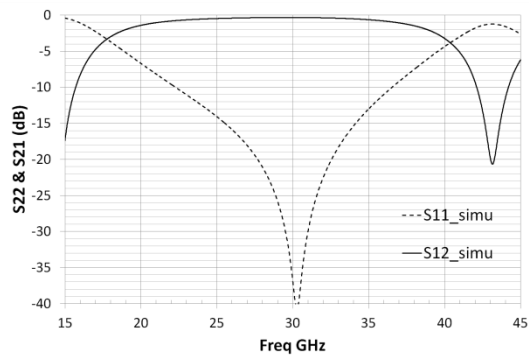


Figure 7 : Dimension d'un résonateur quart d'onde (a) et simulation en circuit ouvert (b) et en court circuit (c)

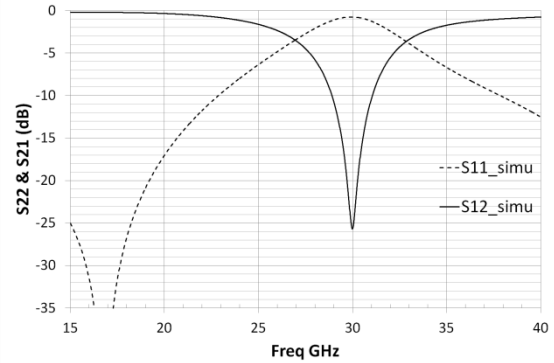
Le résonateur demi d'onde présente le comportement inverse : un filtre passe bande de 18 à 38GHz à -3dB lorsqu'il est chargé par un circuit ouvert et en filtre coupe bande lorsqu'il est chargé par un court-circuit, les deux étant centrés sur 30 GHz comme on peut le voir sur la Figure 8.



(a)



(b)

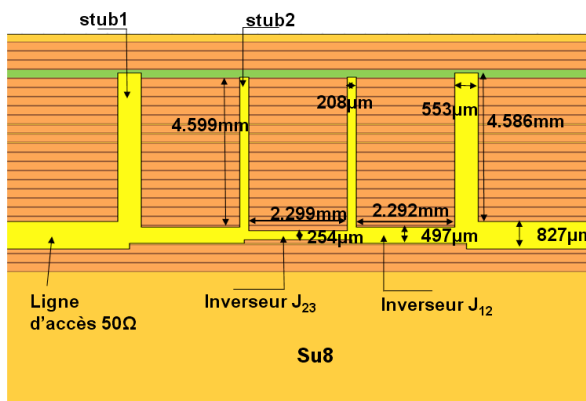


(c)

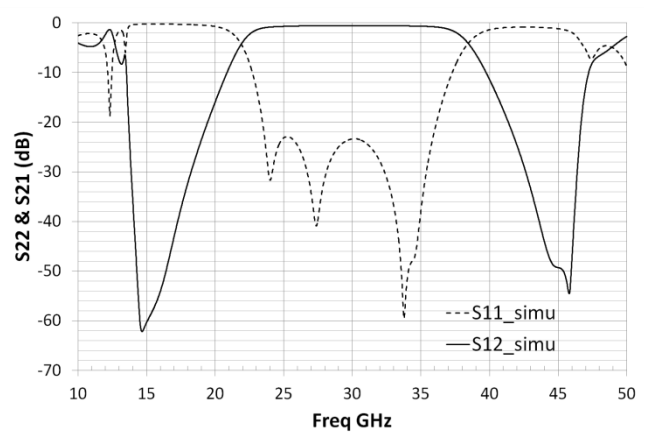
Figure 8 : Dimension d'un résonateur demi-onde (a) et simulation en circuit ouvert (b) et en court circuit (c)

b) Les filtres

Le filtre passe bande large d'ordre quatre permet d'avoir une meilleure adaptation sur toute la largeur de la bande passante.



(a)

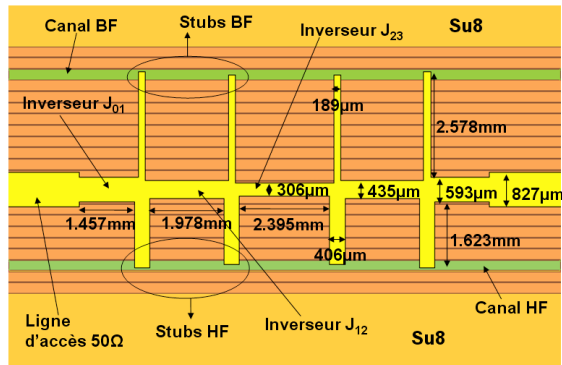


(b)

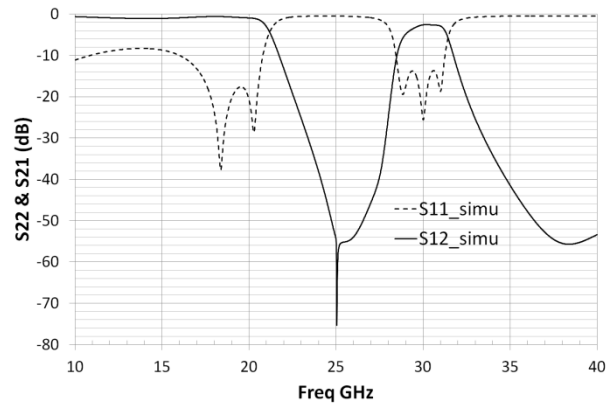
Figure 9 : Dimension et simulation du filtre large bande d'ordre quatre.

II. Conception des filtres

Le filtre DBR d'ordre quatre nous permet d'obtenir une bande passante de 3GHz centrée sur 30GHz.



(a)



(b)

Figure 10 : dimension et simulation du filtre passe bande étroit d'ordre quatre

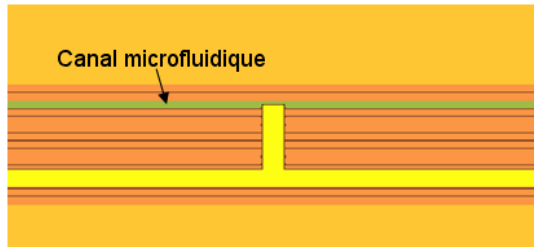
II-2-3 Simulation de l'accordabilité

La partie précédente a permis de dimensionner les différents filtres pour qu'ils soient centrés sur 30GHz. Dans cette partie l'objectif est de valider l'accordabilité de ces filtres et de déterminer les paramètres des canaux qui permettent d'obtenir les meilleurs décalages en fréquence. Pour cela de l'eau distillée a été utilisée comme vecteur d'accordabilité. C'est le liquide le mieux connu du point de vue de ses caractéristiques diélectriques et physiques et, en outre, il ne présente aucun problème de manipulation. De plus sa permittivité diélectrique relative est assez élevée : à 20°C, elle est $\epsilon_{\text{reau}} = 81$. Cette permittivité varie avec la fréquence mais reste supérieure à 10 jusqu'à 50GHz. Nous reviendrons dans la partie IV sur les différents liquides potentiellement utilisables et leurs propriétés. Cette variation de permittivité concerne également les pertes diélectriques. Ainsi pour réduire le temps de calcul, les simulations ont été effectuées avec une constante diélectrique de l'eau fixe à 80 et des pertes diélectrique de $\text{Tan}(\delta) = 0,1$. Les calculs de simulation de l'accordabilité des dispositifs RF ont été testés en faisant varier deux paramètres : la position du canal par rapport au stub et sa largeur.

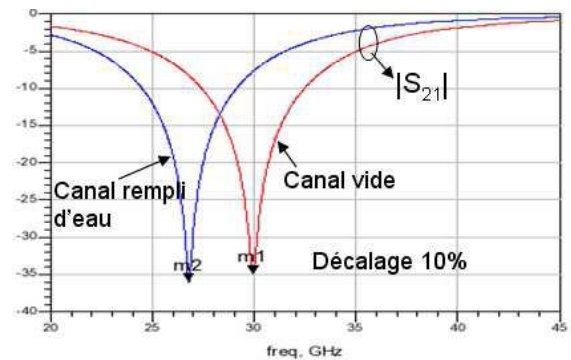
a) position du canal

Afin de déterminer la position du canal qui permet d'obtenir le plus grand décalage de fréquence de résonance, trois configurations ont été étudiées : le canal à l'extrémité du stub, au milieu du stub et à la jonction du stub/ligne micro-ruban.

Pour le **résonateur quart d'onde**, la Figure 11, la Figure 12 et la Figure 13 montrent les résonances à la fréquence centrale du stub pour les trois positions du canal microfluidique lorsque celui ci est rempli d'air puis d'eau distillée.

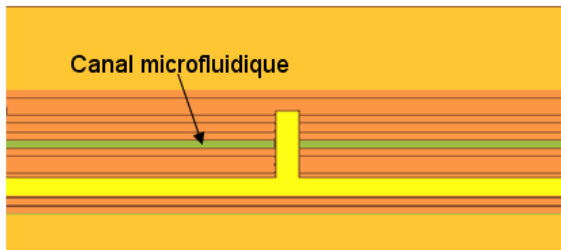


(a)

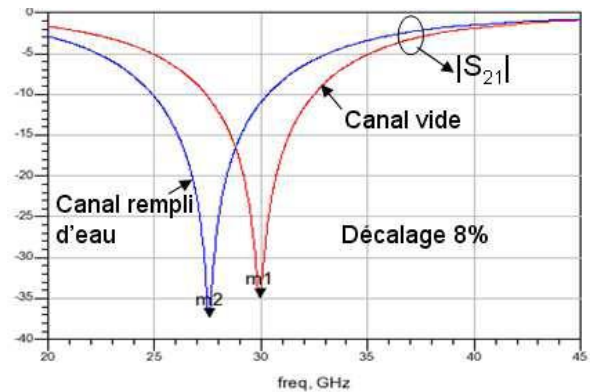


(b)

Figure 11 : Schéma du stub coupe-bande avec le canal à l'extrémité (a) et les réponses en transmission obtenues (b).

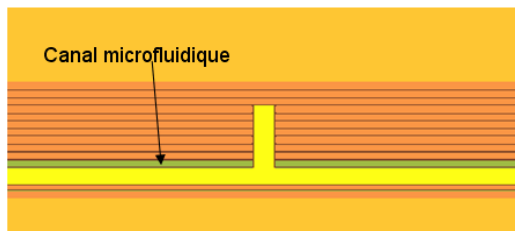


(a)

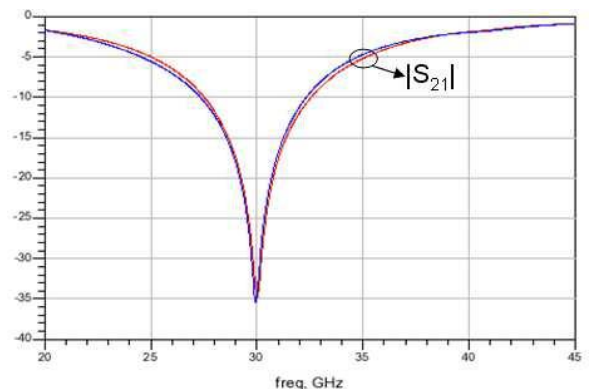


(b)

Figure 12 : Schéma du stub coupe-bande avec le canal au milieu du stub (a) et les réponses en transmission obtenues (b)



(a)



(b)

Figure 13 : Schéma du stub coupe-bande avec le canal à l'extrémité (a) et les réponses en transmission obtenues (b)

II. Conception des filtres

Nous constatons une variation notable du déplacement de la fréquence de résonance selon l'endroit où se trouve le canal microfluidique. Le décalage passe de 10% (canal au bout) à 8% lorsque le canal est au milieu du stub. Lorsque le canal est placé à la jonction entre la ligne principale et le stub, la fréquence de résonance du stub reste la même lorsque le canal est rempli d'air puis d'eau distillée. Ce comportement correspond bien à celui d'un stub quart d'onde en circuit ouvert. Le champ électrique est maximum à l'extrémité et nul à la jonction, or l'eau est un liquide diélectrique.

Pour le résonateur demi-onde, les résultats des Figure 14, Figure 15 et Figure 16 montrent des décalages de fréquences de résonance différentes selon la position du canal microfluidique par rapport au stub.

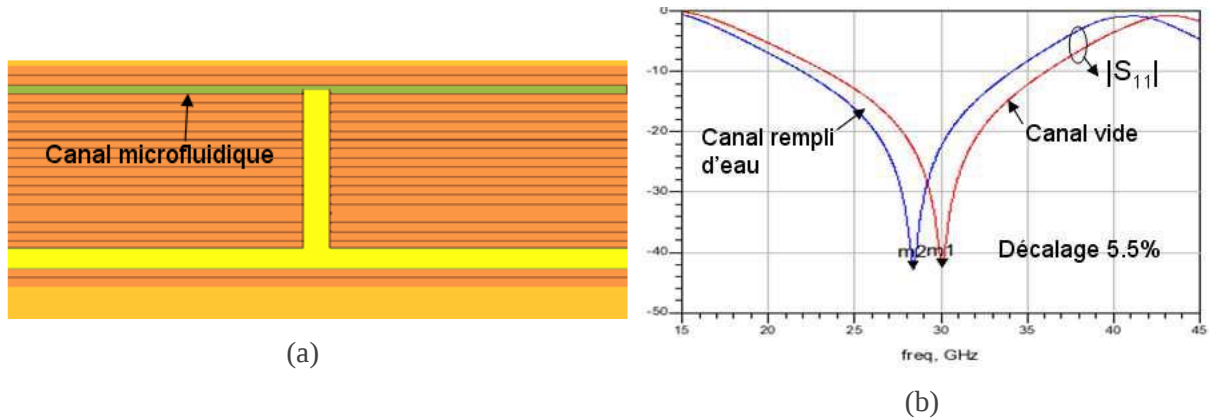


Figure 14 : Schéma du stub passe-bande avec le canal à l'extrémité (a) et les réponses en réflexion obtenues (b).

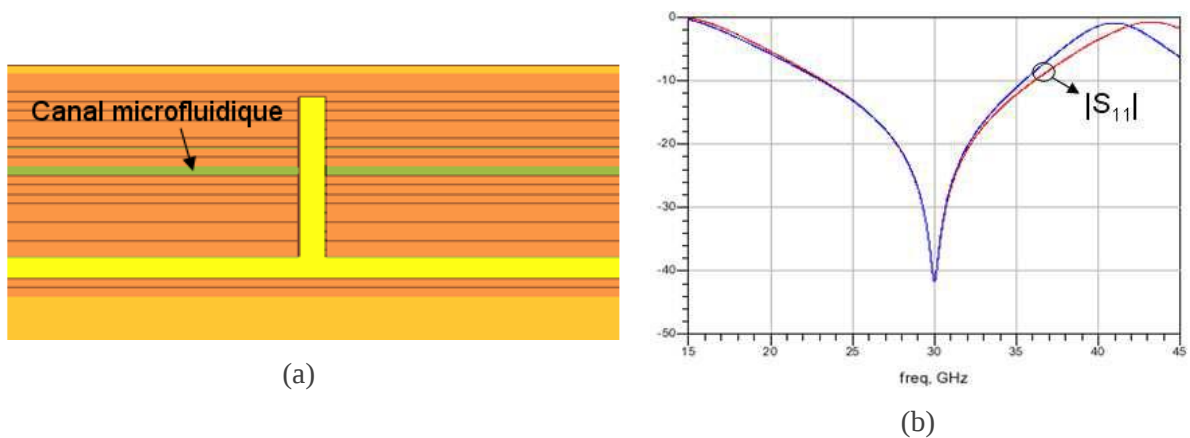


Figure 15 : Schéma du stub passe-bande avec le canal à l'extrémité (a) et les réponses en réflexion obtenues (b).

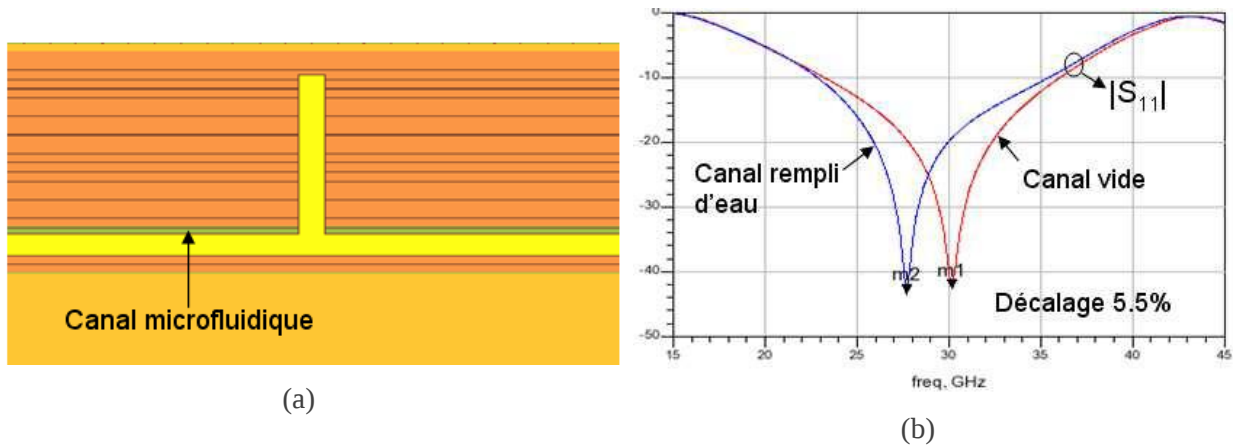


Figure 16 : Schéma du stub passe-bande avec le canal à l'extrémité (a) et les réponses en réflexion obtenues (b).

On obtient le même décalage de fréquence égal à 5% par rapport à la résonance canal vide, lorsque le canal est à l'extrémité du stub ou à la jonction et aucun décalage lorsque le canal est au milieu du stub. Ceci correspond bien à la répartition du champ électrique le long d'un stub $\lambda/2$ en circuit ouvert avec maximum de champ électrique à l'extrémité du stub et à la jonction stub-ligne et un court circuit au milieu.

Donc pour avoir un maximum d'efficacité avec un liquide diélectrique, il faut positionner le canal en bout de stub lorsqu'il est en circuit ouvert indépendamment de sa longueur.

Pour le filtre large bande d'ordre quatre, seule la configuration de canal en bout de stub a été simulée. Les courbes de la Figure 17 montrent un décalage en fréquence d'environ 5% lorsque le canal est rempli d'eau distillée. Ce faible décalage est aussi observé sur le résonateur à stub passe bande. Il est dû au caractère large bande des résonateurs qui composent le filtre.

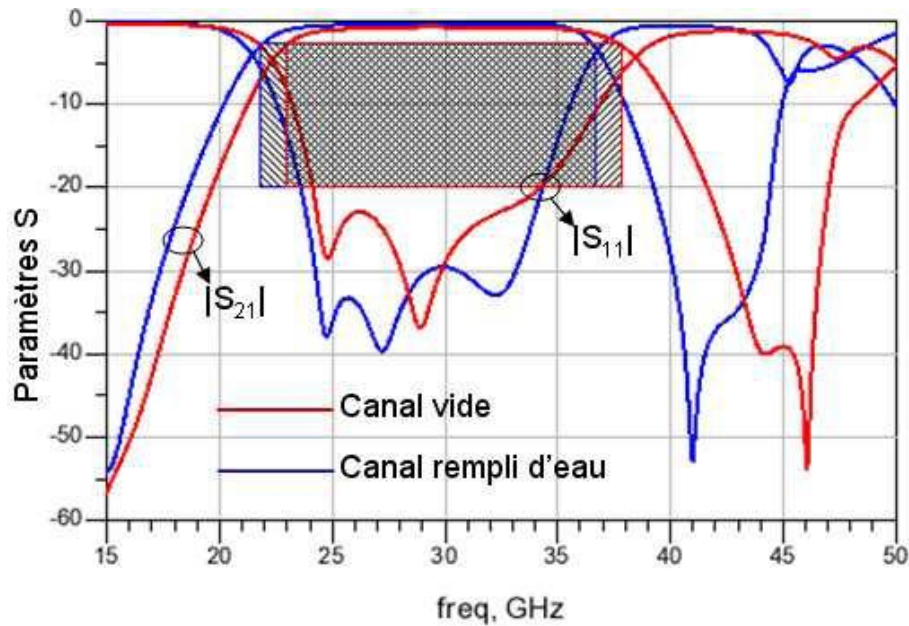
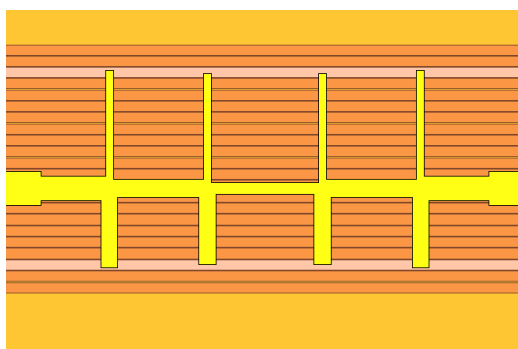


Figure 17 : Module des paramètres S lorsque le canal en bout de stub est vide (rouge) et rempli d'eau (bleue) du filtre large bande d'ordre 4.

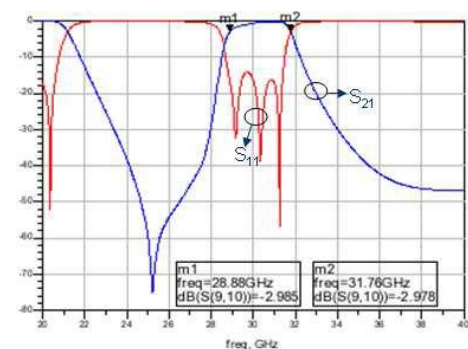
Dans le cas du filtre DBR les stubs basse fréquence et haute fréquence sont en vis-à-vis. Deux canaux microfluidiques sont donc nécessaires pour assurer l'accordabilité. Quatre configurations ont été étudiées :

- les deux canaux sont vides
- le canal basse fréquence rempli d'eau désionisée et le canal haute fréquence vide
- le canal basse fréquence vide et le canal haute fréquence rempli d'eau désionisée
- les deux canaux remplis d'eau désionisée

Le premier cas est l'état de référence.



(a)



(b)

Figure 18 : Schéma du filtre DBR avec les deux canaux vides (a) et les réponses obtenues (b).

Dans le deuxième cas où seul le canal basse fréquence est rempli, Figure 19, la fréquence du zéro de transmission basse fréquence diminue, entraînant un décalage de la fréquence centrale et un élargissement de la bande passante du filtre de 5%.

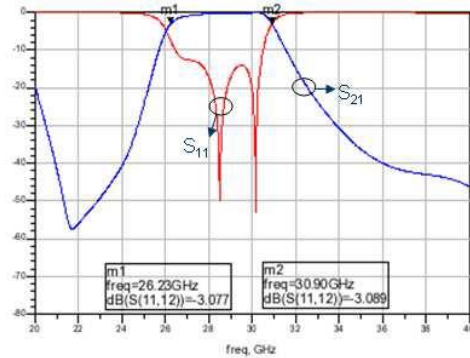
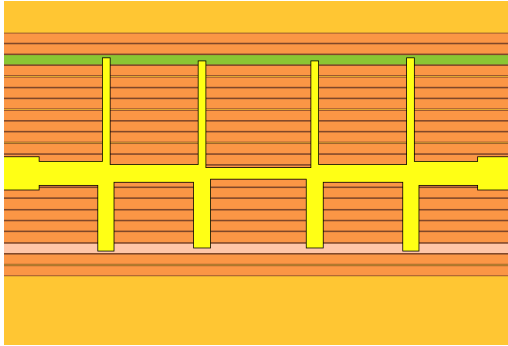


Figure 19 : Schéma du filtre DBR avec le canal basse fréquence rempli (a) et les réponses obtenues (b).

Dans le cas où seul le canal haute fréquence est rempli, Figure 20, la fréquence du zéro de transmission haute fréquence diminue, entraînant un décalage de la fréquence centrale de 10% et une diminution de la bande passante de 2%.

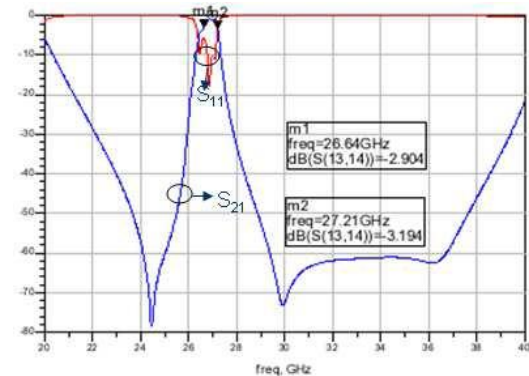
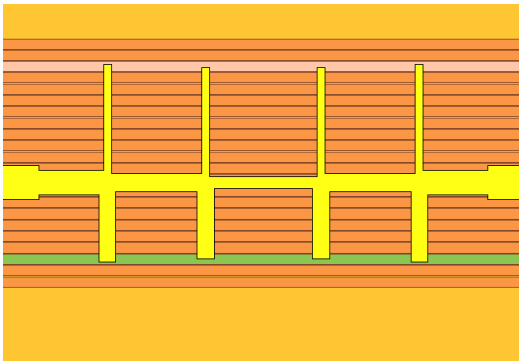


Figure 20 : Schéma du filtre DBR avec le canal haute fréquence rempli (a) et les réponses obtenues (b).

Dans le quatrième et dernier cas, les deux canaux sont remplis et on constate que les effets des configurations précédentes sont cumulés. Les deux zéros de transmission se décalent ensemble et on obtient un fort décalage de la fréquence centrale de 20% ainsi qu'une légère diminution de la bande passante relative de l'ordre de 2%, Figure 21.

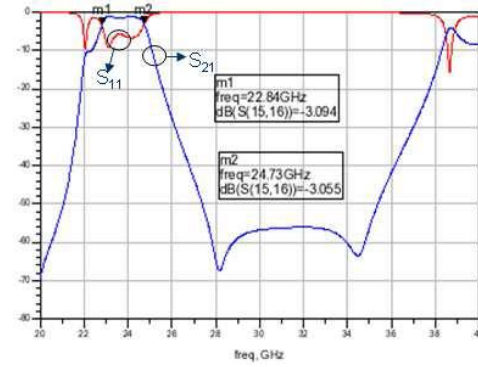
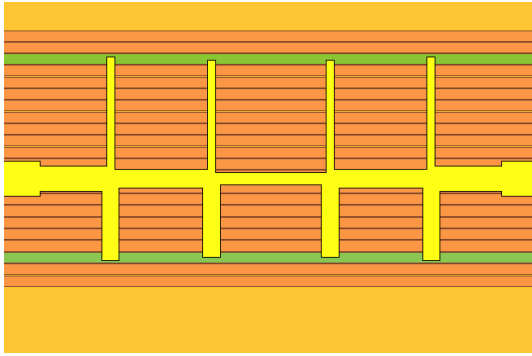


Figure 21 : Schéma du filtre DBR avec les deux canaux remplis (a) et les réponses obtenues (b).

b) largeur du canal

Comme on vient de le voir, le maximum de décalage en fréquence est donc obtenu lorsque le canal est en bout de stub. La largeur utilisée est le maximum raisonnablement réalisable en microfabrication, mais il convient de vérifier si le maximum est souhaitable. Le canal est donc placé en bout de stub et trois largeurs ont été étudiées : $W_c = 300 \mu\text{m}$, $500 \mu\text{m}$ et $800 \mu\text{m}$. L'étude se borne au cas d'un résonateur unique en circuit ouvert avec deux longueurs : un quart d'onde et un demi-onde. Le liquide utilisé est toujours de l'eau distillée. De plus les réponses à vide sont identiques quelle que soit la largeur du canal.

Pour le résonateur quart d'onde, Figure 22, les fréquences de résonance sont respectivement de 26,77 GHz, 25,42 GHz et 23,88 GHz pour une largeur de $300 \mu\text{m}$, $500 \mu\text{m}$ et $800 \mu\text{m}$, soit des variations de 10%, 15% et 20% par rapport au cas du canal vide. Il n'y a donc pas de surprise, plus la largeur du canal microfluidique est grande, plus la zone de perturbation est importante et plus le décalage l'est également.

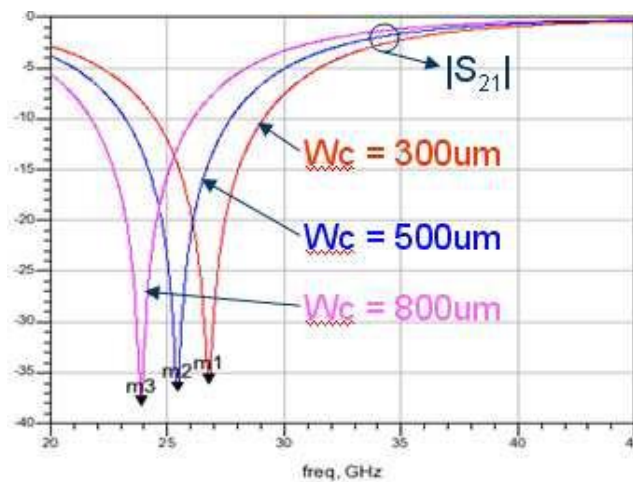


Figure 22 : Transmission du résonateur quart d'onde en fonction de la largeur du canal microfluidique rempli d'eau distillée.

Pour le résonateur demi-onde, Figure 23, les décalages des fréquences de résonance sont respectivement de 5%, 8% et 11% par rapport au cas canal vide pour une largeur de 300µm, 500µm et 800µm. Le résultat est la encore cohérent, le décalage est le plus important pour la largeur la plus grande, mais du fait de la moins grande sensibilité des filtres larges bandes, ce décalage est moins important que précédemment.

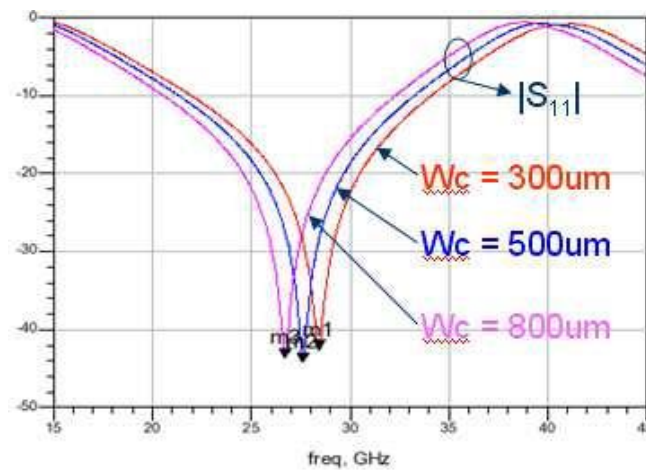


Figure 23 : Réflexion du résonateur demi-onde en fonction de la largeur du canal microfluidique rempli d'eau distillée.

II-3 Conception des filtres volumiques

II-3-1 Le choix de la technologie SIW

La technologie volumique est depuis longtemps utilisée pour la réalisation des filtres hyperfréquences car elle permet d'obtenir des facteurs de qualité élevés. Cependant son intégration est rendue difficile par un fort encombrement, Cf. chapitre 1.

Ces dernières années, un nouveau concept de guides d'onde millimétriques a été proposé : la technologie SIW « Substrate Integrated Waveguide ». [6], [7], [8]. Cette technologie se base sur une approche mixant le planaire de type microruban avec des faces latérales métallisées. Pour des raisons de fabrication, ces murs latéraux sont majoritairement constitués de trous métallisés (ou vias traversants). Le diamètre et l'espacement des vias sont dimensionnés de telle sorte qu'ils constituent un mur électrique parfait, ou quasi parfait à la fréquence de résonance du mode considéré. Ainsi sont formées des cavités intégrées au substrat, dans lesquelles se propagent des modes volumiques.

La technologie SIW associe donc la fabrication et l'intégration aisée et faibles coûts des structures planaires aux performances des filtres volumiques [9]. Elle constitue donc un très bon compromis entre intégration et performance. Ces dernières dépendent cependant des pertes du substrat diélectrique utilisé.

Cette technologie a donc été retenue pour réaliser des filtres volumiques accordables en microfluidique. Or celle-ci se rapproche de la technologie micro-ruban, et le substrat creux en SU-8 conçu dans la partie planaire peut donc être réutilisé. Ce substrat creux a donc été choisi comme base de conception des filtres SIW.

II-3-2 Dimensionnement et simulation à vide

Les choix se sont donc arrêtés sur un filtre passe-bande SIW d'ordre 4 à plots métalliques. Le filtre est donc constitué de quatre cavités, cinq plots métalliques sont donc nécessaires pour délimiter chacune d'elle. Lorsque le diamètre du plot est très petit par rapport à la largeur du guide ($d \ll a$) (Figure 24), chaque plot est équivalent, dans le plan longitudinal du guide, à un circuit LC représenté par deux capacités X_b et une inductance parallèle X_a .

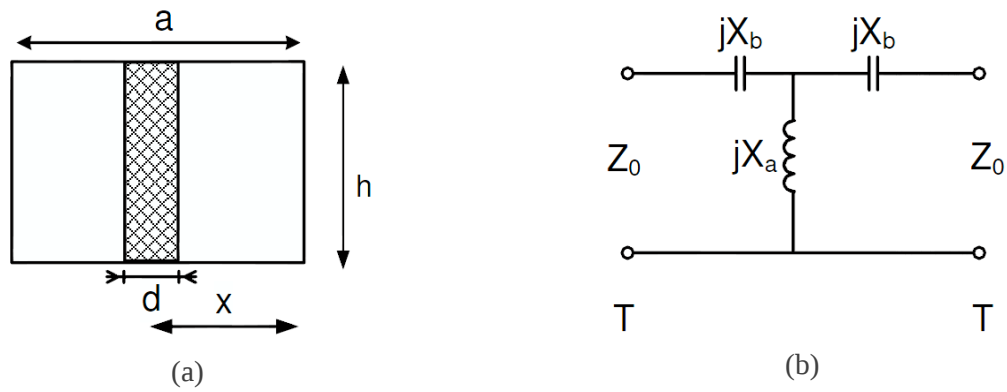


Figure 24 : Coupe transversale d'un plot métallique (a) et son circuit équivalent (b).

L'excitation du filtre se fait grâce à des accès planaires par le biais de transitions guide d'onde – microruban, le mode quasi-TEM de la ligne microruban est transformé en mode TE_{10} de la structure en guide. L'avantage d'avoir choisi une technologie SIW apparaît donc clairement ici. Le substrat creux en SU8 est réutilisé avec les mêmes objectifs, à savoir la SU-8 comme matériau structurant et des motifs en dentelle afin de réduire les pertes diélectriques de la résine. Autre avantage permis par l'utilisation de la SU-8, les murs électriques latéraux peuvent être réalisés par une pleine métallisation des flans de la résine et non par des vias métallisés. La Figure 25 explicite les dimensions du filtre SIW conçu. Le filtre a été dimensionné pour une fréquence centrale de 30 GHz.

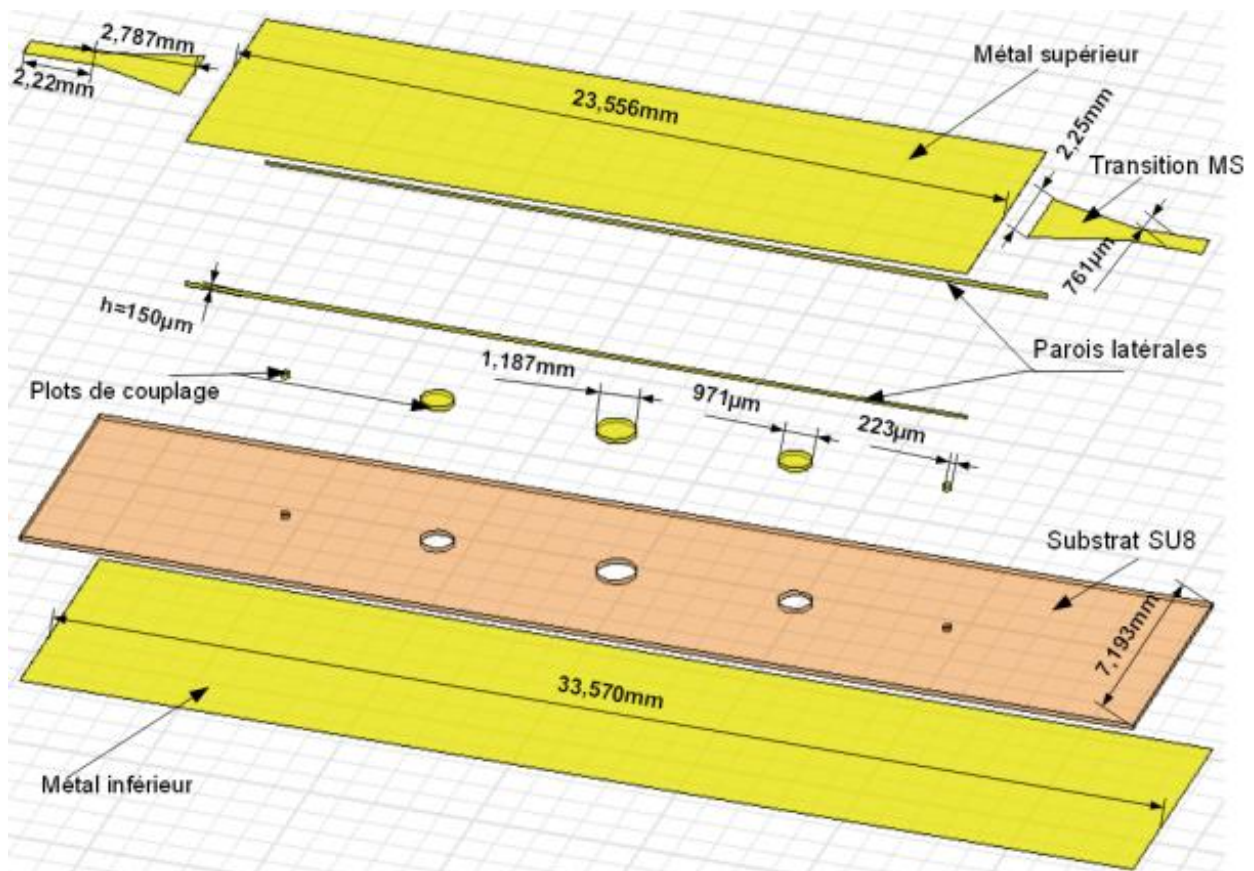


Figure 25 : Vue éclatée avec ses dimensions du filtre SIW simulé.

Pour les simulations électromagnétiques (effectuées sous HFSS™), un substrat creux en SU-8 a été remplacé par un substrat équivalent massif. Cela permet de réduire de façon drastique le temps de calcul. La Figure 26 montre une simulation des lignes de champ électrique du filtre SIW d'ordre quatre, il apparaît que le couplage entre les cavités se fait sur les cotés des résonateurs. Ce couplage, qui détermine la largeur de la bande passante, est déterminé par le diamètre des plots métalliques de couplage.

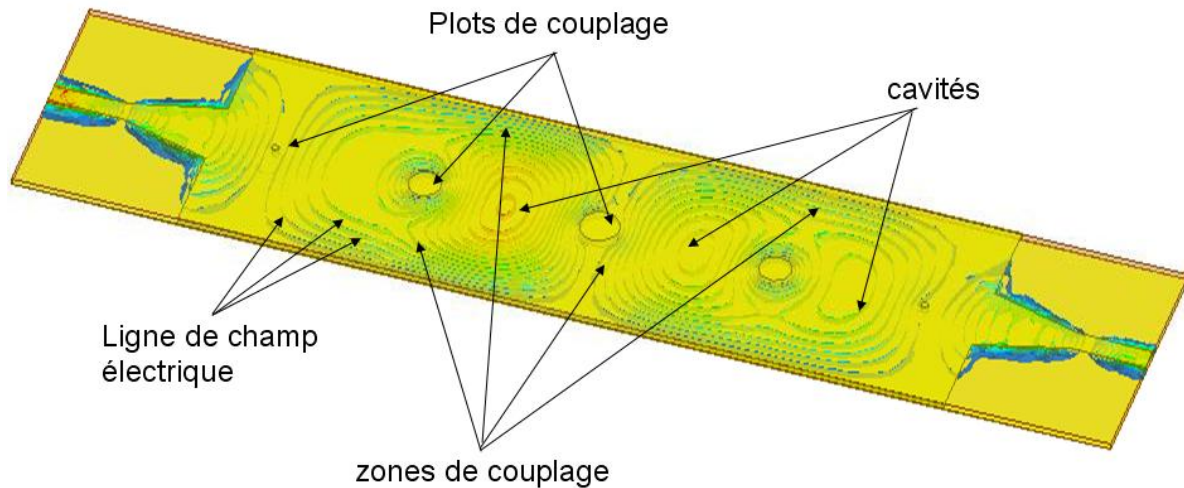


Figure 26 : Filtre SIW d'ordre 4 à post avec lignes de champ électrique

Une bande passante de 10% a ainsi pu être conçue. Ensuite pour encore alléger les simulations, l'influence de la zone de transition a été étudiée. Les résultats avec et sans les transitions sont quasi identiques Figure 27. La transition est donc bien adaptée et le passage du mode planaire vers le mode volumique, et vice versa, s'effectue correctement. Les simulations suivantes ont donc été effectuées sans tenir compte des transitions.

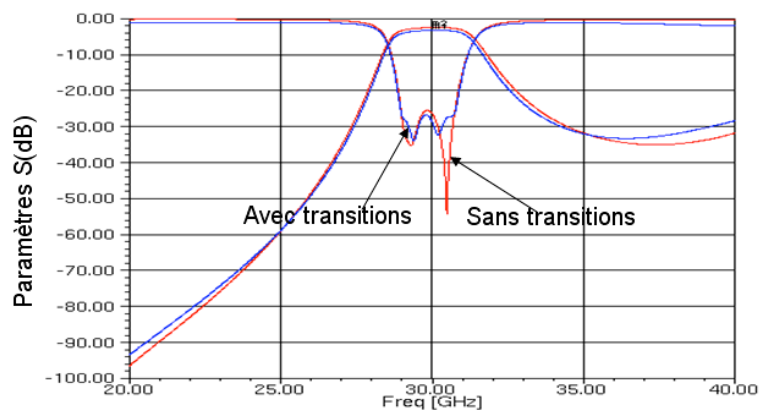


Figure 27 : Simulations du filtre avec et sans les zones de transitions microruban – guide d'onde.

II-3-3 L'accordabilité de la fréquence centrale

Contrairement aux filtres planaires dont l'accord en fréquence centrale ne nécessite qu'une modification de la longueur électrique des résonateurs, l'accordabilité en fréquence centrale de filtres volumiques est plus difficile à contrôler. Il faut modifier la quantité d'énergie électromagnétique stockée dans la cavité, ou en d'autres termes modifier le volume effectif de la cavité.

L'accordabilité microfluidique est donc réalisée par des canaux verticaux débouchant creusés dans le substrat. Pour modifier le champ électrique il est ici nécessaire de remplir ces canaux d'un liquide conducteur. Les simulations ont été effectuées avec les caractéristiques d'un liquide métallique spécifique, le Galinstan. Ce liquide sera présenté plus en détail dans la partie IV, mais en quelques mots il représente une alternative non-toxique au mercure et est constitué d'un mélange eutectique de Gallium d'indium et d'étain ; sa conductivité électrique est de $3,46.10^6 \text{ S.m}^{-1}$.

a) Cavité SIW unique

Une cavité SIW unique dont la fréquence de résonance à vide est de 30 GHz a d'abord été étudiée. Le canal vertical est placé au centre où le champ électrique est maximal. Le remplissage se fait de bas en haut et une ouverture de $100 \mu\text{m}$ de diamètre est réalisée sur le métal supérieur. Cette ouverture modélise l'évacuation du canal et est inférieure au diamètre du canal pour ajouter un effet capacitif lors du remplissage. La dynamique de la fréquence de résonance est de ce fait un cumul de deux effets, la hauteur du liquide et l'effet de la capacité.

Sur cette cavité unique, le décalage en fréquence de résonance est étudié par rapport à la hauteur du liquide pour un diamètre donné.

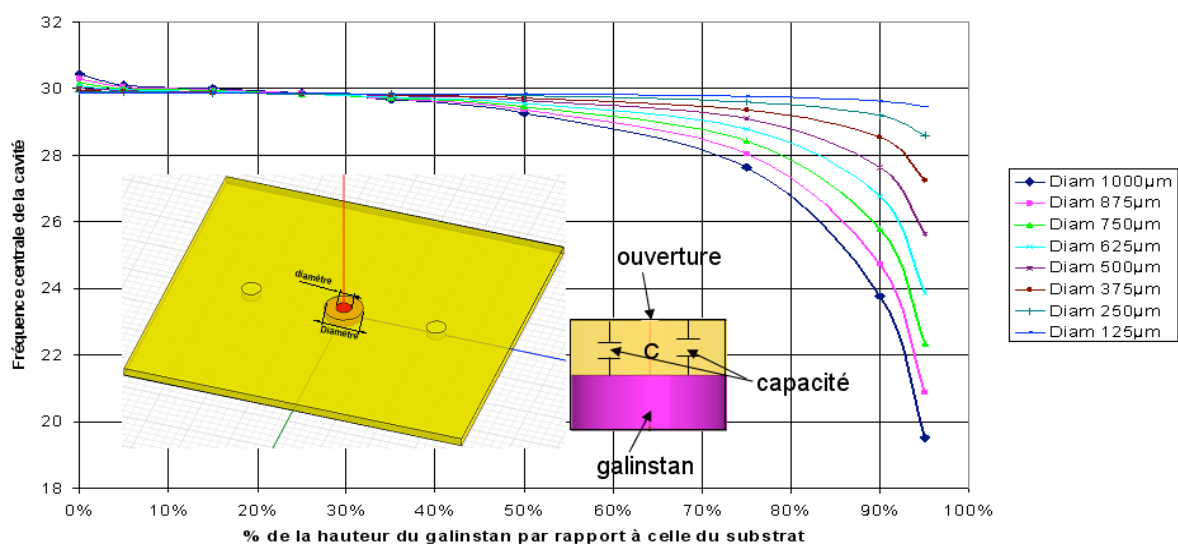


Figure 28 : Variation de la fréquence centrale d'une cavité SIW unique en fonction du % de remplissage du galinstan pour un diamètre donné.

II. Conception des filtres

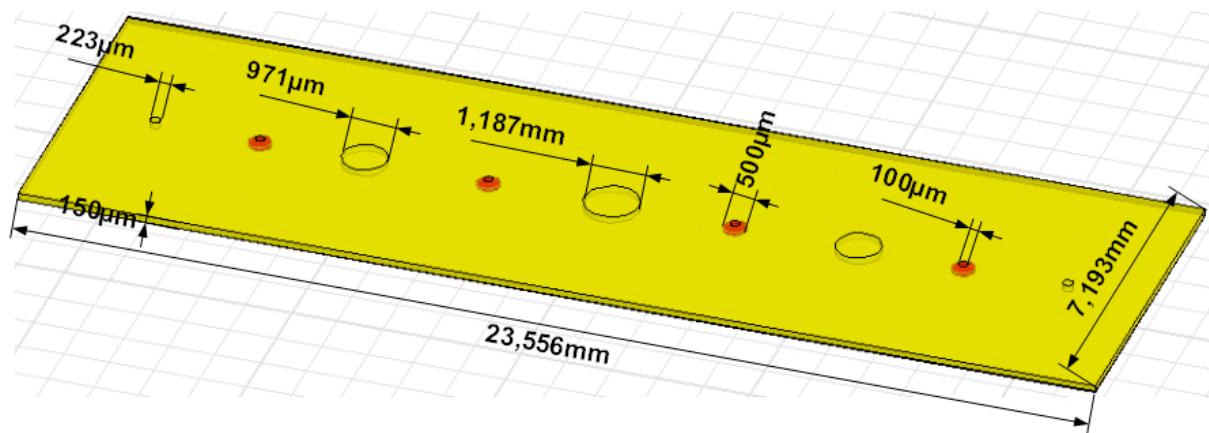
La Figure 28 présente un abaque de la variation de la fréquence de résonance d'une cavité SIW modifiée par la présence du galinstan dans les vais. Il apparaît que pour des faibles pourcentages (jusqu'à 30%) de hauteur de galinstan, la fréquence de résonance ne varie que très peu quel que soit le diamètre. Au-delà de 50% de la hauteur, des différences notables sont observées selon les diamètres. Pour des diamètres inférieurs à 500 μm , le décalage en fréquence reste faible même lorsque le tube est rempli à 90%. Au-delà 500 μm , la variation de la fréquence devient importante quel que soit le niveau de remplissage.

b) Filtre SIW d'ordre quatre

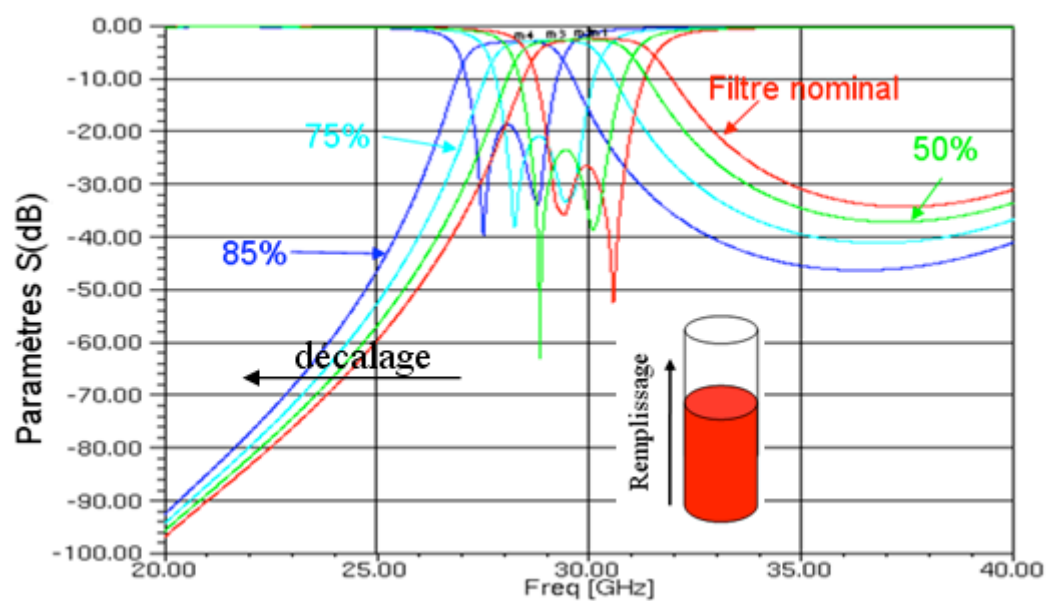
A partir des résultats obtenus sur une seule cavité, l'accordabilité en fonction de la hauteur de liquide a été étudiée sur le filtre d'ordre 4. Le diamètre des canaux retenu est de 500 μm , car il permet d'avoir une dynamique significative sans dégrader la fonction du filtre.

L'état de référence (filtre nominal) est déterminé à partir de la simulation du filtre avec les canaux d'accord vide, Figure 29(a). L'abaque précédent a montré qu'en dessous de 50% du taux de remplissage la variation était faible. Les taux retenus pour la simulation sont donc de 50%, 75% et 85%. Les décalages de fréquence centrale obtenus sont respectivement de 1.2% (la courbe verte Figure 29 (b)), 3.33% (courbe bleue claire) et 6% (courbe bleue foncée). Lorsque les tubes sont remplis à plus de 85%, le décalage est largement plus important mais il s'accompagne d'une désadaptation elle aussi importante. Cela est dû à la prépondérance de l'effet capacitif.

Finalement on peut noter que les décalages observés sur le filtre concordent avec ceux observés sur la cavité seule.



(a)



(b)

Figure 29 : Schéma du filtre SIW accordable simulé (a) et performances obtenues en fonction du taux de remplissage.

Conclusion

Le but du travail de simulation étant de montrer la faisabilité et la pertinence de filtres hyperfréquences microfluidiques, les technologies planaires ont été préférées dans un premier temps pour des raisons de simplicité de réalisation et de conception. Différentes technologies planaires existent, les principales sont le micro-ruban, le coplanaire, le multi-couche, le choix se faisant sur des critères de simplicité et d'efficacité. La filière multicouche\multi-technologie est donc écartée sur le critère de la simplicité car elle est basée sur des combinaisons de micro-ruban et de coplanaire. La filière coplanaire présente une grande souplesse de conception mais peu de lignes de champs traversent le substrat diélectrique. Or l'accord se fait par modification des propriétés électriques du substrat, l'efficacité dépend donc de la quantité de lignes de champs perturbées par le fluide. La technologie microruban est donc apparue comme la plus pertinente car elle allie simplicité de fabrication et efficacité du couplage fluidique.

En technologie planaire, plusieurs topologies peuvent être utilisées ; des filtres basés sur des stubs, des tronçons de ligne perpendiculaire, sur les couplages qui existent entre deux lignes situées à proximité, les filtres en peigne (compline) et les filtres interdigitaux en sont des exemples remarquables. Cependant les couplages sont des phénomènes complexes et difficiles à traiter analytiquement. Les stubs présentent une simplicité de conception ; et leur principal défaut, qui était de ne pas pouvoir réaliser de filtre passe bande étroite, a été résolu par la configuration DBR (Dual Behavior Resonator). Car d'un point de vue hyperfréquence, la fonction bande étroite est la plus recherchée. Les topologies retenues ont été deux filtres coupe-bande d'ordre 1, un stub quart d'onde en circuit ouvert et un stub demi onde en court-circuit, deux filtres passe bande, un stub quart d'onde en court-circuit et un stub demi onde en circuit ouvert, un filtre d'ordre quatre large bande et un filtre DBR d'ordre quatre bande étroite.

La partie I a montré que la SU-8 était le meilleur choix pour nos réseaux microfluidiques, elle a donc été choisie comme substrat. Cependant cette résine présente de fortes pertes diélectriques en hyperfréquence, c'est pourquoi un substrat creux à base de SU-8 a été retenu. Des motifs en dentelle dans la SU-8 ont permis de réaliser un substrat avec des caractéristiques proches de l'air. Les topologies précédentes ont donc pu être simulées par éléments finis. Leur accordabilité a été démontrée en utilisant les paramètres de l'eau désionisée comme véhicule liquide de la partie micro fluidique. La position du canal par rapport au stub a été étudiée, et les résultats des simulations ont montré que l'accord par un liquide diélectrique est maximal lorsque le canal est positionné à l'endroit où le champ électrique est maximal, c'est-à-dire en bout de stub pour ceux en circuit ouvert. D'autres

simulations ont montré que plus la largeur du canal est importante plus le décalage en fréquence l'est également. Cette largeur a été fixée à 250µm pour des raisons de contraintes de fabrication. Un décalage de fréquence central est obtenu pour chaque filtre et atteint même près de 20% pour le coupe bande. L'accordabilité microfluidique de filtres planaires a donc été démontrée par simulation. L'étude s'est poursuivie sur des structures plus complexes et a porté sur des guides d'ondes volumiques.

La technologie SIW « Substrate Integrated Waveguide » se base sur une technologie planaire de type microruban à laquelle on associe des faces latérales métallisées, formant ainsi des cavités intégrées au substrat, dans lesquelles se propagent des modes volumiques. Elle constitue donc un très bon compromis entre intégration des microrubans et performance des filtres volumiques. Un filtre SIW d'ordre quatre a été étudié et simulé en partant de l'hypothèse d'un substrat creux conçu pour le planaire. L'accordabilité en fréquence se fera donc par l'intermédiaire de canaux verticaux situés au centre de chaque cavité. Le diamètre de ces canaux a été optimisé sur une cavité SIW unique, puis intégré au filtre d'ordre quatre. L'accordabilité a été étudiée alors selon la hauteur du liquide. Les résultats montrent une accordabilité de 6% lorsque les canaux sont remplis à 85%. Au-delà des effets capacitifs détériorent l'adaptation.

Le couplage hyperfréquence- microfluidique a donc été démontré par simulation en planaire comme en volumique.

- [1] G. Matthaei, L. Young, et E. M. T. Jones, *Microwave Filters, Impedance-Matching Networks, and Coupling Structures*, Artech House. 1980.
- [2] C. Quendo, « Contribution à l'amélioration des performances des filtres planaires hyperfréquences : proposition de nouvelles topologies et synthèses associées », Thèse de doctorat, [s.n.], [S.l.], 2001.
- [3] C. Quendo, E. Rius, et C. Person, « Narrow bandpass filters using dual-behavior resonators », *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 51, n°. 3, p. 734-743, mars 2003.
- [4] A. Ghannam, C. Viallon, D. Bourrier, et T. Parra, « Dielectric microwave characterization of the SU-8 thick resin used in an above IC process », in *Microwave Conference, 2009. EuMC 2009. European*, 2009, p. 1041 -1044.
- [5] A. K. Verma et Z. Rostamy, « Static capacitance of some multilayered microstrip capacitors », *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 43, n°. 5, p. 1144-1152, mai 1995.
- [6] K. Wu, D. Deslandes, et Y. Cassivi, « The substrate integrated circuits - a new concept for high-frequency electronics and optoelectronics », in *6th International Conference on Telecommunications in Modern Satellite, Cable and Broadcasting Service, 2003. TELSIKS 2003*, 2003, vol. 1, p. P - III-P-X vol.1.
- [7] C. T. Bui, P. Lorenz, M. Saglam, W. Kraemer, et R. H. Jansen, « Investigation of Symmetry Influence in Substrate Integrated Waveguide (SIW) Band-Pass Filters using Symmetric Inductive Posts », in *Microwave Conference, 2008. EuMC 2008. 38th European*, 2008, p. 492 - 495.
- [8] M. Bozzi, F. Xu, D. Deslandes, et K. Wu, « Modeling and Design Considerations for Substrate Integrated Waveguide Circuits and Components », in *8th International Conference on Telecommunications in Modern Satellite, Cable and Broadcasting Services, 2007. TELSIKS 2007*, 2007, p. P-VII -P-XVI.
- [9] D. Deslandes et K. Wu, « Single-substrate integration technique of planar circuits and waveguide filters », *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 51, n°. 2, p. 593 - 596, févr. 2003.

III. Du concept à la réalisation

III-1 L'intégration du couplage RF-Microfluidique.	66
III-1-1 Présentation du procédé technologique	66
a) La SU-8	66
b) La structuration de la SU8 par laminage de film sec	67
III-1-2 Présentation des masques	71
a) Les mires	71
b) Les résonateurs et les filtres	72
c) Les motifs de calibration	73
d) Le réseau microfluidique	74
e) Les différents niveaux	74
III-1-3 Description détaillée du procédé de fabrication.	76
III-2 Les points clés du procédé	80
III-2-1 Le capotage de la dentelle.	80
III-2-2 La métallisation des vias.	81
III-2-3 Les contraintes mécaniques et leurs conséquences	85
III-3 Mesures de l'accordabilité ; validation du concept	88
III-3-1 Présentation du banc de test	88
III-3-2 Mesures à vide	89
III-3-3 Comparaison mesures - simulations	95
a) Décalage en fréquence	95
b) Pertes	98
III-3-4 Mesures avec des liquides : validation de l'accordabilité.	99
a) Position du canal	99
b) Filtres d'ordre 1	102
c) Filtres d'ordre 4	103
III-4 Vers une adaptation à du semi-volumique	106
Conclusion	108

III-1 L'intégration du couplage RF-Microfluidique.

III-1-1 Présentation du procédé technologique

Le premier chapitre a permis d'identifier les polymères photosensibles comme la solution la plus pertinente pour notre cahier des charges ; parmi eux la SU-8 présente de nombreux avantages. Car malgré ses fortes pertes diélectriques (tangente delta $\sim 10^{-2}$), nous avons montré dans le chapitre 2 que ce défaut peut être dépassé de façon avantageuse par l'utilisation d'un substrat comportant des parties creuses. Ce substrat est un élément fondamental dans la réalisation de l'accordabilité des filtres puisque celle-ci se base sur des variations localisées de ses propriétés. Nous détaillons donc ici les deux principaux choix technologiques qui ont été permis la réalisation des structures RF : la SU-8 et le laminage de films secs.

a) La SU-8

La SU-8 [1] est une résine époxyde de type novolac, associée à un solvant et à un photo-initiateur. La structure du pré-polymère est donnée en Figure 1.

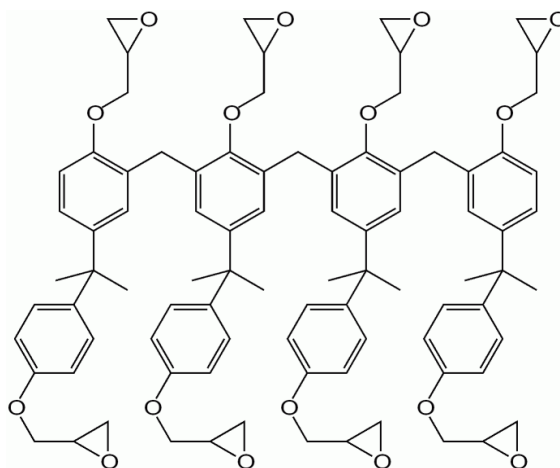


Figure 1 : Structure chimique de la résine SU-8 (glycidyl-ether-bisphenol-A novolac)

La quantité de solvant est un point important pour la micro-fabrication. Elle permet de déterminer la viscosité de la résine ; et donc l'épaisseur obtenue lors d'un dépôt effectué sur une tournette. La vitesse d'évaporation de ces solvants va aussi influencer cette épaisseur mais également d'autres propriétés telles que les contraintes mécaniques internes. On retrouve donc différents solvants : PGMEA (Propylene Glycol Methyl Ether Acetate), GBL (Gamma-Butyrolactone), MIBK (Methyl Iso-Butyl Ketone) ou encore Cyclopentanone. Le photo-initiateur est un sel de triaryl sulfonium

mélangé à un hexafluoroantimoniate, il représente environ 10% en poids de la résine. Sensible aux longueurs d'onde de l'ultraviolet (365nm-436nm), ce sel libère un acide fort lors de l'insolation qui provoque la réticulation de la résine lors du recuit thermique. Sa température de transition vitreuse est alors de $T_g = 200^\circ\text{C}$ et sa température de destruction du polymère est de $T_d = 380^\circ\text{C}$. Elle a une excellente résistance thermique, chimique, et mécanique, mais l'une de ses propriétés remarquable est sa très faible absorption optique dans le proche UV. De ce fait il est possible de structurer des couches très épaisses avec de hauts rapports de forme [2].

Cependant pour obtenir des épaisseurs importantes il est nécessaire de passer par plusieurs enductions [3]. Les épaisseurs atteignables par une simple enduction dépendent fortement de la formulation précise de la résine, et celle-ci a eu de nombreuses modifications au cours du temps. Le fabricant a développé quatre générations de SU-8 : SU-8 ; SU-8 série 20xx ; SU-8 série 20xx Flex ; SU-8 série 30xx. Chaque nouvelle formulation améliore certaines performances, ainsi la série 30xx a été développée pour améliorer l'adhésion du polymère sur la plupart des substrats. Nous avons donc utilisé cette série dont voici les caractéristiques [4]

SU-8 3000	% Solide	Viscosité (cSt)	Densité (g/ml)	Gamme d'épaisseur (μm) ²
3005	50	65	1.075	5 – 10
3010	60.4	340	1.106	8 – 20
3025	72.3	4400	1.143	20 - 70
3035	74.4	7400	1.147	25 – 90
3050	75.5	12000	1.153	35 - 120

Tableau 1 : Propriétés des différentes SU-8 de la gamme 3000.

b) La structuration de la SU8 par laminage de film sec

L'analyse bibliographique de la première partie a montré qu'il existe trois grandes techniques, résumées en Figure 2, pour réaliser des canaux microfluidiques à partir de résines photosensibles : les couches sacrificielles [5], la double insolation [6] et le report de couche [7].

² A noter que les épaisseurs sont données à titre indicatif, car les conditions de température et d'hygrométrie de la salle blanche influent considérablement sur cette grandeur.

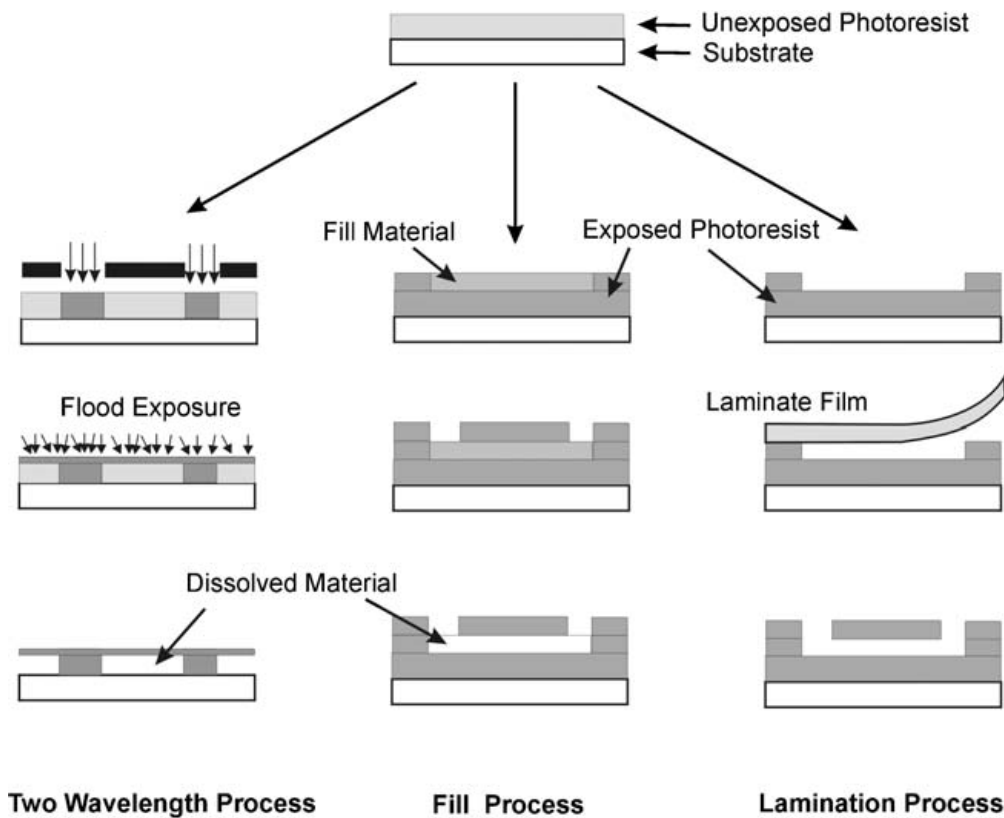


Figure 2 : Les différents procédés possibles pour la fabrication et le scellement de canaux microfluidiques à base de résines SU8 photosensibles [8].

L'objectif de notre travail est la fabrication d'un substrat creux, de ce fait la quantité de résine à enlever est considérable (autour de 60%). Or les deux premières techniques nécessitent la dissolution de résine à l'intérieur des canaux ; si les canaux dépassent quelques centimètres cela devient très difficile voire impossible. Dans le cas de l'utilisation d'une couche sacrificielle, la dissolution peut se faire plus aisément si une résine plus soluble dans les solvants que la SU-8 est utilisée, mais cela entraîne des modifications de chimie de surface qui peuvent détériorer l'adhésion entre les deux couches de SU-8. Tous ces inconvénients ne sont pas présents dans la technique de laminage d'un film sec, celle-ci a donc été retenue.

Reporter un film sec pour capoter une structure peut se faire de différentes manières. Beaucoup de travaux ont d'abord utilisé des wafers en verre comme support aux films secs [9], mais pour retirer ce support en verre il est nécessaire d'effectuer une gravure chimique. Une autre solution expérimentée est le dépôt d'une couche de téflon sur le verre pour en faciliter le retrait [10]. Mais l'utilisation d'un substrat rigide entraîne un défaut de capotage aux moindres défauts de la couche inférieure. L'utilisation d'un support flexible apparaît donc comme une solution pertinente. Des travaux de thèse menés au LAAS-CNRS [11], [12] ont mis en évidence les avantages que représente l'utilisation d'un film PET : faible adhérence avec le polymère, résistance chimique, compatibilité avec les solvants de la SU-8, transparence optique...

Le procédé de fabrication d'un film sec pour le capotage par laminage est résumé en Figure 3. Il débute par le laminage d'un adhésif double face d'une épaisseur de 50µm sur un substrat de silicium, puis d'un film de PET adhésif avec son film de protection positionné vers le haut. Ce film de protection, en PET également, a une épaisseur de 50µm et sa surface intérieure est traitée anti-adhésive. Une couche de SU-8 est alors enduite à la tournette et recuite une première fois. Le temps de ce recuit dépend de l'épaisseur visée mais celui-ci est volontairement prolongé par rapport aux données fournisseur pour évaporer le maximum de solvant, d'où l'appellation film sec. Le traitement anti-adhésif du PET permet alors de peler la bicouche PET/SU-8 du silicium et de la reporter sur les structures ouvertes. Ce report se fait à l'aide d'un laminoir dont la vitesse et la température des rouleaux sont contrôlées. La résine est ensuite insolée sous UV à travers le PET puis la réticulation est achevée lors d'un second recuit nommé Post-Exposure-Bake (PEB). La SU-8 réticulée adhère alors fortement à la couche de SU-8 inférieure et le PET peut être retiré aisément.

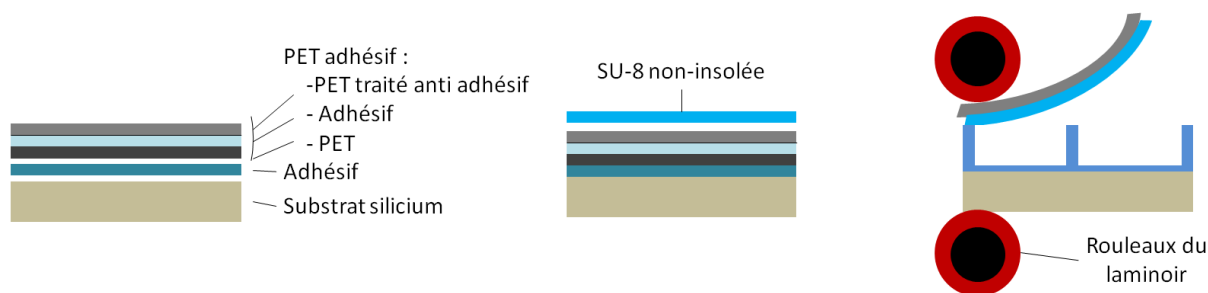


Figure 3 : La technique de laminage d'un film sec utilisée. sur un support en silicium une couche d'adhésif et un PET triple couche sont laminés, de la SU-8 est enduite de façon conventionnelle, et enfin la double couche SU-8 / "PET traité anti-adhésif est reporté par laminage sur les structures ouvertes.

Le processus technologique complet associe donc des techniques classiques de microélectronique (photolithographie, métallisation...) et des techniques de laminage de film sec de SU-8. La structure complète associant circuits RF et circuits fluidiques, schématisée sur la Figure 4, est donc fabriquée comme suit :

- La réalisation du plan de masse par une métallisation Titane – Or puis un épaissement par électrochimie,
- Sur ce plan de masse deux couches de SU-8 sont structurées par les techniques de photolithographie classique, une pour réaliser le fond des canaux, la seconde pour les murs du substrat creux et ceux des canaux microfluidiques.
- Cette structure ouverte est capotée par une couche de SU-8 laminée. La photolithographie de cette couche permet également de réaliser les entrées et les sorties microfluidiques.

III. Du concept à la réalisation

- Les lignes de transmission sont réalisées par une pulvérisation pleine plaque d'une couche de Titane - Or, puis par un épaissement par électrochimie à travers de moule de résine négative laminée.

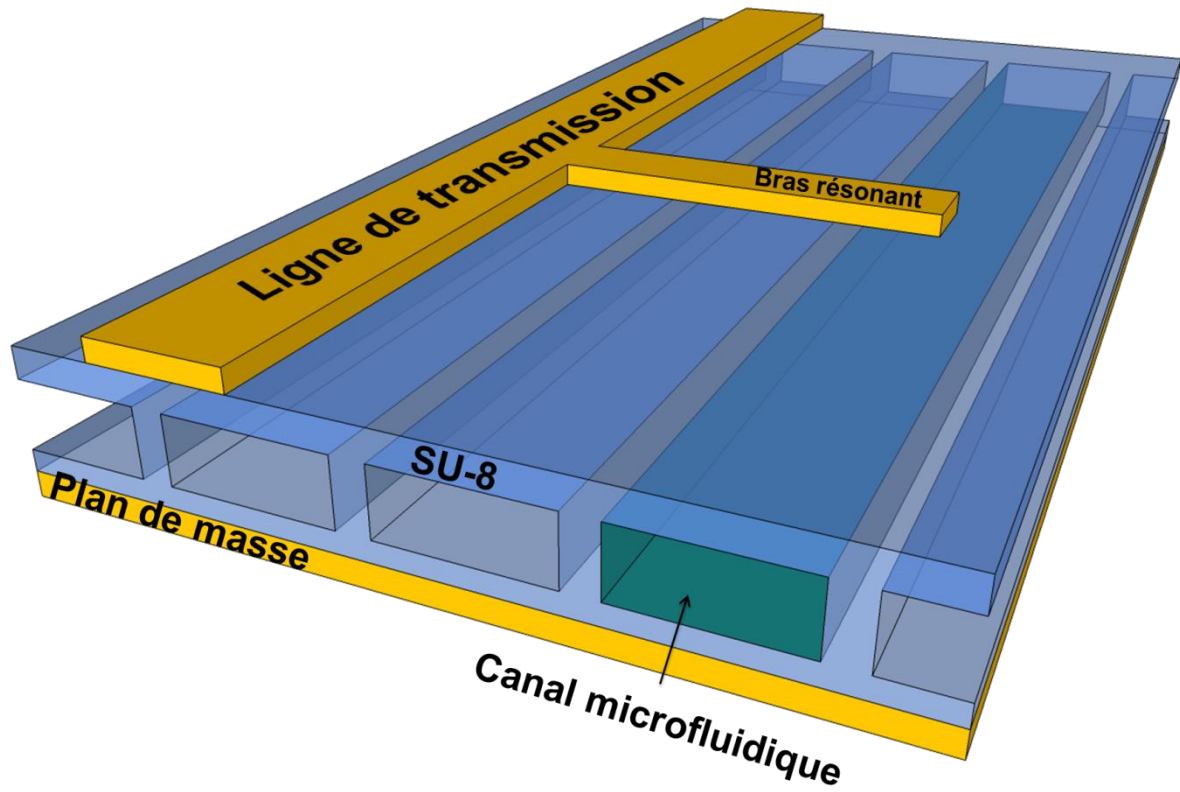


Figure 4 : Schéma de la structure RF/micro fluidique à réaliser.

III-1-2 Présentation des masques

Chaque étape de photolithographie nécessite un niveau de masque. La conception d'un jeu de masques permet d'agencer les différentes structures de tests sur les wafers et d'aligner toutes les opérations qui en permettent la réalisation. Sur la Figure 5 sont superposés les quatre niveaux de masque prévus pour un cycle complet de fabrication. Les choix ayant présidé à leur conception seront décrits point par point.

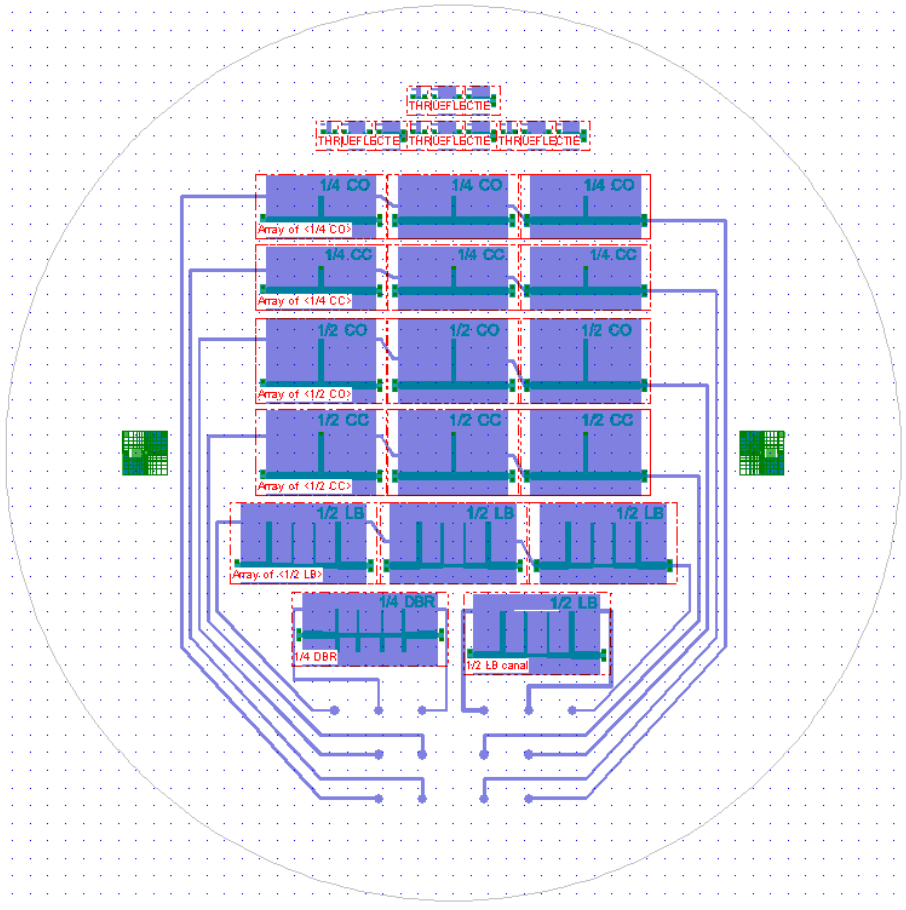


Figure 5 : Les quatre niveaux de masque superposés et comportant des structures de tests sur un wafer de diamètre 4''.

a) Les mires

La fabrication du microsystème complet nécessite quatre niveaux de masque, une par couche de SU-8 donc 3 et un pour le moule de la croissance électrochimique réalisant les lignes de transmission supérieures. On retrouve donc sur les masques des mires d'alignement, comme indiqué sur la Figure 6, qui permettent grâce à une machine d'alignement manuel des positionnements à une dizaine de microns près.

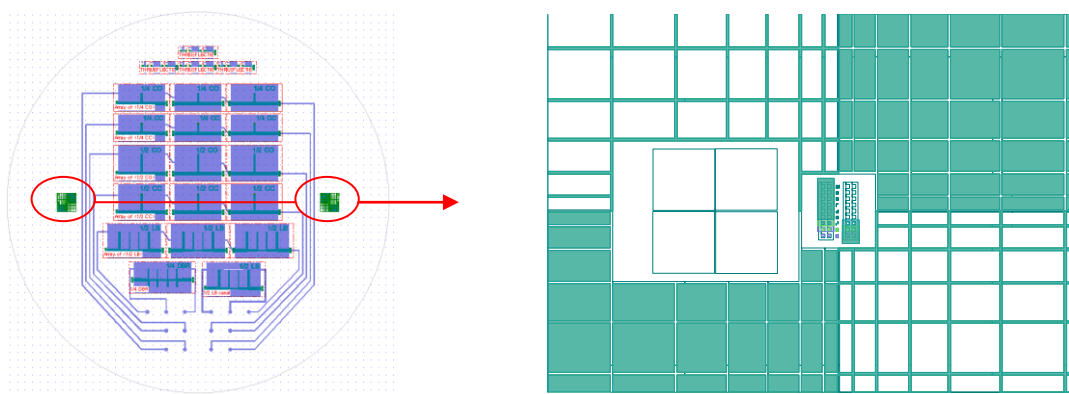


Figure 6 : Les mires d'alignement des différents niveaux.

b) Les résonateurs et les filtres

Notre jeu de masque doit nous permettre de réaliser l'ensemble des structures que l'on souhaite tester. C'est-à-dire les quatre topologies de résonateurs et les deux de filtres, avec pour chacun d'entre eux différentes positions du canal. On retrouve donc sur chaque ligne trois résonateurs identiques pour pouvoir tester les trois positions de canal différentes. Et sur chaque ligne une topologie différente est étudiée : résonateur quart d'onde en circuit ouvert, résonateur quart d'onde en court-circuit, résonateur demi-onde en circuit ouvert, résonateur demi-onde en circuit court, filtre large bande d'ordre 4 puis sur la dernière ligne il y a un filtre DBR d'ordre 4 passe bande étroite et un autre filtre large bande d'ordre 4.

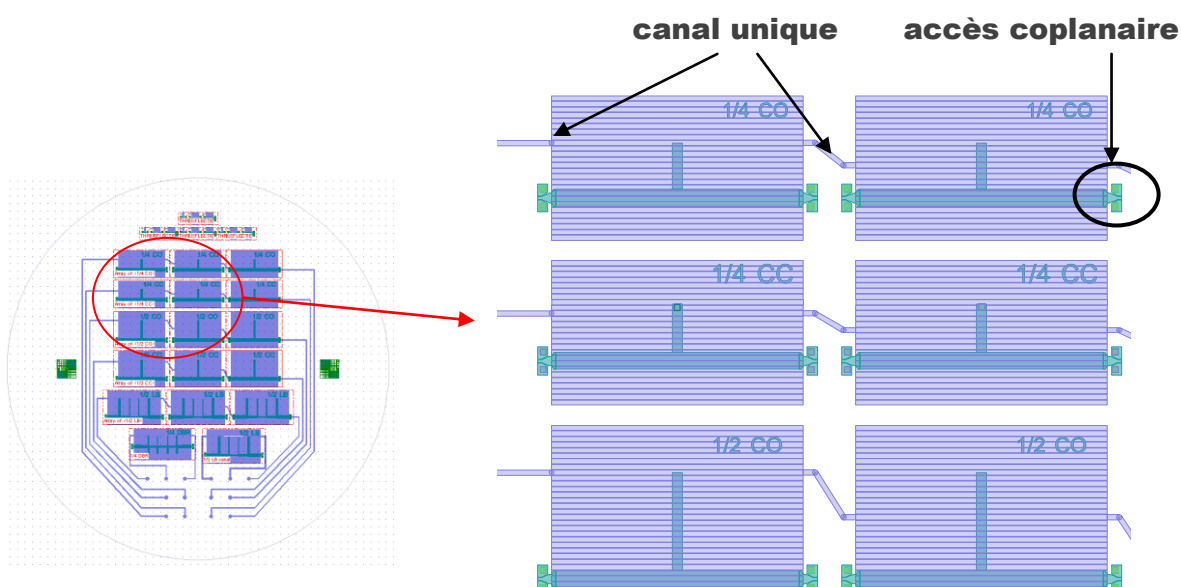


Figure 7 : Répartition des différentes structures de tests avec un zoom sur la mise en série des résonateurs identiques

c) Les motifs de calibration

Comme on peut le voir sur la figure précédente les lignes micro-rubans se terminent par des accès coplanaires. L'explication vient des contraintes de caractérisation. Les mesures sont effectuées sur une station sous pointes à l'aide de sondes coplanaires. Deux raisons à cela : nous ne possédons pas de cellules de mesures micro-rubans pour les fréquences souhaitées ; mais surtout, les méthodes de caractérisation micro-ruban ajoutent des difficultés de fabrication des échantillons. En effet l'utilisation d'une cellule à mâchoire nécessite la découpe précise de chaque résonateur, ainsi qu'un accès au plan de masse soit par la face arrière soit par la tranche, et des accès microfluidiques au plus proche de la ligne de transmission. Nous avons donc préféré concevoir une transition pour passer du mode de propagation coplanaire à celui du micro-ruban et vice versa.

Par contre ces transitions introduisent des pertes. Pour s'en affranchir, des motifs de calibration, comme on peut les voir en Figure 8, déplacent le plan de référence du plan des pointes au plan d'accès du micro ruban. C'est une calibration TRL, (Through : court-circuit des accès, Reflect : circuit ouvert des accès, Line : ligne de 50 ohm). La calibration TRL est préférée lorsque l'on ne dispose pas de motifs de calibration dans le même type de connecteur que la structure à tester, comme c'est le cas avec nos plaquettes mesurées avec des sondes. Les trois motifs du TRL sont plus faciles à fabriquer et à caractériser que les quatre du SOLT (méthode de calibration très fréquemment utilisée comprenant quatre motifs : Short : Court-circuit des trois pointes de chaque sondes coplanaires, Open : sondes en l'air, Load : chargement d'une résistance de 5 ohm entre chaque pointes des sondes coplanaires, Through : Connexion court-circuitée de chaque pointe en vis-à-vis des deux sondes). Ce kit a été dupliqué quatre fois pour minimiser les risques de défauts d'un motif.

L'introduction de transition implique la fabrication de vias pour relier les masses électriques des lignes coplanaires au plan de masse inférieur. Et pour cela des trous métallisés ont été réalisés dans la SU-8, représentés par les carrés vert de la Figure 8. On retrouve par ailleurs ce type de vias aux extrémités des bras résonants chargés en court-circuit.

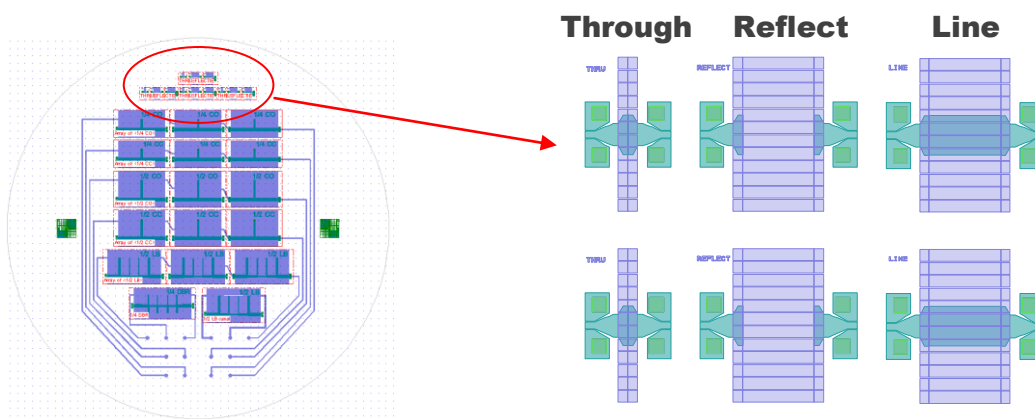


Figure 8 : les différentes structures de la calibration TRL.

d) Le réseau microfluidique

Il y a donc 17 motifs et 4 kits de calibration à tester. La surface nécessaire est déjà importante mais il faut ajouter à cela toute la connectique fluidique. Elle est constituée de cubes de PDMS de 4 millimètres de côté, dans lesquels vient s'insérer un tube en téflon. Ceci est relativement encombrant voire gênant pour le passage des pointes et porte-pointes lors des mesures. Ainsi pour limiter le nombre de plots de PDMS, l'alimentation en fluide des résonateurs d'une même ligne a été mise en série. Un même canal permet donc de tester les trois positions différentes (bout, milieu et pied de stub respectivement de gauche à droite sur le masque), le nombre de connectiques est ainsi divisé par trois. De plus toutes les entrées et sorties de ces canaux ont été déportées vers le bas du wafer, pour laisser libre le champ d'actions des pointes RF, Figure 9.

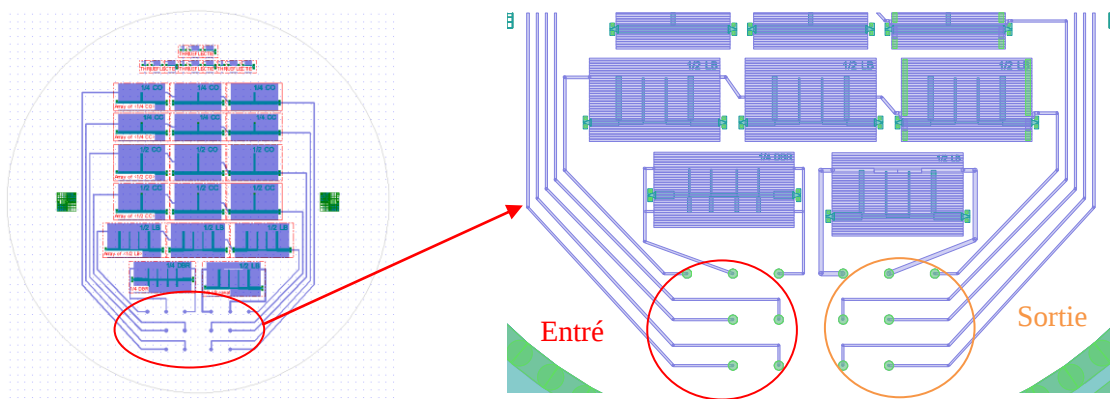


Figure 9 : les différentes structures d'entrées /sorties fluidiques

e) Les différents niveaux

Le jeu de masques est constitué de 4 niveaux reproduits en Figure 10. Le premier structure la couche de SU8 de 10 μm qui protège le plan de masse des liquides. On retrouve donc seulement les ouvertures pour la connexion des masses au niveau des transitions. Le deuxième niveau structure la couche de SU8 de 150 μm qui réalise la dentelle, on y retrouve évidemment les ouvertures des vias. Le troisième est identique au premier niveau car il réalise les ouvertures pour les vias sur le capot mais on y trouve en plus les ouvertures pour la connectique fluidique. Enfin le dernier niveau permet de structurer la résine négative pour le moule de la croissance électrochimique.

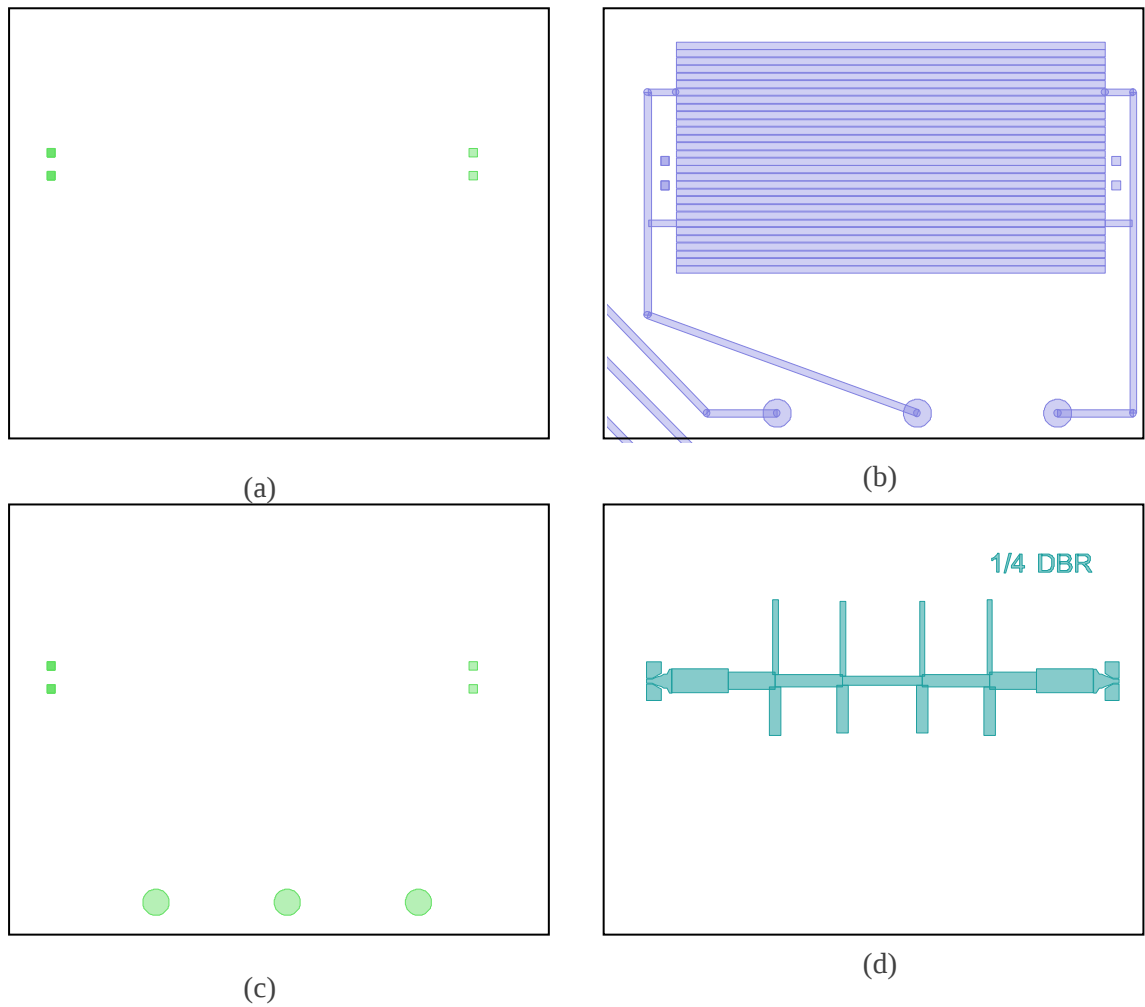


Figure 10 : Les différents niveaux de masque sur un exemple, le filtre DBR. Sur le premier niveau (a) il y a seulement les vias ; sur le second b) on retrouve les vias et la structure en dentelle ; le troisième niveau (c) définit l'ouverture des vias et des entrées /sorties fluidiques sur le capot de SU-8 ; le dernier niveau (d) définit la métallisation du résonateur.

III-1-3 Description détaillée du procédé de fabrication.

La structure, illustrée par le schéma de la figure 4 de la précédente partie, est donc réalisée par l'intermédiaire des différents masques décrits précédemment selon le procédé suivant :

- Nettoyage du wafer

Un wafer (en général de Si ou de verre) de 4'' est nettoyé par « piranha », c'est-à-dire un mélange 50-50 de H_2O_2 et de H_2SO_4 . La nature de ce substrat importe peu car il n'a aucune influence sur les performances des futurs dispositifs RF. Les ondes électromagnétiques sont arrêtées par le plan de masse, tous les éléments situés en dessous sont donc invisibles pour les lignes de champs. Cependant, ce substrat sert de support physique pendant tout le processus de fabrication. La résistance mécanique n'est donc pas négligeable car la SU8 présente de fortes contraintes internes, ceci implique des déformations d'autant plus fortes que la couche est épaisse. Le support doit donc être suffisamment rigide (résistant à la flexion) pour éviter qu'il ne se déforme ; une flèche trop importante peut en effet poser problème dans les équipements de photolithographie ou de dépôts. Ainsi nous avons privilégié des supports suffisamment épais (au moins 1mm d'épaisseur) indépendamment de leur nature (Silicium, verre...).

- Métallisation

Une couche de Titane de 50nm et une couche de 100nm d'or sont déposées par pulvérisation cathodique puis l'or est épaissi à $2\mu m$ par électrochimie dans un bain d'électrolyse. La couche de titane permet d'améliorer l'accroche de l'or sur le wafer et l'épaississement permet de dépasser l'épaisseur de peau, nous y reviendrons dans la partie mesure.

- 1ère couche de SU-8

Sur ce plan de masse, trois couches de SU-8 3000 sont déposées chacune avec une épaisseur singulière. La plage de viscosité de la SU-8 3000 permet d'obtenir des épaisseurs entre 4 et $150\mu m$ en une seule enduction. La série 3000 a été développée par le fabricant MicroChem pour améliorer l'adhérence et réduire les contraintes dues à l'enduction. Quelle que soit l'épaisseur désirée les étapes de structuration restent les mêmes, seuls les paramètres varient. Les étapes classiques sont donc une enduction, un premier recuit effectué sur plaque chauffante, une insolation UV, un recuit post-insolation et un développement de la résine.

La première couche de SU-8 a pour but de protéger le plan de masse des liquides qui vont circuler dans les canaux et obtenir un plancher pour réaliser les futurs canaux en SU-8. Les seules ouvertures à réaliser sont pour les vias électriques au niveau des transitions (cf. partie précédente avec le premier

niveau de masque). Cette couche a une épaisseur de 10 μm , les paramètres que nous avons utilisés sont les suivant :

SU-8	enduction	pré-recuit
3005	vitesse : 900 Tr.min-1 accélération : 3000 Tr.min-1.s-1	1 min @ 65°C, rampe de 10°/min jusqu'à 95°C 7 min @ 95°C rampe -5°/min jusqu'à 25°C
insolation	recuit post-insolation	développement
95 mJ.cm-2 1er niveau de masque	1 min @ 65°C, rampe 10°/min 3 min @ 95°C rampe -5°/min jusqu'à 25°C	5 min PGMEA

- 2ème couche de SU-8

La deuxième couche réalise les murs de la dentelle et des canaux microfluidiques. Elle a une épaisseur de 150 μm , la limite haute de ce que peut faire la SU-8 3000 en une seule enduction. L'enduction à la tournette se fait après un plasma d'oxygène de 200 W de 30s pour améliorer l'adhérence entre les couches de SU-8. De plus l'insolation se fait au travers d'un filtre UV à 365 nm. Les paramètres sont donc les suivant :

SU-8	enduction	pré-recuit
3050	vitesse : 1000 Tr.min-1 accélération : 2000 Tr.min-1.s-1	1 min @ 65°C, rampe de 10°/min jusqu'à 95°C 65 min @ 95°C rampe -5°/min jusqu'à 25°C
insolation	recuit post-insolation	développement
460 mJ.cm-2 avec un filtre à 365nm 2ème niveau de masque	1 min @ 65°C, rampe 10°/min 3 min @ 95°C rampe -5°/min jusqu'à 25°C	15 min PGMEA

- 3ème couche de SU-8

La troisième couche de SU-8 3025 constitue le capot de 20 μm de la dentelle et des canaux. Ce capot est réalisé par la technique de laminage ; les paramètres de fabrication de cette couche sont donc adaptés par rapport au procédé précédemment décrit. Les paramètres de vitesse et d'accélération sont classiques, par contre le temps de pré-recuit est augmenté de 50% pour évaporer le maximum de solvants. Après un plasma d'oxygène de 200 W pendant 30 secondes sur les murs de la dentelle, le

III. Du concept à la réalisation

film sec est donc laminé à 2 bars et 65°C de température des rouleaux. Le procédé se poursuit par l'insolation de ce capot dont la durée est augmentée pour compenser les pertes de puissance dues à l'introduction du film de protection de 50µm d'épaisseur entre le masque et la résine. De plus, pour une meilleure définition des flans, un filtre UV à 365 nm est utilisé. Le recuit-post insolation se fait normalement, le film en PET est retiré et finalement la couche est développée dans un bain de propylène glycol acétate d'éther méthylique (PGMEA).

SU-8	enduction	pré-recuit	
3025	vitesse : 5000 Tr.min-1 accélération : 5000 Tr.min-1.s-1	1 min @ 65°C, rampe de 10°/min jusqu'à 95°C 50 min @ 95°C rampe -5°/min jusqu'à 25°C	

Laminage	insolation	recuit post-insolation	développement
Pression : 2 bars	95 mJ.cm-2	1 min @ 65°C, rampe	15 min
Température des rouleaux : 65°C	avec un filtre à 365nm 2eme niveau de masque	10°/min 3 min @ 95°C rampe -5°/min jusqu'à 25°C	PGMEA

La structuration du substrat comportant le plan de masse, la dentelle et les canaux fluidiques est ainsi achevée. A partir de là seules les lignes de transmission situées sur le capot de la structure restent à réaliser.

- Métallisation de la partie supérieure

Après un plasma de 500W pendant 2 minutes pour éliminer tous les éléments volatiles et non-réticulés, la structure en SU-8 est introduite dans le bâti de pulvérisation pour déposer 50 nm de titane et 100 nm d'or. Le choix de pulvérisation est primordial car la métallisation doit recouvrir les flans verticaux des vias. En effet, à la différence de l'évaporation, la pulvérisation n'est pas directionnelle.

Après un autre plasma de 200W et de 30s, un film sec de résine négative de 15 µm est laminé à 2 bars et 65°C sur la couche métallique, puis insolé avec une dose de 55 mJ.cm⁻² et développé dans un bain alcalin. Cette couche constitue le moule pour la croissance électrolytique.

Une croissance de cuivre est donc effectuée. Une croissance d'or aurait pu être envisageable mais ces films sont développés spécialement pour les bains de métallisation acide tels que les bains de cuivre ou de nickel et ils ne résistent pas aux bains basiques de l'or.

Après la dissolution du moule en résine et la gravure de la couche de croissance en Ti/Au, les 2 μm de cuivre réalisent les lignes de transmission. Celles-ci seront ensuite recouvertes d'une couche d'or effectuée par électroless à échange atomique pour prévenir l'oxydation du cuivre. On peut voir les structures micro-rubans ainsi réalisées Figure 11, Figure 12.

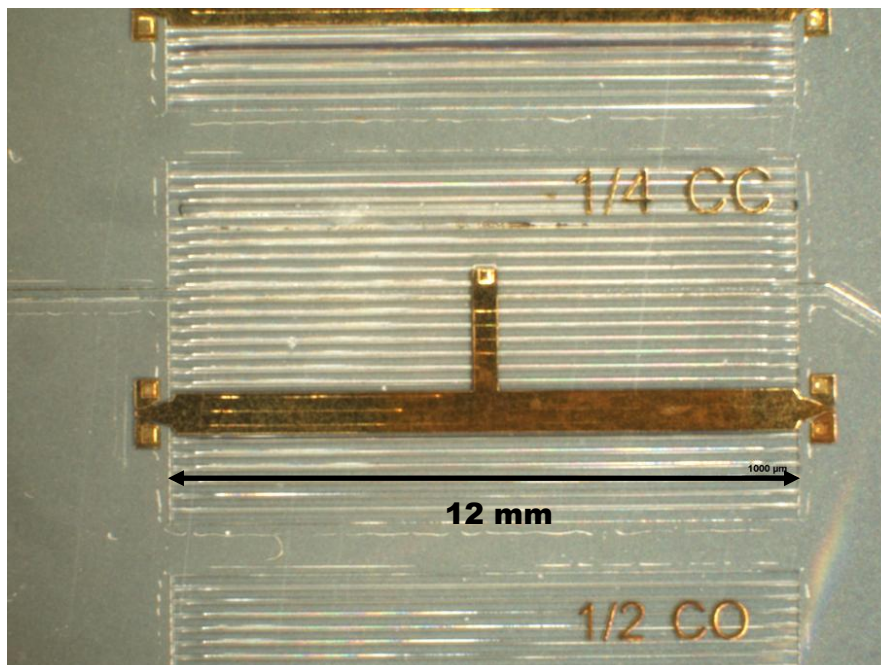


Figure 11 : Photographie d'un résonateur quart d'onde.

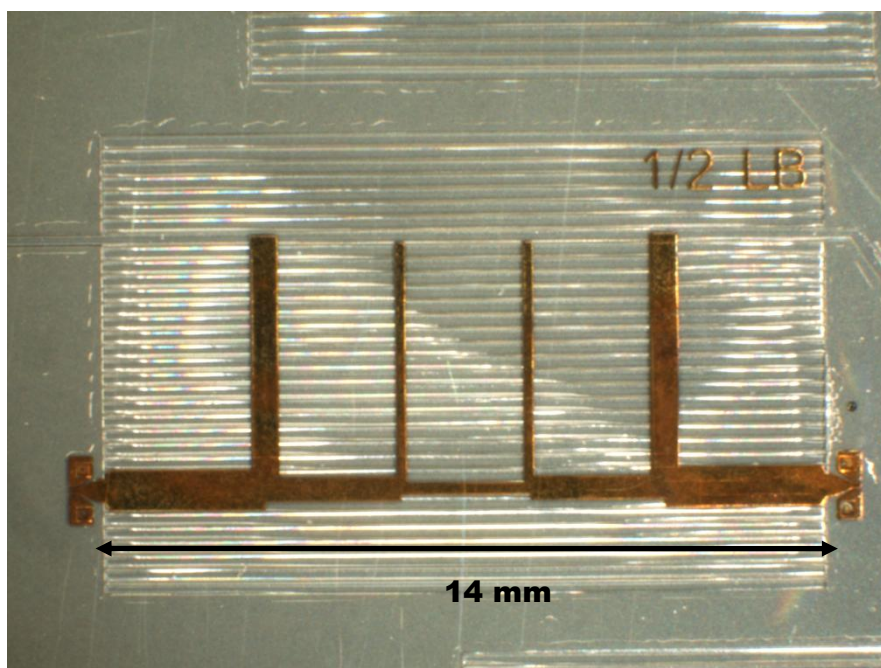


Figure 12 : Photographie d'un filtre passe bande d'ordre quatre.

III-2 Les points clés du procédé

Le procédé de fabrication décrit au paragraphe précédent, est le résultat d'un long travail d'optimisation durant lequel il a fallu surmonter de nombreuses difficultés. Nous portons ici un éclairage particulier aux principaux problèmes rencontrés liés à la spécificité de ces travaux, c'est-à-dire la métallisation d'un capot en SU-8 et de ses ouvertures.

III-2-1 Le capotage de la dentelle.

Le premier objectif du capot est la réalisation de la structure en dentelle. Le premier critère de réussite est donc l'allure du profil. Les précédents travaux de thèse sur le laminage [11], [12] ont permis de mettre au point la technique de laminage et de déterminer les paramètres optimaux. Cependant leur but était de fermer des canaux insérés dans un bloc de résine conséquent, c'est-à-dire que les murs porteurs du capot étaient au moins aussi larges que le canal. Ici les contraintes dimensionnelles sont plus critiques, les murs porteurs sont dix fois moins larges que les canaux (25 μm contre 250 μm de canal.). Ainsi il a fallu faire quelques ajustements pour conserver une planéité suffisante du capot. Les paramètres qui ont été étudiés sont ceux disponibles sur le laminoir : la température, la pression et la vitesse de rotation des rouleaux, Figure 13.



Figure 13 : Le laminoir Shipley et ses paramètres

Les premiers capotages effectués ont donné des résultats corrects. Mais comme on peut le voir sur la Figure 14, les profils présentaient un léger encastrement du capot. Les tentatives d'ajustement effectuées sur les paramètres du laminoir n'ont pas amélioré les profils et ont confirmé les optimums trouvés par les précédents travaux. Il a donc été nécessaire d'intervenir sur un autre paramètre : la

rigidité du film sec. Ce paramètre dépend de l'épaisseur de résine et de la rigidité du support en PET. Augmenter l'épaisseur de résine n'est pas souhaitable puisque le but est d'en conserver le moins possible. Un film de PET plus épais de 150µm a donc été utilisé à la place du film de 50µm. L'encastrement est ainsi supprimé et des variations de seulement 2 µm ont pu être obtenues entre deux piliers.

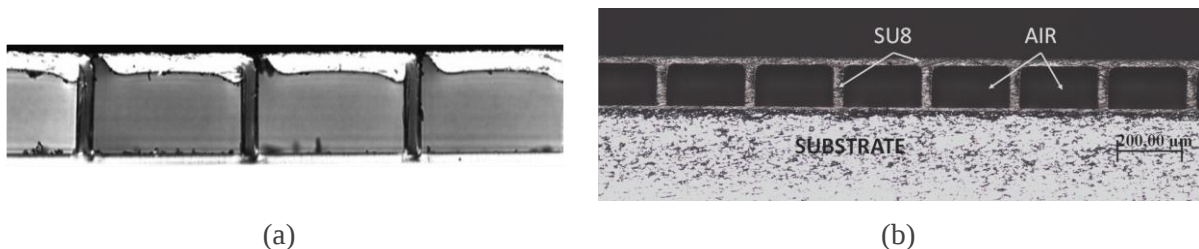
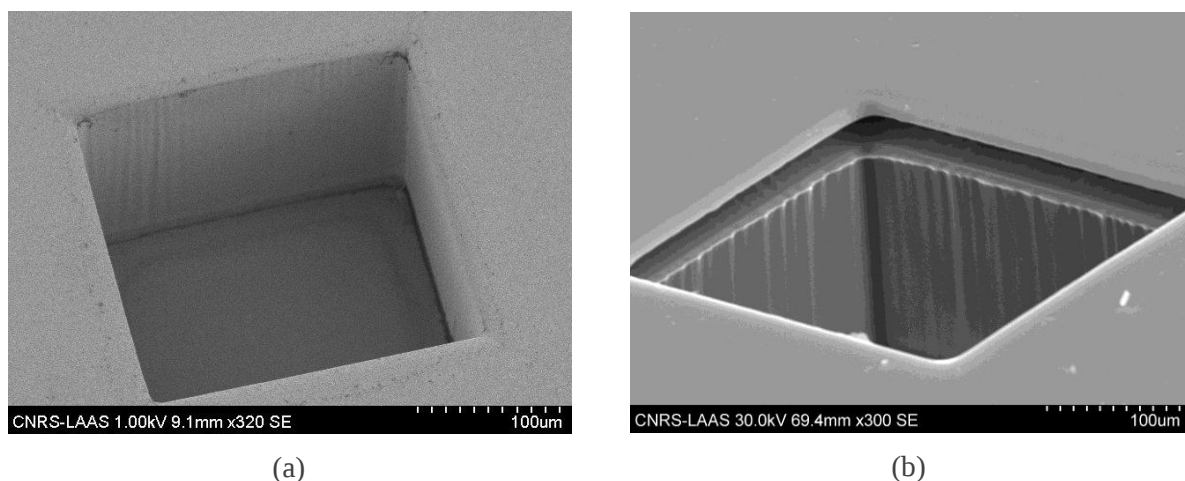


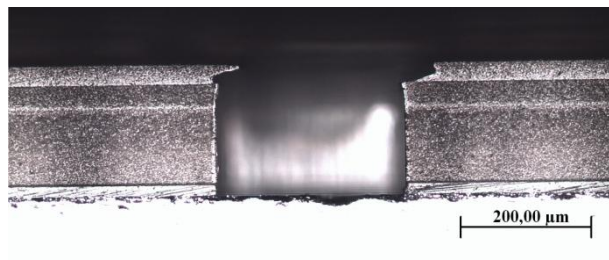
Figure 14 : Profil de capotage avant optimisation (a) et après optimisation (b)

III-2-2 La métallisation des vias.

Quelques ajustements sur les paramètres de laminage ont donc permis d'obtenir de très bons profils de structures. Cette dentelle est la première spécificité de fabrication, la deuxième est la métallisation des vias, ces ouvertures (destinées à être métallisées) effectuées au travers de l'empilement des trois couches de SU-8. Leur dimension est de 300µm de côté sur 180µm de profondeur. Les difficultés rencontrées à cette étape ont mis en lumière un problème inhérent à la technique de capotage utilisée.

Les premiers tests de pulvérisation cathodique ont validé le recouvrement métallique des flans d'une cavité de cette dimension. Cependant sur les structures réelles le contact électrique entre le plan de masse supérieur et le plan de masse inférieur n'était pas systématique ou alors avec des valeurs d'impédance élevée. Les examens et observations effectués en post-fabrication ont permis d'identifier l'origine du problème : l'empilement des trois couches de SU-8 n'est pas parfait. La Figure 15 montre des profils en casquette à l'interface de la deuxième couche de résine et du capot.

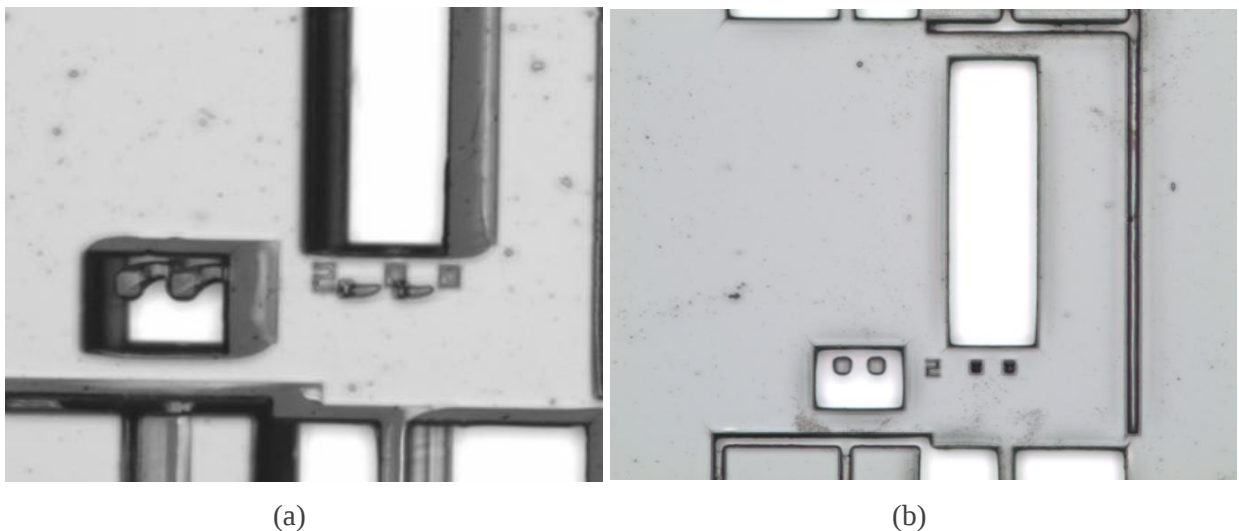




(c)

Figure 15 : Test de métallisation sur un via structuré sur une seule couche (a), métallisation d'un via réel et apparition d'un profil inversé (b), coupe d'un via avec le profil inversé (c)

Des tests ont montré que l'origine de ces déplacements est la présence du film PET (PolyEthylène Téréphtalate) pendant le recuit post-insolation. La SU-8 et le PET n'ont pas les mêmes coefficients de dilatation thermique, respectivement 52ppm/K et 22ppm/K. De ce fait la réticulation est localement perturbée. Une solution évidente serait de retirer le PET avant le recuit, et c'est d'ailleurs ce test qui nous a permis de valider le rôle du PET comme le montrent les photos de la Figure 16.



(a)

(b)

Figure 16 : Recuit Post-insolation effectué avec le PET (a) et sans le PET (b) ; dans le premier cas la réticulation est perturbée par le PET.

Le retrait du PET avant le recuit n'est pas, dans notre cas, une solution viable car les structures suspendues restent accrochées au film plastique. L'explication est liée au processus de réticulation de la SU-8. Celle-ci s'effectue en 2 étapes : l'insolation libère un acide fort (l'acide fluoroantimonique) puis les liaisons epoxy sont créées pendant le recuit sous l'effet catalytique de l'acide. De ce fait, avant recuit, la résine n'est pas réticulée. De même une réduction de la température de recuit ne solutionne pas ce problème. Il existe un seuil de puissance thermique en dessous duquel la réticulation ne se fait pas, et celui-ci se situe aux environs de 55°C. Cette température est trop élevée et les effets de la

différence de coefficient de dilatation thermique sont déjà trop importants. De plus, moins la température de recuit est haute, moins la réticulation est complète, moins la tenue mécanique de la couche est bonne.

La solution idéale serait pourtant de pouvoir retirer le PET avant l'insolation et cela est possible avec des films secs industriels, mais leurs principaux inconvénients, par rapport aux films secs de fabrication maison, sont leur coût et le choix limité de leur épaisseur [13].

Aucune solution satisfaisante n'a donc été développée car malgré ces problèmes de profil inversés, la continuité du film métallique a pu être obtenue grâce au caractère omnidirectionnel de la pulvérisation. Le problème a donc été déplacé sur la structuration du métal. Et, au début des travaux, le métal le plus conducteur disponible dans le bâti de pulvérisation était l'aluminium. Le procédé initial était donc un dépôt d'un micromètre d'aluminium puis une gravure humide pour délimiter les lignes de transmission à l'aide d'une résine de protection. La difficulté rejaillissait donc sur le dépôt de résine : comment la déposer sur des profils inversés ? Malheureusement cela n'est pas possible, mais des bouchons en résine négative laminés ont permis de réaliser des premières structures fonctionnelles. Les vraies améliorations ont été permises par l'acquisition d'une cible d'or pour le bâti de pulvérisation. La métallisation épaisse puis la gravure est remplacée par une métallisation fine puis un épaissement. Cela présente plusieurs avantages. Il n'est plus nécessaire de protéger les flans des vias. Les défauts de métallisation, tels qu'un manque ou une épaisseur trop fine, peuvent être corrigés par la croissance électrochimique. Et l'élément clé est encore une fois la réalisation du moule en résine. Les dépôts par tournette ou par spray de résine positive ne conviennent pas car il est extrêmement difficile d'éliminer toutes traces de résines à l'intérieur des vias. Or la moindre trace empêche la croissance et cela donne des dépôts non uniformes à l'intérieur des vias comme on peut le constater sur la Figure 17.

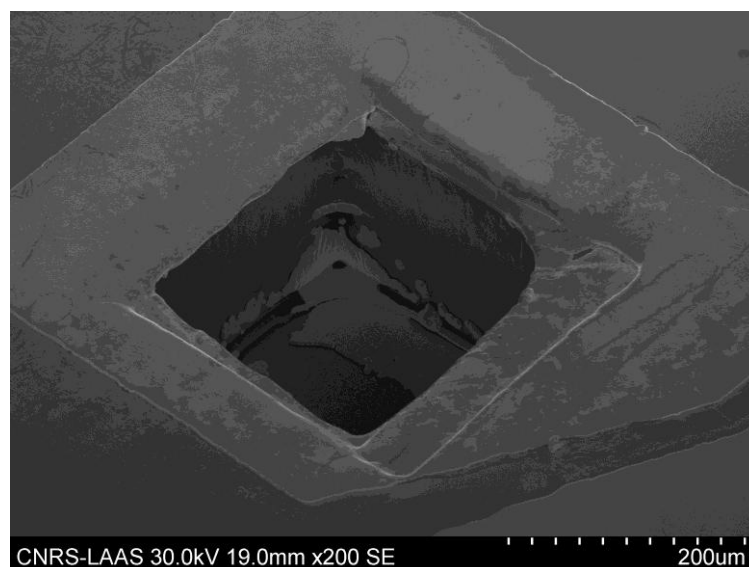
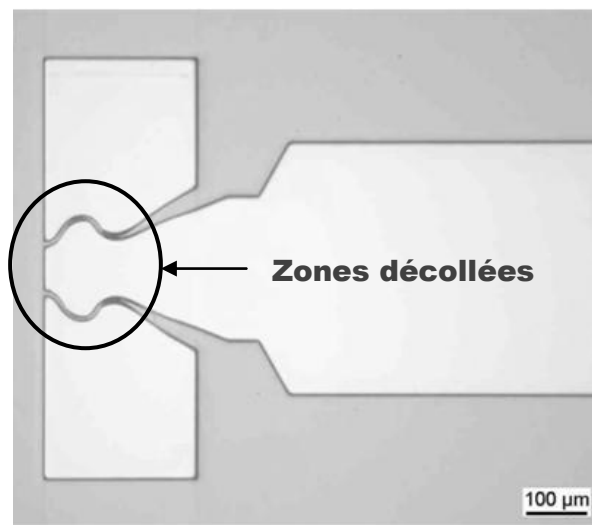


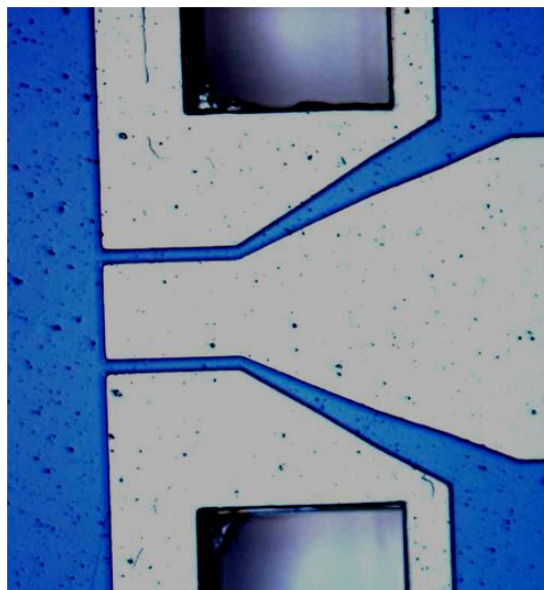
Figure 17 : Croissance de métal non-uniforme à l'intérieur des vias due à des traces résiduelles de

résine

La solution pour réaliser les moules de croissance est une nouvelle fois venue du laminage. Des films secs de résine négative ont ainsi permis de dépasser le problème des flans inversés et la nécessité de protéger les flans des vias ou de développer de la résine à l'intérieur des vias. La seule difficulté a été de trouver un film sec avec une résolution de 15 μm et une bonne adhérence. La Figure 18 (a) montre la sensibilité des zones fines, où le moindre défaut peut entraîner un décollement. La résolution de ces films secs sont généralement de 1 pour 1 c'est-à-dire la résolution que l'on peut obtenir est égale à l'épaisseur du film. Le seul film que nous avons trouvé avait une épaisseur de 15 μm , la limite acceptable pour nos motifs. Moyennant quelques étapes de préparation de surface, le moule en résine a pu être obtenu, Figure 18 (b).



(a)



(b)

Figure 18 : Film sec de résine négative avec une résolution inférieure à $15\mu\text{m}$ (a) et une résolution de $15\mu\text{m}$ (b).

III-2-3 Les contraintes mécaniques et leurs conséquences

Le paragraphe précédent a montré la non-trivialité de la métallisation des vias. Et sans le préciser clairement, il s'agissait principalement des vias situés au niveau des transitions. En effet ceux situés en bout de bras résonants, pour le chargement en court-circuit, présentent quelques spécificités. A la différence de ceux des transitions, ces vias se situent au dessus de la dentelle, Figure 19.

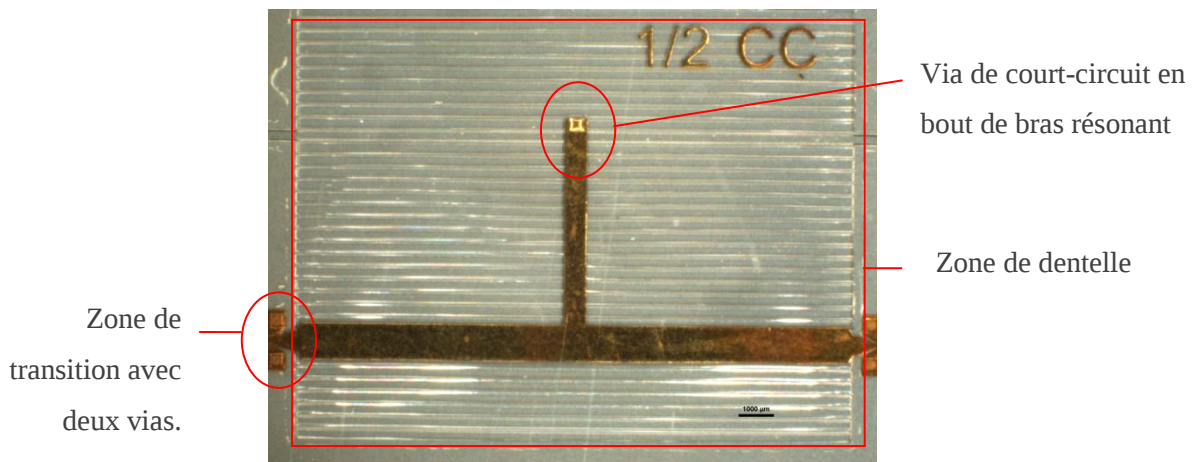


Figure 19 : Vue de dessus d'un circuit résonnant indiquant la localisation des différents vias.

Une différence a été observée au niveau de l'ouverture de la couche de SU-8 du capot, dont la spécificité est d'avoir été laminée. Sur un même résonateur, les vias situés au niveau des transitions pouvaient être ouverts et celui en bout de stub pas du tout (Figure 20).

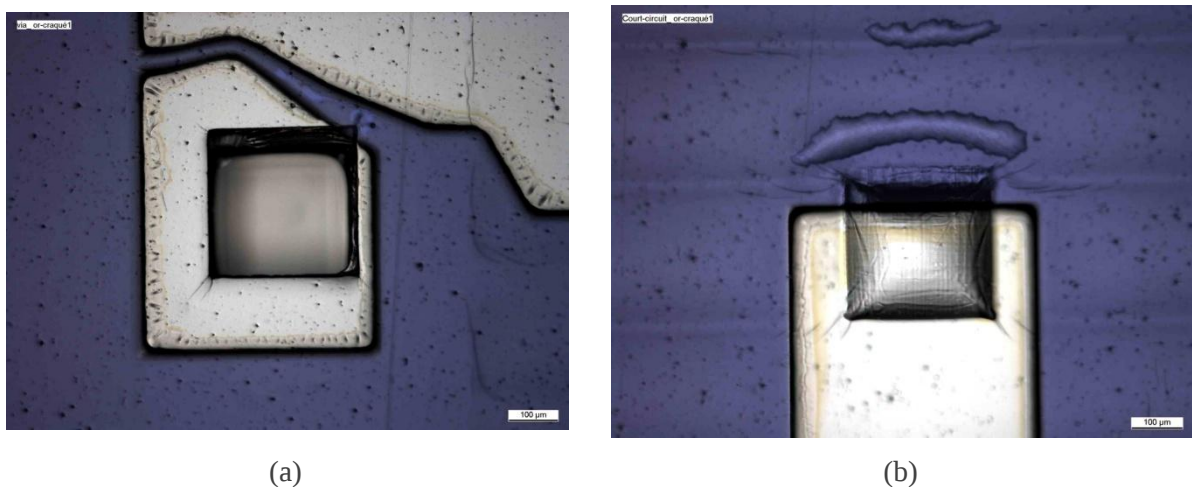


Figure 20 : Photo montrant, sur un même résonateur que le via de la transition est correctement ouvert (a) alors que celui de bout de stub ne l'est pas (b)

Un problème au niveau de l'insolation a naturellement été soupçonné, une sur-insolation des résines négatives pouvant en effet entraîner des difficultés de développement. Mais des tests, effectués avec une dose d'UV d'énergies plus faibles, ont montré qu'elles n'étaient pas suffisantes pour obtenir une réticulation complète. La présence de multiples fissures dans une couche de SU-8 est révélatrice du manque de réticulation. La résine est alors plus perméable, ce qui permet au produit de développement de s'infiltrer. Cela provoque un gonflement de la couche, entraînant une augmentation des contraintes internes pouvant aller jusqu'à la rupture du film, ce qui est le cas de la Figure 21.

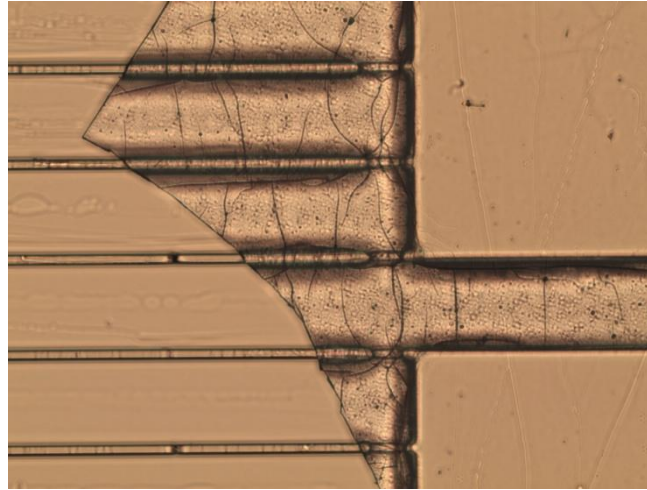


Figure 21 : Capot de SU-8 cassé présentant de multiples craquelures dues à une sous-insolation

Le problème n'est donc pas lié à la dose d'insolation. Et la présence sur un même résonateur de deux comportements différents, Figure 20, appuie cette hypothèse. De plus la non-uniformité de puissance de la lampe UV n'est pas suffisamment importante pour avoir de telles différences de doses sur une distance inférieure au centimètre.

L'unique différence entre les deux types de vias est la structuration des couches de SU-8 inférieures. L'origine principale de ce défaut est donc associée aux contraintes très importantes qui existent au sein des couches de SU-8. Ces contraintes entraînent un fléchissement non négligeable des wafers. La relation qui lie la contrainte interne d'une couche mince déposée sur un substrat et la flèche de ce substrat est donnée par l'équation de Stoney (1) [14] :

$$\sigma = \frac{E \cdot h^2}{(1 - \nu) \cdot 6 \cdot t} \cdot \left(\frac{1}{R_2} - \frac{1}{R_1} \right) \quad (1)$$

Où σ est la contrainte de la couche mince, E le module de Young du substrat, h l'épaisseur du substrat, ν le coefficient de Poisson du substrat, t l'épaisseur de la couche mince, R_1 le rayon de courbure du substrat sans la couche mince, R_2 le rayon de courbure du substrat avec la couche mince. Les

contraintes internes des couches SU-8 sont à peu près constante pour toute la série 3000 [12]. Il apparaît donc que pour une même contrainte, plus la couche est épaisse plus la flèche est grande ($1/(t.R_2)$ est constant, en négligeant la courbure initiale). De ce fait la flèche obtenue avec une épaisseur de $180\mu\text{m}$ ($10\mu\text{m} + 150\mu\text{m} + 20\mu\text{m}$) de SU-8 est relativement importante. C'est pourquoi lors de l'insolation le vide se fait difficilement et le wafer n'est pas parfaitement parallèle au masque et donc non perpendiculaire aux rayons UV. Ces rayons obliques se réfléchissent sur la couche d'or et reviennent insoler par l'arrière la couche de résine au niveau de l'ouverture. Et dans le cas des vias situés sur la dentelle, ces rayons traversent plus d'air et moins de SU-8, ils sont donc moins absorbés. La différence entre l'insolation des vias des transitions et des vias sur la dentelle est donc la quantité d'UV absorbée par la SU-8 des couches précédentes, Figure 22.

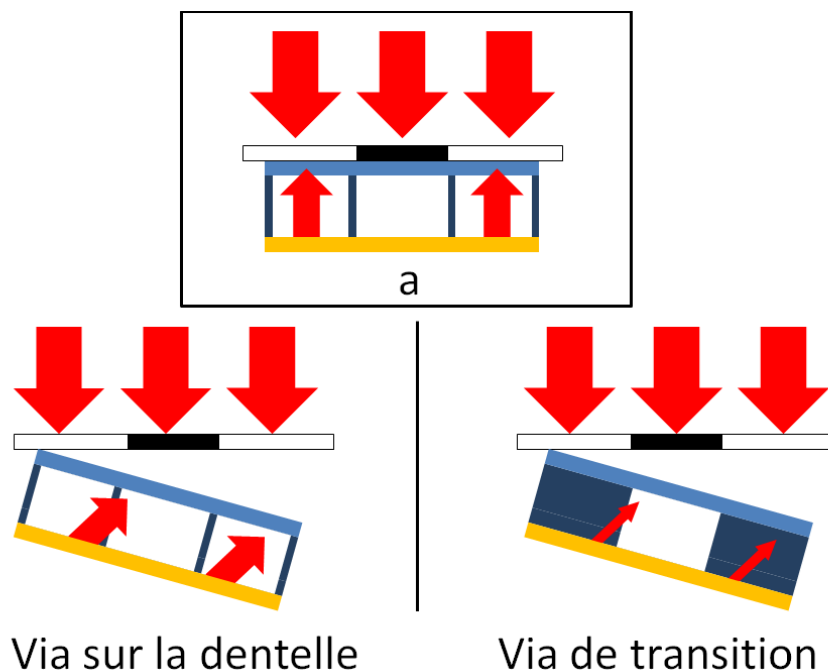


Figure 22 : Dans le cas idéal le wafer est parallèle aux rayons UV et aucun rayon traverse la zone à ouvrir (a), lorsque que le wafer n'est pas parallèle au masque et que le via se situe sur la dentelle les rayons réfléchis sont peu absorbés à la différence des vias se situant en dehors de la dentelle.

Une solution provisoire a été de déposer une goutte de résine positive au fond du vias avant le laminage. Cette goutte permet d'absorber les rayons réfléchis et limite donc l'insolation non désirée de la couche de SU-8. La difficulté vient donc de la non-homogénéité de la structure, mais les contraintes inhérentes à la SU-8 ont transformé cette difficulté en un point bloquant.

Ces contraintes sont également une des principales raisons pour lesquelles un nombre important de wafers n'ont pas pu être amenés en fin de processus de fabrication. En effet la SU-8 est très sensible aux chocs thermiques et les moindres sauts de température entraînent une élévation brutale des contraintes dont l'effet le plus néfaste (et le plus désagréable) est le délaminage des couches de SU-8

du substrat. Pour minimiser ce risque, le plan de masse a été structuré selon la configuration de la Figure 23. En effet, l'évidement de la couche uniforme de métal permet une meilleure accroche de la SU-8 sur le verre ou le silicium par rapport à celle sur les métaux.

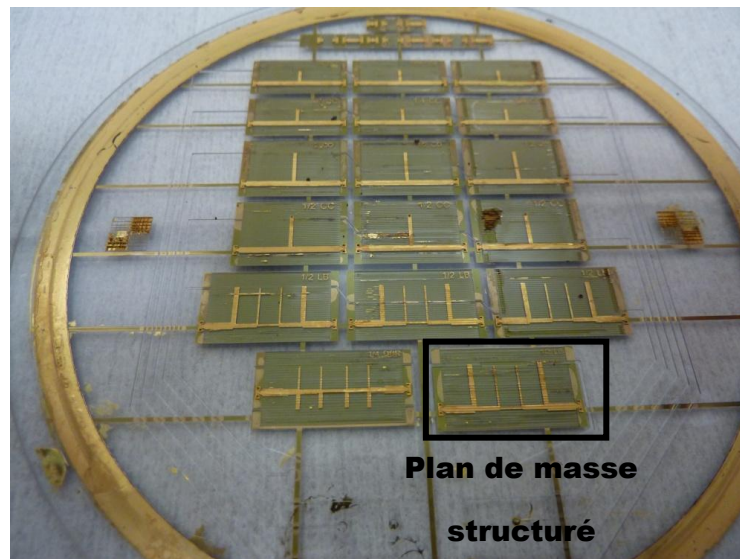


Figure 23 : Plan de masse structuré pour améliorer la tenue de la SU-8.

III-3 Mesures de l'accordabilité ; validation du concept

III-3-1 Présentation du banc de test

Après avoir résolu les nombreuses difficultés de fabrication, les dispositifs réalisés ont été caractérisés sur des bancs de test RF couplés aux systèmes d'injection microfluidiques, Figure 24. Les performances réelles des dispositifs ont ainsi pu être comparées à celles encourageantes des simulations. Dans un premier temps les mesures à vide, c'est-à-dire avec les canaux vides, permettent de valider la fabrication et donc le caractère résonant des dispositifs. Puis les mesures avec des liquides permettent de montrer le caractère opérationnel des canaux et de la faisabilité de filtres accordables microfluidiques.

Grâce aux transitions de mode de propagation qui ont été intégrées dès la conception, les mesures ont pu être réalisées sur une station sous pointes. Des pointes coplanaires de type GSG (Ground –Signal – Ground) reliées à un analyseur de réseaux de marque ANRITSU ou AGILENT ont permis de mesurer les paramètres S de nos composants passifs ; la caractérisation a été effectuée sur une plage de fréquences allant de 10 GHz à 40 GHz. La partie fluidique est composée de plots de PDMS collés sur le wafer, de tubes en téflon, d'une seringue et d'un pousse-seringue ; ces plots assurent la connexion entre les micro-canaux intégrés au microsystème et la partie alimentation en fluide. Les tubes en téflon

sont montés en force dans les plots de PDMS d'un côté et dans une seringue de l'autre. Cette seringue sert de réservoir et le contrôle du débit se fait par un pousse-seringue. Son moteur pas-à-pas permet d'atteindre de faibles débits, de l'ordre de quelques micro-litres par minute.

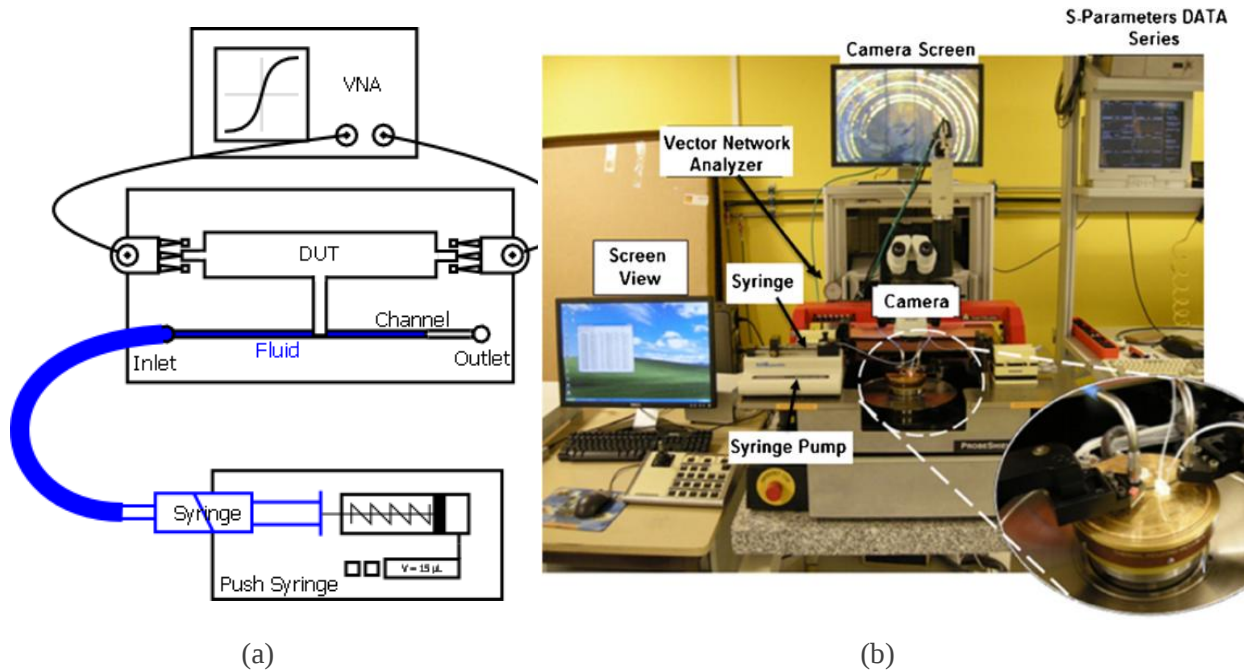


Figure 24 : Schéma (a) et photographie (b) du banc de test

III-3-2 Mesures à vide

Trois fonctions RF distinctes ont été réalisées : des circuits coupe-bandes, des circuits passe-bandes à larges bandes et des circuits passe-bandes bandes étroites. Pour la première fonction deux topologies ont été retenues, un bras résonant d'une longueur quart d'onde ($\lambda/4$) en circuit ouvert à son extrémité et un bras résonant d'une longueur demi-onde ($\lambda/2$) en court-circuit à son extrémité. Pour les passe-bandes large bandes, les topologies sont inversées, c'est-à-dire un quart d'onde en court-circuit et un demi-onde en circuit ouvert, plus un filtre d'ordre 4 large bande conçu pour fonctionner à 30 GHz avec une bande passante relative de 50%. Le filtre passe bande étroite est un DBR (Dual Behavior Resonator) d'ordre 4 constitué de résonateurs coupe-bandes $\lambda/4$ en circuit ouvert.

Les mesures qui suivent ont été effectuées sur un wafer structuré par le procédé de fabrication décrit dans la partie III-1-3. Le plan de masse comme les lignes de transmission ont donc été réalisés par une métallisation de cuivre déposée par électrochimie. Une première calibration SOLT dans le plan des pointes a été effectuée grâce à un kit fourni par le fabricant des pointes. Cette calibration a permis de

III. Du concept à la réalisation

caractériser le kit de calibration TRL situé sur le wafer. A partir de ces mesures, une calibration TRL dans le plan du microruban a pu être effectuée pour supprimer les pertes et les retards induits par les zones de transitions.

Les différentes mesures à vides effectuées sur ces circuits sont regroupées dans les Figure 25, Figure 26, Figure 27 et Figure 28.

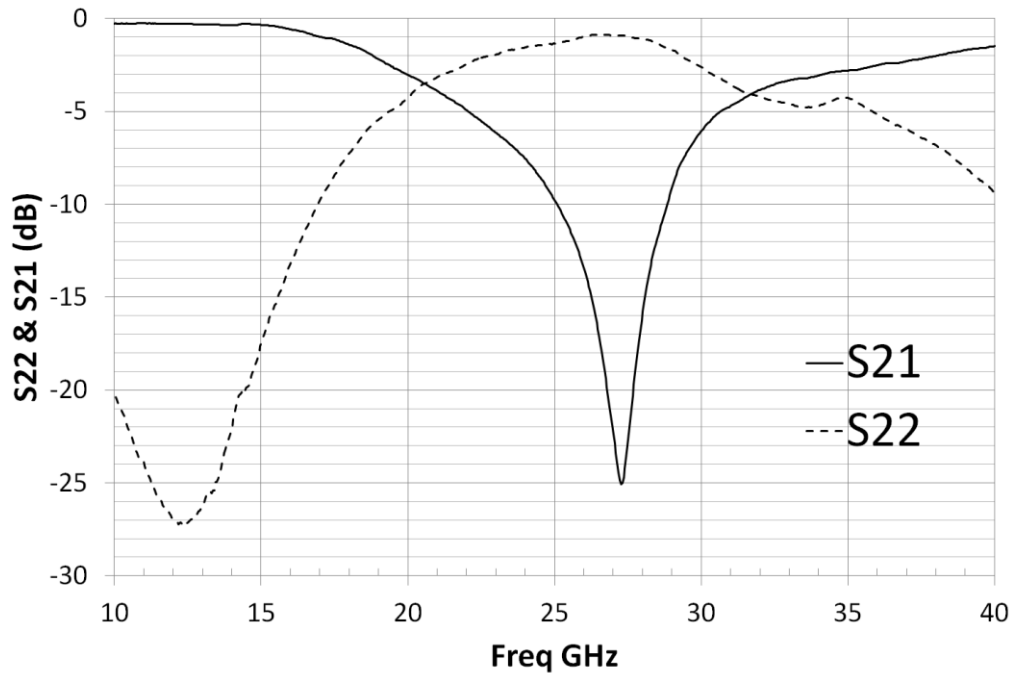


Figure 25 : Mesures des paramètres S d'un résonateur quart d'onde terminé par un circuit ouvert.

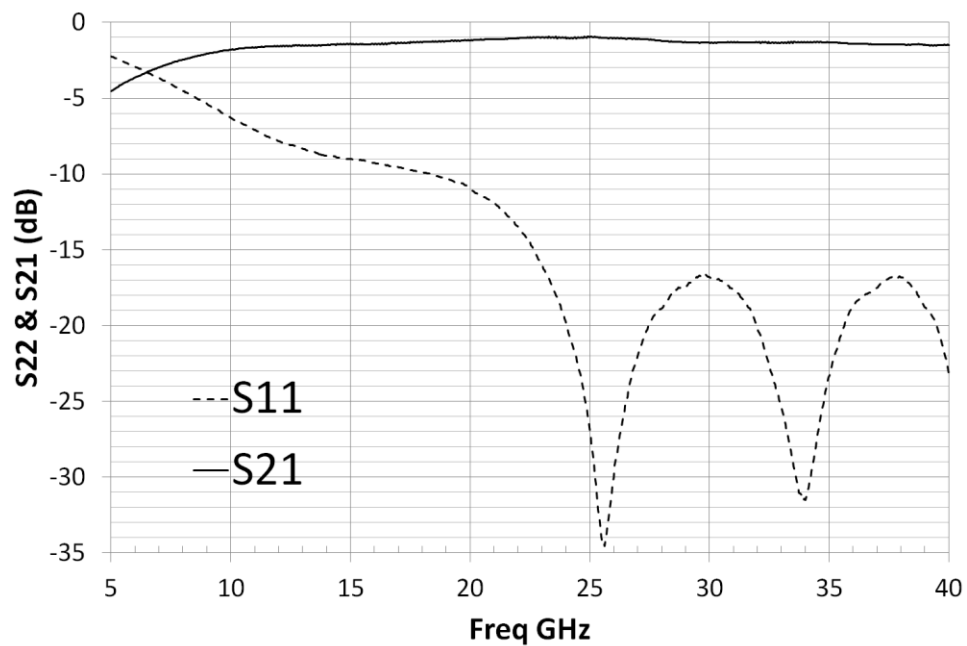


Figure 26 : Mesures des paramètres S d'un résonateur quart d'onde terminé par un court circuit

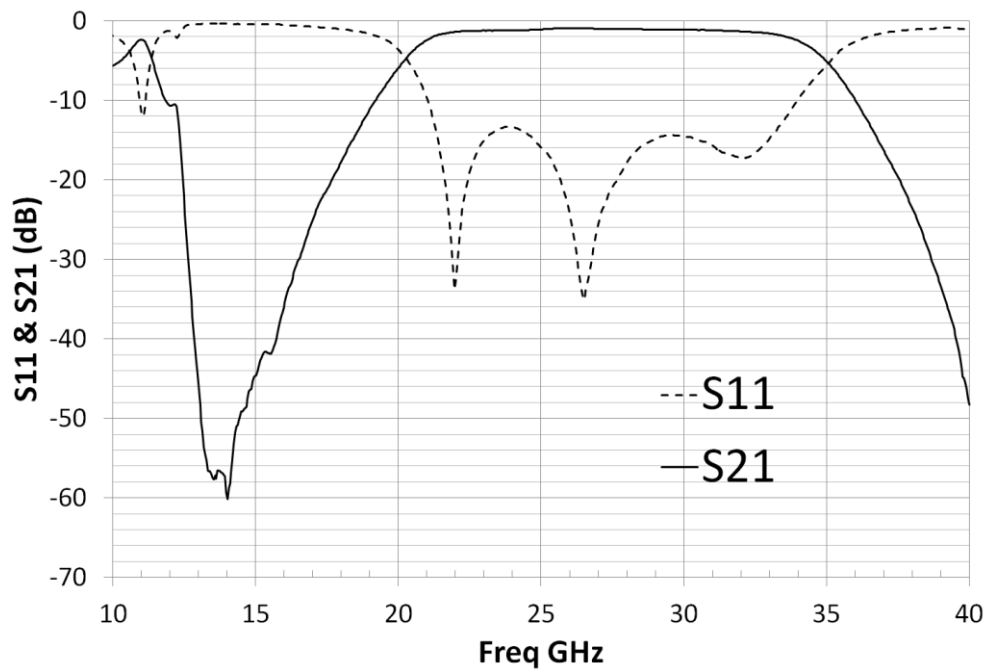


Figure 27 : Mesures des paramètres S d'un filtre large bande d'ordre quatre.

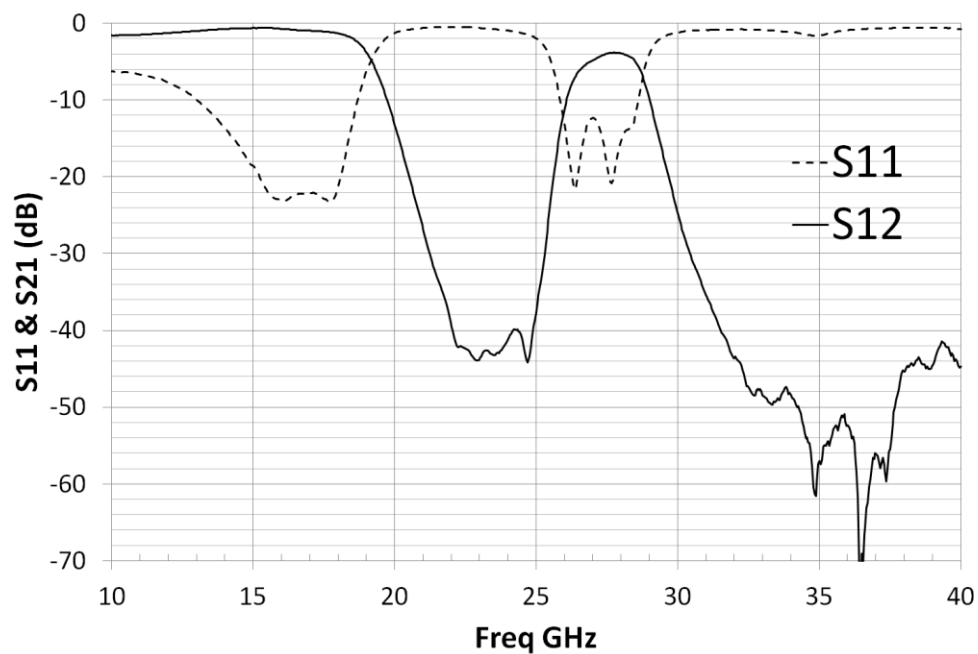


Figure 28 : Mesures des paramètres S d'un filtre bande étroite DBR d'ordre quatre.

Malheureusement les résonateurs demi-onde n'étaient pas fonctionnels sur cette plaque. Les mesures ci-dessous, Figure 29 et Figure 30, sont donc issues d'un autre wafer. Le procédé de fabrication diffère

III. Du concept à la réalisation

de celui présenté dans la partie III-1-3, car ces résonateurs ont été réalisés avant l'introduction de la cible d'or dans le bâti de pulvérisation permettant d'effectuer des métallisations par croissance électrochimique. Le métal utilisé pour ces résonateurs est donc de l'aluminium. De plus sur cette plaque de test, le kit de calibration TRL n'était pas fonctionnel. Les plans de référence de ces mesures sont donc le plan des pointes et non le plan du micro-ruban.

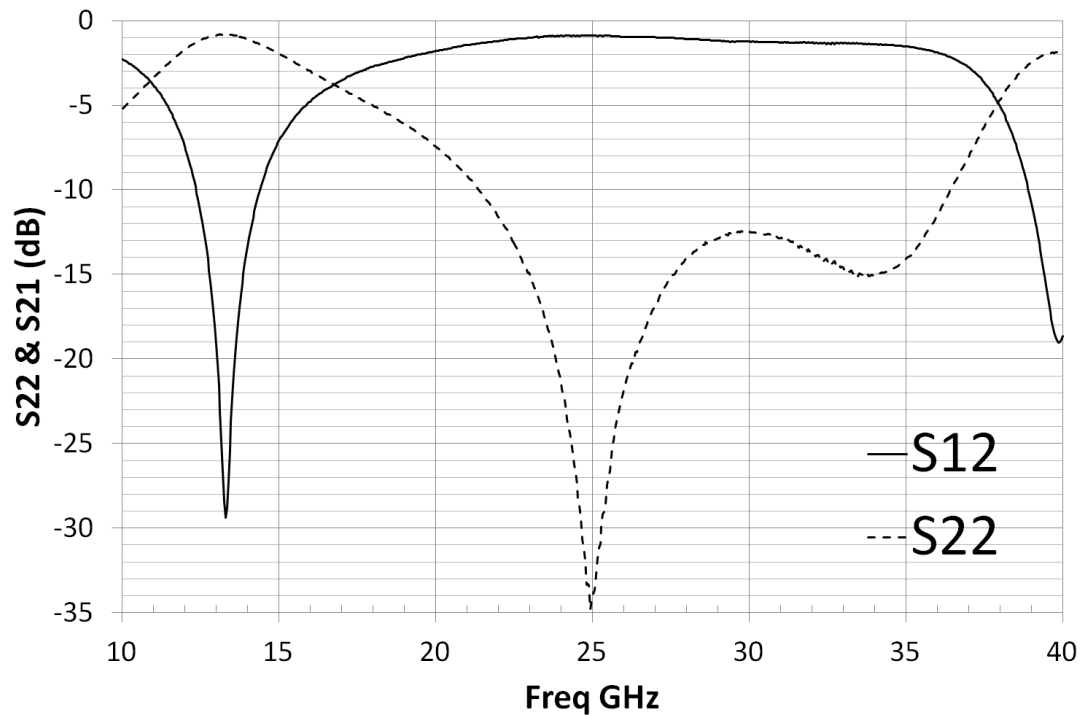


Figure 29 : Mesures des paramètres S d'un résonateur demi-onde terminé par un circuit ouvert.

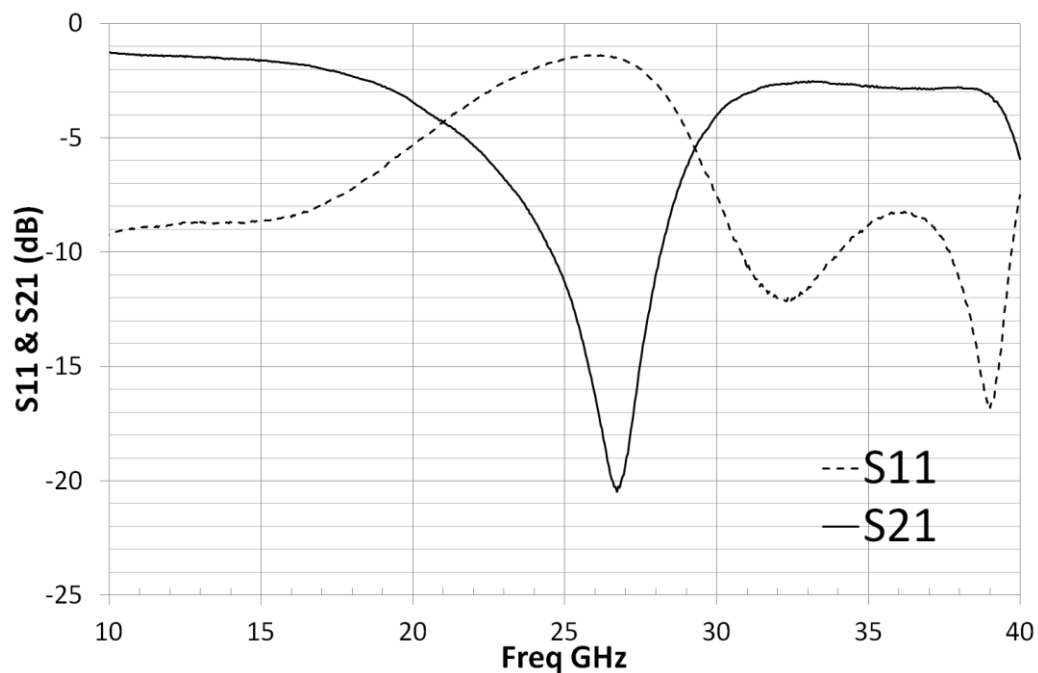


Figure 30 : Mesures des paramètres S d'un Résonateur demi-onde terminé par un court-circuit.

On peut s'interroger sur la pertinence de présenter des courbes de deux wafers dont les métaux et les procédés de fabrication différent. Mais une comparaison des réponses du résonateur quart-d'onde coupe bande des deux wafers montre une très bonne similitude. La courbe suivante, Figure 31, compare ces réponses dans le plan des pointes, c'est-à-dire sans prendre en compte la calibration TRL du deuxième wafer.

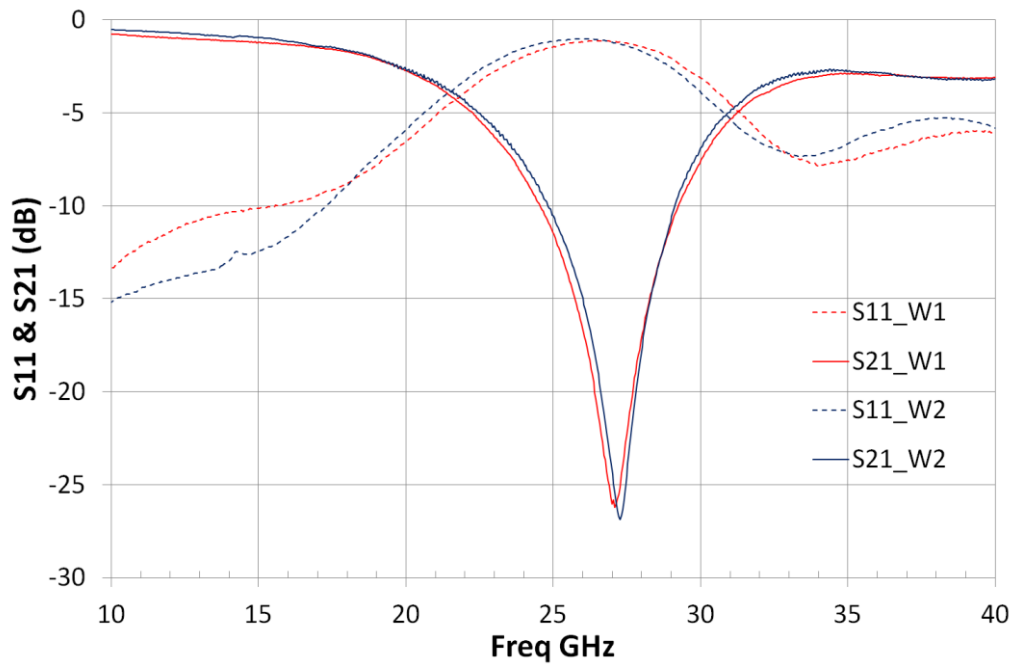


Figure 31 : Comparaison des réponses des résonateurs coupe-bandes, l'un avec une métallisation en aluminium pulvérisé (courbe rouge) et l'autre en cuivre effectuée par électrochimie (courbe bleue)

La correspondance entre les deux courbes précédentes est particulièrement remarquable. Les courbes en transmission, S21, sont quasi-identiques. Quant aux courbes en réflexion seules quelques différences mineures apparaissent en basses et en hautes fréquences. Des différences plus importantes peuvent exister entre deux résonateurs de deux wafers différents fabriqués de manière identique durant la même semaine, Figure 32.

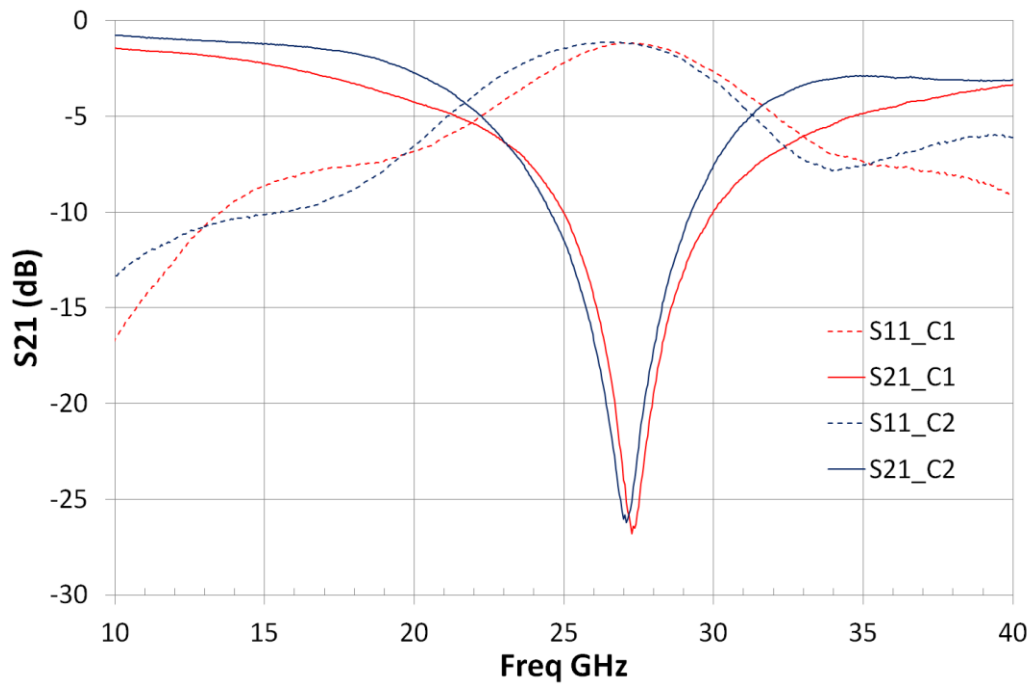


Figure 32 : Comparaison des réponses de résonateurs coupe-bandes fabriqués de manière identique durant la même semaine.

Cependant les différences observées ne sont pas majeures et démontrent la robustesse et la répétitivité du procédé de fabrication. En outre, la Figure 33 permet de rendre compte de la faible sensibilité des résonateurs au type de métal utilisé : on peut y comparer les réponses d'un résonateur tout en aluminium (plan de masse et les lignes) (courbe rouge), un autre en aluminium pour le plan de masse et des lignes en or électrochimique (courbe verte) (résonateur fabriqué pendant la période de changement de process, où la cible d'or a été introduite dans le bâti de pulvérisation.), et encore un autre tout en cuivre électrochimique (courbe bleue).

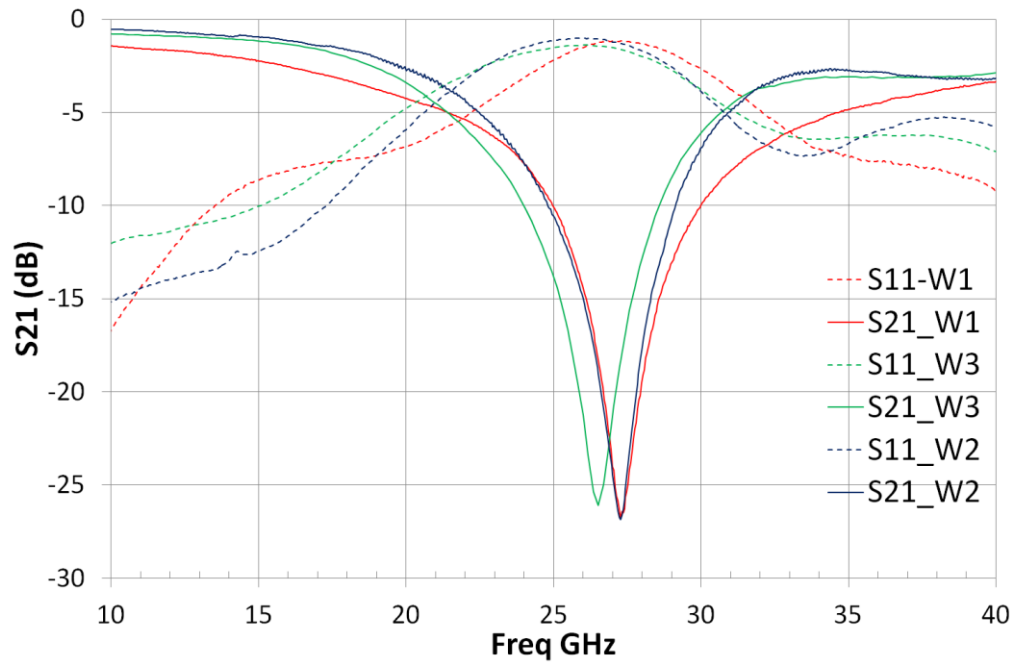


Figure 33 : Comparaison des réponses de résonateurs coupe-bande réalisé avec différents procédés de fabrication et différents métaux, en rouge un résonateur tout en aluminium, en vert un avec un plan de masse en alu et des lignes en croissance d'or, en bleu un tout en cuivre electrochimique.

III-3-3 Comparaison mesures - simulations

a) Décalage en fréquence

La partie précédente a permis de valider l'approche utilisée et de vérifier les caractères résonants des structures fabriquées. Cependant ces structures présentent un décalage de fréquence centrale vis-à-vis des simulations. Les résonateurs avaient été conçus pour fonctionner à une fréquence centrale de 30GHz or les mesures sont centrées sur 27GHz comme on peut voir en Figure 34.

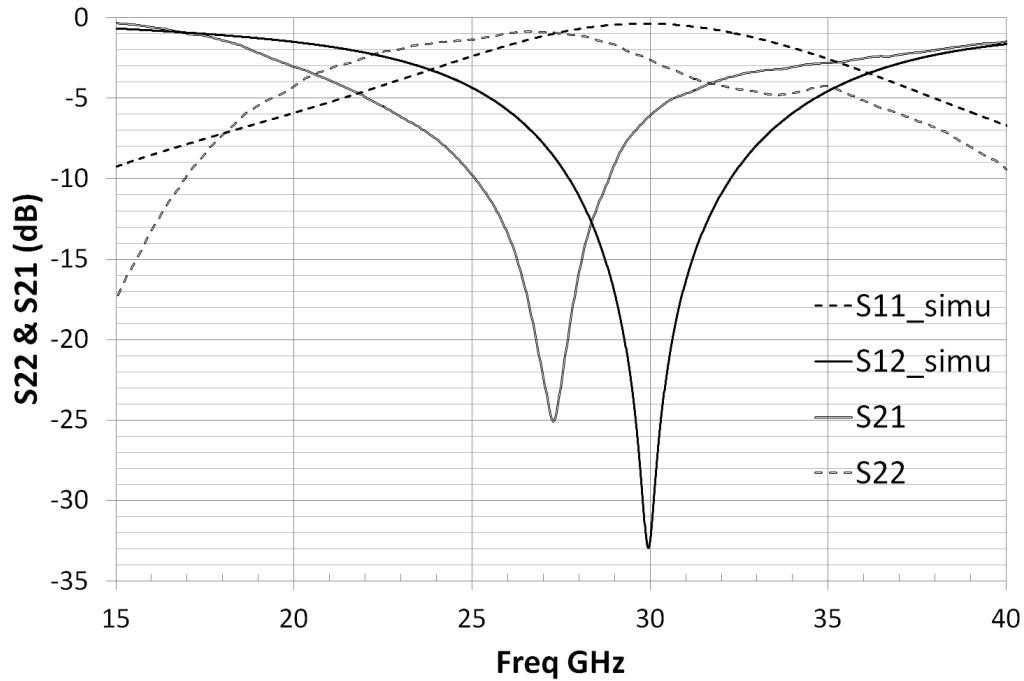


Figure 34 : Résultat de simulation, en noir, et de mesure, en gris, pour un résonateur coupe-bande quart d'onde.

Les paramètres qui déterminent la fréquence de résonance sont les dimensions des bras métalliques résonants, l'épaisseur du substrat et la constante diélectrique du substrat. Les dimensions de la métallisation supérieure sont déterminées par le masque de photolithographie, l'erreur possible n'est donc que de quelques microns au plus. Le rôle de ce paramètre sur le décalage en fréquence est donc négligeable. L'épaisseur du substrat par contre est sujette à des variations plus importantes. L'erreur d'épaisseur d'une couche de SU-8 peut atteindre au plus 10%. Puisque la fréquence mesurée est inférieure à celle simulée, l'épaisseur doit donc être supérieure à celle visée. Cependant une épaisseur de substrat de 200 μm au lieu de 180 μm n'entraîne qu'un décalage d'à peine 1GHz. Ce paramètre joue donc un rôle dans le décalage fréquentiel mais ce rôle est mineur car les épaisseurs de substrat mesurées présentaient, au pire, une majoration de 5%. Le dernier paramètre est donc la constante diélectrique du substrat. Ce substrat est constitué d'air et de SU-8, une erreur d'estimation de la constante diélectrique de l'air est improbable. La variation peut donc seulement venir de la constante diélectrique de la SU-8, le paramètre le moins maitrisable. La valeur prise pour les simulations est de 2.8, valeur mesurée au laboratoire par Ghannam *et Al.* [15]. Cependant il s'avère que cette valeur n'est pas la bonne, car une modification de cette valeur de 2.85 à 3 dans le simulateur permet de rétablir la fréquence centrale à 27GHz, Figure 35.

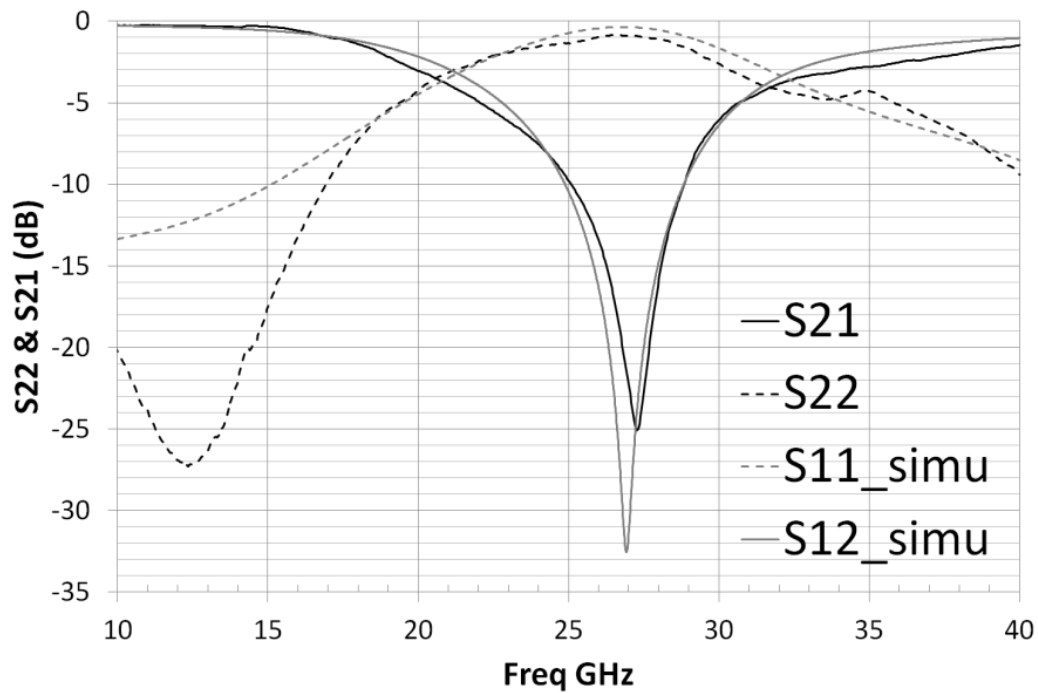


Figure 35 : Comparaison entre la rétro-simulation, en gris, et la mesure, en noir.

Cette différence entre la constante diélectrique réelle et estimée à par ailleurs réduit les performances du kit de calibration TRL. En effet pour une calibration optimale, la ligne de calibration doit avoir une phase linéaire sans saut. Or du fait de la mauvaise valeur de permittivité la phase mesurée présente un saut autour de 35 GHz, Figure 36. On retrouve un effet de ce saut de phase sur la mesure du résonateur coupe bande quart d'onde, Figure 37.

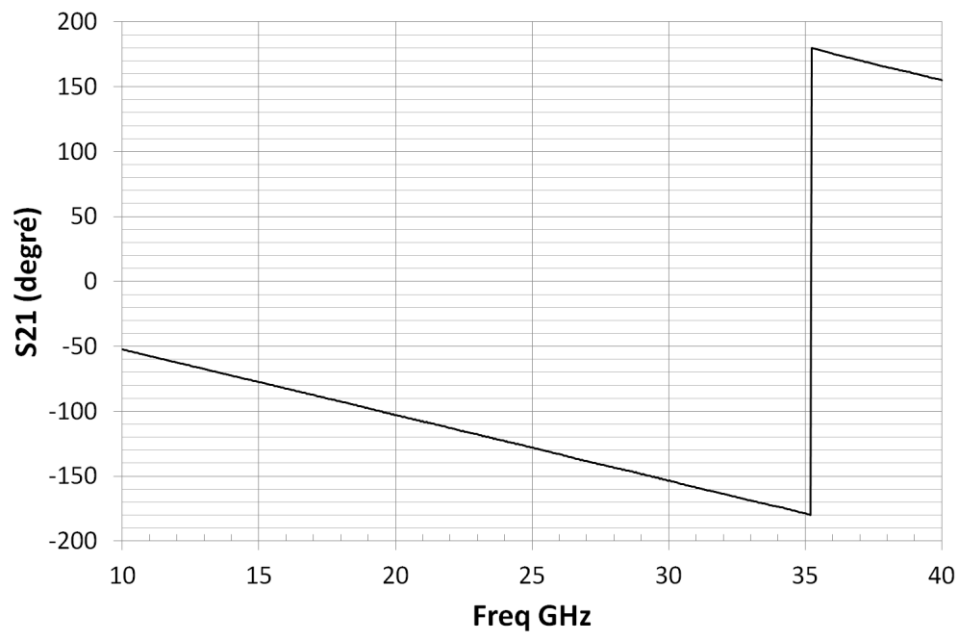


Figure 36 : Phase de la transmission sur le motif ligne de calibration

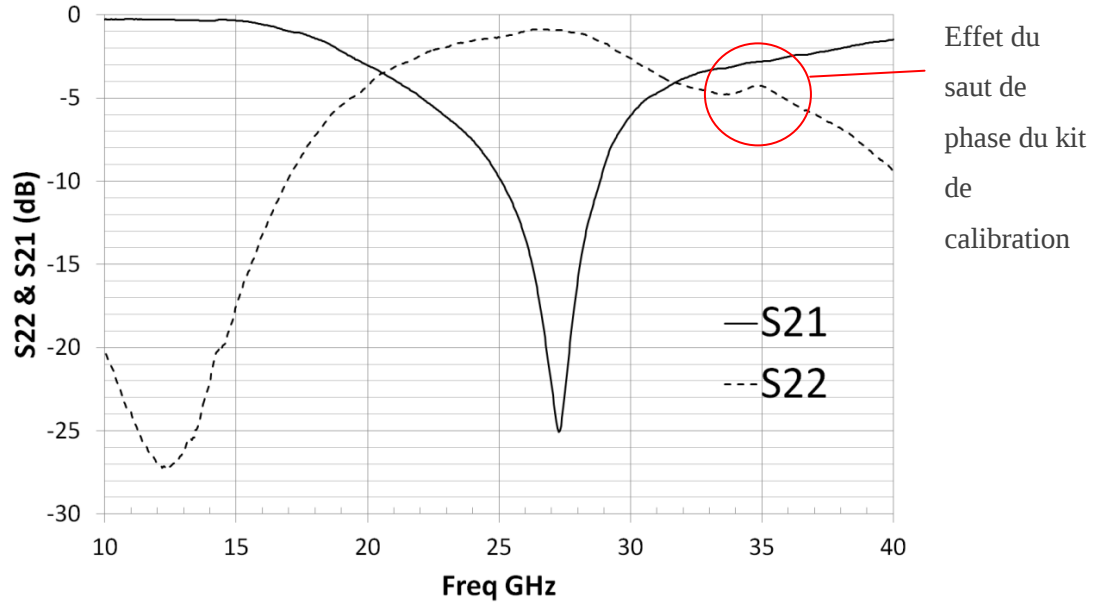


Figure 37 : Effet du saut de phase sur les mesures.

b) Pertes

Les rétro-simulations ont permis de retrouver la fréquence centrale mesurée. Cependant il existe encore des différences entre la simulation et la mesure. Ces différences sont au niveau des pertes. Il existe différents types de pertes, celles dues à la résistivité du métal, les pertes diélectriques liées à la tangente delta, celles liées à la conductivité du substrat, et les pertes par radiation.

La résistance en haute fréquence d'un matériau peut être largement plus importante que sa résistance en courant continu. Car un courant alternatif circulant dans un conducteur crée un champ magnétique dont une partie reste confiné à l'intérieur du métal. Cela crée des courants de Foucault qui s'opposent au passage du courant vers le centre du conducteur. Le courant circule alors préférentiellement en périphérie du conducteur. Ainsi la résistance RF est égale à la conductivité du métal divisé par l'épaisseur de peau, équation (1).

$$R_{RF} = \frac{\rho}{\delta} \quad (1)$$

L'épaisseur de peau dépend de la fréquence et est donné par la formule suivante :

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi \cdot \sigma \cdot \mu \cdot f}} \quad (2)$$

Où δ est l'épaisseur de peau, σ la conductivité du métal, μ la perméabilité et f la fréquence de travail. Pour le cuivre l'épaisseur de peau à 10GHz est donc de 650.10^{-9} m. La résistance effective, et donc la puissance dissipée par effet Joule, est donc considérablement augmentée.

Les pertes dues à la tangente de perte diélectrique peuvent être très importantes aux fréquences micro-ondes. Ce terme est proportionnelle à la fréquence, de sorte que plus la fréquence est élevée, plus elles deviennent prépondérantes dans les pertes globales (les pertes métalliques sont seulement proportionnelles à la racine carrée de la fréquence). L'atténuation due aux pertes diélectrique est donné par :

$$\alpha = \tan(\delta) \cdot \frac{\omega \cdot C' \cdot Z_0}{2} \quad (3)$$

Où α est l'atténuation en Nepers par mètre, C' est la composante capacitive de la ligne de transmission, ω la pulsation et Z_0 l'impédance.

L'atténuation due à la conductivité du substrat ne dépend pas de la fréquence et est négligeable dans la majorité des cas.

Le dernier mécanisme d'atténuation est la perte par radiation, son effet est anecdotique pour nos circuits. Ce n'est pas réellement de l'atténuation dans le sens où l'énergie est transformée en chaleur. Cela se rapproche d'une perte par fuite. Mais le résultat est le même : le circuit perd de l'énergie.

Les différences observées du niveau de perte sont donc liés à deux phénomènes qui s'ajoutent : comme pour la constante diélectrique, les pertes diélectriques de la SU-8 réelles sont plus importantes que celles attendues, et la conductivité du métal est probablement inférieure à la valeur théorique.

III-3-4 Mesures avec des liquides : validation de l'accordabilité.

a) Position du canal

Une erreur de fabrication a été commise sur le premier wafer réalisé. L'épaisseur du plan de masse était de seulement 200nm alors que l'épaisseur de peau d'un conducteur en aluminium est de 820 nm à 10GHz.

Le plan de masse n'étant pas suffisamment épais, les ondes électromagnétiques pénètrent dans le support en verre du dessous, augmentant la permittivité effective et ajoutant des pertes. On peut voir sur la Figure 38 que la réponse est particulièrement bruitée aux basses fréquences et centrée sur 25 GHz. C'est pourquoi le plan de masse a été, par la suite, augmenté à 1 μ m.

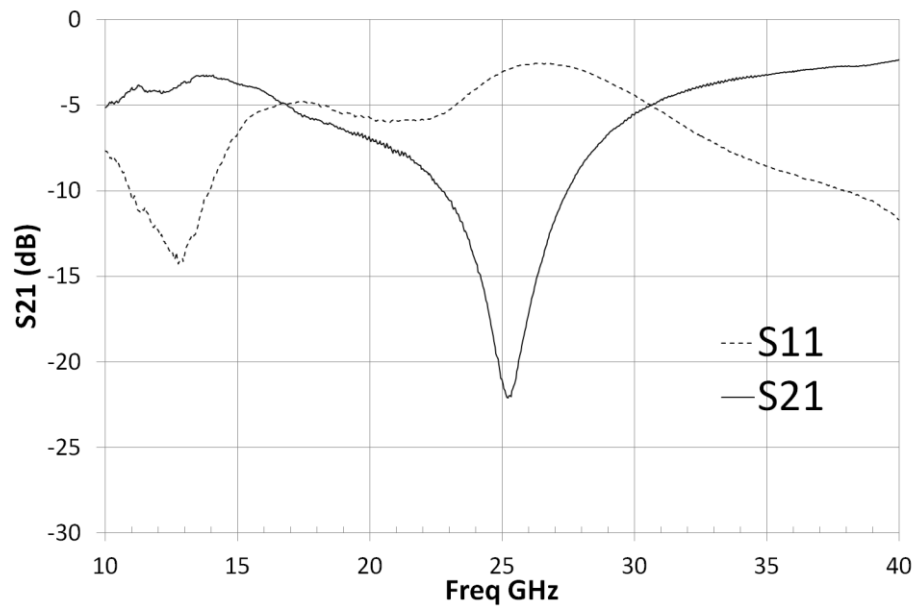
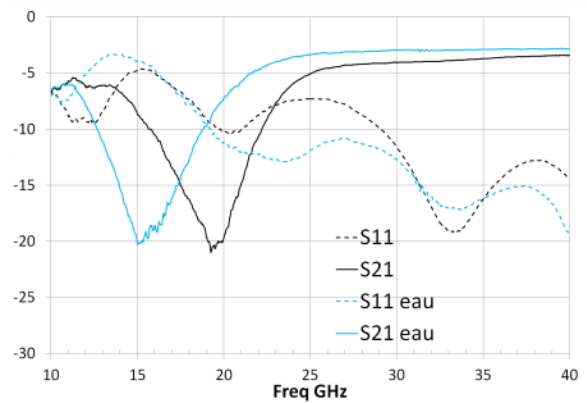
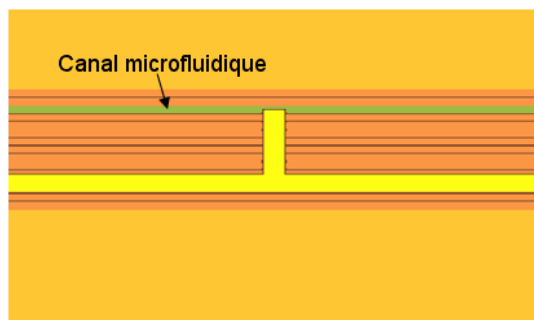
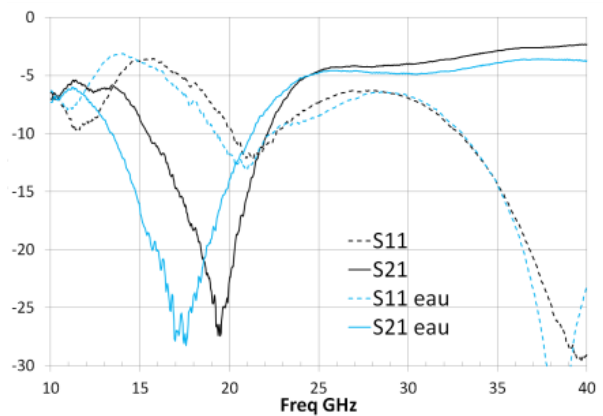
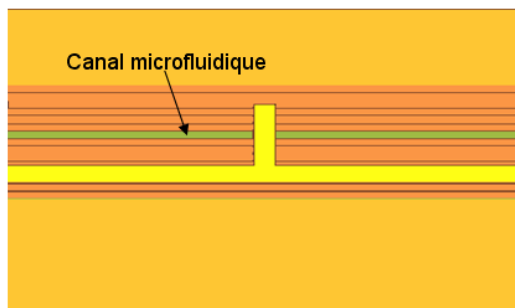


Figure 38 : Première mesure avec un défaut d'épaisseur de plan de masse

Malgré ces pertes importantes induites par une erreur de fabrication, ces premières mesures ont permis de valider quelques résultats de simulations, dont l'influence de la position du canal.



(a)



(b)

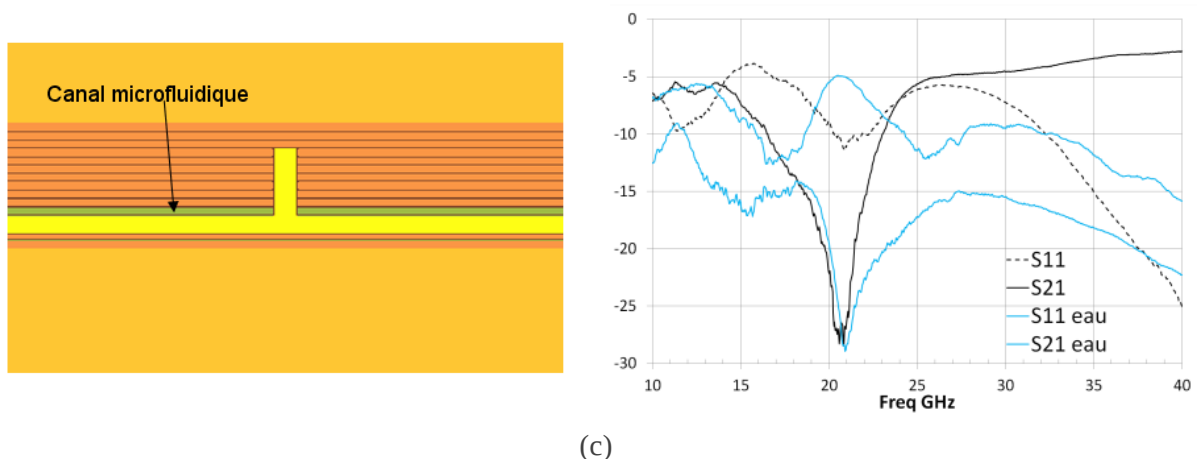


Figure 39 : Mesures d'accordabilité en fonction de la position du canal rempli d'eau désionisée. (a) le canal en bout de bras résonant, (b) le canal au milieu du bras résonant, (c) le canal au pied du bras résonant le long de la ligne de transmission.

Les graphiques de la figure précédente sont issus de trois résonateurs identiques, des coupe-bandes quart d'onde chargés en bout de stub par un circuit ouvert ; les canaux microfluidiques se situent respectivement en bout de stub, au milieu et au pied. Suite à des problèmes de fabrication, les réponses à vide ne correspondent pas aux valeurs de conception. Mais le remplissage des canaux par de l'eau désionisée confirme les résultats de simulation : l'agilité est la meilleure lorsque le canal est situé en bout de stub ; le champ électrique y est maximal. En effet le décalage en fréquence centrale passe de 5GHz à 2.5 GHz quand le canal, rempli d'eau désionisée, est situé en bout ou au milieu du bras résonant, Figure 39.

De plus une autre information a pu être retirée de ces mesures, le fait de remplir un canal microfluidique le long de la ligne de transmission dégrade totalement la réponse du filtre. Dans ce cas toute la bande est coupée et les pertes sont extrêmement importantes comme on peut le voir sur la Figure 39 (c).

Ces mesures valident ainsi les résultats de simulations d'un point de vue comportemental : la meilleure accordabilité est obtenue lorsque le canal est positionné au niveau du maximum du champ électrique. Dans le cas des résonateurs chargés par un circuit-ouvert, ces maximums se situent en bout de stub, et pour ceux chargés par un court-circuit, ils se trouvent au pied du stub. Or il vient d'être mis en lumière que la circulation d'un liquide diélectrique le long de la ligne de transmission, au pied du stub, supprime le caractère résonant et la fonction hyperfréquence attendue. L'accord de résonateurs court-circuités par des liquides diélectriques n'est donc pas la solution la plus pertinente : pour avoir les meilleures performances l'accord doit se faire au pied du stub, mais la présence d'un liquide diélectrique au pied du stub dégrade fortement les performances.

b) Filtres d'ordre 1

Les mesures suivantes se sont concentrées sur les résonateurs en circuit ouvert avec le canal en bout de stub. Ainsi, comme on peut le constater sur la Figure 40, un décalage de près de 30% de la fréquence de résonance a été obtenu avec le coupe-bande quart d'onde lorsque le canal est rempli d'eau désionisée.

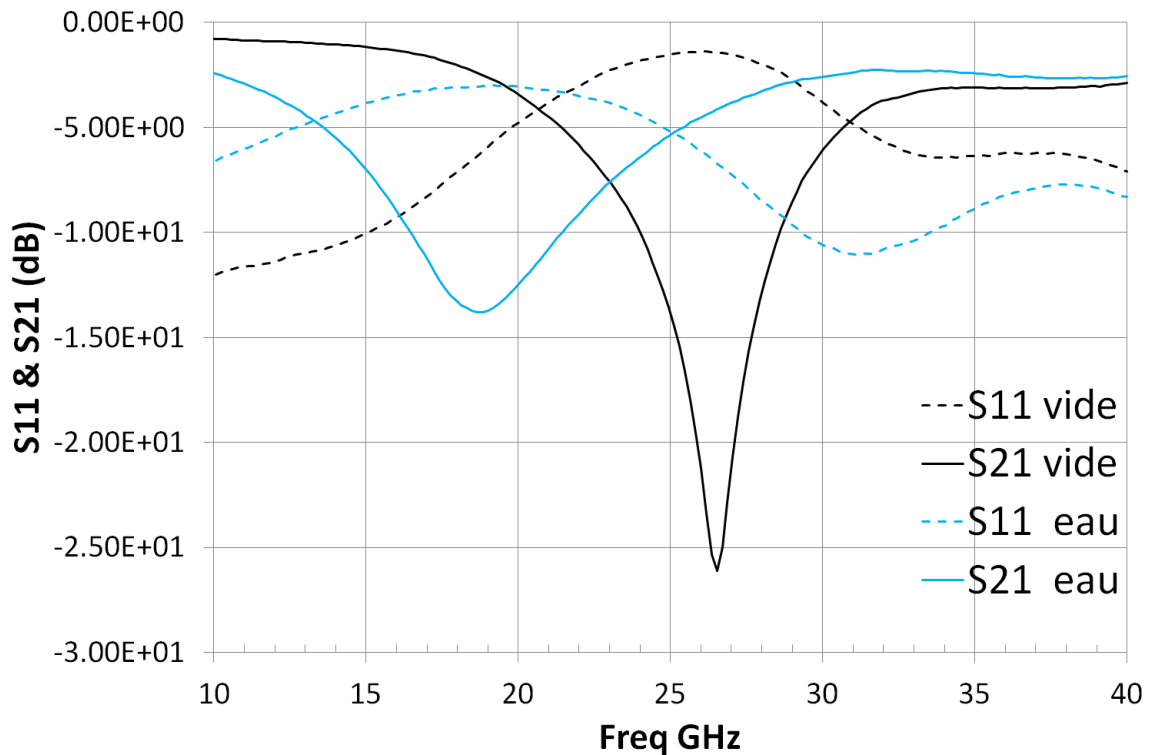


Figure 40 : Mesures des modules de réflexion (S11) et de transmission (S21) d'un résonateur quart d'onde coupe-bande. Courbe en noir : le canal est vide ; courbe en bleu : le canal, situé en bout de stub, est rempli d'eau désionisée.

Dans le cas d'un résonateur demi-onde, le caractère large bande diminue sa sensibilité. De ce fait l'accord obtenu n'est que d'à peine 10% lorsque le canal situé en bout de stub est rempli d'eau désionisée.

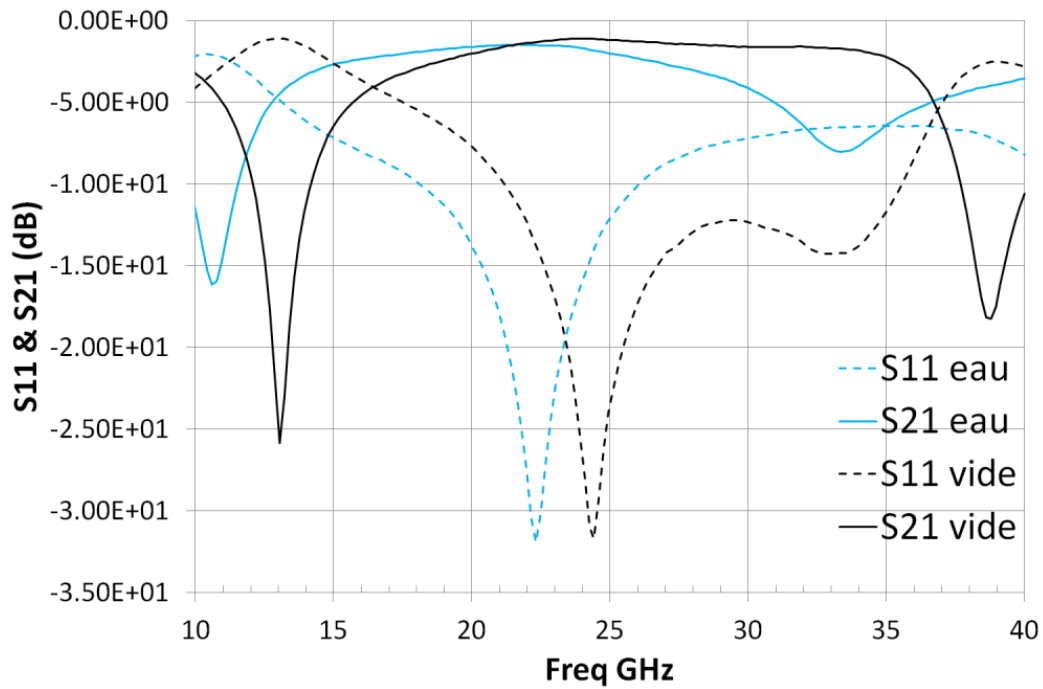


Figure 41 : Mesures des modules de réflexion (S11) et de transmission (S21) d'un résonateur demi d'onde passe bande dans deux cas : lorsque le canal est vide (courbe noire) et lorsque le canal situé en bout de stub est rempli par de l'eau désionisée (courbe bleue).

c) Filtres d'ordre 4

Deux filtres d'ordre 4 ont été conçus, un filtre large bande et un bande étroite de type DBR. Malheureusement un seul filtre large bande accordable a pu être mesuré et ce sur la première plaque, c'est-à-dire avec une métallisation en aluminium et un plan de masse de seulement 200nm d'épaisseur. Sur les plaques qui ont suivi soit la réponse hyperfréquence n'était pas assurée, soit les canaux microfluidiques n'étaient pas fonctionnels. La courbe de la Figure 42 présente donc une mesure très bruitée, avec des pertes d'insertion importantes. L'agilité du filtre est cependant validée par le décalage de fréquence centrale de 5% ; par contre ce décalage s'accompagne d'une réduction de largeur de la bande passante.

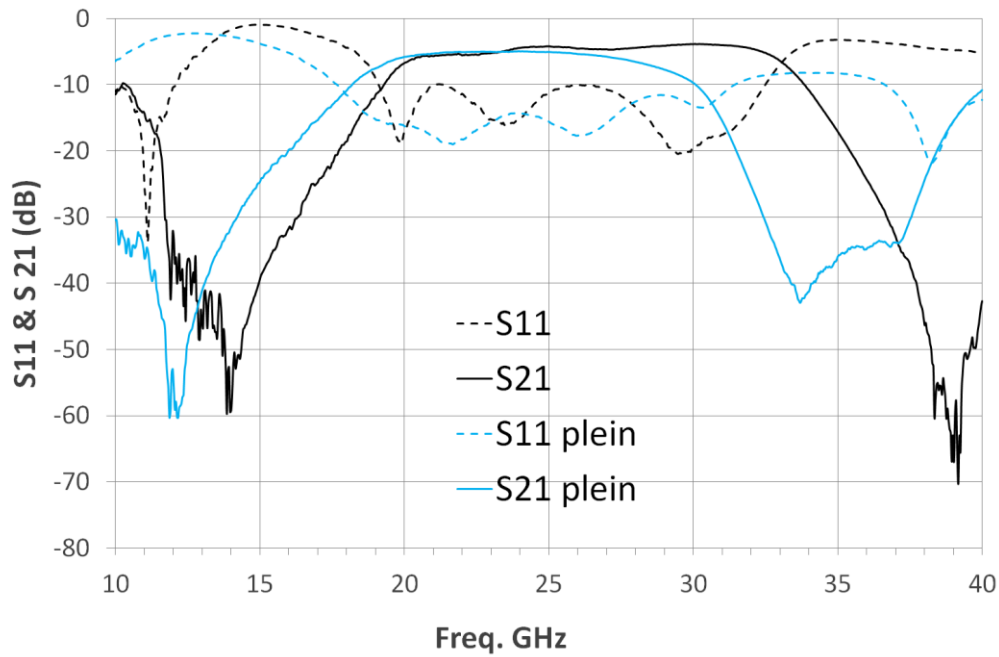


Figure 42 : Mesures des modules de réflexion (S11) et de transmission (S21) d'un filtre large bande d'ordre 4 dans deux cas : lorsque le canal est vide (courbe noire) et lorsque le canal situé en bout de stub est rempli par de l'eau désionisée (courbe bleue).

A la différence des dispositifs précédents, le filtre passe bande étroite a présenté une agilité beaucoup difficile à obtenir. Ainsi, sur les premières mesures effectuées avec les deux canaux remplis d'eau distillée, le caractère passe bande avait disparu. Pour s'assurer qu'aucun problème de remplissage n'était à l'origine de ce problème, les canaux ont été remplis avec de l'acétone ; les mesures effectuées sont reportées en Figure 43. L'angle de contact de l'acétone sur la SU-8 est très faible (inférieure à 5°), l'acétone permet donc de s'assurer que le remplissage est identique dans les deux canaux. Cependant le résultat n'est pas plus satisfaisant, la fonction passe bande n'est pas présente.

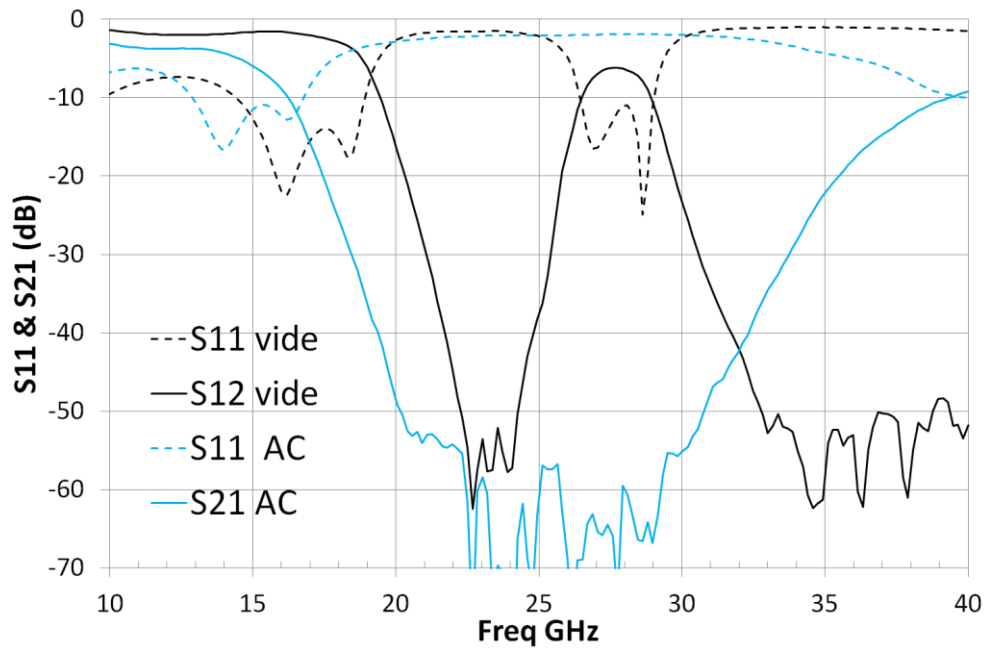


Figure 43 : Mesures des modules de réflexion (S11) et de transmission (S21) d'un filtre passe bande étroite d'ordre 4 dans deux cas : lorsque le canal est vide (courbe noire) et lorsque le canal situé en bout de stub est rempli par de l'acétone (courbe bleue).

Le fonctionnement d'un filtre DBR est basé sur la reconstruction d'un passe bande à partir d'un passe bas et d'un passe haut. Or sur le filtre large bande précédent, bien que la mesure ne soit pas propre, on a pu voir que les zéros de transmissions aux hautes fréquences étaient plus sensibles aux perturbations dues aux fluides que ceux des basses fréquences. Si l'on suppose un comportement identique, l'origine de la destruction du filtre pourrait être un décalage trop important des zéros de transmission hautes vis-à-vis de ceux basses fréquences entraînant une diminution de la bande passante ; cette diminution allant jusqu'à la suppression dans ce cas.

III-4 Vers une adaptation à du semi-volumique

Le but de ces travaux est la réalisation de filtre accordables par microfluidique, or les meilleures performances, en termes de facteur de qualité, sont obtenues par les filtres volumiques. Il est donc intéressant de tester les performances d'une accordabilité microfluidique dans le cas de filtres volumiques. Ainsi pour capitaliser le travail effectué sur les structures planaires et obtenir des facteurs de qualité supérieurs, des filtres SIW (Substrate Integrated Waveguide) accordables en microfluidiques ont été réalisés. Leur fabrication est issue d'une adaptation du procédé décrit précédemment. Elle présente donc de nombreuses similitudes, mais les quelques différences ont des conséquences non négligeables.

La principale similitude avec le processus précédent est le substrat creux. La dentelle réduit également dans ce cas les pertes diélectriques dues au substrat. Toute l'optimisation effectuée sur le laminage est donc réutilisée. Autre point semblable la caractérisation, elle se fait également sous une station sous pointes coplanaires, des zones de transitions avec des vias métallisés sont donc encore présents comme on peut le voir en Figure 44. Quant à l'expérience sur les vias de la dentelle en bout de stub, elle a pu être mise à profit sur les plots de couplage métallisés. Seule la géométrie diffère car ce ne sont plus des vias carrés mais circulaires. La géométrie carrée est plus facile à réaliser en résine épaisse et est largement suffisante pour réaliser des court-circuits. Cependant les plots de couplages doivent être cylindriques.

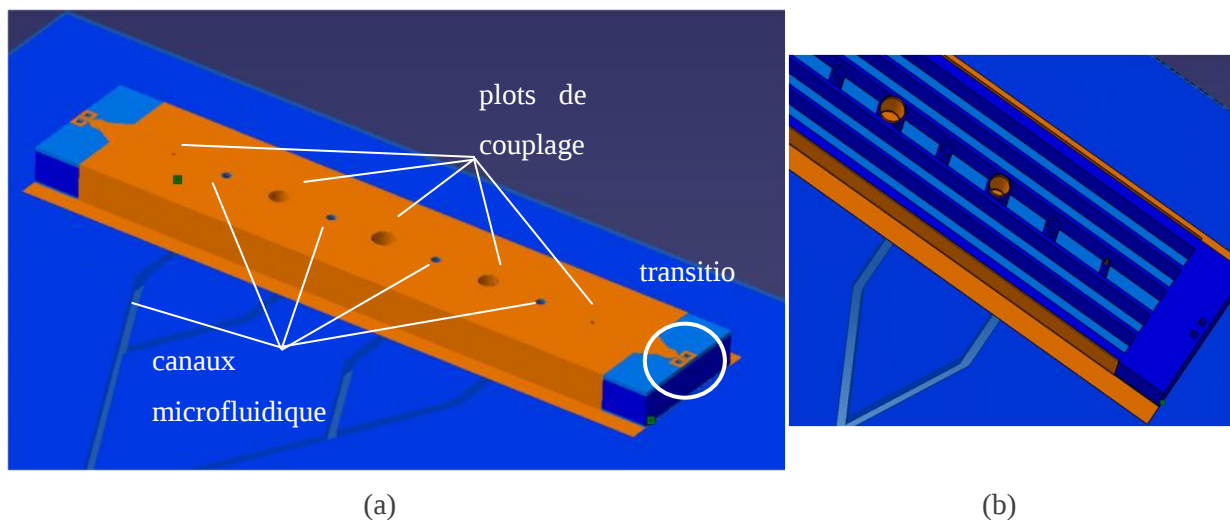


Figure 44 : Schéma tridimensionnel du filtre SIW, où l'on peut voir la zone de transition, les plots métallisés de couplage et les canaux microfluidiques (a), une vue sans le capot de SU-8 ni la métallisation supérieure permet de voir la dentelle (b).

La principale différence réside dans le réseau microfluidique. Hormis la topologie du filtre DBR, toutes les structures micro-rubans sont accordables grâce à un seul canal microfluidique horizontal, y

compris le filtre large bande d'ordre 4. Sur la technologie SIW, les canaux sont verticaux. Le filtre conçu est d'ordre quatre, quatre canaux sont donc nécessaires à l'accordabilité. Et pour ne pas déséquilibrer le filtre, ces quatre canaux doivent être remplis simultanément et de manière identique. L'alimentation de canaux verticaux est assurée par un réseau horizontal situé sous le filtre et dont l'unique entrée est déportée par rapport au filtre. L'entrée unique et la symétrie de réseau microfluidique permettent d'obtenir une résistance fluidique identique pour chaque canal vertical, et donc un remplissage symétrique. Déporter l'entrée permet d'éviter les problèmes d'encombrement lors des mesures. Et placer ce réseau d'alimentation sous le filtre réduit l'encombrement et garantit un niveau d'intégration élevé. Sur la Figure 45, la partie rouge du masque correspond au réseau microfluidique enterré.

On peut voir les améliorations issues de l'expérience acquise lors de la fabrication des structures planaires. Le kit de calibration est situé au centre du wafer, plus près des zones de transition, les motifs ont donc toutes les chances de correspondre exactement aux zones de transitions des filtres. La SU-8 n'est pas sur tout le wafer mais seulement à l'intérieur des rectangles blancs, la déformation du wafer due aux contraintes des couches SU-8 est ainsi limitée.

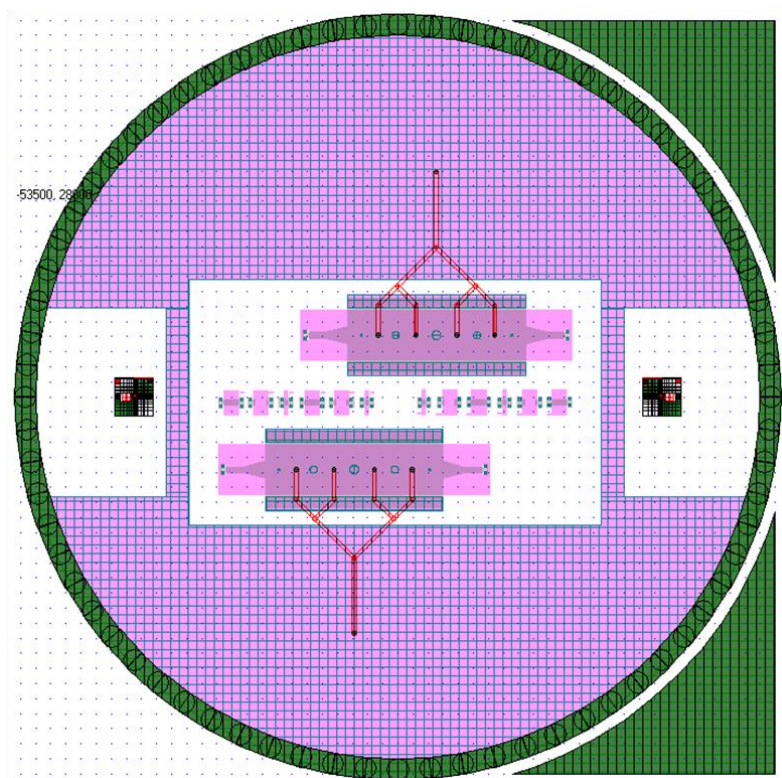


Figure 45 Superposition des différents masques nécessaires à la fabrication des structures SIW.

Malheureusement aucune plaque n'a abouti jusqu'à présent. L'adhésion moyenne de la SU-8 sur l'or couplée aux contraintes de la SU-8 a, encore une fois, été la dernière source d'échec.

Conclusion

Les techniques utilisant des polymères photosensibles sont apparues les plus pertinentes. Et Parmi ces polymères la SU-8, une résine à base d'époxy, présente de nombreux avantages : une résistance thermique, chimique, et mécanique très bonne et une très faible absorption optique dans le proche UV ce qui permet de structurer des couches très épaisses avec de hauts rapports de forme. Elle a donc été choisie pour la réalisation des filtres accordables en microfluidiques. Mais pour réaliser des canaux microfluidiques il est nécessaire de capoter des structures ouvertes. Pour cela il existe trois grandes techniques, la double insolation, la technique utilisant une couche sacrificielle et le laminage. Or du fait des pertes diélectriques importantes de la SU-8, un substrat creux a été conçu avec seulement 30% de résine et 70% d'air dans le volume. Une partie importante de résine doit donc être dissoute dans le développeur. Or avec les deux premières techniques de fabrication, le développement se fait à l'intérieur des canaux. Le renouvellement du solvant est plus difficile donc les temps de développement peuvent devenir très long, particulièrement lorsque la quantité à dissoudre est grande. La fabrication a donc été basée sur le laminage de film sec en SU-8 qui ne présente pas ce type de problème.

Le laminage a donc été un premier point clé de la fabrication, la métallisation un deuxième. Les filtres ont été réalisés en technologie micro-ruban, mais la caractérisation de telles structures est contraignante. Une découpe complète des wafers de test est un nécessaire pour avoir accès au plan de masse et à la ligne de transmission dans le même plan. Pour éviter ces contraintes, des transitions ont été conçues pour passer d'un accès coplanaires au mode de propagation du microruban. Cela permet de réaliser facilement les mesures sous une station sous-pointes. Mais des vias doivent être présents pour connecter les masses de l'accès coplanaire au plan de masse inférieur. La fabrication de ces vias a mis en lumière des phénomènes indésirables sur les couches de SU-8 réalisées par laminage. Cependant la pulvérisation cathodique de métaux permet de passer outre ces problèmes.

Des mesures ont donc été effectuées. Tous les filtres ont montré un décalage de fréquence centrale de 3 GHz par rapport aux circuits simulés. Ce désaccord vient d'une différence entre la valeur réelle et simulée de la constante diélectrique de la SU-8. Malgré cela des mesures avec de l'eau désionisée ont démontré l'accordabilité des filtres. Le résonateur coupe bande quart d'onde présente même un décalage de 30% lorsque le canal en bout de bras résonant est rempli d'eau désionisée. Les filtres larges bandes ont une accordabilité plus faible mais sont moins sensibles aux pertes apportées par les liquides. Seul le filtre DBR ne répond pas aux attentes, lorsque les deux canaux sont remplis d'un liquide, la bande passante disparaît.

Cette expérience sur les structures planaires a été adaptée pour la réalisation de cavités résonantes de type SIW. Cette technologie permet des facteurs de qualité plus élevés avec des structures relativement fines. Le substrat creux et les zones de transitions avec les vias métallisés ont été réutilisés pour la réalisation des cavités résonantes. Par contre le réseau microfluidiques des SIW diffère grandement de celui des structures planaires, les canaux d'accord sont verticaux, un réseau d'alimentation est situé sous le filtre, le design de celui-ci est symétrique avec une seule entrée pour obtenir des résistances fluidiques identiques dans chaque canaux d'accord.

- [1] K. Y. Lee, « Micromachining applications of a high resolution ultrathick photoresist », *J. Vac. Sci. Technol. B*, vol. 13, n° 6, p. 3012, nov. 1995.
- [2] H. Lorenz, M. Despont, N. Fahrni, J. Brugger, P. Vettiger, et P. Renaud, « High-aspect-ratio, ultrathick, negative-tone near-UV photoresist and its applications for MEMS », *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 64, n° 1, p. 33-39, janv. 1998.
- [3] J. Zhang, K. L. Tan, et H. Q. Gong, « Characterization of the polymerization of SU-8 photoresist and its applications in micro-electro-mechanical systems (MEMS) », *Polymer Testing*, vol. 20, n° 6, p. 693-701, 2001.
- [4] Microchem, « SU-8 3000 Permanent Epoxy Negative Photoresist », <http://www.microchem.com/Prod-SU83000.htm>, juill-2012. [Online]. Available: <http://www.microchem.com/Prod-SU83000.htm>. [Accessed: 20-juill-2012].
- [5] L. J. Guerin, M. Bossel, M. Demierre, S. Calmes, et P. Renaud, « Simple and low cost fabrication of embedded micro-channels by using a new thick-film photoplastic », in , 1997 *International Conference on Solid State Sensors and Actuators, 1997. TRANSDUCERS '97 Chicago*, 1997, vol. 2, p. 1419 -1422 vol.2.
- [6] C. Fu, C. Hung, et H. Huang, « A novel and simple fabrication method of embedded SU-8 micro channels by direct UV lithography », *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 34, p. 330-335, avr. 2006.
- [7] P. Abgrall, C. Lattes, V. Conédéra, X. Dollat, S. Colin, et A. M. Gué, « A novel fabrication method of flexible and monolithic 3D microfluidic structures using lamination of SU-8 films », *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 16, p. 113, 2006.
- [8] H. Becker et C. Gärtner, « Polymer microfabrication technologies for microfluidic systems », *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, vol. 390, n° 1, p. 89-111, 2008.
- [9] S. Tuomikoski et S. Franssila, « Free-standing SU-8 microfluidic chips by adhesive bonding and release etching », *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 120, n° 2, p. 408-415, mai 2005.
- [10] M. C. Cheng, A. P. Gadre, J. A. Garra, A. J. Nijdam, C. Luo, T. W. Schneider, R. C. White, J. F. Currie, et M. Paranjape, « Dry release of polymer structures with anti-sticking layer », *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, vol. 22, n° 3, p. 837-841, 2004.
- [11] P. Abgrall, « Microtechnologies polymères pour les laboratoires sur puces », 2006.
- [12] R. Fulcrand, « Etude et développement d'une plateforme microfluidique dédiée à des applications biologiques : intégration d'un actionneur magnétique sur substrat souple », Thèse de doctorat, [s.n.], [S.l.], 2009.
- [13] DJ DevCorp, « Thick Dry Film Sheets (TDFS), SUEX », <http://www.djdevcorp.com/13401.html>, juill-2012.
- [14] X. Feng, Y. Huang, et A. J. Rosakis, « On the stoney formula for a thin film/substrate system with nonuniform substrate thickness », *Journal of applied mechanics*, vol. 74, n° 6, p. 1276-1281.
- [15] A. Ghannam, C. Viallon, D. Bourrier, et T. Parra, « Dielectric microwave characterization of the SU-8 thick resin used in an above IC process », in *Microwave Conference, 2009. EuMC 2009. European*, 2009, p. 1041 -1044.

IV. Les applications proposées ou explorées

IV-1 Du filtre accordable au capteur	112
IV-1-1 Etat de l'art des capteurs biologiques hyperfréquences	112
IV-1-2 Utilisation en tant que capteur	113
IV-1-3 Les caractéristiques d'un liquide diélectrique	116
IV-2 Une technologie, un couplage, trois applications.	120
IV-2-1 Bobine accordable	120
IV-2-2 Capteur de température	125
IV-2-3 Contacteurs microfluidiques	127
IV-3 Le Galinstan, le liquide conducteur idéal ?	130
IV-3-1 Présentation et utilisations diverses du Galinstan	131
IV-3-2 Utilisation du Galinstan dans les applications hyperfréquences.	132
IV-3-3 Les difficultés de manipulations	134
Conclusion	137

IV-1 Du filtre accordable au capteur

Le chapitre précédent a détaillé la fabrication et la caractérisation de filtres planaires micro-rubans. Cela constitue une application originale dans le domaine hyperfréquence. Cependant un fonctionnement inverse peut être utilisé, le liquide ne s'attache alors plus à modifier les performances RF, mais ce sont les variations des paramètres S qui vont permettre de retirer des informations sur les fluides circulant dans les canaux. Cette application est pertinente vis-à-vis de l'état de l'art du domaine des capteurs chimiques ou biologiques hyperfréquences. Cette utilisation en capteur a été réalisée tout en conservant le même design que celui des structures RF reconfigurables, c'est-à-dire sans une conception spécifique pour ce type d'applications.

IV-1-1 Etat de l'art des capteurs biologiques hyperfréquences

Nous revenons dans cette partie sur l'état de l'art du couplage hyperfréquence et microfluidique avec une focalisation sur l'aspect capteur d'espèces biologiques et ce que peut apporter le système proposé par rapport à l'existant. Ainsi l'une des techniques les plus utilisées pour effectuer de la spectroscopie diélectrique est l'utilisation de sondes coaxiales en circuit ouvert, ce qui a fourni de nombreuses caractérisations de fluides dont des liquides biologiques [1]. Le caractère non destructif des ondes électromagnétiques a donc été mis à profit, par contre cela reste des techniques macroscopiques qui nécessitent de grands volumes. Le développement de la microfluidique a conduit à la fabrication de biocapteurs plus innovants [2]. Ces laboratoire-sur-puce de détection sont principalement basés sur l'optique, la biochimie, les détections électriques basse fréquence ou DC et seuls quelques-uns d'entre eux combinent interactions RF et micro-volumes [3], [4]. Cette technique ne nécessite pourtant ni marqueurs ou autres modifications de l'échantillon, ni contact. Et en plus de ce caractère non-destructif et potentiellement bio-compatible, elle permet des mesures extrêmement rapides, rendant envisageables le suivi en temps réel d'environnements biologiques ou le suivi d'éventuelles interactions entre molécules ou entités d'intérêt. Les capteurs utilisant le couplage micro fluidique - ondes électromagnétiques à des fins d'exploration et d'analyse de substances biologiques sont peu nombreux car cette association technologique, physique et biologique est relativement récente. Néanmoins, la quasi-totalité des travaux qui ont porté sur la fabrication des laboratoires sur puce et leurs fonctionnements aux fréquences micro-ondes utilisent des guides d'ondes coplanaires [4], [5]. Il s'agit en effet de la façon la plus simple de réaliser des lignes de transmission et l'interaction avec les liquides peut se faire avec une simple cuve PDMS.

Nous avons exploré dans ce travail la configuration microruban de circuits RF avec des canaux microfluidiques enterrés. Cette disposition permet de maximiser les interactions entre l'échantillon liquide et les micro-ondes et donc d'obtenir une plus grande sensibilité. De plus les risques de contamination ou d'évaporation de l'échantillon sont évités, tout en conservant les divers avantages cités précédemment. Une structure RF montée en résonateur a été préférée à un capteur large bande pour augmenter encore la sensibilité. Bien que les biocapteurs micro-ondes à base de résonance ne soient pas totalement nouveaux [6], [7] l'utilisation de la technologie micro-ruban permet d'atteindre un autre niveau d'intégration.

IV-1-2 Utilisation en tant que capteur

Le capteur utilise exactement la même structure que celle des filtres planaires accordables du chapitre précédent, Figure 1. Le processus technologique combine donc étape de croissances électrolytiques standard et laminage du film sec de SU-8. La caractérisation des différentes structures résonantes fabriquées a montré que le filtre coupe bande élaboré à partir d'un bras résonant quart d'onde était la topologie la plus sensible, [8].

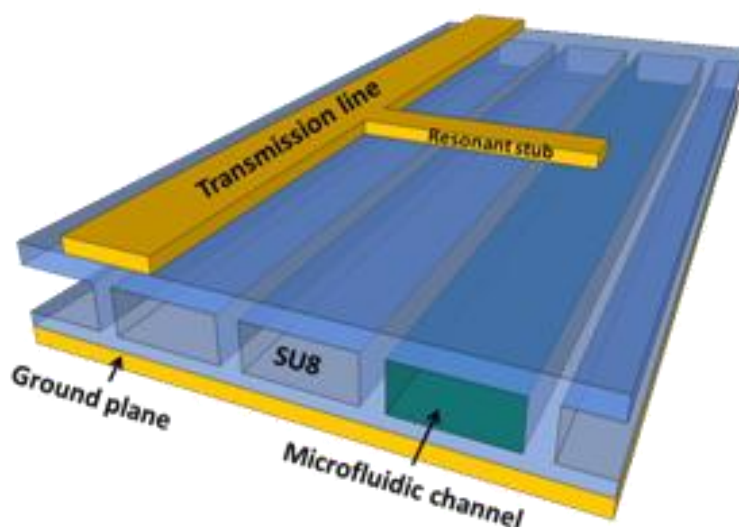
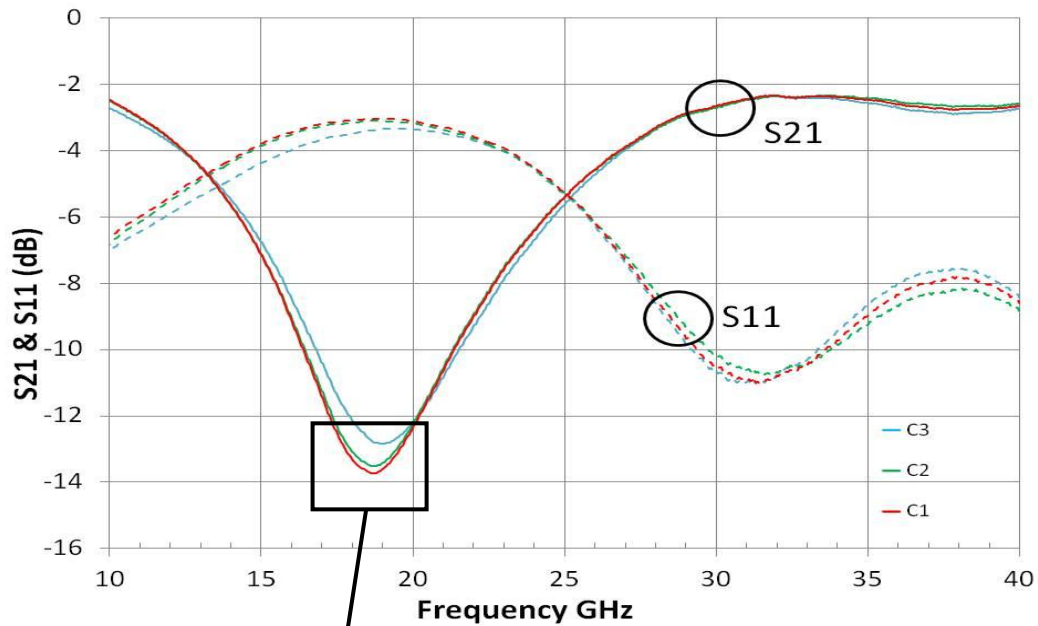


Figure 1 : Schéma de principe du capteur.

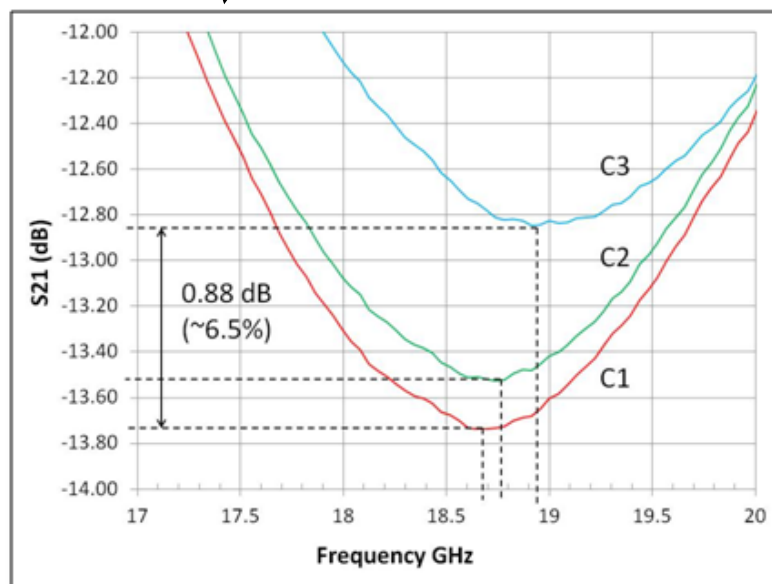
La caractérisation s'est faite de façon identique que pour les filtres, avec des mesures de 10 GHz à 40 GHz effectuées à l'aide d'un analyseur de réseau Agilent PNA-L et de sondes Cascade Microtech GSG. Les mesures à vide, lorsque les canaux sont remplis d'air, ont validé le bon fonctionnement du capteur avec une fréquence de résonance de 26 GHz. Puisqu'un grand nombre de liquides ioniques peut être retrouvé dans le corps humain et même à l'intérieur des cellules, nous avons choisi de tester nos dispositifs avec un sel en solution, des molécules de NaCl dans de l'eau désionisée. Sans aucune

IV. Les applications proposées ou explorées

toxicité et inerte chimiquement, cette solution a été testée à trois concentrations différentes : $C1 = 3.57 \text{ mg.mL}^{-1}$, un centième de sa solubilité dans de l'eau à 25°C , $C2 = 35.7 \text{ mg.mL}^{-1}$ un dixième de la solubilité et $C3 = 178.5 \text{ mg.mL}^{-1}$ la moitié de la solubilité. Cette dernière concentration est la plus élevée utilisée afin d'éviter toute cristallisation dans les canaux. De plus pour s'assurer qu'aucun mélange ne s'effectue à l'intérieur des canaux, un rinçage à l'eau désionisée puis un séchage est effectué entre chaque mesure. L'eau utilisée pour le rinçage comme pour la dilution du sel était à température ambiante de 20°C .



(a)



(b)

Figure 2 : Mesures des paramètres S selon les différentes concentrations de NaCl dans de l'eau désionisée à 20°C .

La Figure 2 (a) représente les paramètres en transmission et en réflexion en fonction des différentes concentrations. Le comportement coupe-bande est conservé mais avec des niveaux différents. Ces variations sont faibles mais un zoom de la transmission à la fréquence de résonance, Figure 2 (b), permet de quantifier ces différences. Le tableau suivant résume les fréquences de résonance et les amplitudes correspondantes pour les trois liquides. Une variation de 0,88 dB (ce qui correspond à un décalage fractionnaire de 6,5 pour cent) est obtenue entre la plus forte et la plus faible concentration.

Concentration (mg/mL)	Fréquence de résonance (fc)	Minimun de transmission à la fréquence fc	Différence d'atténuation
C1 = 3.57	18.69 GHz	-13.72 dB	-
C2 = 35.7	18.78 GHz	-13.52 dB	0.2 dB
C3 = 178.5	18.95 GHz	-12.84 dB	0.88 dB

Tableau 1 : Fréquences de résonance et valeurs d'atténuation pour les différentes concentrations en sel.

Clairement nous sommes encore loin d'un capteur opérationnel. Mais ce n'est qu'une première réalisation et il existe de nombreuses voies à explorer pour le rendre plus performant. Et ceci que ce soit au niveau du réseau microfluidique ou de la partie RF. On peut imaginer multiplier le nombre de canaux, multiplier le nombre de résonateurs, par exemple les utiliser de manière différentielle dans une structure DBR. Les solutions sont multiples et ce bio-capteur n'est qu'un aperçu des possibilités de ce couplage. Sur cette même structure on peut imaginer d'autres types de capteurs.

Ainsi comme on peut le voir sur la figure suivante les réponses sont bien plus marquées lors de mesures effectuées avec différents solvants.

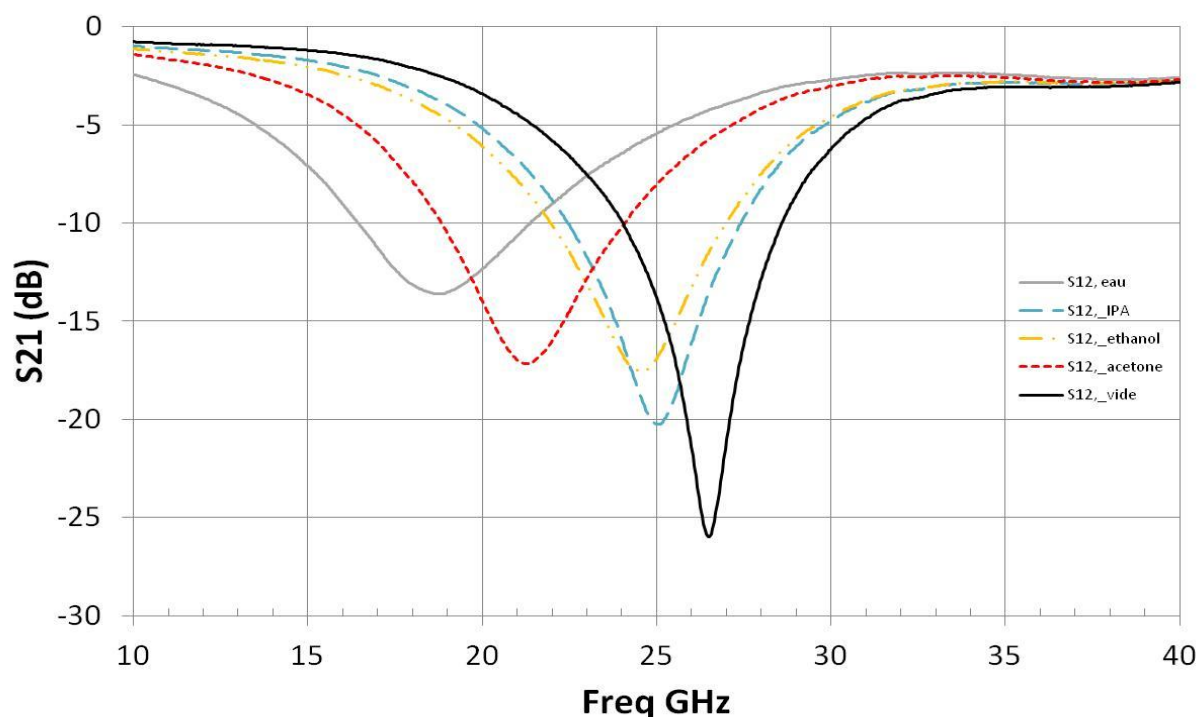


Figure 3 : Courbes de transmission du résonateur en fonction de différents solvants, courbe noire canal vide, bleue rempli avec de l'isopropanol, jaune avec de l'éthanol, rouge avec de l'acétone, grise avec de l'eau.

Ce capteur peut donc être utilisé comme un capteur chimique permettant de discriminer la nature du solvant qui circule, à condition de connaître la liste des liquides susceptibles d'y circuler. En effet le décalage de fréquence centrale ne permet pas d'identifier un liquide en absolu. Le paramètre essentiel qui va déterminer la réponse du capteur est la valeur de la constante diélectrique.

IV-1-3 Les caractéristiques d'un liquide diélectrique

Dans le cas de filtres accordables décrit dans les chapitres, les liquides diélectriques permettaient de modifier le champ électrique d'un résonateur. Le choix de ce liquide est donc primordial pour l'efficacité et la performance de l'accordabilité. Or les deux caractéristiques essentielles qui vont permettre ce choix sont la constante diélectrique et le facteur de perte. La connaissance de ces deux paramètres devrait permettre de remonter à la nature du fluide dans le cas d'une utilisation en capteur. Cette constante ou permittivité électrique, ϵ , décrit la capacité d'une substance à emmagasiner des charges, ceci indépendamment de la taille de l'échantillon. Le tableau ci-dessous montre un aperçu de l'étendue de ces valeurs pour quelques solvants communs :

Liquide	Benzène	Ethanol	Eau	Formamide	N-Methylformamide
Constante diélectrique (ϵ_S)	2.3	24	78	110	186

Tableau 2 : Valeur de la permittivité relative statique à 25°C pour quelques solvants communs [9].

Les valeurs ci-dessus sont données pour des fréquences faibles (l'ordre du kHz ou moins). Pour les liquides polaires cette constante dépend fortement de la fréquence. Gabriel et Al. [10] ou Barthel et Al. [9] donnent des éléments théoriques qui expliquent ces phénomènes, que nous reprenons en partie ici. Ainsi Les éléments qui ont d'importants moments dipolaires ont de grandes constantes diélectriques ; car la polarisation diélectrique dépend principalement de la capacité de leurs dipôles à s'orienter dans le sens du champ électrique appliqué. Dans les gaz et les liquides, les molécules sont capables de changer d'orientation au moins 10^6 fois par seconde ; par contre dans un solide ces rotations sont limitées et un champ électrique extérieur ne contribue que très peu à la constante diélectrique.

Cette réorientation et ce déplacement de charge équivalent à un courant électrique connu sous le nom de courant de déplacement de Maxwell. Pour un diélectrique parfait il n'y a aucun décalage entre l'orientation moléculaire et les variations de la tension alternative, le courant de déplacement est en quadrature de phase avec le champ électrique, Figure 4(a). De ce fait il n'y a aucune puissance dissipée puisque le produit $E \cdot I$ est nul.

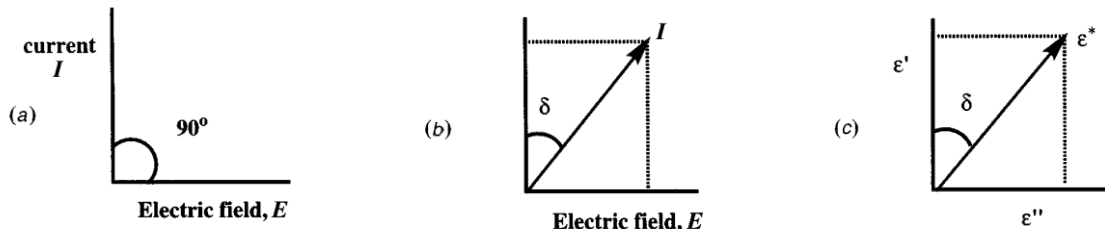


Figure 4 : Diagrammes de phase. (a) dans le cas idéal, (b) dans le cas réel, (c) la relation entre ϵ^* , ϵ' et ϵ'' .

Pour des fréquences plus élevées, de l'ordre du GHz, les rotations de la molécule ne peuvent plus suivre le champ d'excitation, il en résulte un déphasage δ , Figure 4 (b). La permittivité chute et plus la fréquence augmente plus le liquide se comporte comme un matériau non-polaire. Pour des fréquences où le déphasage est significatif, le liquide se comporte à la fois comme un isolant et comme un conducteur, et la permittivité totale revêt un caractère complexe :

$$\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon'' \quad (1)$$

IV. Les applications proposées ou explorées

ε' est la partie réelle et correspond à la constante diélectrique et ε'' est l'indice de perte qui indique la conductivité du matériau. $\varepsilon''/\varepsilon' = \tan \delta$ est défini comme le facteur de dissipation diélectrique. Dans le cas d'un liquide polaire présentant un unique temps de relaxation la permittivité complexe peut être exprimée par l'équation (2) grâce aux travaux de Debye :

$$\varepsilon^* = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + j\omega\tau} \quad (2)$$

où τ est le temps de relaxation et ε_s la valeur de la constante diélectrique à des fréquences très inférieures à τ^{-1} et ε_∞ celle pour des fréquences très supérieures à τ^{-1} . Ce temps de relaxation caractérise le temps nécessaire aux molécules d'adopter une orientation aléatoire après l'arrêt du champ d'excitation. Dans le cas d'une molécule sphérique de rayon r qui pivote dans un milieu visqueux, ce temps de relaxation peut être calculé par :

$$\tau = 4\pi r^3 \eta / kT = V \eta / kT \quad (3)$$

où V est le volume de la molécule et η la viscosité du milieu.

Une étude sur des mélanges de solvants apporte un éclairage intéressant sur les volumes impliqués dans cette relation de Debye. Si deux ou plusieurs solvants arrivent à se bien mélanger à l'échelle moléculaire alors, la plupart du temps, ce mélange présente un unique temps de relaxation, celui-ci a une valeur moyenne qui reflète la proportion moléculaire des espèces. A l'inverse si les solvants ne se mélangent pas à l'échelle moléculaire, on retrouve deux temps de relaxation distincts qui correspondent aux temps de relaxations de chaque espèce. Cependant, en général, les liquides présentent une large gamme de temps de relaxations avec des volumes correspondant beaucoup plus importants que le volume des molécules signifiant que le processus apparaît au sein d'agrégat de molécules.

L'équation (2) décrit correctement un certain nombre de liquides, cependant pour des comportements plus complexes quelques ajustements empiriques ont été apportés. Ainsi il y a le modèle de Cole – Cole [11] qui ajoute un paramètre de distribution α , compris entre 0 et 1 (strictement inférieur à 1). Ce modèle décrit une distribution symétrique des temps de relaxations par rapport à la valeur moyenne :

$$\varepsilon^* = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + (j\omega\tau)^{(1-\alpha)}} \quad (4)$$

Le modèle de Cole – Davison ajoute un paramètre de distribution β , qui est strictement supérieur à 0 et inférieur à 1. Il décrit une distribution asymétrique par rapport à la valeur moyenne [12]

$$\varepsilon^* = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{[1 + j\omega\tau]^\beta} \quad (5)$$

Une combinaison linéaire des équations (2), (4), (5) peut décrire le comportement de phénomènes de relaxation plus complexes.

Ainsi pour un résonateur hyperfréquence accordable le liquide diélectrique idéal doit avoir une très grande constante diélectrique et un très faible facteur de perte. Or seuls les liquides polaires ont des constantes diélectriques élevées, mais celles-ci sont immanquablement associées à des pertes diélectriques importantes dues aux phénomènes de relaxation. Cette relaxation dipolaire apparaît jusqu'à quelques dizaines de gigahertz, au-delà leur constante diélectrique est proche des liquides non-polaires, c'est-à-dire inférieure à 5.

Mais pour un capteur, ce phénomène de relaxation, spécifique à chaque liquide, peut être une piste pour identifier différents liquides.

IV-2 Une technologie, un couplage, trois applications.

Des travaux collaboratifs au sein du laboratoire nous ont permis d'explorer de nouvelles applications basées sur le couplage hyperfréquences – microfluidique. Une première traite de la problématique de la reconfigurabilité de composants passifs (en particulier des bobines planes) aux hyperfréquences. Une deuxième c'est concentré sur l'aspect capteur (en particulier de température) avec comme particularité une interrogation à distance à l'aide d'un radar. Et enfin une application imaginée dans le cadre du projet ANR mais qui n'a malheureusement pas pu être réalisée par manque de temps, des switchs microfluidiques. Toutes ces applications ont été conçues, et pour certaines réalisées, à partir des mêmes briques technologiques que les dispositifs au cœur de notre travail de thèse ; c'est-à-dire l'utilisation de la résine photostructurable SU-8 et les techniques de structuration, métallisation ou capotage qui découlent de ce choix.

IV-2-1 Bobine accordable

Une inductance variable a été imaginée dont l'objectif était d'atteindre des variations d'inductance importantes, des facteurs de qualité élevés et une utilisation possible en haute fréquence (supérieure au GHz) sur une large bande de fréquences. La réunion de ces trois contraintes dépasse l'état de l'art actuel. Lorsque de grandes variations sont obtenues c'est, en général, au détriment du facteur de qualité ; et lorsque les facteurs de qualité sont élevés, les taux de variations de l'inductance sont généralement faibles. Enfin le peu de travaux qui conjuguent ces deux paramètres utilisent des bandes de fréquences très inférieures au gigahertz. Les techniques utilisées sont diverses mais aucune n'implique la microfluidique. On retrouve l'utilisation de micro-relais, mais dans ce cas la plage d'accord est discontinue, des accordabilités basées sur des variations de l'inductance mutuelle, soit en jouant sur la distance entre deux bobines soit en utilisant des matériaux déformables, ou encore en contrôlant la distance d'un matériau magnétique autour de la bobine. On peut retrouver les références de ces différents travaux ainsi qu'un état de l'art plus précis dans l'article de El Gmati [13]. L'inductance variable proposée est ainsi singulière sur la technologie utilisée et performante en comparaison de l'état de l'art. La structure est constituée d'une bobine planaire à double enroulement sur un substrat en verre. Sur cette inductance un canal de circulation de fluides est déposé à l'intérieur duquel un liquide conducteur vient court-circuiter le nombre de tours. La valeur de l'inductance diminue alors progressivement en lien avec la position du front du liquide. Un schéma tridimensionnel est proposé en Figure 5.

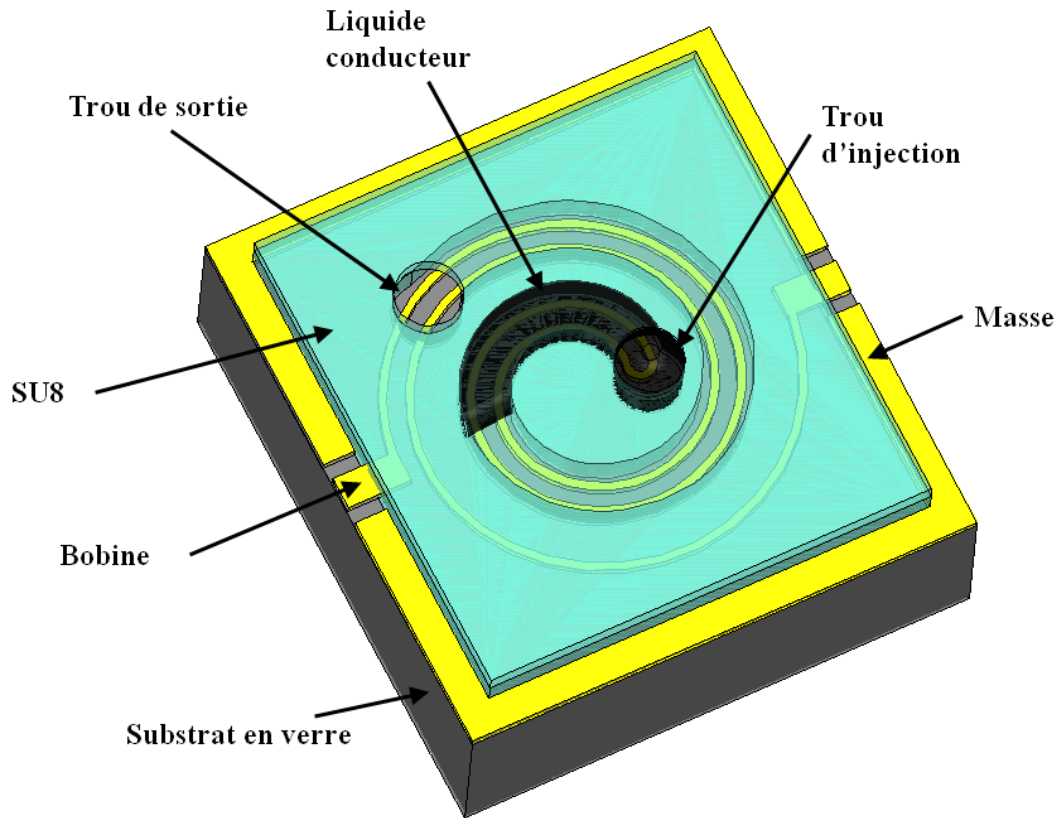


Figure 5 : Schéma 3D de la structure de l'inductance variable.

La réalisation de ce composant reconfigurable a été effectuée en collaboration avec l'équipe de P.PONS. Le procédé de fabrication de ces dispositifs présente de nombreuses similitudes avec celui présenté dans le chapitre précédent pour la réalisation des filtres accordables. Il se décompose en deux parties, la structuration des bobines et la création du canal microfluidique. La métallisation se fait donc par le dépôt d'une couche de croissance par évaporation, puis par une croissance électrochimique de la bobine à travers un moule de résine. Après dissolution de cette résine et gravure chimique de la couche métallique de croissance, la bobine à double enroulement est réalisée. Les photos de la Figure 6 en montrent deux échantillons à des étapes de fabrications différentes. Sur cette structure une couche de SU-8 est déposée par tournette, pour réaliser les murs du réseau fluidique, Figure 6 (b). Ces canaux sont ensuite capotés avec un film sec de SU-8 laminé issu du savoir-faire du laboratoire (cf. chapitre 3).

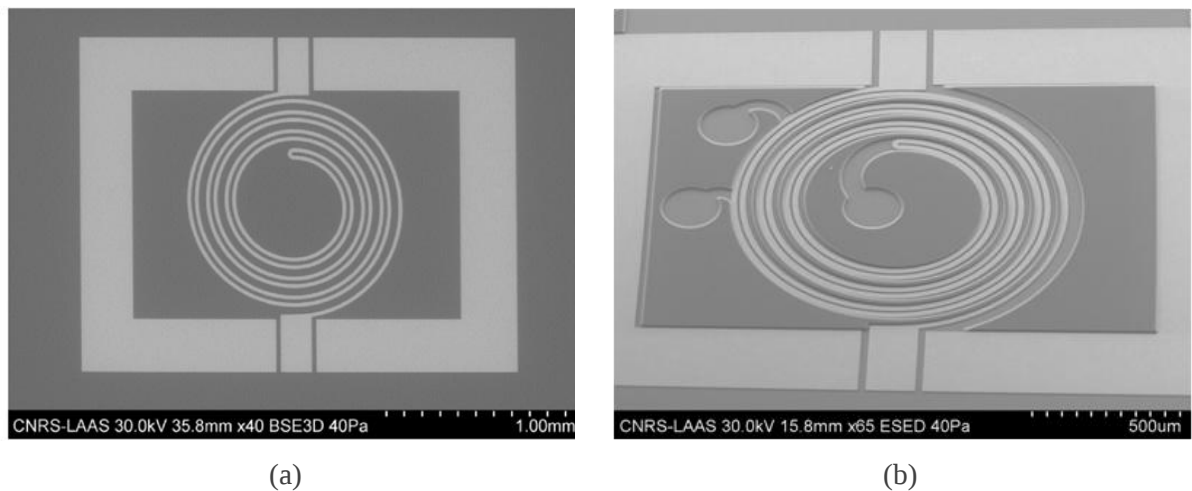
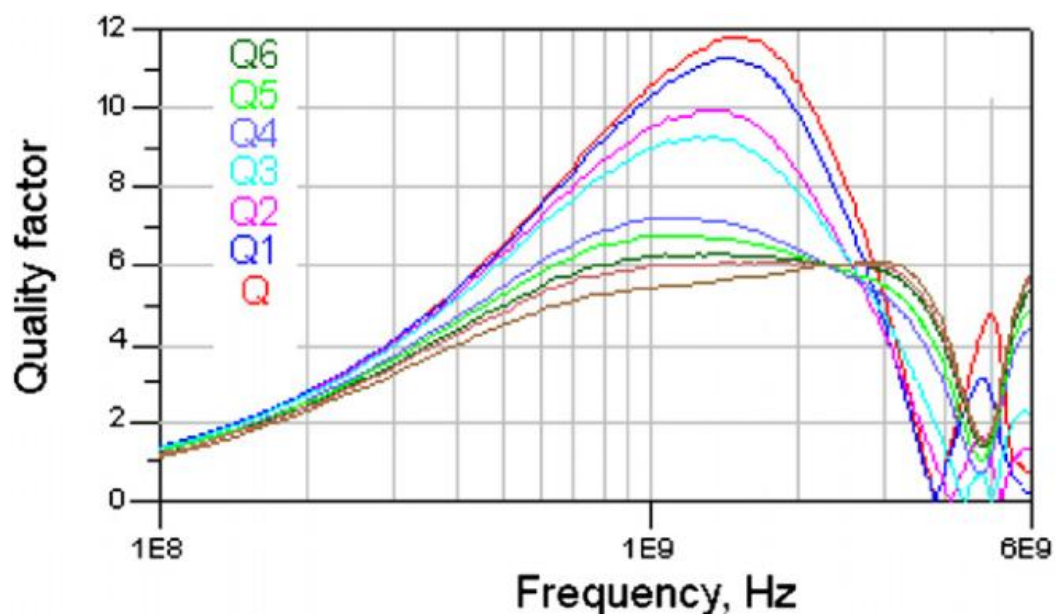
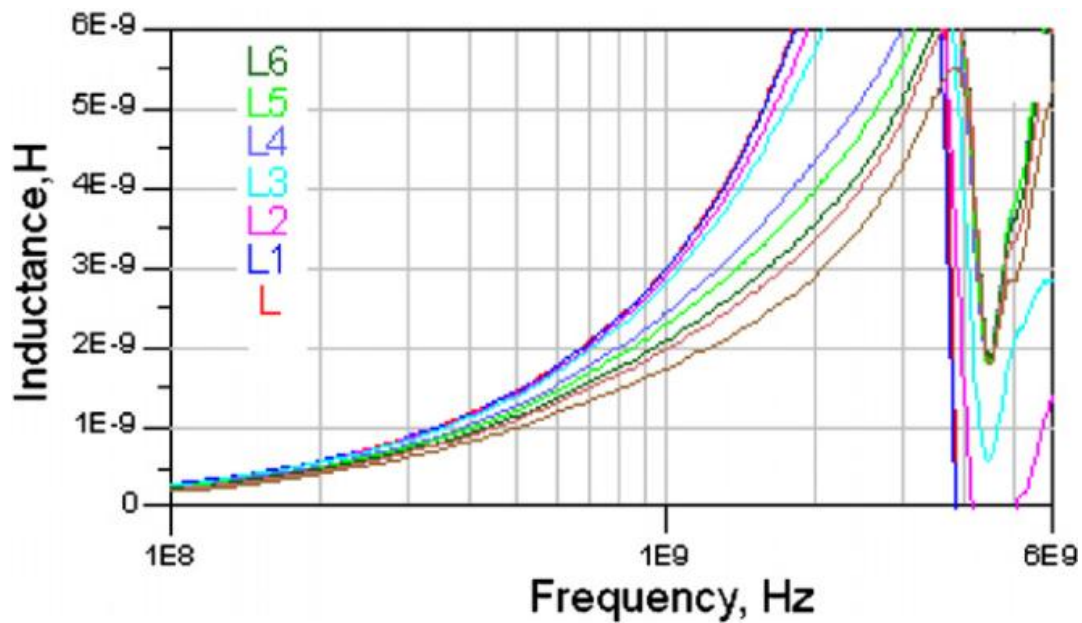


Figure 6 : Photographie en cours de fabrications des bobines seules (a) et des bobines avec les structures microfluidiques en SU-8 (b).

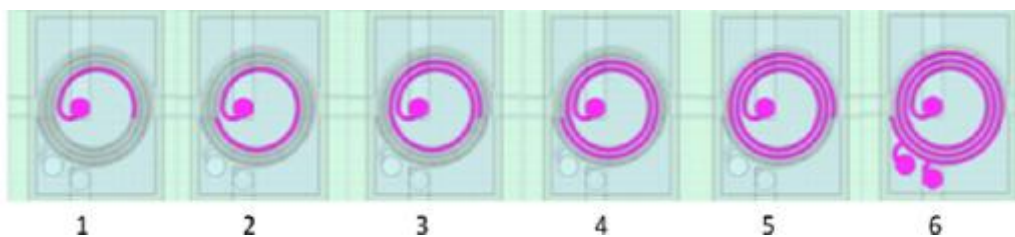
Les paramètres S ont été alors mesurés de 50MHz à 20GHz et les valeurs de l'inductance et du facteur de qualité calculées à partir de la matrice d'admittance. Les résultats à vide montrent que le facteur de qualité est maximum autour de 1.6 GHz, sa valeur est alors de 12 ; cette fréquence a donc été choisie pour comparer les valeurs d'inductance dans les différentes configurations. Du fait de la présence de capacités parasites un phénomène de self-résonance apparaît inévitablement lors de mesures de bobines à haute fréquence. La valeur mesurée dans ce cas est de 4 GHz, ceci ne rentre donc pas en conflit avec la fréquence de travail choisie d'1.6 GHz.



(a)



(b)



(c)

Figure 7 : Courbes de caractérisations des bobines réalisées : facteurs de qualité (a) valeurs des inductances mesurées (b) en fonction des différentes positions de l'eau désionisée saturée en NaCl (c) dans les canaux.

Des simulations préalables ont montré que les performances obtenues avec un liquide métallique tel que le mercure ou le Galinstan³ étaient très proches de celles obtenues avec un liquide idéal parfaitement conducteur. Malheureusement les difficultés de manipulation du Galinstan ont empêchée toute mesure avec ce liquide. Une alternative a donc été d'utiliser une solution d'eau saturée en NaCl. La résistivité d'une telle solution atteint 13 mΩ.cm, soit plus de 100 fois celle du mercure ; le facteur de qualité chute donc à une valeur autour de 5 à 1.6 GHz lorsque le canal est entièrement rempli. Cependant malgré cette forte résistivité les variations d'inductance obtenues sont très encourageantes car elles passent de 5.4 nH à 2.6 nH à 1.6GHz comme on peut le voir en Figure 7, soit une variation de plus de 100%.

³ Le Galinstan est un alliage métallique qui a une température de fusion de -19°C mais nous y reviendrons dans la prochaine partie.

La Figure 8 compare les résultats à 1.6 GHz de simulations effectuées avec les données de l'eau salée à celles des mesures. La correspondance entre les deux courbes est satisfaisante que ce soit pour la variation d'inductance (a) ou le facteur de qualité (b).

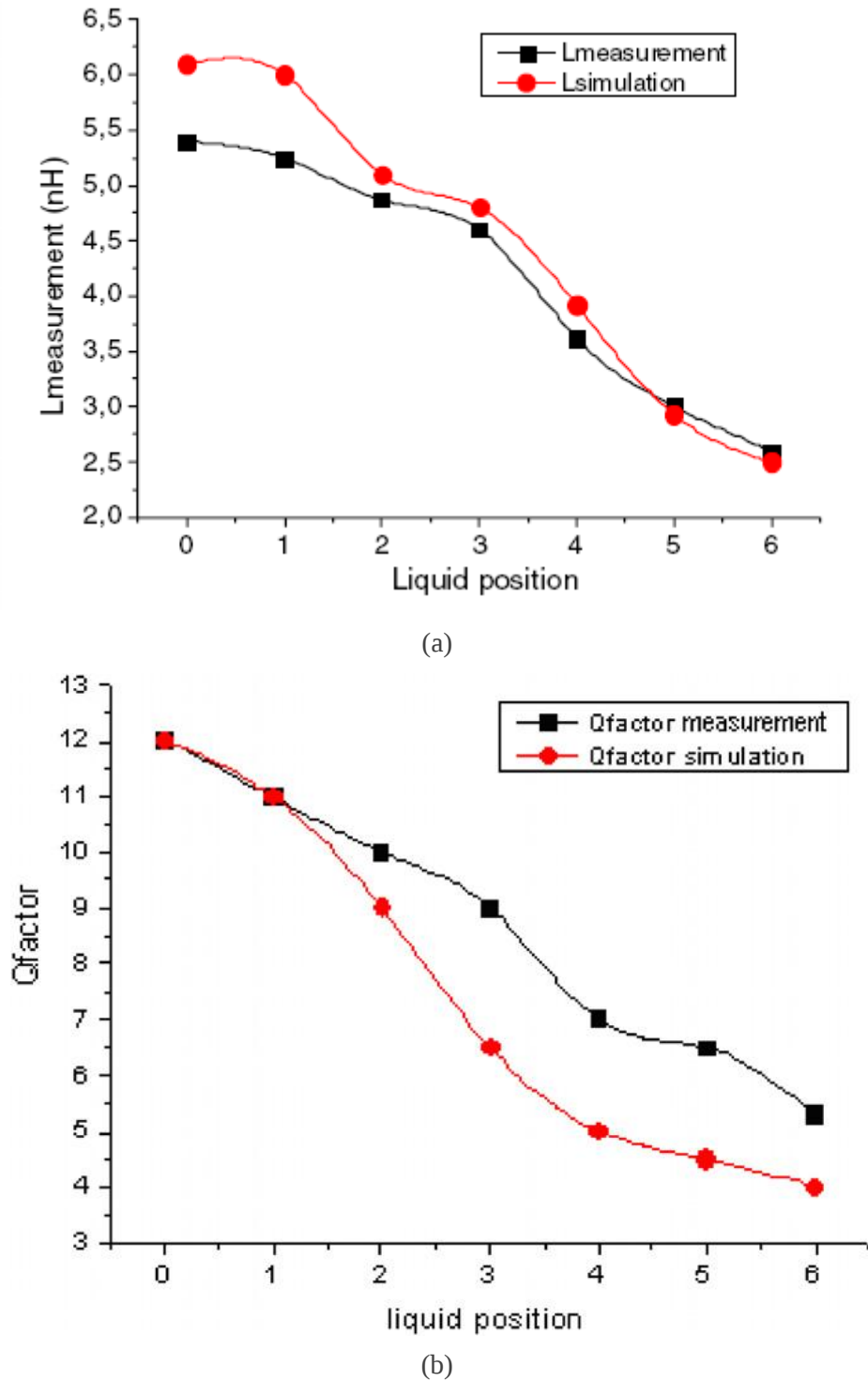


Figure 8 : Comparaison des simulations et des mesures de l'inductance (a) et du facteur de qualité (b) pour les différentes positions du canal à 1.6GHz.

Cette application démontre une nouvelle fois qu'un couplage microfluidique-hyperfréquences basé sur la technologie SU-8 est pertinent dans le domaine d'applications RF. Les performances obtenues sont satisfaisantes ou pour le moins encourageantes puisque ce sont des résultats initiaux comportant de nombreux points pouvant être améliorés. Mais ce couplage peut présenter un intérêt dans d'autres domaines, tel un capteur de température interrogeable à distance.

IV-2-2 Capteur de température

La technique la plus ancienne et la plus couramment utilisée pour mesurer la température est d'exploiter la dilatation thermique de liquides ou de matériaux solides. A partir de cette idée, un capteur de température passif sans fil est en voie de développement au LAAS [14]. Un liquide métallique, placé à l'intérieur d'un canal microfluidique, vient, du fait de sa dilatation thermique, court-circuiter un réseau linéaire de dipôles de telle sorte que la surface équivalente radar (SER ou RCS) augmente ou diminue en fonction de la température. Chaque dipôle du réseau présente un gap différent, la variation de la RCS est donc discrète comme le montre la Figure 9. Et pour un prototype composé de 5 éléments, les simulations électromagnétiques dans le cas idéal montrent qu'une gamme de RCS de 16 dBsm peut être atteinte lorsque les 5 sont en court-circuit, Figure 10. Cependant ce cas idéal utilise un conducteur électrique parfait pour effectuer le court-circuit, intègre les dipôles en cuivre sur 100 μ m de kapton, mais n'introduit pas le réseau microfluidique.

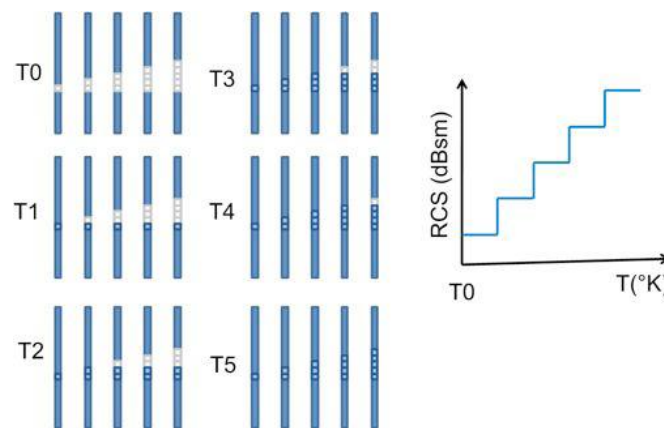


Figure 9 : Réseau de cinq dipôles et la surface équivalente radar en fonction de la température

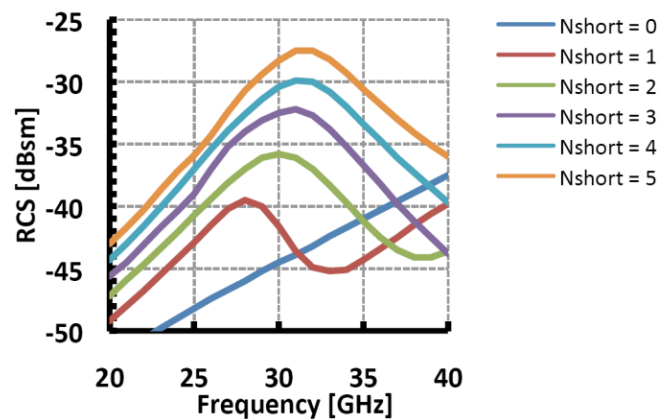


Figure 10 : Résultat de simulations de la réponse idéale de la réponse du radar en fonction du nombre de dipôle court-circuité.

Les structures microfluidiques ont été fabriquées à l'aide de laminage de film sec de SU-8, la même technologie que celle utilisée pour les filtres et les bobines accordables comme on peut le suivre en Figure 11. La surface équivalente radar de chaque réseau de dipôles a été mesurée à 29,5 GHz en utilisant un radar FMCW placé à 1.6m. Pour simuler l'effet de la température les dipôles ont été remplis un à un. Entre les configurations où tous les canaux sont vides et tous les canaux sont pleins une fourchette de 9 dBsm est obtenue avec une résolution de 1,8 dBsm. Ce comportement correspond à une résolution de 4 ° K en utilisant le coefficient de dilatation thermique de Galinstan⁴.

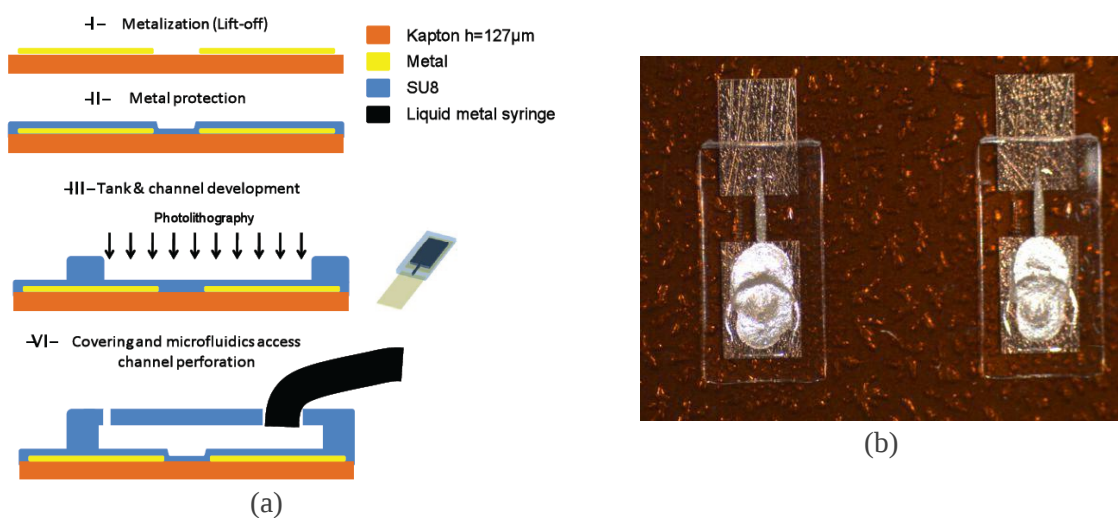


Figure 11 : Procédé de fabrication des structures (a) et photo de deux dipôles avec deux structures microfluidiques remplies d'un liquide métallique.

Ce travail montre qu'il est possible d'intégrer des réseaux de circulation de fluides conducteurs à des dispositifs passifs interrogeables à distance.

⁴ Le Galinstan est un alliage métallique qui a une température de fusion de -19°C mais nous y reviendrons dans la prochaine partie.

IV-2-3 Contacteurs microfluidiques

Le premier chapitre a mis en lumière le rôle stratégique que prend la reconfigurabilité dans les nouveaux systèmes de télécommunication. Nous avons donc montré que la microfluidique peut être utile à cette problématique notamment au travers de filtres accordables ou d'inductances variables. Mais dès la définition du projet ANR RF-IDROFIL, dans lequel s'inscrit ce travail de thèse, les contacteurs microfluidiques ont été identifiés comme une voie possible pour obtenir la reconfigurabilité de circuits hyperfréquences. Par manque de temps aucun essai de fabrication n'a été effectué, seuls l'élaboration de concepts et quelques simulations ont permis de valider l'approche théorique.

Des structures constituées de deux lignes microrubans dont les extrémités en regard sont séparées par un micro canal ont donc été simulées sous HFSS™. Ce contacteur fonctionne comme un interrupteur à deux états. La présence d'un liquide conducteur permet d'établir le contact. Lors de la simulation les lignes sont noyées à mi hauteur dans un substrat SU-8. Et les paramètres utilisés pour le liquide sont ceux du Galinstan, Figure 12.

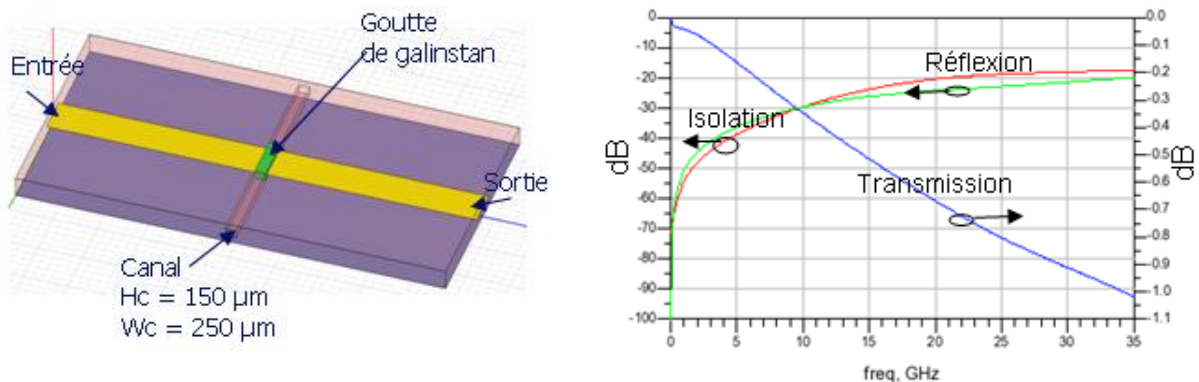


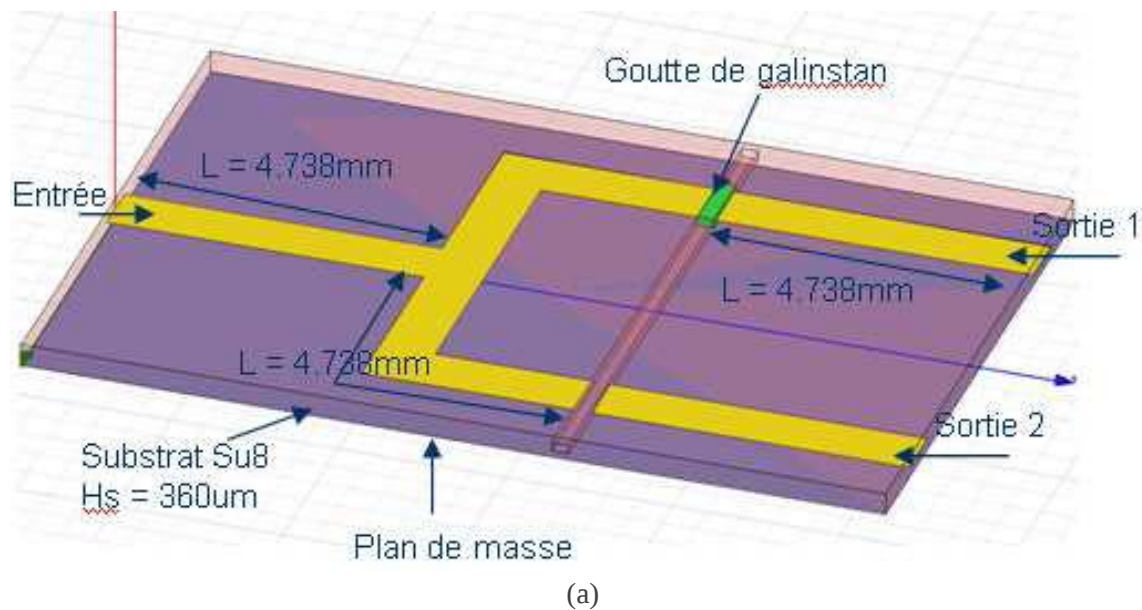
Figure 12 : Contacteur simulé et résultats de simulation.

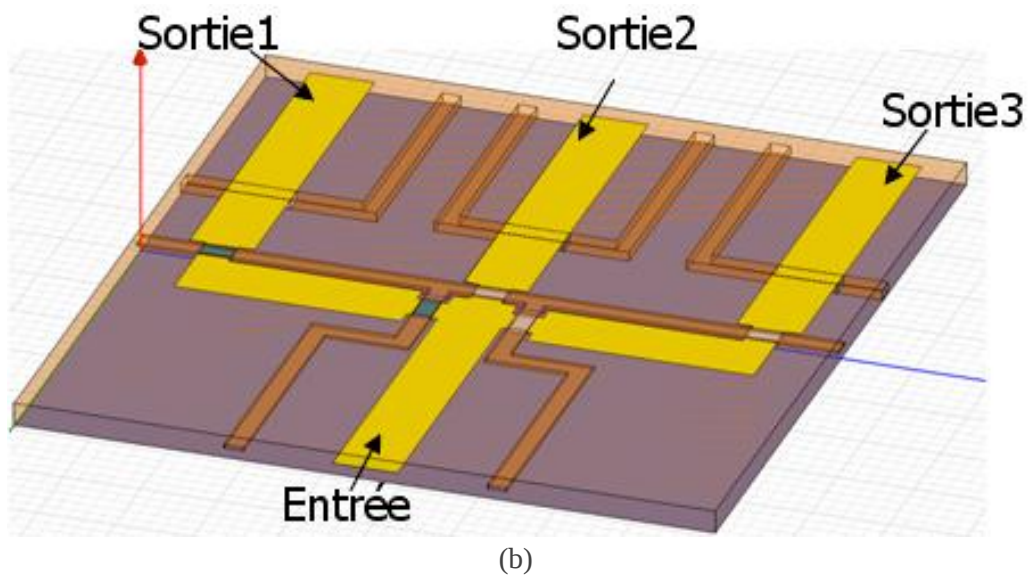
Les performances obtenues sont très bien encourageantes et rivalisent avec l'état de l'art, MEMS RF, diodes PIN ou transistors FET comme le montre le tableau ci-dessous :

Paramètres	Microfluidique	MEMS RF	PIN	FET
Pertes d'insertion dB (1- 10 GHz)	0.05 – 2.4	0.05 – 0.2	0.3 – 1.2	0.4 – 2.5
Pertes d'insertion dB (10 -40 GHz)	50 – 20	55 – 13	40 – 15	25 – 12
Isolation dB (1 – 10 GHz)	très bonne	très bonne	bonne	moyenne
Isolation dB (10 – 40 GHz)	bonne	très bonne	moyenne	faible
Capacité série (pF)	-	1 - 6	40 – 80	70 – 140
Résistance série (Ω)	0.48 e^{-3}	0.5 – 2	2 – 4	4 – 6

Tableau 3 : Comparatif des performances d'un simple contacteur en fonction de la technologie utilisée.

A partir de cette base des commutateurs bien plus complexes peuvent être imaginés comme ceux de la Figure 13, SPDT (une entrée deux sorties), SP3T (une entrée trois sorties), etc.





(b)
Figure 13 : Design envisageable pour des commutateurs à deux sorties (a) ou à trois sorties (b)

Les commutateurs microfluidiques présentent de bonnes performances hyperfréquences et les designs envisageables sont innombrables. Cependant toutes ces simulations présupposent l'utilisation du Galinstan. Ainsi les applications précédentes, réalisées en collaboration, ont permis de tester la manipulation de ce liquide et de faire apparaître différentes difficultés inhérentes aux Galinstan. Mais la partie suivante va expliciter toutes ces propriétés.

IV-3 Le Galinstan, le liquide conducteur idéal ?

Toutes les applications présentées dans la partie précédente nécessitent l'utilisation d'un liquide conducteur. Les premiers liquides présentant une conductivité non-négligeable sont les liquides ioniques. Ce sont des liquides constitués exclusivement de cations et d'anions et qui, par définition, ont un point de fusion inférieur à 100°C [15]. Basé sur le fait que les liquides ioniques sont composés uniquement d'ions, on s'attendrait à ce qu'ils aient une grande conductivité. Or celle-ci ne dépasse pas 1 S.m⁻¹ à température ambiante, cette valeur est inférieure à celle de la plupart des électrolytes aqueux concentrés. En effet la conductivité de toute solution ne dépend pas seulement du nombre de porteurs de charges mais aussi sur leur mobilité. La conductivité d'un électrolyte est donnée par la loi de Kohlrausch :

$$\sigma = \sum_i z_i \cdot \lambda_i \cdot C_i \quad (6)$$

La conductivité est donc la somme des apports de chaque ion présent dans l'électrolyte, où pour chaque ion Z est son nombre de charge, λ sa conductivité molaire ionique et C sa concentration. Le tableau suivant regroupe les valeurs de conductivité ionique molaire de quelques cations et anions communs :

Ions	H ₃ O ⁺	OH ⁻	PO ₄ ³⁻	Ca ²⁺	Cl ⁻	K ⁺	Na ⁺
λ (mS.m².mol⁻¹) à 25°C	35	19	28	12	7.6	7.4	5

Tableau 4 : Conductivité ionique molaire de quelques ions à 25C

Ainsi si l'on prend une solution aqueuse saturée en chlorure de potassium à 25°C, sa conductivité n'est que de 50 S.m⁻¹. Cet ordre de grandeur est largement insuffisant pour réaliser des fonctions de court-circuit nécessaires au fonctionnement de filtres accordables performants.

Les matériaux qui ont la plus grande conductivité sont les métaux. Tous les métaux sont liquides sous leur température de fusion, seulement lorsque celle-ci est de 1000°C comme pour l'or ou 660°C pour l'aluminium, il n'est pas envisageable de les utiliser sous forme liquide. Le mercure est le seul métal pur à être liquide à température ambiante (20°C). Mais quelques alliages le sont également, dont un, nommé le Galinstan, qui présente de nombreux avantages.

IV-3-1 Présentation et utilisations diverses du Galinstan

Le mercure présente, à l'état naturel, une conductivité de $1,04.10^6 \text{ S}\cdot\text{m}^{-1}$ et une température de fusion de -38.84°C . Ces propriétés en font le candidat idéal pour une variété d'utilisations dans nos dispositifs. Malheureusement sa toxicité avérée en prohibe l'usage dans des applications comme les nôtres. Quelques autres éléments sont à l'état liquide à température ambiante tel que le francium, le Césium, le gallium. Leurs températures de fusion respectives sont de 26.9°C , 28.4°C et 29.8°C . Clairement ces températures sont trop élevées pour une utilisation courante. Pour allier faible température de fusion et non-toxicité la solution se trouve du côté des alliages métalliques. Le francium étant très rare et radioactif, et le césium extrêmement réactif à l'eau, la plupart des alliages présentant une basse température de fusion sont à base de Gallium qui lui est non-toxique. L'un des plus remarquables est le Galinstan, c'est un mélange eutectique de gallium (68.5 %), indium (21.5 %), et étain (10 %) (GALINSTAN pour GALium INdium STANnum (le latin d'étain)). Ce nom est breveté et déjà utilisé dans les thermomètres comme substitut non-toxique au mercure par la société allemande Geratherm [16]. Outre sa non-toxicité, sa température de fusion est de -19°C . Et en comparaison avec le mercure, il présente de nombreux avantages : il a une meilleure réflectivité, une plus faible densité ($6\,440 \text{ kg/m}^3$ contre $13\,550 \text{ kg/m}^3$) et résistivité électrique inférieure ($0.43 \mu\Omega\cdot\text{m}$ contre $0.93 \mu\Omega\cdot\text{m}$). Il est par contre moins fluide que le mercure, il affiche une viscosité dynamique de $2.4 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ contre $1.53 \text{ Pa}\cdot\text{s}$. Le tableau suivant dresse un comparatif des propriétés de ces deux liquides conducteurs.

	Mercure	Galinstan
Résistivité électrique ($\mu\Omega\cdot\text{m}$)	0.93	0.43
Température de fusion ($^\circ\text{C}$)	-38	-19
Température d'ébullition ($^\circ\text{C}$)	357	1300
Viscosité dynamique (Pa.s)	1.53	2.4
Densité ($\text{Kg}\cdot\text{m}^{-3}$)	13 550	6 440
Toxicité	importante	quasi-nulle

Tableau 5 : Comparatif des propriétés du mercure et du Galinstan.

Les caractéristiques du Galinstan, intéressantes à plusieurs titres, ont permis d'imaginer plusieurs champs d'application de cet alliage. Sa haute réflectivité couplée à sa densité deux fois plus faible que celle du mercure en font une alternative pour les miroirs liquides de télescope [17]. Des systèmes de refroidissement liquide ont mis à profit cette faible densité et sa très bonne conduction thermique [18], [19], [20]. Le domaine des électrodes liquides a également trouvé un intérêt à cette alternative non-toxique du mercure [21], [22]. Ces électrodes sont classiquement utilisées pour des mesures

d'impédances de liquides, mais des électrodes en Galinstan ont été implantées dans des fibres pour réaliser des textiles révolutionnaires à bases d'optoélectronique [23].

Les liquides métalliques trouvent donc des applications dans divers domaines. Et du fait de sa non-toxicité, le Galinstan est souvent cité comme une solution. La partie suivante montre les travaux où l'on retrouve cet alliage pour des applications RF.

IV-3-2 Utilisation du Galinstan dans les applications hyperfréquences.

Les travaux que nous présentons ici utilisent soit du Galinstan, soit un alliage eutectique de Galium et d'indium (EGaIn). Ces deux alliages présentent les mêmes caractéristiques à leur température de fusion près elle est de 10°C pour l'EGaIn.

La bonne conductivité électrique du Galinstan est son principal attrait pour les applications RF. Ainsi il a été utilisé pour interconnecter des puces MMIC dans un procédé de flip chip, l'utilisation d'un liquide étant beaucoup moins sensible aux contraintes thermomécaniques. Et la diminution de gain par rapport à un soudage classique est seulement de 0.7 dB par via sur la plage de fréquence de 4.9 à 8.5 GHz [24].

Les antennes accordables exploitent également cette bonne conductivité de ce liquide. Des canaux, réalisés dans un élastomère qui peut être du PDMS [25], Figure 14, ou d'autres matériaux à base de silicone [26], sont remplis du liquide conducteur et la déformation de cette ensemble permet de modifier la fréquence de résonance de l'antenne.

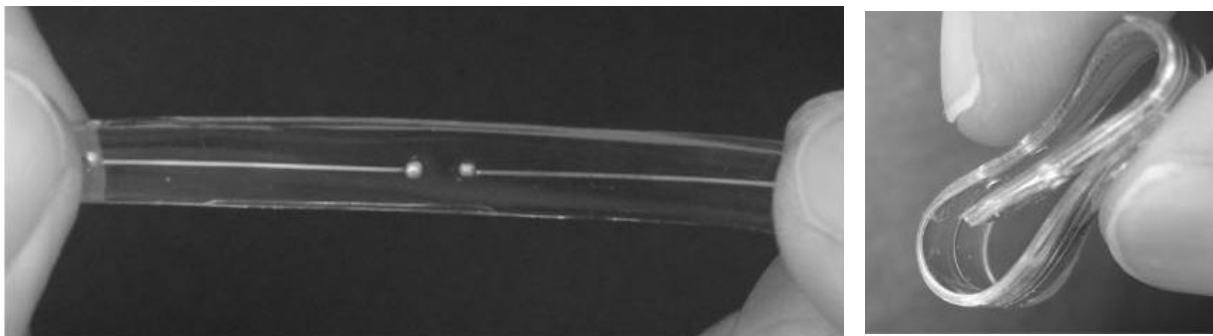


Figure 14 : Antenne déformable constituée de deux canaux en PDMS remplis de liquide métallique [25].

Sur cette idée de dispositifs microfluidiques déformables, un capteur de déformation avec interrogation à distance a été développé par Cheng *et Al.* [27]. Ce concept microfluidique multicouche en électronique extensible est capable de surveiller à distance le mouvement du corps humain, et la

transmission sans fil de la mesure est possible en temps réel à une distance de 5 m. La taille du capteur est d'environ 88 mm x 87 mm, Figure 15, et il fonctionne autour de 900 MHz.

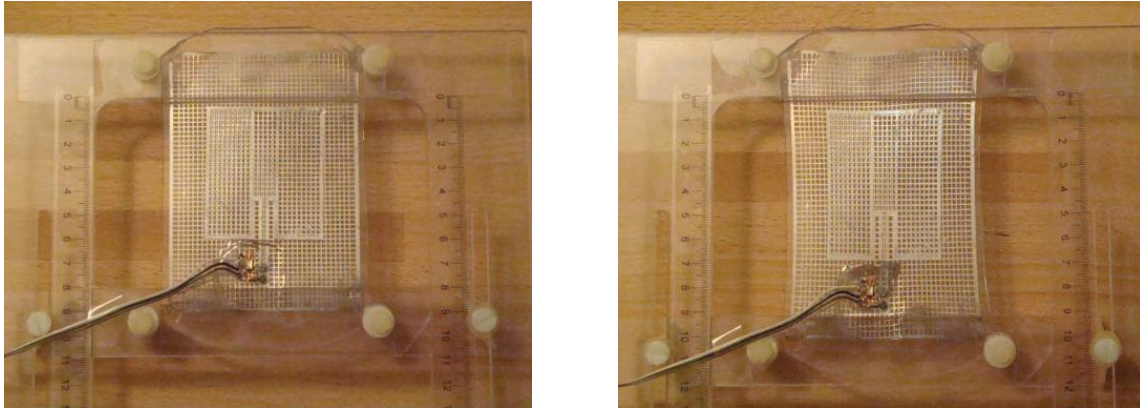


Figure 15 : Capteur de deformation à l'état initial a) et avec 15% d'élongation. [27]

Sur cette même thématique d'antenne, des surfaces sélectives de fréquences accordables ont été réalisées. Des tubes en Téflon sont remplis des gouttes de Galinstan, la localisation de ces gouttes permet de changer la capacité effective d'une structure capacitive périodique [28].

L'équipe de Péroulis a développé un switch capacitif [29]. Un micro-canal est placé au dessus d'un guide d'ondes (CPW), l'impédance initiale de la ligne coplanaire est de 50Ω . Un court-circuit RF est réalisé lorsqu'à l'intérieur du canal une goutte de Galinstan est placée au dessus de la ligne comme on peut le voir sur la Figure 16. Cette goutte de liquide métallique évolue dans une solution de Téflon. Celle-ci n'ajoute aucune perte significative, facilite le déplacement et évite le dépôt de résidu métalliquesur la ligne. L'isolation obtenue est supérieure à 20dB sur une plage de fréquence allant de 20 à 100GHz.

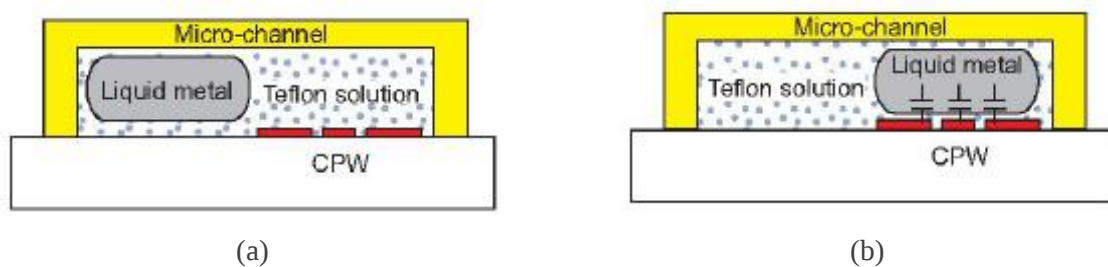


Figure 16 : Principe du switch capacitive à l'état OFF (a) et à l'état ON (b). [29]

Ils ont également caractérisé la conductivité électrique du Galinstan à l'aide de résonateurs micro-rubans demi-ondes formés par le liquide. Différentes tailles de résonateurs ont été réalisées et une valeur de $3.83e6 \text{ S.m}^{-1}$ a été déterminée sur une plage de fréquence de 3 à 20 GHz [30].

Dans un autre article une cavité résonante par des modes évanescents est rendue accordable grâce à l'introduction d'une goutte de Galinstan [31]. L'écart entre le plot de couplage et la goutte (Figure 17)

détermine la fréquence de résonance. Le principe de l'électro-mouillage sur diélectrique (EWOD) est exploité pour contrôler la forme des gouttes (initialement d'un diamètre de $105\mu\text{m}$). L'écart varie donc selon la tension appliquée. L'accordabilité est donc continue de 12 à 18 GHz avec un facteur de qualité à vide (Q_u) de 1400 à 1840.

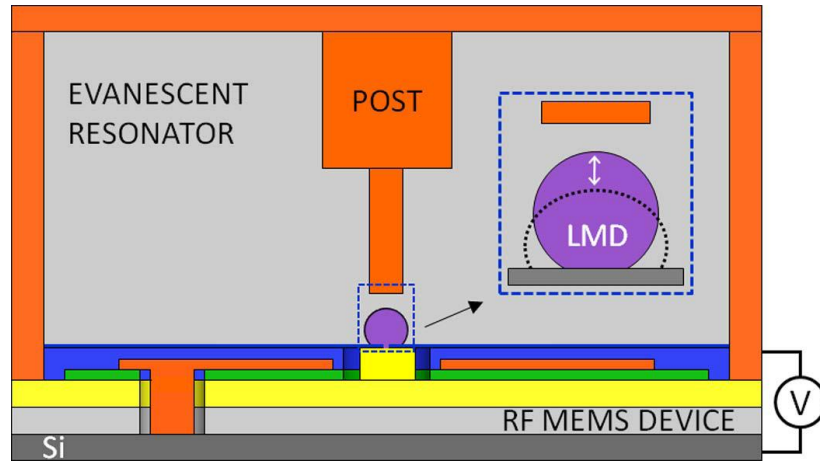


Figure 17 : Coupe transversale de la cavité résonante. L'électro-mouillage sur diélectrique (EWOD) permet de modifier l'effet capacitif de la goutte de métal.[31]

IV-3-3 Les difficultés de manipulations

A l'instar du Galium, son principal composant, le Galinstan s'oxyde très rapidement. Cette couche d'oxydation forme une peau comme on peut le voir sur la Figure 18. Cette peau augmente la tension de surface du liquide et passe de 435mN.m^{-1} à 624mN.m^{-1} [32]. Ce caractère élastique supprime toute minimisation d'énergie libre interfaciale, d'où les formes obtenues de la Figure 18. Le liquide n'a donc plus un comportement de fluide newtonien.



Figure 18 : Photographie successive de la formation d'une goutte de EGaIn en sortie d'une seringue. [33]

Cette peau d'oxyde est seulement superficielle, son épaisseur est de l'ordre de $20\text{ \AA}$ et elle est constituée d'oxyde de Galium, principalement du Ga_2O_3 [34]. Son apparition est quasi instantanée car

la surface du Galinstan est très sensible à l'oxygène. Liu *et Al.* [35] ont montré que cette oxydation est présente dès quelques dizaines de ppm d'oxygène, tableau 4.

Oxygène	Observation
0.2-20.9%	La goutte prend une forme non-sphérique causée par l'oxydation instantanée de la surface.
~20 ppm	La goutte prend la forme sphérique comme un gel (pas tout à fait liquide).
<1 ppm	Forme liquide.
<0.5 ppm	Forme liquide. (Condition utilisée lors de leurs manipulations)

Tableau 6 : Comportement d'une goutte de Galinstan en fonction de différents niveaux de traces d'oxygènes.

Ce comportement différent de celui d'un liquide est la première difficulté de manipulation. La deuxième est que cette peau adhère à la très grande majorité des matériaux. Ainsi Dickey *et Al.* [32] ont montré que la pression nécessaire pour faire circuler un alliage liquide de Galium dans des microcanaux de PDMS est supérieure à celle nécessaire pour du mercure. Et après le passage de l'alliage, celui-ci ne se réorganise pas. De plus cette peau laisse des traces noires sur les surfaces, ceci est illustré par la Figure 19.

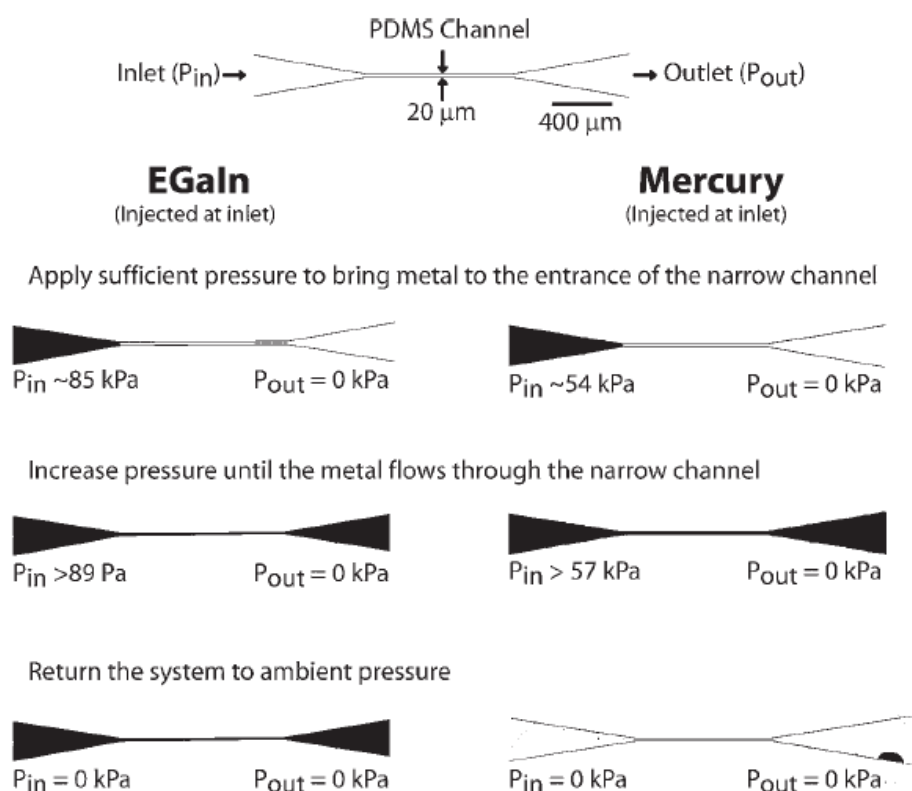


Figure 19 : Dépendance à la pression du remplissage de microcanaux pour deux métaux

liquides. Les canaux sont en PDMS. A la première ligne Les deux métaux ont rempli les canaux jusqu'à ce qu'ils atteignent la partie étroite du canal, à la deuxième la pression critique a été dépassé, les deux métaux ont rempli les canaux rapidement (moins 1 sec), troisième ligne le système est à la pression ambiante, la structure EGaIn reste stable, tandis que le Hg reforme une goutte [32].

Utiliser le Galinstan sans oxydation apparaît comme crucial. L'utilisation de l'acide chlorhydrique permet de graver cette peau, plusieurs travaux ont utilisé cette solution [36], [20], l'hydroxyde de potassium dissout également cet oxyde [37].

Une solution pour utiliser le Galinstan malgré sa couche d'oxyde est d'utiliser du Téflon pour limiter l'adhésion [38]. Kim *et Al.* ont développé une surface super omniphobe à l'intérieur de canaux en PDMS [39]. Mais cette propriété de forte adhésion du Ga_2O_3 peut être mise à profit pour maintenir en position des gouttes de liquide métallique [31], ou pour conserver un réseau de gouttes [37].

Conclusion

Le couplage entre la microfluidique et les hyperfréquences a été longuement développé au travers de filtres hyperfréquences accordables dans les chapitres précédents. Mais les possibilités qu'offre cette association sont diverses et multiples. Une application immédiatement issue de la conception des filtres est un capteur d'espèces chimiques ou biologiques. Celui-ci est basé sur une utilisation inverse des filtres, le liquide ne s'attache plus à modifier les performances RF, mais ce sont ces variations des paramètres S qui vont permettre de retirer des informations sur les fluides. Aucune conception spécifique n'a donc été nécessaire puisqu'il s'agit seulement d'une utilisation différente d'une même structure. De par le fait de ce manque d'optimisation propre, les résultats ne sont pas exceptionnels mais cependant significatifs. Une différence d'atténuation maximale de 6.5% est obtenue entre deux solutions de concentrations différentes de NaCl dissout dans de l'eau désionisée. Cette faible variation correspond au niveau de l'état de l'art actuel sur les capteurs biologiques en hyperfréquences. Mais ce capteur dépasse celui-ci sur le plan de l'intégration. Par ailleurs les paramètres essentiels qui vont déterminer la réponse de ce capteur sont la constante diélectrique et les pertes diélectriques. Ainsi il est plus facile de différencier des solvants qui ont des différences de permittivités plus importantes. Mais que cette structure soit utilisée comme filtre accordable ou comme capteur l'élément clé va être le liquide. Et pour des performances RF optimales, le liquide idéal doit avoir une constante diélectrique élevée et des pertes faibles. Or la première condition s'accompagne inévitablement d'un phénomène de relaxation générateur de pertes.

Les applications citées précédemment employaient des liquides diélectriques, cependant ce couplage peut également se faire par l'intermédiaire de liquides conducteurs. Sur ce principes différentes applications ont été imaginées et pour certaines réalisées: une bobine à inductance variable, un capteur de température à interrogation par radar et des contacteurs RF microfluidiques. Ces trois applications ont mis à profit la facilité de structuration de la SU-8. En effet la filière technologique présentée lors de la fabrication des filtres du chapitre 3 a été choisie pour la réalisation, ou la conception, de ces études. L'inductance variable est donc constituée d'une bobine planaire à double enroulement et d'un canal microfluidique en SU-8. Un liquide conducteur vient alors court-circuiter le nombre de tours de l'enroulement. Malgré sa faible conductivité de l'eau salée a servi de liquide conducteur et les résultats donnent une variation de plus de 100% de la valeur d'inductance avec un facteur de qualité supérieur à 5. Le capteur de température est constitué d'un dipôle métallique et d'un canal microfluidique avec un réservoir en SU-8. Un liquide conducteur encapsulé dans le réservoir va venir court-circuiter un dipôle sous l'effet de sa dilatation thermique, la surface équivalente radar (SER ou RCS) augmente ou diminue ainsi en fonction de la température. Le capteur opérationnel n'a pu être

testé mais des mesures radar avec des réseaux de dipôles court-circuités ont validé le concept. Une fourchette de 9 dBsm a été obtenue avec une résolution de 1,8 dBsm. Enfin des contacteurs microfluidiques ont été imaginés. Constitué de deux lignes microrubans séparées par un micro canal, ce contacteur fonctionne comme un interrupteur à deux états. La présence d'une goutte de liquide conducteur permet d'établir le contact. Les designs possibles sont considérables, du plus simple une entrée une sortie, au plus complexe n entrées n sorties. Des simulations ont fait apparaître des résultats encourageants. Mais les paramètres utilisés pour le liquide conducteur sont ceux du Galinstan. Et pour ces trois applications, l'obtention de hautes performances est liée à la nature du liquide utilisé.

Le Galinstan est un mélange eutectique de gallium (68.5 %), indium (21.5 %), et étain (10 %) (GALINSTAN pour GALium INdium STANnum (le latin d'étain)). Cet alliage est porteur de grandes espérances car il se présente comme une alternative non-toxique au mercure. En effet sa température de fusion est de -19°C. De plus il est plus réfléchissant, plus léger et plus conducteur que le mercure. Il a d'abord été introduit dans les thermomètres, puis a trouvé des applications dans les pompes de refroidissement et les miroirs liquides. Sa forte conductivité couplée à sa non-toxicité en a fait un candidat sérieux pour les applications hyperfréquences. Mais les difficultés de manipulation de ce liquide ont limité l'apparition de travaux plus aboutis. Les applications présentées dans ce chapitre ont souffert de ces difficultés. La manipulation du Galinstan dans des micro-canaux se confronte à plusieurs problèmes. Mais l'oxydation superficielle quasi-instantanée qui apparaît est particulièrement handicapante. Cette couche d'oxyde forme une peau qui modifie les propriétés de viscosité et d'adhérence de ce liquide. Le Galinstan présente donc des propriétés très intéressantes mais son essor applicatif passera par une meilleure maîtrise de ses paramètres.

- [1] S. Gabriel, R. W. Lau, et C. Gabriel, « The dielectric properties of biological tissues: III. Parametric models for the dielectric spectrum of tissues », *Physics in Medicine and Biology*, vol. 41, p. 2271-2293, nov. 1996.
- [2] K.-K. Liu, R.-G. Wu, Y.-J. Chuang, H. S. Khoo, S.-H. Huang, et F.-G. Tseng, « Microfluidic Systems for Biosensing », *Sensors*, vol. 10, p. 6623-6661, juill. 2010.
- [3] U. Khan, N. Al-Moayed, N. Nguyen, M. Obol, K. Korolev, M. Afsar, et S. Naber, « High Frequency Dielectric Characteristics of Tumorous and Non-tumorous Breast Tissues », in *Microwave Symposium, 2007. IEEE/MTT-S International*, 2007, p. 1341-1344.
- [4] Sanghyun Seo, T. Stintzing, I. Block, D. Pavlidis, M. Rieke, et P. G. Layer, « High frequency wideband permittivity measurements of biological substances using coplanar waveguides and application to cell suspensions », in *Microwave Symposium Digest, 2008 IEEE MTT-S International*, 2008, p. 915-918.
- [5] K. Grenier, D. Dubuc, P.-E. Poleni, M. Kumemura, H. Toshiyoshi, T. Fujii, et H. Fujita, « Integrated Broadband Microwave and Microfluidic Sensor Dedicated to Bioengineering », *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, vol. 57, n° 12, p. 3246-3253, 2009.
- [6] C. Dalmay, A. Pothier, P. Blondy, F. Lalloue, et M.-O. Jauberteau, « Label free biosensors for human cell characterization using radio and microwave frequencies », in *Microwave Symposium Digest, 2008 IEEE MTT-S International*, 2008, p. 911-914.
- [7] K. Grenier, D. Dubuc, P.-E. Poleni, M. Kumemura, H. Toshiyoshi, T. Fujii, et H. Fujita, « Resonant based microwave biosensor for biological cells discrimination », in *2010 IEEE Radio and Wireless Symposium (RWS)*, 2010, p. 523-526.
- [8] D. L. DIEDHIOU, « Thèse de D-L Diedhiou », A paraître.
- [9] J. Barthel et R. Buchner, « High frequency permittivity and its use in the investigation of solution properties », *Pure Appl. Chem*, vol. 63, n° 10, p. 1473-1482, 1991.
- [10] C. Gabriel, S. Gabriel, E. Grant, B. Halstead, et Mingosb, « Dielectric parameters relevant to microwave dielectric heating », *Chemical Society Reviews*, vol. 27, n° 3, p. 224, 213, 1998.
- [11] K. S. Cole et R. H. Cole, « Dispersion and Absorption in Dielectrics I. Alternating Current Characteristics », *The Journal of Chemical Physics*, vol. 9, n° 4, p. 341-351, avr. 1941.
- [12] D. W. Davidson et R. H. Cole, « Dielectric Relaxation in Glycerine », *The Journal of Chemical Physics*, vol. 18, n° 10, p. 1417-1417, oct. 1950.
- [13] I. El Gmati, P. F. Calmon, A. Boukabache, P. Pons, R. Fulcrand, S. Pinon, H. Boussetta, M. A. Kallala, et K. Besbes, « Fabrication and evaluation of an on-chip liquid micro-variable inductor », *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 21, n° 2, p. 025018, févr. 2011.
- [14] A. Traille, S. Bouaziz, S. Pinon, P. Pons, H. Aubert, A. Boukabache, et M. Tentzeris, « A wireless passive RCS-based temperature sensor using liquid metal and microfluidics technologies », in *Microwave Conference (EuMC), 2011 41st European*, 2011, p. 45 -48.
- [15] F. Endres et S. Zein El Abedin, « Air and water stable ionic liquids in physical chemistry », *Physical Chemistry Chemical Physics*, vol. 8, n° 18, p. 2101, 2006.
- [16] « Geratherm ». [Online]. Available: <http://www.geratherm.com/en/>. [Accessed: 06-août-2012].
- [17] E. F. Borra, G. Tremblay, Y. Huot, et J. Gauvin, « Gallium Liquid Mirrors: Basic Technology, Optical-Shop Tests, and Observations », *Publications of the Astronomical Society of the Pacific*, vol. 109, p. 319-325, mars 1997.
- [18] R. Wilcoxon, N. Lower, et D. Dlouhy, « A compliant thermal spreader with internal liquid metal cooling channels », in *Semiconductor Thermal Measurement and Management Symposium, 2010. SEMI-THERM 2010. 26th Annual IEEE*, 2010, p. 210-216.
- [19] M. Hodes, R. Zhang, R. Wilcoxon, et N. Lower, « Cooling potential of galinstan-based minichannel heat sinks », in *2012 13th IEEE Intersociety Conference on Thermal and Thermomechanical Phenomena in Electronic Systems (ITherm)*, 2012, p. 297 -302.
- [20] W. Irshad et D. Peroulis, « A SILICON-BASED GALINSTAN MAGNETOHYDRODYNAMIC PUMP ».
- [21] B. L. Mellor, N. A. Kellis, et B. A. Mazzeo, « Note: Electrode polarization of Galinstan electrodes for liquid impedance spectroscopy », *Review of Scientific Instruments*, vol. 82, n° 4, p. 046110-046110-3, avr. 2011.

- [22] P. Surmann et H. Zeyat, « Voltammetric analysis using a self-renewable non-mercury electrode », *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, vol. 383, n° 6, p. 1009-1013, 2005.
- [23] L. Dong, « Toward optoelectronic textiles », *SPIE Newsroom*, avr. 2012.
- [24] P. Ralston, J. Wood, K. Vummidi, M. Oliver, et S. Raman, « Heterogeneous flip-chip assembly of a GaAs C-band power amplifier MMIC using liquid metal vertical interconnects », in *Microwave Symposium Digest (MTT), 2010 IEEE MTT-S International*, 2010, p. 1284-1287.
- [25] J.-H. So, J. Thelen, A. Qusba, G. J. Hayes, G. Lazzi, et M. D. Dickey, « Reversibly Deformable and Mechanically Tunable Fluidic Antennas », *Advanced Functional Materials*, vol. 19, n° 22, p. 3632–3637, 2009.
- [26] S. J. Mazlouman, X. J. Jiang, A. Mahanfar, C. Menon, et R. G. Vaughan, « A Reconfigurable Patch Antenna Using Liquid Metal Embedded in a Silicone Substrate », *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, vol. 59, n° 12, p. 4406–4412, déc. 2011.
- [27] S. Cheng et Z. Wu, « A Microfluidic, Reversibly Stretchable, Large-Area Wireless Strain Sensor », *Advanced Functional Materials*, vol. 21, n° 12, p. 2282–2290, 2011.
- [28] M. Li, B. Yu, et N. Behdad, « Liquid-Tunable Frequency Selective Surfaces », *IEEE Microwave and Wireless Components Letters*, vol. 20, n° 8, p. 423–425, août 2010.
- [29] C.-H. Chen et D. Peroulis, « Liquid RF MEMS Wideband Reflective and Absorptive Switches », *IEEE Trans. Microwave Theory Techn.*, vol. 55, n° 12, p. 2919-2929, déc. 2007.
- [30] X. Liu, L. P. . Katehi, et D. Peroulis, « Non-toxic liquid metal microstrip resonators », in *Microwave Conference, 2009. APMC 2009. Asia Pacific*, 2010, p. 131–134.
- [31] W. Irshad et D. Peroulis, « A 12–18 GHz electrostatically tunable liquid metal RF MEMS resonator with quality factor of 1400–1840 », in *Microwave Symposium Digest (MTT), 2011 IEEE MTT-S International*, 2011, p. 1-4.
- [32] M. D. Dickey, R. C. Chiechi, R. J. Larsen, E. A. Weiss, D. A. Weitz, et G. M. Whitesides, « Eutectic Gallium-Indium (EGaIn): A Liquid Metal Alloy for the Formation of Stable Structures in Microchannels at Room Temperature », *Adv. Funct. Mater.*, vol. 18, n° 7, p. 1097-1104, avr. 2008.
- [33] R. C. Chiechi, E. A. Weiss, M. D. Dickey, et G. M. Whitesides, « Eutectic Gallium–Indium (EGaIn): A Moldable Liquid Metal for Electrical Characterization of Self- Assembled Monolayers », *Angewandte Chemie International Edition*, vol. 47, n° 1, p. 142-144, janv. 2008.
- [34] F. Scharmann, G. Cherkashinin, V. Breternitz, C. Knedlik, G. Hartung, T. Weber, et J. A. Schaefer, « Viscosity effect on GaInSn studied by XPS », *Surf. Interface Anal.*, vol. 36, n° 8, p. 981-985, août 2004.
- [35] T. Liu, P. Sen, et C. J. Kim, « Characterization of liquid-metal Galinstan® for droplet applications », in *Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), 2010 IEEE 23rd International Conference on*, 2010, p. 560–563.
- [36] C. Karcher, V. Kocourek, et D. Schulze, « Experimental investigations of electromagnetic instabilities of free surfaces in a liquid metal drop », in *Proc. Intl Scientific Colloquium 'Modelling for Electromagnetic Processing' (ed. By B. Nacke & E. Baake)*, 2003, p. 105–110.
- [37] J. L. Thelen, M. Dickey, et T. Ward, « A Study of the Production and Reversible Stability of EGaIn Liquid Metal Microspheres Using Flow Focusing », *Lab Chip*, août 2012.
- [38] C. H. Chen, J. Whalen, et D. Peroulis, « Non-toxic liquid-metal 2-100 GHz MEMS switch », in *IEEE/MTT-S International Microwave Symposium*, 2007, 2007, p. 363–366.
- [39] D. Kim, D.-W. Lee, W. Choi, et J.-B. Lee, « A super-lyophobic PDMS micro-tunnel as a novel microfluidic platform for oxidized Galinstan », in *Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), 2012 IEEE 25th International Conference on*, 2012, p. 1005 -1008.

Conclusion générale

Actuellement notre mode vie est indissociable de la microélectronique, elle est présente dans la plupart de nos moyens d'information, de communication, de transport ou de production. Cette omniprésence est due à la multitude de branches florissantes basées sur ce tronc commun historique. Une nouvelle branche, apparue il y a une quarantaine d'année, commence à porter ses fruits, la microfluidique. Développée à partir des techniques de fabrications de la microélectronique, elle offrait des solutions aux besoins exprimés par différents domaines tels que la chimie, la biologie ou la défense. Puis l'introduction des matériaux polymères, avec leurs techniques de mises en forme spécifiques, a grandement favorisé son envol car beaucoup de ces innovations technologiques lui étaient dédiées. Les applications se multiplient alors dans tous les domaines. La microfluidique est foisonnante et les technologies associées de plus en plus matures, résultant de l'interaction créative de la science et de l'ingénierie. Parallèlement l'utilisation des ondes millimétriques et micro-ondes s'est développé indépendamment de la microélectronique, mais pour répondre aux besoins de miniaturisation, les télécommunications se sont greffées à elle. A présent, avec la généralisation et la multiplication des systèmes de télécommunications, les systèmes d'émissions et de réceptions doivent intégrer de nouvelles contraintes. Celles-ci impliquent l'introduction d'une propriété essentielle qui est la nécessité d'introduire des composants reconfigurables. L'accordabilité des différents composants des circuits RF a fait l'objet de nombreuses études et diverses solutions ont été envisagées, mais aucune n'a su s'imposer comme solution optimale. Cependant toutes les voies n'ont pas été explorées et l'une d'elle est la microfluidique. Cette association hyperfréquence - microfluidique constitue une application originale que ce soit du point de vue hyperfréquence ou microfluidique. Les rares travaux qui se sont aventurés sur cette voie ne concernent pas les filtres, pourtant un élément fondamental d'une chaîne d'émission – réception. C'est pourquoi cette thèse s'est focalisée sur les filtres. Les avantages attendus d'un contrôle fluide sont multiples : un large domaine d'accord, des pertes d'insertion faibles, une bonne linéarité. De plus, pour avoir un bon facteur de qualité, il est nécessaire de passer par des filtres volumiques. La technologie la plus appropriée pour répondre à tous ces besoins est celle basée sur les polymères et particulièrement celle qui utilise les thermodurcissables photosensibles. La SU-8, une résine époxy, présente toutes les propriétés nécessaires à la réalisation de l'objectif fixé.

Dans notre travail les technologies planaires ont été préférées dans un premier temps pour des raisons de simplicité de réalisation et de conception. Sur ces critères de simplicité et d'efficacité la technologie microruban est alors apparue comme la plus pertinente. Elle allie relative facilité de fabrication et efficacité du couplage fluide. Puis le choix topologique s'est arrêté sur celle des stubs, des tronçons

de ligne perpendiculaires aux lignes de transmission. Différents filtres ont donc été conçus en conservant la même structure pour chacun d'entre eux : un plan de masse métallique, un substrat creux en SU-8, limitant les pertes dues au diélectrique, et des lignes de transmissions avec des bras résonants. Sur cette base deux résonateurs coupe-bandes, deux passe-bandes et un filtres passe-bande large bande d'ordre quatre et un filtre passe-bande étroite de type DBR (Dual Behavior Resonator) d'ordre quatre ont été dimensionnés, avec comme fréquence centrale 30GHz. Puis leur accordabilité a été simulée à partir des propriétés diélectriques de l'eau désionisée. Deux paramètres ont été étudiés : la position du canal fluide et sa largeur. Les résultats ont été conformes aux attentes : l'accord par un liquide diélectrique des stubs en circuit ouvert est maximal lorsque le canal se situe à son extrémité, et plus la largeur du canal est grande plus le décalage en fréquence est important. Cette largeur a donc été fixée à 250 μ m pour des raisons de contraintes de fabrication. Un décalage de fréquence central est observé pour chaque filtre et il atteint près de 20% pour le résonateur coupe-bande. L'accordabilité microfluidique de filtres planaires a donc été démontrée par simulation, l'étude peut donc passer aux guides d'ondes volumiques. La technologie SIW « Substrate Integrated Waveguide » se base sur une technologie planaire de type microruban à laquelle on adjoint des faces latérales métallisées, formant ainsi des cavités intégrées au substrat, dans lesquelles se propagent des modes volumiques. Elle constitue donc un très bon compromis entre intégration des microrubans et performances des filtres volumiques. Un filtre SIW d'ordre quatre a été conçu sur la base du substrat creux conçu pour le planaire. L'accordabilité se fait par contre par des canaux verticaux situés au centre de chaque cavité. Les résultats montrent une accordabilité de 6% lorsque les canaux sont remplis à 85%. Au-delà des effets capacitifs détériorent l'adaptation.

A partir de ces résultats de simulations encourageants, il a fallu les confirmer par mesures. Le substrat creux a donc été réalisé en SU-8. Cette dénomination de « creux » ou en « dentelle » vient du fait qu'il est constitué de seulement 30% de résine pour 70% d'air dans le volume. Sa fabrication est basée sur le laminage de films secs en SU-8. Cependant la réalisation s'est confrontée à de nombreuses difficultés, dont l'adaptation de la technique du laminage à nos contraintes spécifiques. D'autre part pour faciliter la caractérisation, des transitions ont été conçues pour passer d'un accès coplanaires au mode de propagation du microruban et ainsi permettre la mesure sous pointes des filtres. Mais cela nécessite la métallisation de vias pour connecter les masses de l'accès coplanaire au plan de masse inférieur, une difficulté supplémentaire mettant en lumière des phénomènes indésirables issus de la technique de laminage. La plupart des obstacles ont cependant pu être surmontés ou contournés et des mesures ont pu être effectuées. Les résultats sont dans l'ensemble très satisfaisants. Le résonateur coupe bande quart d'onde présente même un décalage de 30% lorsque le canal en bout de bras résonant est rempli d'eau désionisée. Les filtres larges bandes ont une accordabilité plus faible mais sont moins sensibles aux pertes apportées par les liquides. Seul le filtre DBR ne répond pas aux attentes, lorsque les deux canaux sont remplis d'un liquide, la bande passante disparaît. La correspondance avec les simulations est excellente : le niveau de perte est légèrement trop élevé et la

constante de la SU-8 est légèrement différente. Mais cette expérience sur les structures planaires est concluante et la réalisation de cavités résonantes de type SIW a pu être envisagée. Le substrat creux et les zones de transitions avec les vias métallisés ont été réutilisés pour la réalisation de ces cavités résonantes. Le procédé de fabrication est très proche de celui des filtres planaires mais plus complexe notamment au niveau du réseau microfluidique, les canaux d'accord sont verticaux et le réseau d'alimentation enterré. Les limites du procédé actuel sont proches et cet accroissement de complexité combiné au manque de temps n'ont pas permis d'obtenir de mesures de ces structures. Cependant l'accordabilité de filtres hyperfréquence par des moyens microfluidiques a été démontrée et des voies d'amélioration des performances annoncées.

Les perspectives d'application qu'offrent le couplage entre la microfluidique et les hyperfréquences sont abondantes et les filtres accordables ne sont qu'un exemple. Ainsi, les filtres planaires peuvent être utilisés comme capteurs d'espèces chimiques ou biologiques. Les variations des paramètres S permettent alors de retirer des informations sur les fluides qui circulent sous le bras résonant. Des tests ont validé ce concept de capteur biologique à l'aide de solutions contenant du NaCl dissout dans de l'eau désionisée à des concentrations différentes.

La diversité des applications possibles a été également démontrée par différentes réalisations. Une inductance variable constituée d'une bobine planaire à double enroulement et d'un canal microfluidique en SU-8 a affiché une variation d'inductance de plus de 100% grâce à l'utilisation d'un liquide conducteur venant court-circuiter le nombre d'enroulement. Un concept de capteur de température à lecture radar a été développé. La dilatation d'un liquide conducteur modifie la surface équivalente radar. Un réseau de cinq dipôles affiche une fourchette de 9 dBsm avec une résolution de 1,8 dBsm. Ou encore des contacteurs microfluidiques ont été imaginés. La position d'une goutte d'un liquide conducteur détermine l'état de ces interrupteurs. Des simulations ont fait apparaître des résultats encourageants et les designs envisageables sont innombrables.

Avec différents niveaux d'aboutissement, filtres accordables, capteurs biologiques, bobines accordables, capteurs de température, switches RF ont donné un aperçu de la multitude d'applications que peut revêtir un couplage entre les hyperfréquences et la microfluidique. Et à noter un point commun fondamental entre ces projets : tous ont été réalisés à partir de la résine SU-8 et du procédé de laminage.

Enfin il faut garder en tête que les développements futurs de ce type de couplage passeront par la démonstration de systèmes très performants et cela passe par l'utilisation de liquides adaptés. Pour les applications à variations diélectriques, le liquide ayant une constante diélectrique élevée et des pertes faibles reste à inventer. Pour des applications nécessitant un liquide conducteur, les alliages métalliques se présentent comme une alternative non-toxique au mercure. L'un d'eux porte de nombreuses espérances : le GALINSTAN, un mélange eutectique de gallium, indium, et d'étain. Mais des progrès dans sa manipulation sont à faire pour pouvoir franchir un cap dans la maturité des

démonstrateurs. Ces travaux ont ouvert la voie à un très vaste champ d'expérimentation enveloppant les domaines applicatifs, physiques et technologiques.

Liste des publications :

Revues Internationales :

- *Development of a microsystem based on microfluidic network to tune and reconfigure RF circuits*

S.PINON, D.L.DIEDHIOU, A.M.GUE, N.FABRE, G.PRIGENT, V.CONEDERA, E.RIUS, C.QUENDO, B.POTELON, J.F.FAVENNEC, A.BOUKABACHE

Revues Scientifiques : Journal of Micromechanics and Microengineering , Vol.22, N°7, 074005p., Juillet 2012

- *Fabrication and evaluation of on chip liquid micro-variable inductor*

I.EL GMATI, P.F.CALMON, A.BOUKABACHE, P.PONS, R.FULCRAND, S.PINON, H.BOUSSETTA, M.A.KALLALA, KBESBES

Revues Scientifiques : Journal of Micromechanics and Microengineering, Vol.21, N°2, 025018p., Février 2011

Conférences Internationales :

- *Fabrication and characterisation of a fully integrated biosensor associating microfluidic device and RF circuit*

S.PINON, D.L.DIEDHIOU, A.BOUKABACHE, V.CONEDERA, D.BOURRIER, A.M.GUE, G.PRIGENT, E.RIUS, C.QUENDO, B.POTELON, J.F.FEVENNEC

Manifestations avec actes : International Microwave Symposium (IMS 2012), Montréal (Canada), 17-22 Juin 2012, 3p.

- *Fully integrated microsystem using microfluidic devices to tune or reconfigure RF circuits*

S.PINON, D.L.DIEUDHOU, A.M.GUE, N.FABRE, G.PRIGENT, V.CONEDERA, E.RIUS, C.QUENDO, B.POTELON, J.F.FEVENNEC, A.BOUKABACHE

Manifestations avec actes : Micromechanics and Micro systems Europe Workshop (MME 2011), Tonsberg (Norvège), 20-22 Juin 2011, 4p.

- *A wireless passive RCS-based temperature sensor using liquid metal and microfluidics technologies*

A.TRAILLE, S.BOUAZIZ, S.PINON, P.PONS, H.AUBERT, A.BOUKABACHE, E.TENTZERIS

Manifestations avec actes : European Microwave Week (EuMW 2011), Manchester (UK), 9-14 Octobre 2011, 4p.

- *Fluidic variable inductor using SU8 channel*

I.EL GMATI, P.F.CALMON, R.FULCRAND, S.PINON, A.BOUKABACHE, P.PONS, M.A.KALLALA

Manifestations avec actes : Micromechanics and Micro systems Europe Workshop (MME'10), Enschede (Pays Bas), 26-29 Septembre 2010, 4p.

- *Two dimensional modeling of dielectric elastomer micro-actuator using finite element method*

S.SOULIMANE, S.PINON, H.CAMON

Manifestations avec actes : 20th MicroMechanics Europe workshop (MME 2009), Toulouse (France), 20-22 Septembre 2009, 4p.

- *Dielectric elastomer micro actuator made in micromachining technology: finite element modelling and deformation measurement*

S.SOULIMANE, S.PINON, W.P.SHIH, H.CAMON

Manifestations avec actes : Eurosensors XXV, Athènes (Grèce), 4-7 Septembre 2011, 4p.

Conférences Nationales :

- *Etude de filtres millimétriques accordables en technologie microfluidique*

S.PINON, D.L.DIEDHIOU

Manifestations sans actes : Journées Nationales du Réseau Doctoral en Microélectronique (JNRDM 2011), Paris (France), 23-25 Mai 2011, 4p.

- *Etude de filtres millimétriques accordables en technologie microfluidique*

D.L.DIEDHIOU, S.PINON, E.RIUS, C.QUENDO, J.F.FAVENNEC, B.POTELON,
A.BOUKABACHE, A.M.GUE, N.FABRE, G.PRIGENT, V.CONEDERA, J.Y.FOURNIOLS
Manifestations avec actes : Journées Nationales Microondes (JNM 2011), Brest (France), 18-20
Mai 2011, 4p.

<http://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00670823>