



HAL
open science

Etude et réalisation d'un MEMS, intégrant des membranes avec actionneurs piézoélectriques, dédié à l'identification des propriétés de cellules biologiques

Baptiste Neff

► To cite this version:

Baptiste Neff. Etude et réalisation d'un MEMS, intégrant des membranes avec actionneurs piézoélectriques, dédié à l'identification des propriétés de cellules biologiques. Biomécanique [physics.med-ph]. Université Grenoble Alpes [2020-..], 2020. Français. NNT : 2020GRALY052 . tel-03213613

HAL Id: tel-03213613

<https://theses.hal.science/tel-03213613v1>

Submitted on 30 Apr 2021

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.

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ GRENOBLE ALPES

Spécialité : Physique pour les Sciences du Vivant

Arrêté ministériel : 25 mai 2016

Présentée par

Baptiste NEFF

Thèse dirigée par **Vincent AGACHE**, Université Grenoble Alpes
et codirigée par **Fabrice CASSET**, Université Grenoble Alpes
et **Arnaud MILLET**

préparée au sein du **Laboratoire Laboratoire d'Electronique et
de Technologie de l'Information (LETI - CEA)**
dans l'**École Doctorale Physique**

Etude et réalisation d'un MEMS, intégrant des membranes avec actionneurs piézoélectriques, dédié à l'identification des propriétés de cellules biologiques

Study and development of MEMS components for biological applications

Thèse soutenue publiquement le **17 décembre 2020**,
devant le jury composé de :

Monsieur BERNARD LEGRAND

DIRECTEUR DE RECHERCHE, CNRS DELEGATION OCCITANIE
OUEST, Rapporteur

Monsieur CEDRIC AYELA

CHARGE DE RECHERCHE HDR, CNRS DELEGATION AQUITAINE,
Rapporteur

Madame CATHERINE PICART

PROFESSEUR DES UNIVERSITES, GRENOBLE INP, Présidente

Monsieur SKANDAR BASROUR

PROFESSEUR DES UNIVERSITES, UNIVERSITE GRENOBLE ALPES,
Examineur



Remerciements

Dans ces quelques lignes je souhaite remercier les personnes qui m'ont accompagné et aidé durant ces années de thèse autant sur le plan professionnel qu'humain.

J'ai eu la chance de réaliser cette thèse au sein du laboratoire des composants micro-actionneurs du CEA Grenoble. Merci à Stéphane Fanget puis Mikael Colin de m'avoir accueilli dans leur laboratoire.

Tout d'abord j'aimerais remercier les membres du jury de soutenance, Bernard Legrand et Cédric Ayela d'avoir accepté d'être rapporteurs ainsi que Skandar Basrou et Catherine Picart pour avoir suivi mes travaux de thèse.

Merci bien sûr aux personnes qui m'ont encadré durant ma thèse. Merci à Vincent de m'avoir fait confiance et d'avoir trouvé le temps de suivre mes travaux malgré la distance. Merci à Arnaud pour ton expertise et ta pertinence sur la physique et biologique mais aussi ton accueil à Clinatec puis à l'IAB. Merci à Fabrice pour ton soutien et ton suivi quotidien sans failles tout au long de la thèse, c'était un réel plaisir de travailler ensemble.

Je tiens également à remercier les personnes qui m'ont aidé dans les différentes étapes de ce travail. Je remercie Christian et Brice de l'atelier méca pour leur aides et disponibilités. Le développement du système a été possible grâce à l'aide de Nicolas et François du laboratoire de packaging. Merci à Kévin d'avoir pris le temps de mettre à disposition le vibromètre pour mes demandes quelque peu hors-du-commun. Merci à l'homme à tout faire et tout savoir Patrick pour son immense aide sur tout ce qui touche à l'électronique. Merci à Mathilde pour son accueil chaleureux et son aide au sein du L2.

Pour cette thèse je n'aurai pas pu espérer mieux comme ambiance grâce toutes les personnes que j'ai eu la chance de côtoyer d'abord au 4122 puis au 4003 à l'occasion d'un repas, d'une pause-café, d'un apéritif ou d'un afterwork.

Merci à toute l'équipe H3, l'équipe MPG, Gwen, Bruno, Chrystelle, Clémence, Laurent, Denis, Marjolaine, Hervé et bien d'autres.

Merci à tous les amis que j'ai eu la chance de croiser le long du chemin, François, Alejandro, Julien, Charlie, Corentin, Jérôme, Thomas, Baba. Aux incontournables, Valentin (allumez le feu), Julien, Marion, Bertuuu, Alice...

Des remerciements tout particuliers à Pauline qui a permis de m'intégrer aussi facilement, à Alexandre avec qui j'ai partagé bien plus qu'un bureau, à la relève Lucas et enfin Elisa pour tous ces bons moments qu'on a partagés.

Merci également à ma famille et mes amis qui ont su me supporter pendant ces 3 années ...

TABLE DES MATIERES

Introduction générale	9
I. Les objets vibrants de type MEMS pour des applications fluidiques et biologiques : contexte et objectifs de la thèse	11
I.1. Introduction.....	12
I.2. Systèmes vibrants en milieu liquide.....	12
I.2.1. Comme moyen de détection	12
I.2.1.1. Principe de fonctionnement général.....	12
I.2.1.2. Détection de particules	14
I.2.1.3. Caractérisation de liquide.....	18
I.2.2. Comme moyen de stimulation	28
I.2.2.1. Systèmes résonants sans contact.....	29
I.2.2.1.1. Manipulation de liquides.....	30
I.2.2.1.2. Manipulation de particules	32
I.2.2.2. Systèmes résonants avec contact mécanique direct	36
I.2.2.2.1. Adhésion cellulaire	37
I.2.2.2.2. Stimulation cellulaire.....	38
I.3. Objectifs de la thèse	42
II. Génération d'une onde de volume de type Lamb dans un substrat	45
II.1. Introduction.....	46
II.2. Génération d'une onde guidée dans un solide	46
II.2.1. Génération d'une onde de Lamb.....	49
II.2.2. Equations de dispersion des ondes de Lamb	50
II.2.3. Courbes de dispersion des ondes de Lamb	53
II.2.4. Fréquences de résonance.....	55
II.3. Génération d'onde de Lamb en milieu liquide	56
II.3.1. Mise en équations	58
II.3.2. Ondes de Lamb : configuration immergée.....	61
II.3.2.1. Relation de dispersion	61
II.3.3. Ondes de Lamb : configuration chargée	62
II.3.3.1. Relation de dispersion	62
II.3.3.2. Courbes de dispersion	63
II.4. Modélisation par la méthode des éléments finis.....	66
II.4.1. Présentation du modèle FEM.....	67

II.4.2.	Simulations des fréquences de résonance	67
II.4.2.1.	Résultats dans le vide	67
II.4.2.2.	Résultats en milieu liquide	68
II.5.	Définition du cahier des charges	71
II.5.1.	Dimensions de la zone vibrante et longueur d'onde	71
II.5.2.	Problématique du conditionnement.....	72
II.6.	Conclusions.....	72
III.	Design et fabrication du système Lamb libre-libre.....	75
III.1.	Introduction.....	76
III.2.	Design du système Lamb libre-libre	76
III.2.1.	Notions de piézoélectricité.....	76
III.2.2.	Intégration des actionneurs piézoélectriques.....	78
III.2.3.	Choix de la technologie des actionneurs piézoélectriques	79
III.2.3.1.	Choix des matériaux	80
III.2.3.2.	Contrainte sur l'épaisseur – position de la fibre neutre.....	81
III.2.4.	Mode d'actionnement des actionneurs piézoélectriques.....	83
III.2.4.1.	Etudes électriques des actionneurs.....	84
III.2.4.2.	Etudes des déformations statiques	85
III.2.5.	Dimensionnement des actionneurs	87
III.2.5.1.	Modèle.....	87
III.2.5.2.	Etude modale	90
III.2.5.3.	Position des actionneurs : étude harmonique	91
III.2.5.4.	Dimensions des actionneurs.....	93
III.2.5.5.	Choix des céramiques piézoélectriques	94
III.3.	Fabrication du système Lamb libre-libre	96
III.3.1.	Etapas de fabrication.....	96
III.4.	Conditionnement du système dans un dispositif fluide.....	101
III.4.1.	Configuration chargée	103
III.4.2.	Configuration immergée	104
III.5.	Conclusion	104
IV.	Comportement vibratoire du système Lamb libre-libre : Caractérisation et post-simulation	107
IV.1.	Introduction.....	108
IV.2.	Vélocimétrie appliquée à l'étude des vibrations du système Lamb libre-libre.....	108
IV.2.1.	Vibrométrie laser à effet Doppler	108
IV.2.1.1.	Principe de fonctionnement général.....	108

IV.2.1.2.	Correction pour des vibrations en milieu liquide	109
IV.2.1.3.	Méthodologie de mesure	110
IV.2.2.	Résultats vélocimétriques	112
IV.2.2.1.	En air	112
IV.2.2.1.1.	Fréquences de résonance	112
IV.2.2.1.2.	Amplitudes de déplacements	115
IV.2.2.2.	Configuration chargée	116
IV.2.2.2.1.	Fréquences de résonance	116
IV.2.2.2.2.	Amplitudes de déplacements	118
IV.2.2.3.	Configuration immergée	119
IV.2.2.3.1.	Fréquences de résonance	119
IV.2.2.3.2.	Amplitudes de déplacements	121
IV.3.	Caractérisation électrique	123
IV.3.1.	Suivi impédancemétrique.....	123
IV.3.2.	Circuit équivalent et extraction des paramètres.....	123
IV.4.	Bilan sur les deux configurations d'étude	129
IV.5.	Conclusion	131
V.	Application fluïdique : mesure de viscosité et densité d'un liquide	133
V.1.	Introduction.....	134
V.2.	Mesure de viscosité et densité.....	134
V.2.1.	Principe de fonctionnement.....	134
V.2.2.	Préparation des solutions tests et étalonnage.....	135
V.2.2.1.	Mesures au rhéomètre.....	136
V.2.2.2.	Modèle de liquide binaire	137
V.2.3.	Calibration par mesures d'impédance sur les solutions étalons.....	139
V.2.3.1.	Montage expérimental.....	140
V.2.3.2.	Extraction des paramètres	140
V.2.4.	Modélisation.....	142
V.2.5.	Sensibilité et résolution du résonateur	148
V.2.6.	Mesure d'un liquide inconnu	151
V.3.	Conclusion	152
V.4.	Perspectives.....	153
VI.	Applications biologiques : adhésion et patterning de culture cellulaire	155
VI.1.	Introduction.....	156
VI.2.	Motivations	156

VI.3. Culture cellulaire sur système de Lamb	157
VI.3.1. Choix des cellules.....	157
VI.3.2. Adhésion sur substrat de verre	158
VI.3.2.1. Tests d'adhésion.....	158
VI.3.2.2. Un packaging biocompatible ?	161
VI.4. Patterning d'une surface de culture cellulaire	164
VI.4.1. Protocole	164
VI.4.2. Actionnement.....	166
VI.4.3. Observations du patterning.....	169
VI.4.4. Caractéristiques du patterning.....	173
VI.5. Conclusion	175
VI.6. Perspectives.....	176
Conclusions et perspectives	179
Annexes	183
Références	215

Introduction générale

Ce travail de thèse a été effectué au sein du laboratoire des micro-actionneurs du CEA LETI en collaboration avec l'INSERM et le département des technologies pour la biologie et la santé du CEA Grenoble.

Depuis quelques années on observe une demande grandissante de dispositifs de contrôle et suivi des environnements liquides avec l'apparition de nouveaux capteurs. Ces composants développés sont en général optiques, mécaniques ou acoustiques et sont maintenant présents pour travailler à différentes échelles allant du contrôle des mers et microsystèmes biologiques présents au contrôle de la qualité des hydrocarbures et également en biologie pour effectuer de la détection de très faible masse.

Grâce aux avancées récentes dans le domaine des micro technologies, les micro structures vibrantes sont présentes dans une multitude de domaines tels que l'acoustique pour la conception de haut-parleurs, dans le domaine optique pour l'actionnement de micromiroirs notamment utilisés dans les nouvelles générations d'automobiles, pour des applications haptique dans la transmission d'information par le toucher, mais également dans des domaines de la communication pour la réalisation de composants radiofréquences, ou encore pour le développement de micro pompes...

Un système électromécanique est un transducteur qui associe une énergie électrique à une énergie mécanique dans le sens direct ou indirect grâce à un actionnement électrostatique, magnétique ou encore piézoélectrique. En plus de pouvoir utiliser différentes technologies d'actionnement ces objets présentent différentes tailles allant d'une dimension macroscopique à de très faibles échelles nanométrique avec le développement des technologies de fabrication permettant d'atteindre des tailles nanométriques ou NEMS (Nano Electro-Mechanical Systems).

Du fait de ce fort potentiel d'intégration et des performances vibratoires de pointe désormais accessibles à ces faibles échelles de grandeur il existe une vraie opportunité pour le développement de composants novateurs pour répondre à des problématiques fluidiques et biologiques.

Dans ce contexte, les travaux de thèse porteront sur notre approche du développement d'un système vibrant pour la réalisation de deux preuves de concept dans les domaines de la fluide et de la biologie. Grâce à de forts facteurs de qualité et des performances atteignables à de faibles dimensions, une preuve de concept sera portée sur une application de capteur environnemental à larges gammes de densité et de viscosité tandis que la seconde preuve de concept expérimentée concernera la stimulation d'une population de cellules biologiques.

La démarche suivie dans cette thèse comportera l'étude des systèmes existants pour les applications visées, une étude analytique du phénomène physique de la mise en vibration, la conception et réalisation du système, l'étude du comportement vibratoire du système développé et enfin les preuves de concept dans les deux domaines d'études choisis.

I. Les objets vibrants de type MEMS pour des applications fluidiques et biologiques : contexte et objectifs de la thèse

SOMMAIRE

I.1.	Introduction.....	12
I.2.	Systèmes vibrants en milieu liquide.....	12
I.2.1.	Comme moyen de détection.....	12
I.2.1.1.	Principe de fonctionnement général.....	12
I.2.1.2.	Détection de particules.....	14
I.2.1.3.	Caractérisation de liquide.....	18
I.2.2.	Comme moyen de stimulation.....	28
I.2.2.1.	Systèmes résonants sans contact.....	29
I.2.2.1.1.	Manipulation de liquides.....	30
I.2.2.1.2.	Manipulation de particules.....	32
I.2.2.2.	Systèmes résonants avec contact mécanique direct.....	36
I.2.2.2.1.	Adhésion cellulaire.....	37
I.2.2.2.2.	Stimulation cellulaire.....	38
I.3.	Objectifs de la thèse.....	42

I.1. INTRODUCTION

Les microsystèmes vibrants constituent une catégorie importante parmi les microsystèmes électromécaniques (Micro Electro Mechanical System ou MEMS) car ils permettent de réaliser de nombreuses fonctions pour des applications de détection ou d'actionnement. Dans cette thèse, nous nous intéresserons aux fonctionnements de ces systèmes vibrants en milieu liquide pour des applications fluidiques et biologiques.

Dans ce chapitre, nous étudierons les différents domaines dans lesquels les objets vibrants en milieu liquide issus de l'état de l'art sont utilisés. On présentera par domaines d'applications, les systèmes existants les plus représentatifs, aussi bien pour le domaine de la fluidique que biologique.

On différenciera l'utilisation de vibration dans le but de réaliser une détection (mesure de masse, de densité ou de viscosité) ou bien dans un but d'actionnement, c'est-à-dire afin de délivrer une stimulation mécanique ou acoustique à un environnement extérieur.

On verra au travers de cette étude de l'état de l'art que les systèmes existants sont souvent limités par un fort amortissement en milieu liquide qui impacte leurs performances. On en tirera donc les grands axes de développement que nous nous proposerons d'étudier dans ce travail de thèse.

I.2. SYSTEMES VIBRANTS EN MILIEU LIQUIDE

Les systèmes vibratoires peuvent être séparés en deux catégories suivant leur mode de fonctionnement. Il peut s'agir d'un système purement de détection afin de réaliser une mesure sur l'environnement extérieur (objet ou milieu) ou bien celui-ci peut être utilisé comme un moyen de stimulation (mécanique ou acoustique) sur divers objets ou liquides.

I.2.1. Comme moyen de détection

Avant de présenter les systèmes issus de l'état de l'art utilisés pour effectuer de la détection, c'est-à-dire en mode « capteur », il est important de s'intéresser, dans un premier temps à leur principe de fonctionnement général.

I.2.1.1. Principe de fonctionnement général

Le principe de fonctionnement des capteurs vibrants est basé sur la mesure de la fréquence de résonance d'un mode mécanique précis. Afin d'illustrer ce principe, on prend l'exemple des micropoutres. En l'absence de pertes, la fréquence de résonance de ces structures dépend de leur masse et de leur rigidité. Il s'agit d'un système classique d'oscillateur masse-ressort.

Pour un système oscillatoire résonant, la fréquence de résonance f_{res} s'exprime en fonction de la rigidité effective k_{eff} du système ainsi que de sa masse effective m_{eff} par la formule :

$$f_{\text{res}} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k_{\text{eff}}}{m_{\text{eff}}}} \quad (1)$$

Suivant la géométrie et les conditions d'actionnement, les modes de résonance mécaniques peuvent prendre plusieurs formes de déformation : mouvements en torsion, en flexion, en flexion hors plan ou en élongation dans le plan. Les fréquences de résonances dépendent, comme le montre l'équation 1, de la rigidité effective du système, qui est en partie liée aux propriétés intrinsèques du système telles que sa géométrie et les propriétés mécaniques des matériaux constitutifs de son empilement technologique (Module d'Young, coefficient de Poisson) et de sa masse effective. Néanmoins, ces paramètres sont dépendant de l'environnement direct du résonateur. En effet, dans la pratique, le système va être soumis à des forces de pression du milieu extérieur ou des forces de contacts avec des objets extérieurs qui provoquent un changement de rigidité Δk et de masse Δm du système engendrant une variation de ses fréquences de résonance Δf_{res} .

$$\begin{cases} \Delta k \\ \Delta m \end{cases} \rightarrow \Delta f_{\text{res}} \quad (2)$$

Pour un système de poutre donné, le changement du milieu de vibration ou l'ajout de masse sur cette même poutre entraîne un décalage de la fréquence de résonance par rapport à un système libre idéal (Figure 1). Avec une calibration du système, la détection de ce décalage en fréquence permet ensuite de remonter à des informations concernant les forces qu'il subit et ainsi en déduire certaines propriétés du milieu dans lequel il est immergée (liquide ou gaz) mais aussi de connaître la masse d'un objet en contact avec le système. Cette méthode de détection est de grande utilité notamment dans le domaine fluide afin de caractériser un liquide ou bien en biologie pour des applications dites de biocapteurs.

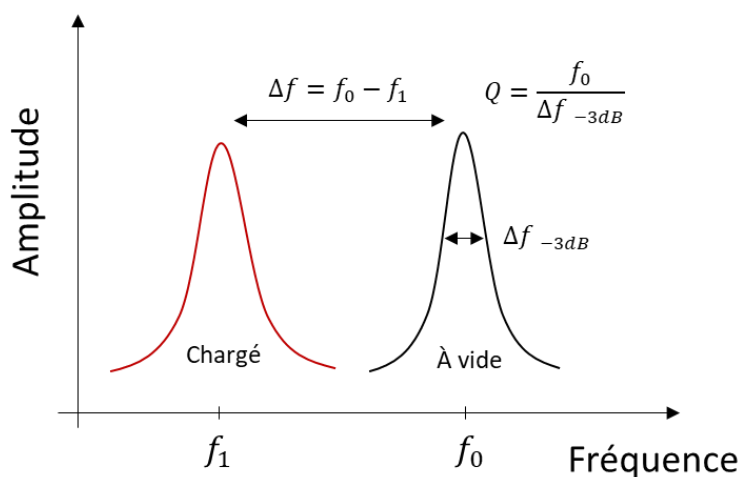


Figure 1 : Schéma de principe d'un décalage en fréquence d'un système résonant chargé.

Plus précisément, la caractérisation vibratoire du capteur résonant consistera à mesurer la fréquence de résonance et également le facteur de qualité Q associé.

Par la suite, il est possible de définir une sensibilité, souvent massique, du système de détection :

$$S_m = \frac{\delta f}{\delta m} \quad (3)$$

Ce paramètre est directement relié à la masse minimale détectable δm , qui dépend du facteur de qualité associé à la résonance. La résolution est d'autant meilleure que le facteur de qualité est important.

$$\delta m \propto |S_m^{-1}| \frac{f_{res}}{2Q} \quad (4)$$

Pour cette utilisation comme moyen de détection, la tendance actuelle est naturellement d'obtenir des résonateurs de plus en plus précis, résolus et stables.

1.2.1.2. Détection de particules

Une des applications privilégiées en mode capteur est la détection de particules, c'est-à-dire une utilisation en tant que capteur de masse en milieu liquide.

Le plus connu des biocapteurs est la microbalance à quartz (QCM). Grâce aux propriétés piézoélectriques du quartz, l'application d'un champ alternatif permet de générer des ondes de volume de cisaillement dans son épaisseur. Lorsqu'une masse est ajoutée à la structure, par le biais d'une mesure électrique, il est possible de mesurer l'amplitude du décalage de la fréquence de résonance. A partir d'un étalonnage du système il est alors possible de quantifier la quantité ajoutée. Il a été montré qu'avec ce dispositif on peut atteindre une sensibilité de l'ordre du ng/cm^2 .

Grâce à ce principe de fonctionnement, les QCM se sont montrés capables de réaliser des mesures sur différentes espèces (bactéries [1]–[3], virus [4], [5], ADN [6], [7], protéines [8]). De plus, suivant la réponse temporelle électrique du système, de nouveaux travaux ont montré qu'il est possible de déduire des propriétés viscoélastiques de la masse ajoutée [9] (Figure 2).

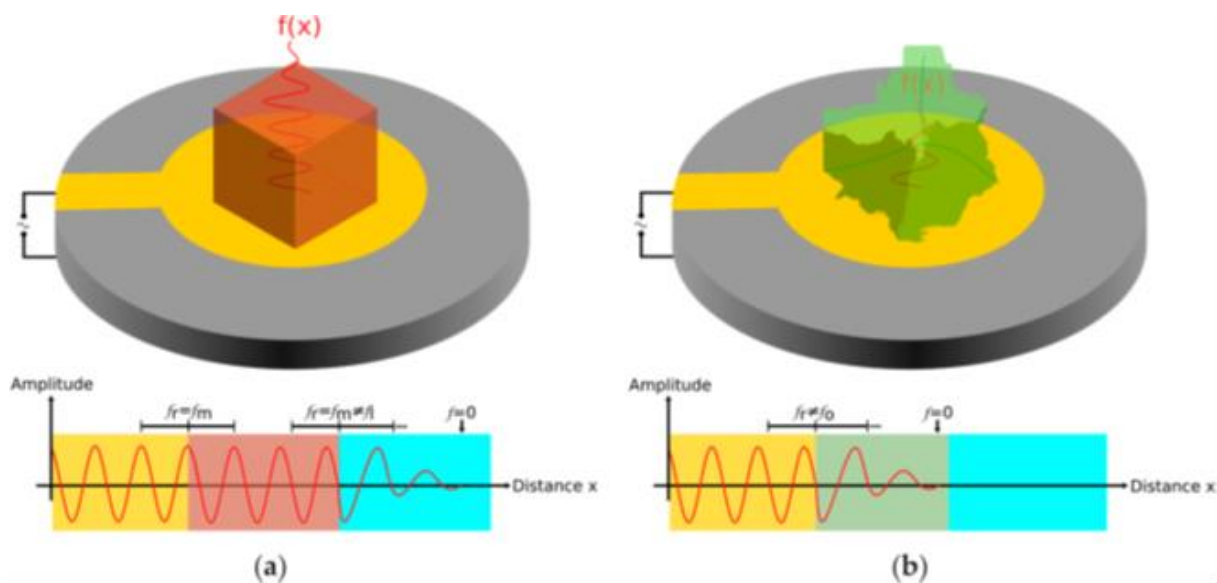


Figure 2 : Principe de fonctionnement d'une mesure viscoélastique avec la QCM, (a) schéma avec une masse rigide, (b) avec une masse viscoélastique [9].

Ce biocapteur est également étudié en augmentant son amplitude d'oscillation, afin de rompre les liaisons non spécifiques entre les analytes et la surface du quartz et d'ainsi améliorer la mesure [10]–[12]. La grandeur spécifique suivie pour améliorer le détachement des espèces est l'accélération de la surface du QCM.

L'un des inconvénients de la QCM vient du fait qu'il est difficile de l'intégrer dans des mesures biologiques in situ, du fait qu'il s'agit d'un équipement relativement encombrant.

Avec les avancées des micro et nanotechnologies, la tendance est de remplacer les biocapteurs « classiques » par des bioMEMS, basés sur des systèmes résonants avec des déplacements micro ou nanométriques, compatibles avec des mesures biologiques et présentant potentiellement de forts facteurs de qualité. Ces biocapteurs mécaniques présentent également une meilleure résolution de masse car celle-ci dépend de la masse du système. Ces systèmes sont souvent présents sous la forme de cantilever, de microplaque ou de membranes [13]–[15].

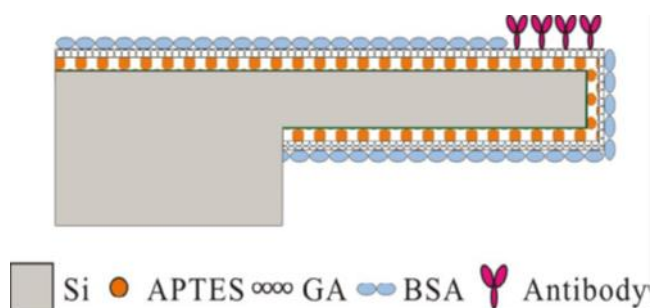


Figure 3 : Schéma en coupe du cantilever fonctionnalisé avec une couche d'anticorps permettant une détection spécifique [16].

Afin de capter des analytes d'intérêts en milieu liquide, les structures résonantes sont d'abord fonctionnalisées, permettant de capter spécifiquement certaines espèces biologiques [16]–[22]. Cette couche présente des biorécepteurs spécifiques ou bien encore du collagène pour l'adhésion de cellules (Figure 3 et Figure 4).

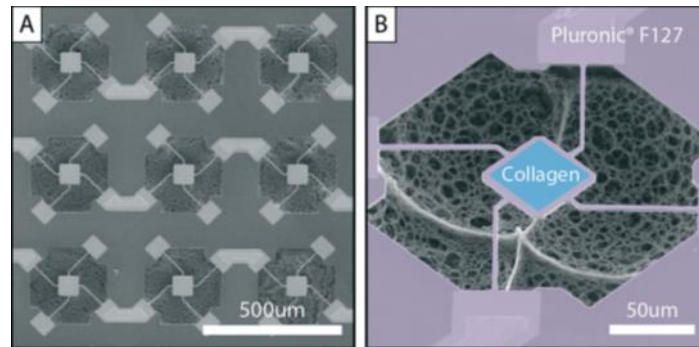


Figure 4 : (a) image MEB d'une matrice de MEMS résonants pour mesure de masse ; (b) image MEB d'un seul résonateur avec une couche fonctionnalisée de collagène [22].

Ce type de microstructures présente des caractéristiques intéressantes dans le vide ou bien dans l'air avec des facteurs de qualité de l'ordre de 10^3 pour des fréquences de résonances allant de 100 kHz à quelques megahertz.

Par contre, ces biocapteurs souffrent grandement de l'amortissement amené par un milieu liquide, ce qui engendre ainsi une dégradation conséquente du facteur de qualité mécanique jusqu'à deux ordres de grandeurs comparées aux résultats obtenus dans le vide ou l'air. Les facteurs de qualité proposés en milieu liquide sont rarement supérieurs à 100, ce qui limite leur utilisation en environnement liquide. Cette amortissement est la résultante des pertes visqueuses et de radiation acoustique [23], [24]. L'amortissement totale Q_{total} de la structure s'exprime selon l'équation suivante :

$$\frac{1}{Q_{total}} = \frac{1}{Q_{vide}} + \frac{1}{Q_{milieu}} = \frac{1}{Q_{vide}} + \frac{1}{Q_{ac}} + \frac{1}{Q_{visc}} \quad (5)$$

L'amortissement total en milieu liquide, dépend de l'amortissement dans le vide Q_{vide} et de l'amortissement spécifique du milieu liquide. L'amortissement dans le vide Q_{vide} provient des pertes intrinsèques de la structures (géométrie, rugosité, matériaux, encastrement ...). Le terme Q_{milieu} représente les pertes d'énergie mécanique dues aux échanges avec le milieu liquide du fait de la propagation d'une onde acoustique dans le milieu (Q_{ac}) ainsi que du frottement entre le liquide visqueux et la surface oscillante (Q_{visc}).

Pour ces systèmes immergés, la principale problématique se situe dans l'amortissement engendré par le milieu liquide, qui abaisse la fréquence de résonance et dégrade le facteur de qualité. Pour garder de bonnes performances en milieu liquide différentes solutions ont été étudié.

La géométrie des résonateurs (cantilever, microplaque, membranes) a été exploré ainsi que différents modes de vibrations (mouvement dans le plan, torsion, flexion hors plan...) [25]–[27].

La miniaturisation des systèmes permet d'augmenter la fréquence de résonance et de diminuer la masse du système afin d'en augmenter alors la résolution. On arrive dorénavant à des structures de type NEMS (Nano Electro Mechanical System) avec des procédés de fabrication de plus en plus complexes. Les dimensions de plus en plus faibles de ces résonateurs permettent d'augmenter les performances dans le vide, mais ces structures sont d'autant plus amorties par l'ajout d'un milieu extérieur.

Une autre solution étudiée est de s'affranchir de l'immersion complète du système dans le liquide et de diminuer l'interface liquide-résonateur [28]–[31] (Figure 5). Cette disposition est d'autant plus facile à mettre en œuvre avec une structure comportant deux faces où il est possible de seulement avoir un contact liquide sur l'une des faces (dans le cas de résonateurs complètement encastrés). Cette configuration présente également l'avantage de limiter la problématique de l'isolation électrique nécessaire lorsque le résonateur est complètement immergé, pouvant complexifier sa fabrication.

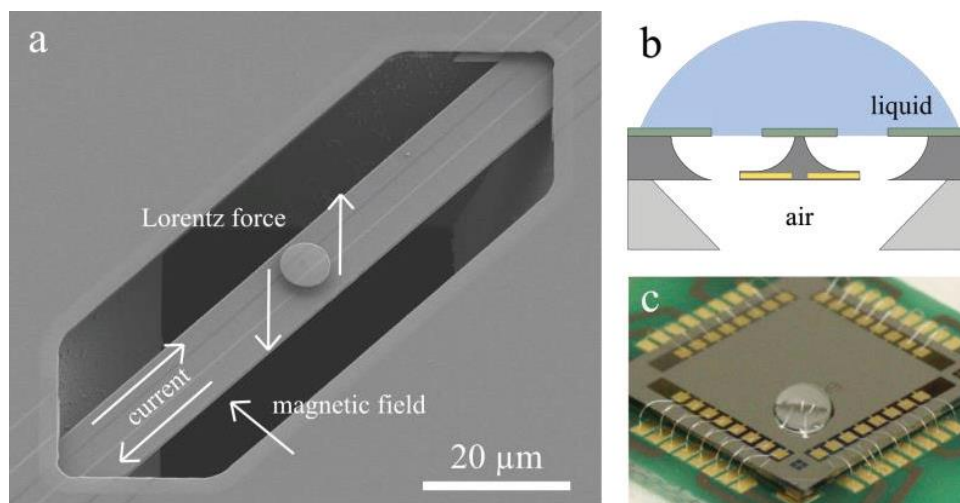


Figure 5 : (a) Image MEB d'un micropont résonant, (b) Schéma en coupe du mouillage partiel d'un micropont, (c) Photographie d'une puce (1x1 cm²) comportant 16 résonateurs avec un mouillage partiel sous forme de goutte [28].

Dans l'idée également de diminuer l'influence du milieu liquide sur le comportement mécanique global du résonateur, une solution astucieuse est de s'affranchir totalement de l'immersion en milieu liquide afin de profiter au mieux des bonnes résolutions et sensibilités des microsystèmes résonants dans l'air. Pour ce faire, l'idée proposée par l'équipe de Scott Manalis du Massachusetts Institute of Technology, est d'intégrer un canal microfluidique dans une structure vibrante de type cantilever (Figure 6). Ces structures avec canaux suspendus (Suspended Micro/Nano Channel Resonator – SMR ou SNR) permettent d'obtenir un cantilever résonant dans une cavité sous-vide mais comprenant un circuit fluidique dans lequel circule les particules à détecter. Grâce à cette structure, il est possible de réaliser des mesures de masse précises sur des particules en suspension dans le microcanal avec une précision de l'ordre du femtogramme pour les SMRs, et attogramme pour les SNRs. Il s'agit d'un biocapteur très prometteur pour la détection d'objets biologiques circulants [32]–[35].

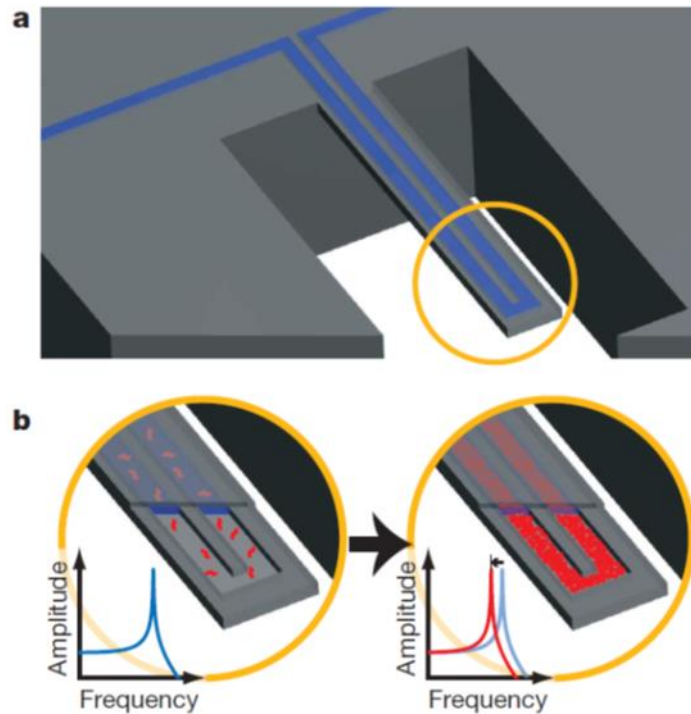


Figure 6 : Illustration du principe de fonctionnement d'un dispositif SMR [32].

1.2.1.3. Caractérisation de liquide

Les microsystèmes mécaniques résonants sont en perpétuel développement. Leurs domaines d'applications sont très larges, allant des systèmes radio fréquences, aux capteurs de masse, mais également en rhéologie pour effectuer des mesures de densité et de viscosité de liquide.

La viscosité dynamique représente les forces de frottement présentes entre deux couches de liquide en mouvement. Dans le cas de l'écoulement laminaire d'un liquide, la viscosité η correspond au rapport entre la contrainte de cisaillement τ et le gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ (ou taux de cisaillement).

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (6)$$

La viscosité est une propriété intrinsèque d'un liquide qui s'exprime en pascal-seconde Pa.s ou bien en poise Po. Pour avoir quelques ordres de grandeur, la viscosité de l'eau est d'environ 1 mPa.s (ou 1 cP) alors que pour le miel, on se situe entre 2 et 10 Pa.s. Avec la densité, il s'agit de la propriété des liquides la plus étudiée, que cela soit pour les huiles, les hydrocarbures, les encres, le lait ou encore le vin [36]–[40] pour des contrôles de qualité ou de maturité.

Dans ce champ d'application, on peut distinguer deux approches. L'approche acoustique et l'approche mécanique basée sur l'utilisation de dispositifs MEMS.

Dans l'approche acoustique, les systèmes sont moins dépendants de la géométrie car le principe est basé sur l'étude de l'onde acoustique se propageant dans un liquide grâce à la mesure de sa vitesse ou bien encore de l'étude de l'impédance acoustique [41]. Ces systèmes présentent généralement une surface permettant de transmettre une onde de cisaillement au milieu extérieur, à travers notamment

l'utilisation d'ondes d'épaisseur comme dans les résonateurs à quartz [42], [43] ou bien encore par le biais des ondes de Love [44], [45]. Cette méthode est fortement limitée par la lecture du signal de sortie qui est grandement impactée par l'augmentation de la viscosité.

Pour les ondes possédant un déplacement hors-plan se propageant dans le plan, comme les ondes acoustiques de surface (SAW : surface acoustic waves) ou bien les ondes de Lamb, leur utilisation usuelle à hautes fréquences, à partir de quelques Megahertz, induit des pertes importantes dues à la dissipation acoustique importante dans le liquide. C'est la raison pour laquelle, les dispositifs à ondes de surfaces ne sont quasiment pas utilisés dans le domaine de la caractérisation de liquide. Les ondes de Lamb ont cependant montré leur potentiel pour des études acoustiques dans les liquides à basse fréquences [46].

Les systèmes acoustiques basés sur les ondes de Lamb comportent généralement une membrane associée à des électrodes interdigitées permettant sa propagation sur une longueur caractéristique (Figure 7) [47].

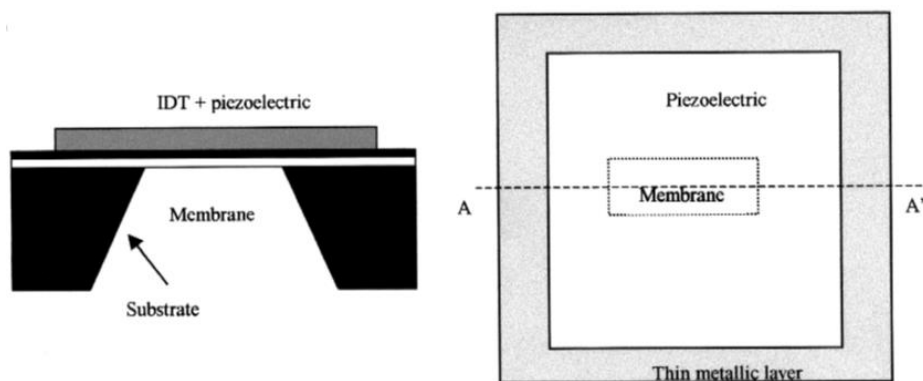


Figure 7 : Design d'une structure avec une membrane rectangulaire 8 mm x 3 mm associée à des électrodes interdigitées [47]

Par cette approche et l'étude de l'impédance acoustique en fonction du liquide dans lequel est immergé le résonateur, il a été montré que celle-ci dépend du produit densité-viscosité du liquide [41]. Afin de mesurer la densité dans ce cas précis, il est alors nécessaire de fixer la viscosité ou bien d'étudier des liquides dont la densité est connue. Une autre solution pour déterminer indépendamment la densité et la viscosité d'un liquide, est d'étudier plusieurs modes de Lamb. Mais cela implique alors d'avoir recourt à des fréquences plus hautes, présentant des pertes acoustiques plus importantes [48].

La caractérisation de liquide par une approche mécanique c'est développée ces dernières années du fait, entre autres, des avancées technologiques dans le domaine des micro systèmes, notamment par l'utilisation de MEMS résonants.

Pour ce faire, plusieurs types de vibrations ont été utilisée. Les vibrations peuvent être hors plan, planaires ou bien encore en torsion ou rotation. Les géométries de ce type de capteur sont en partie semblables à celles des biocapteurs résonants avec l'utilisation de poutre encastree-libre, doublement encastree, de membranes mais aussi d'autres géométries avec l'utilisation de disques, de diapasons, de plaques libres et d'autres formes utilisant notamment des forces de cisaillement.

Les principes d'actionnement les plus communs sont l'actionnement piézoélectrique [31], [49], [50] ou électromagnétique en utilisant la force de Lorentz [51]–[53]. Néanmoins, quelques capteurs résonants utilisent également un actionnement thermique [54]–[56]. Concernant le signal de sortie observé, suivant l'actionnement les mesures réalisées sont essentiellement optiques ou électriques (par mesure d'impédance) pour une détection se servant des propriétés piézoélectriques ou piézorésistives.

Les problématiques rencontrées sont similaires à celles des biocapteurs, l'amortissement engendré par le milieu liquide limite drastiquement la sensibilité et résolution des systèmes.

Une autre caractéristique importante de ces capteurs fluidiques résonants, est leur profondeur de pénétration dans le liquide.

Il a été montré que la profondeur de pénétration des ondes de cisaillement dans le liquide est directement reliée aux propriétés de densité et de viscosité du liquide ainsi que de la fréquence de vibration. Cette profondeur est donnée par l'équation suivante [57] :

$$\delta = \sqrt{\frac{2\eta}{\omega\rho}} \quad (7)$$

Cette dimension caractéristique représente la hauteur de liquide dans laquelle se propage le cisaillement et inversement il s'agit de l'épaisseur de la couche de liquide impactant le résonateur. Cette grandeur augmente avec la viscosité du liquide et diminue avec la fréquence de vibration du résonateur.

Les rhéomètres et viscosimètres rotatifs classiques que l'on peut trouver en laboratoire étudient les propriétés de liquides en appliquant une vitesse de cisaillement connue, par le biais de la mise en rotation d'un disque en contact avec le liquide à étudier (Figure 8). Le rapport entre le couple de rotation mesuré entre les deux disques et la vitesse de rotation permet de déterminer la viscosité du liquide. Les rhéomètres rotatifs permettent de travailler sur une gamme de vitesse de cisaillement contrairement au viscosimètre. Dans le cas de fluides non newtonien, la viscosité dépend de la contrainte de cisaillement appliquée. Les rhéomètres sont donc mieux adaptés pour l'étude de ces liquides. Les rhéomètres rotatifs de laboratoire n'excèdent pas une fréquence de rotation de 100 Hz [57].



Figure 8 : Image d'un rhéomètre rotatif Malvern Kinexus Pro.

Dans le cas de l'eau, à cette fréquence de 100 Hz, la profondeur de pénétration est supérieure à 50 μm et étant donné que la densité de la majorité des liquides est comprise entre 800 et 1200 kg/m^3 il s'agit d'une valeur globale que l'on peut comparer entre les différents capteurs résonants.

Avec la miniaturisation des systèmes résonants, la plupart des résonateurs fonctionnent à hautes fréquences comparativement à la fréquence de fonctionnement des rhéomètres et viscosimètres usuels. De par ce fait, la profondeur de pénétration de ces capteurs miniatures est grandement diminuée. Pour exemple, dans le cas de l'eau, pour une fréquence de 5 MHz la profondeur de pénétration est de l'ordre de 250 nm.

Dans le cas de liquides complexes, les dimensions caractéristiques de microstructures peuvent dépasser le micromètre, c'est le cas notamment des chaînes de polymères ou bien encore des émulsions [58], [59]. Pour ce type de liquide, le résultat obtenu entre un rhéomètre classique et un capteur résonant MEMS à haute fréquence est alors différent. De plus à hautes fréquences, les effets viscoélastiques rentrent en jeu.

Pour obtenir une profondeur de pénétration supérieure au micromètre, il faut se placer dans une gamme de fréquence inférieure à 300 kHz.

Dans cette plage de fréquence, les résonateurs MEMS pâtissent des pertes acoustiques induisant un facteur de qualité dégradé en milieu liquide. De plus, ce phénomène est d'autant plus important que le liquide est visqueux.

Par la suite, nous présenterons les principaux systèmes MEMS développés pour la mesure de densité et de viscosité de liquide. Une présentation plus détaillée des nombreux résonateurs MEMS publiés pour la mesure de viscosité ou de densité est donnée dans l'annexe 1.

Afin d'étudier les propriétés rhéologiques des fluides, une première approche est de s'intéresser à des ondes de cisaillement, c'est-à-dire à l'aide de structures générant un déplacement dans le plan. En effet, ces modes vibratoires dans le plan sont moins impactés par la masse ajoutée du liquide et ainsi ils présentent généralement des meilleurs facteurs de qualité [56], [60]–[64]. Dans le cas d'un cantilever, Dufour propose une étude des modes transverses, latérales et d'élongation (Figure 9) [65]. Dans cette étude, les facteurs de qualité et les décalages en fréquences entre l'air et plusieurs milieux

liquide à différentes viscosités sont présentés. Dans une solution de dodécane de viscosité 1,5 mPa.s, le mode d'élongation affiche un facteur de qualité de 101 et un décalage en fréquence de 1,8 % alors que le mode transverse présente un facteur de qualité 5 fois plus faible, de 19 et une diminution relative de la fréquence de résonance de 36 %. La même tendance est observée à plus grande viscosité. Dans une solution de 100 mPa.s, le facteur de qualité du mode d'élongation est réduit à 31 et le décalage en fréquence est alors de 3,6 % alors que pour le mode transverse le facteur de qualité chute à 2 et le décalage en fréquence est de 53 %. Le mode hors plan présente un facteur de qualité bien moindre comparé au mode d'élongation. De plus la fréquence de résonance se montre beaucoup plus sensible au milieu liquide pour une vibration hors-plan.

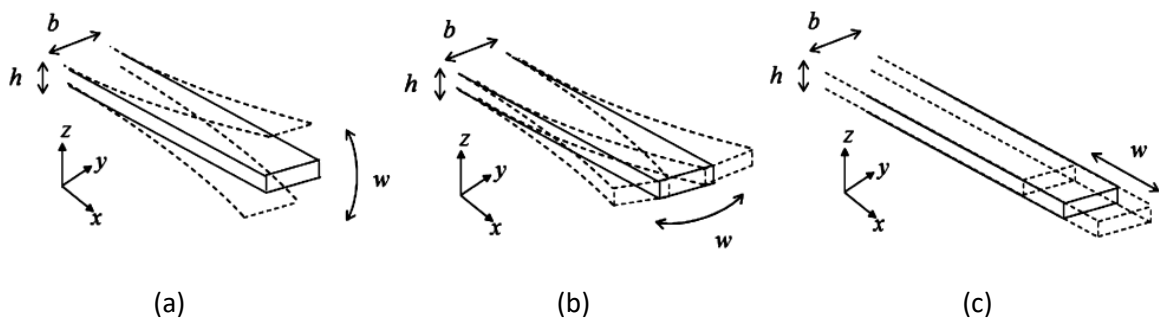


Figure 9: Schéma des modes transverses (a), latérales (b) et d'élongation (c) d'une poutre encastrée [65].

Seo rapporte un disque résonant en rotation dans le plan à une fréquence entre 300 et 1000 kHz pour les différents modes et affichant un facteur de qualité d'environ 100 dans l'eau [56]. Reichel propose quant à lui, un design de plaque rectangulaire suspendue, actionnée par la force de Lorentz et générant une vibration dans le plan (Figure 10) [63]. Les caractéristiques vibratoires de ce système présentent une fréquence de résonance aux alentours de 5200 Hz avec un facteur de qualité affiché dans l'eau de 61,7. Dans cette étude, le résonateur est caractérisé dans différents liquides avec une viscosité maximale de 18,5 mPa.s, obtenue dans un mélange d'eau-glycérol à 70%. Avec cette augmentation de viscosité, le facteur de qualité chute jusqu'à une valeur de 16.

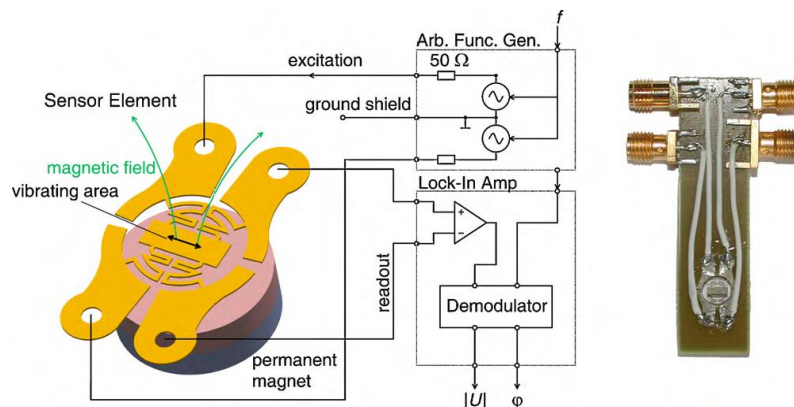


Figure 10: Design d'une plaque rectangulaire suspendue de dimensions $4200 \times 1500 \times 100 \mu\text{m}^3$ et résonant dans le plan [63]

Malgré un facteur de qualité plus important pour un système ayant une vibration dans le plan, l'inconvénient principal repose dans le décorrélation des propriétés de densité et de viscosité du liquide à analyser. En effet, pour ce type de vibration, la fréquence de résonance et le facteur de qualité dépendent tous les deux de l'inverse de la racine du produit densité-viscosité $1/\sqrt{\rho\eta}$. De ce fait, il est difficile de déterminer indépendamment la densité et la viscosité du liquide.

Les modes hors-plan présentent quant à eux des réponses distinctes aux propriétés de densité et de viscosité du milieu liquide. Comme montré précédemment, leur principal inconvénient réside dans leurs performances détériorées dans un environnement liquide, avec une diminution plus importante du facteur de qualité et de la fréquence de résonance comparé à un mode planaire.

Pour augmenter le facteur de qualité d'un mode hors plan, il a été montré dans le cas d'un cantilever que celui-ci augmente avec la fréquence de résonance du mode et de l'ordre de l'harmonique [66].

Différentes études ont été publiées sur l'utilisation de vibrations hors plan à basses fréquences pour la caractérisation de liquide de différentes viscosités.

La structure la plus commune étudiée est le cantilever. Afin de travailler à des fréquences de résonances plus faibles que la plupart des capteurs résonants développés, les systèmes sont de dimensions millimétriques ou même plus grand encore.

Toledo a développé une poutre ou plutôt une plaque encastree-libre de dimensions $1511 \times 1268 \times 45 \mu\text{m}^2$, caractérisée dans différents étalons de viscosité (Figure 11) [67]. Les solutions visqueuses utilisées (D5, N10, N35, N100) ont une densité allant de 780 à 920 kg/m^3 et des viscosités dans la gamme 1 à 286 $\text{mPa}\cdot\text{s}$. La fréquence et le facteur de qualité à la résonance sont déterminés par la mesure de l'impédance des actionneurs piézoélectriques. La fréquence de résonance varie entre 424 et 408 kHz alors que le facteur de qualité chute de 76 dans une solution D5 à une valeur de 12 dans la solution de plus grande viscosité N100 (286 $\text{mPa}\cdot\text{s}$).

Afin de pouvoir travailler à de plus importantes viscosités, Sathiya a développé une poutre en forme de trapèze macroscopique composé d'aluminium et d'une longueur de 20 cm, laquelle est actionnée par une céramique piézoélectrique [68]. Le système est suspendu et immergé dans différents mélanges d'eau-glycérol jusqu'à une valeur de viscosité de 1400 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ dans le glycérol pur. Les caractéristiques vibratoires sont mesurées de manière optique. La fréquence ainsi mesurée diminue de 380 Hz à 140 Hz en passant de l'eau au glycérol pur. Le facteur de qualité à la résonance dans l'air de 172 chute drastiquement à une valeur d'environ 5, obtenue dans le glycérol pur.

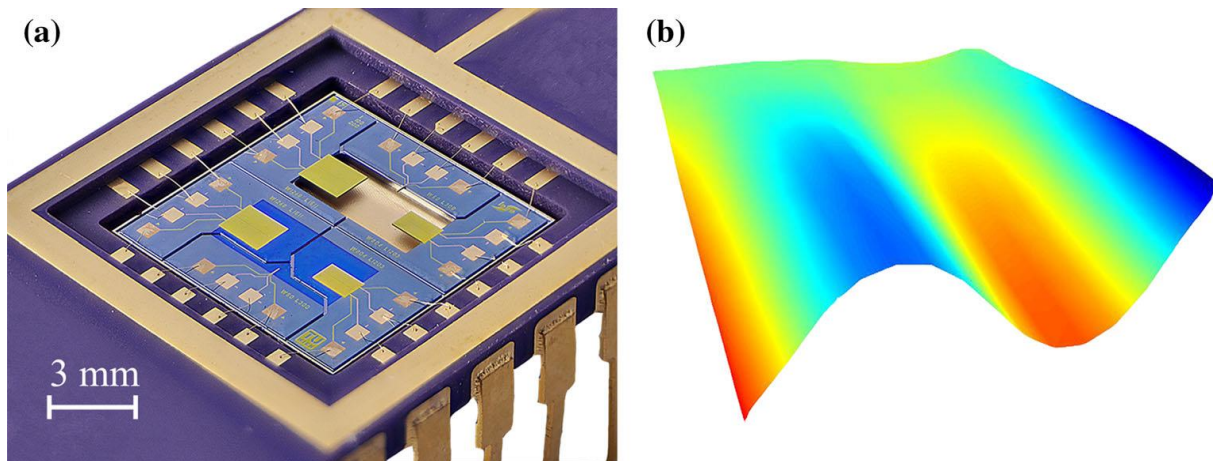


Figure 11: (a) image d'une puce MEMS comprenant le résonateur ainsi qu'une compensation statique ; (b) image de la déformée du mode de la poutre obtenu au vibromètre laser [67].

Un autre type de structure bien documenté dans l'état de l'art dans le domaine des résonateurs consiste en des structures complètement encastées telles que les membranes circulaires ou rectangulaires. Ce type de structure permet de bénéficier des avantages déjà évoqués du mouillage partiel (limitation du contact solide-liquide).

Ayala a notamment développé des micro membranes en silicium (rayon de l'ordre de 100 μm) et actionnées par des actionneurs piézoélectriques en PZT [69], afin de réaliser des mesures dans des liquides visqueux présentant différentes concentrations de mélanges eau-glycérol et ainsi mettre en évidence l'importance de la viscosité dans le modèle analytique de Lamb [70].

La fréquence de résonance de ces membranes est comprise entre 287 et 260 kHz entre des mesures dans l'eau et une solution de glycérol à 80 % de viscosité 54,62 mPa.s. Le facteur de qualité des membranes diminue de 140 à 20 dans une configuration dans laquelle le liquide est statique sur la face supérieure de la membrane. Il a également été observé que lorsque le liquide est mis en circulation au-dessus de la membrane, le facteur de qualité est diminué à une valeur de 60 dans l'eau, montrant l'impact de la circulation du fluide par rapport à une configuration statique. Ce phénomène n'est observé qu'à une viscosité inférieure à 20 mPa.s.

Plus récemment, des travaux ont été menés sur des membranes circulaires polymères avec actionneurs piézoélectriques en PVDF [71]. La taille des membranes est définie par un cadre en PMMA pour un rayon de 3 mm (Figure 12). Une pression de 650 Torr est appliquée à la face inférieure de la membrane grâce à une pompe, dans le but de restituer la force de la vibration. A l'aide de la mesure de l'impédance du matériau ferroélectrique, les caractéristiques vibratoires sont déterminées pour des huiles de référence dont la densité varie de 829 à 886 kg/m^3 et la viscosité de 19,88 à 1733 mPa.s.

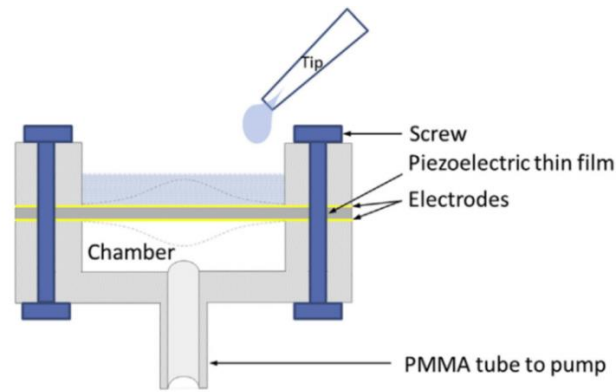


Figure 12: Schéma en coupe d'une membrane piézoélectrique en PVDF pour la mesure de densité et de viscosité de liquides [71].

Sur cette plage de densité et de viscosité, la fréquence de résonance diminue de 7900 à 7450 Hz et le facteur de qualité passe de 21 à 5. L'étude révèle également que l'inverse du facteur de qualité $1/Q$ varie en fonction de la racine du produit densité-viscosité du liquide $1/\sqrt{\rho\eta}$.

Quand on observe les résultats obtenus dans l'air et en milieu liquide, on remarque que le facteur de qualité augmente de 13,4 en air à 21,8 en milieu liquide. Le facteur de qualité a été montré comme étant dépendant du rapport entre la masse effective et le facteur d'amortissement effectif. Cette augmentation contre intuitive, est expliquée par le fait que selon la déformée du mode généré la masse effective augmente d'autant plus que l'amortissement avec le passage en milieu liquide.

Ces travaux étudient aussi l'influence du volume de liquide et donc de la hauteur de liquide sur les caractéristiques de la vibration. L'ajout de 3 à 10 mm de liquide sur la membrane ne modifie pas le facteur de qualité et la fréquence de résonance diminue jusqu'à tendre vers une asymptote pour un grand volume de liquide. Cette asymptote est importante pour définir le volume permettant de réaliser des mesures stables, indépendantes d'une éventuelle évaporation pendant la mesure.

Afin de s'affranchir des pertes aux encastresments des résonateurs, des plaques suspendues ont récemment été développées [31], [50], [53], [63], [72], [73]. Ces plaques sont maintenues par des bras positionnés aux nœuds de vibrations du mode hors plan considéré (Figure 13 et Figure 15). Dans cette configuration, les systèmes sont considérés comme complètement libres, et on minimise au maximum les pertes aux ancrages.

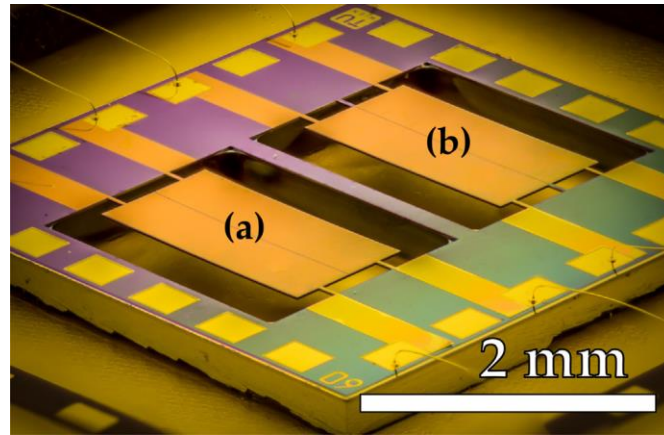


Figure 13 : Image de deux design (a) et (b) de plaques suspendues en silicium permettant la propagation d'ondes de Lamb antisymétriques [73].

Ces structures sont notamment adaptées pour la génération de mode de flexion, tels que les modes de Lamb antisymétriques. Les travaux de Pfusterschmied portent sur l'étude de différents harmoniques d'ondes de Lamb antisymétriques, à l'aide de plusieurs plaques suspendues dans différents liquides (Figure 13) [73]. Cette étude met en évidence que le facteur de qualité et la fréquence de résonance augmentent avec l'harmonique du mode généré (Figure 14). Les expériences sont menées dans des étalons de viscosité (D5, N10, N35, N100 et D500) sur une gamme de densité allant de 780 à 871 kg/m³ et de viscosité allant de 2,5 mPa.s jusqu'à 702 mPa.s. Les résultats montrent une diminution du facteur de qualité à partir d'une valeur de 100 dans l'isopropanol à moins de 10 dans une solution de D500.

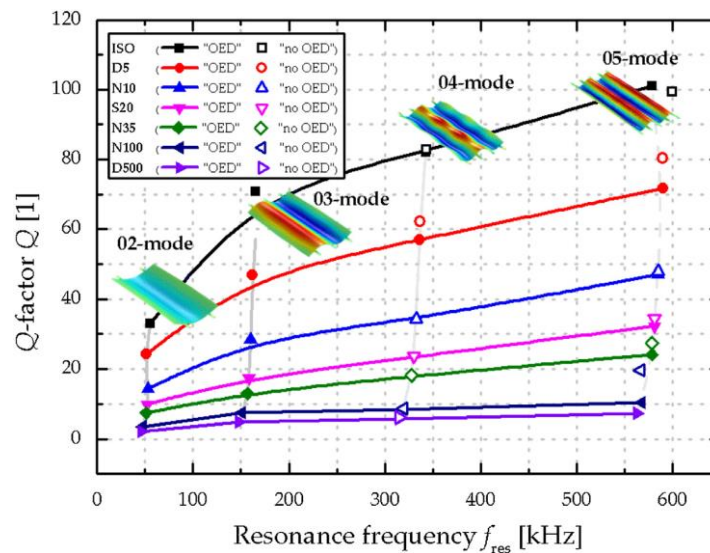


Figure 14: Evolution du facteur de qualité et de la fréquence de résonance en fonction de l'ordre du mode de Lamb généré dans plusieurs étalons de viscosité [73].

On peut aussi s'intéresser aux travaux de Manzaneque sur un design de plaque suspendue en son centre, avec propagation d'une onde de Lamb antisymétrique selon sa grande longueur (Figure 15) [50]. Grâce à une compensation statique et un circuit électrique en boucle fermée, les caractéristiques

vibratoires des ondes de Lamb sont étudiées dans plusieurs liquides. Les densités et viscosités varient de 680 à 905 kg/m³ et 0,4 à 7,3 mPa.s. Le système présente une fréquence de résonance variant de 321 à 290 kHz et un facteur de qualité diminuant de 148 à 36.

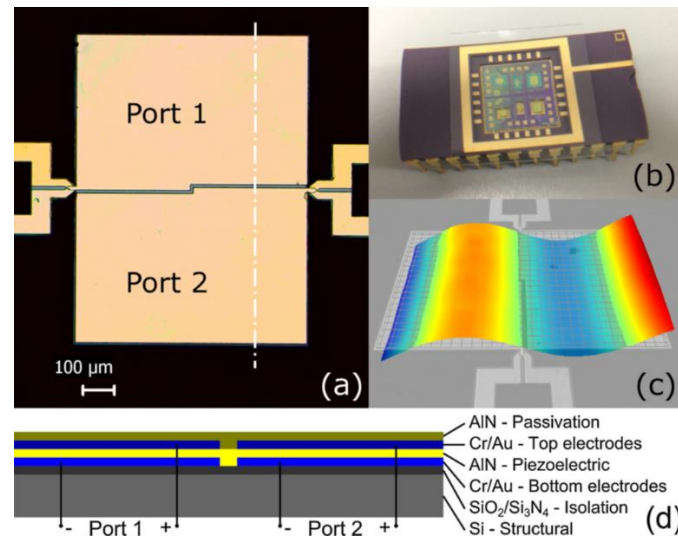


Figure 15: Plaque suspendue en silicium avec actionneurs piézoélectriques AlN générant une onde de Lamb antisymétrique pour la caractérisation de liquide. [50]

Avec ces deux exemples, on peut voir que les ondes de Lamb antisymétriques, générées à l'aide d'une plaque suspendue, permettent de travailler sur une vaste gamme de viscosité et semblent présenter des avantages de faibles pertes en milieu liquide, ce qui en fait un type de résonateur à fort potentiel dans la caractérisation de liquide.

A ce jour, si l'on s'intéresse au facteur de qualité mesuré en milieu liquide, les meilleurs résultats obtenus utilisent un cylindre actionné par des actionneurs piézoélectriques en PZT et proposant une vibration en torsion (Figure 16) [74]. Ce système spécifique est testé pour des concentrations croissantes de mélange eau-glycérol. La fréquence de résonance de ce résonateur varie entre 4033 et 4004 Hz et son facteur de qualité est de 710 dans l'eau et de 63 dans le glycérol pur à 705 mPa.s.

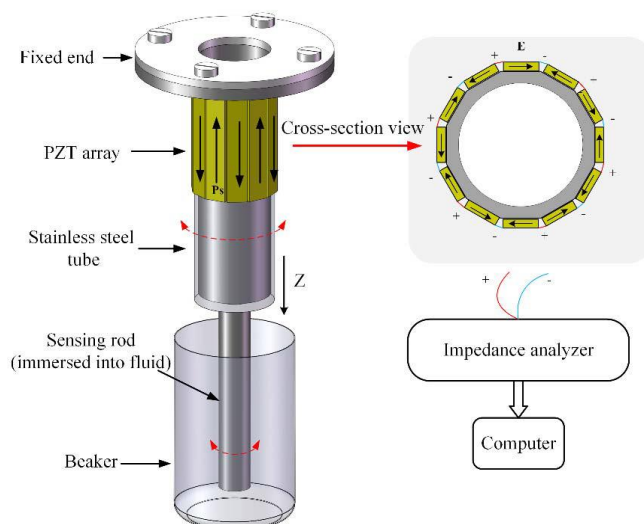


Figure 16 : Schéma d'un dispositif cylindrique vibrant en torsion pour la mesure de densité et de viscosité de liquides [74].

Le Tableau 1 résume les fréquences de résonance et facteurs de qualité obtenus aux plus grandes viscosités pour les différents systèmes abordés.

Tableau 1: Comparaison de la fréquence de résonance et facteur de qualité à haute viscosité pour différentes géométries de résonateurs.

Système	Mode de vibration	Viscosité (mPa.s)	Fréquence (kHz)	Facteur de qualité	Références
Cantilever	Hors-plan	286	408	12	[67]
Membrane	Hors-plan	1733	7,45	5	[71]
Plaque suspendue	Hors plan (Lamb)	702	560	8	[73]
Cylindre	Rotation	705	4,004	63	[74]

I.2.2. Comme moyen de stimulation

L'utilisation d'un résonateur en milieu liquide, en mode capteur, est un moyen indirect de tirer profit de la vibration du système électromécanique. Dans cette partie, on va désormais s'intéresser à l'utilisation de structures vibrantes en milieu liquide pour réaliser, directement, des actions de stimulation de l'environnement, que cela soit pour déplacer un liquide ou des particules ou bien encore pour stimuler mécaniquement des cellules biologiques.

Suivant la configuration, les forces mises en jeu sont différentes. Pour une utilisation sans contact ou à distance, les forces générées sont liées à la génération d'une onde acoustique propagatrice ou évanescente dans le milieu liquide. Si l'objet d'étude est cette fois-ci en contact avec la surface vibrante, la principale force sera une force de contact ou d'inertie.

Nous allons différencier les systèmes issus de l'état de l'art selon ces deux configurations d'utilisation.

1.2.2.1. Systèmes résonants sans contact

Les dispositifs sans contact font partie d'un domaine appelé acousto-fluidique [75]–[78]. Avec la génération d'une onde acoustique dans un milieu liquide.

La présence d'une onde acoustique dans un milieu liquide génère l'apparition d'un champ de pression dans le liquide. Lorsque celui-ci est visqueux, la résolution de l'équation de Navier-Stokes au second ordre résulte en la formation de courant de recirculation dans le liquide [75]. En effet, l'atténuation de l'onde acoustique dans un liquide visqueux se transforme en quantité de mouvement dans le liquide. C'est ce que l'on appelle le streaming acoustique. Ce mouvement de liquide entraîne les particules présentes dans le liquide par la force de trainée de Stokes qui s'exprime sur une particule sphérique de la manière suivante [76]:

$$F_{streaming} = 6\pi\eta r_0 v_r \quad (8)$$

Cette force est proportionnelle au rayon de la particule r_0 , de la viscosité du liquide η et de la vitesse relative du fluide par rapport à la particule v_r . On peut noter également que dans le cas d'une onde de Lamb antisymétrique, la force du streaming dépend du produit déplacement-fréquence au carré comme montré par Liang [77].

La seconde force qui entre en jeu lors de la présence d'une onde acoustique de forte amplitude est la force de radiation acoustique. C'est une force liée au champ de pression généré par l'onde acoustique et qui pousse les objets vers les nœuds ou ventres de vibration. Ce phénomène est présent dans l'air mais aussi en milieu liquide.

Quand une particule est placée dans un liquide compressible soumis à une onde acoustique, la force de radiation prend la forme suivante [76], [78]:

$$F_{radiation} = -\frac{\pi p_0^2 V_p \beta_s}{2\lambda} \varphi(\beta, \rho) \sin(2kx) \quad (9)$$

$\varphi = \frac{5\rho_p - 2\rho_f}{2\rho_p + \rho_f} - \frac{\beta_p}{\beta_s}$ représente le contraste acoustique, p_0 l'amplitude du champ de pression, V_p le volume de la particule, λ la longueur d'onde acoustique, k le nombre d'onde, x la direction de

propagation de l'onde, ρ_f la masse volumique du liquide, ρ_p la masse volumique de la particule, β_s la compressibilité du liquide et β_p la compressibilité de la particule.

L'amplitude de la pression acoustique générée peut s'exprimer dans un champ acoustique harmonique comme :

$$p_0 = \frac{u_0 \omega}{\beta_s c_0} \quad (10)$$

u_0 est l'amplitude de déplacement de la vibration, ω la pulsation de la vibration et c_0 la vitesse de propagation de l'onde acoustique dans le liquide.

La force de radiation acoustique dépend du volume de la particule. Pour un objet sphérique, la force est proportionnelle au cube de son rayon r_0 .

La force dominante dépend des paramètres du système tels que la fréquence, l'amplitude, la viscosité ou encore la taille des objets manipulés. A noter que plus le rayon de l'objet est important et plus la force de radiation est importante comparée à la force liée au streaming acoustique.

L'utilisation de telles forces en milieu liquide permet de manipuler, trier ou mélanger des liquides et des particules.

I.2.2.1.1. Manipulation de liquides

Comme expliqué dans la section précédente, l'acousto-fluidique va induire la génération d'un champ de pression dans le liquide. La première application qui nous vient à l'esprit est évidemment la manipulation et le mélange de liquides, que nous allons illustrer au travers de quelques exemples.

Les principales applications concernent le mélange et le déplacement de liquide par le biais notamment du streaming acoustique. Les systèmes vibrants sont particulièrement intéressants pour améliorer l'écoulement d'un liquide [79] ou bien encore pour réaliser des micro pompes sans valves [80].

Les vibrations engendrent des écoulements dans le liquide ce qui permet de mélanger celui-ci. Ce principe est utilisé par Zeggari afin de mélanger des solutions biologiques (Figure 17) [81]. En collant une céramique piézoélectrique en PZT à une chambre fluide, les vibrations générées entre 5 et 30 kHz permettent de créer des courants fluidiques dans le liquide.

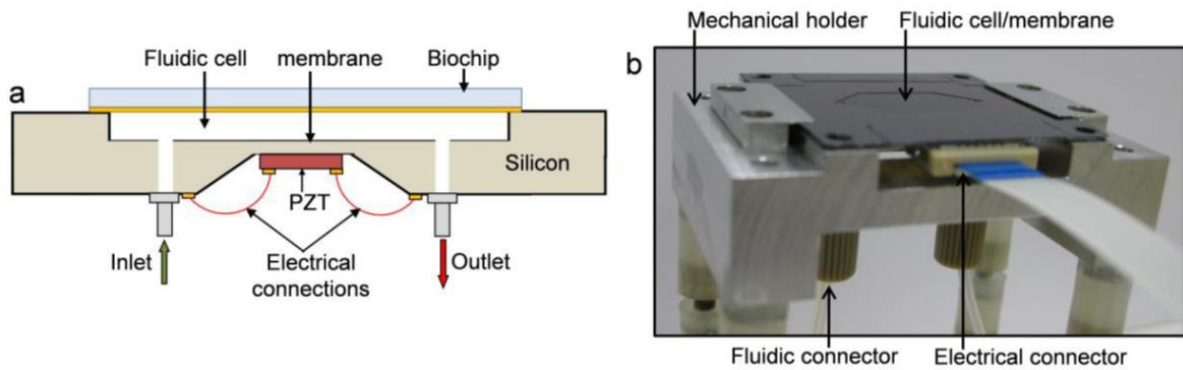


Figure 17: (a) Schéma en coupe d'une chambre fluïdique permettant le mélange grâce aux vibrations générées par une céramique piézoélectrique PZT, (b) image du dispositif complet [81]

L'écoulement et le mélange peuvent être contrôlés de façon plus précise par l'utilisation d'un réseau de piliers piézoélectriques vibrants indépendamment l'un de l'autre à une fréquence de 8 kHz et entraînant le liquide et les particules de SiC en suspension par le streaming acoustique [82].

Les ondes de surface (SAW) sont également utilisées dans le but de créer un mélange dans une chambre fluïdique. A l'aide d'un substrat piézoélectrique (généralement du LiNbO₃) et en plaçant des électrodes interdigitées (ou IDT) sur celui-ci, il est possible de générer des ondes de surfaces à hautes fréquences (100 MHz au GHz) avec de très faibles déplacements nanométriques, mais permettant toutefois de générer des effets de streaming acoustique [83].

De nombreux travaux se sont intéressés à l'effet des vibrations sur des gouttes. Des vibrations dans le plan permettent de perturber la goutte et de générer des courants fluidiques à l'intérieur de celle-ci pour des fréquences allant de 500 Hz jusqu'au Mégahertz et avec une faible amplitude de déplacement de 2 nm [84], [85]. Les recherches effectuées sur des vibrations hors plan générées à l'aide d'un substrat piézoélectrique associé à des électrodes, ont permis de mettre en évidence des écoulements internes à des gouttes d'eau.

Les structures basées sur un substrat piézoélectrique associé à un réseau d'électrode (IDT) sont très largement développées, mais nécessitent également une fabrication complexe. Dès les premières avancées des micro-technologies, ce type de système a été utilisé pour des applications de mélange sur des gouttes [86]. Pour pallier à l'utilisation des technologies de la microélectronique, Rezk propose d'utiliser des électrodes moins coûteuses par le biais de films d'aluminium, afin de générer des ondes de surface ainsi que des ondes de Lamb pour entraîner des écoulements fluidiques pour le déplacement et mélange d'une goutte à une fréquence de 3,4 MHz et 17 MHz [87].

Les travaux de Alzuaga sur une poutre d'acier centimétrique de 15,8 cm de longueur, encastrée à chaque extrémité et actionnée par des actionneurs piézoélectriques (positionnés aux extrémités) mettent en évidence le déplacement d'une goutte de 30 μ L le long de cette poutre, du fait de sa vibration hors plan, suivant un enchaînement de modes hors plan consécutifs à des fréquences allant de 15 à 40 kHz [88]. Les observations ont montré un déplacement de la goutte de ventre de vibration en ventre de vibration à partir d'une amplitude de déplacement suffisante, mesurée à 1 μ m pour une fréquence de 25 kHz et diminuant avec la fréquence du mode. Pour une amplitude de vibration encore plus importante d'environ 1,9 μ m à 25 kHz, la goutte commence à se vaporiser du fait de la grande amplitude de vibration.

D'autres résultats sur la mise en mouvement d'une goutte de 30 μL par vibrations ont été rapporté par Liang [77]. En utilisant un substrat rectangulaire de verre de dimensions 75 x 20 x 1 mm^3 sur lequel est collé une céramique piézoélectrique en PZT, les auteurs ont montré une mise en mouvement de la goutte par l'utilisation d'une onde de Lamb à 1 MHz, avec une longueur d'onde de 2,4 mm et une amplitude de déplacement de 8,66 nm (Figure 18).

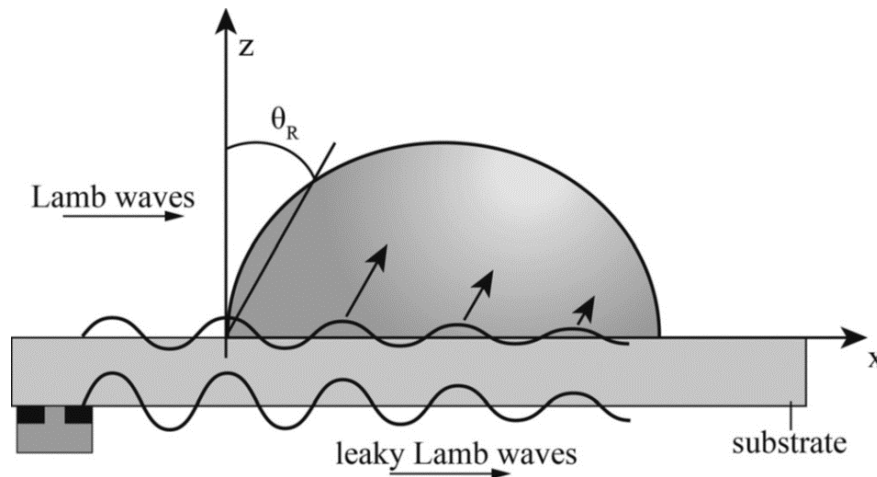


Figure 18: Schéma de la propagation d'une onde de Lamb pour le déplacement d'une goutte d'eau [77]

Ces deux derniers exemples permettent de mettre en évidence que le même type d'application peut être abordé par des couples fréquences-amplitude de déplacement très différents.

Les ondes de surface et les ondes de volumes peuvent être utilisées sur une large plage de fréquence de quelques Hz au MHz suivant l'application visée. En effet, à la vue des expressions des forces acoustiques en milieu liquide, celles-ci dépendant de l'amplitude de la vibration tout autant que de la fréquence, leur utilisation est possible à faibles fréquences mais grande amplitude tout autant qu'à hautes fréquences et faibles amplitudes.

I.2.2.1.2. Manipulation de particules

Si nous comprenons bien le besoin de contrôler le mouvement d'un liquide, il est également d'intérêt, notamment en biologie, de pouvoir maîtriser le déplacement de particules au sein d'un liquide. L'utilisation de structures vibrantes et d'ondes acoustiques est particulièrement intéressante car cette méthode ne nécessite aucun marquage préalable des particules, contrairement à des méthodes de tris standards tels que le FACS ou MACS.

Les ondes de surface permettent de trier, séparer et déplacer des particules telles que des microbilles [89], [90], des cellules [91] ou même des exosomes [92], grâce aux champs acoustiques générés dans le liquide. Les particules se concentrent au niveau des nœuds de pression dans le liquide (Figure 19). Les forces acoustiques dépendant de la taille des objets, de ce fait il est possible de trier les particules par critère de taille (Figure 20).

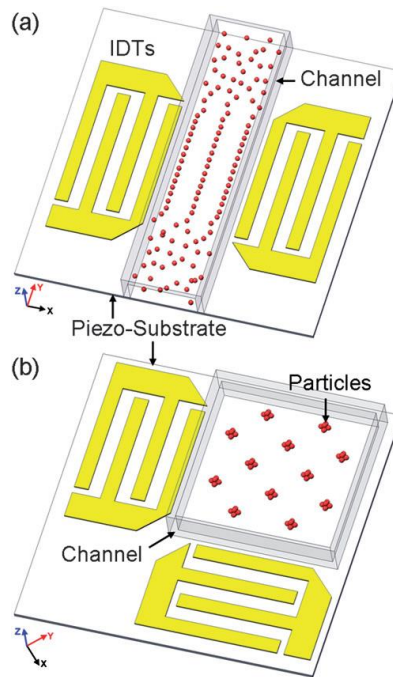


Figure 19 : Schéma de deux configurations pour le piégeage acoustique de particules, (a) dans un écoulement, (b) dans une chambre microfluidique [91].

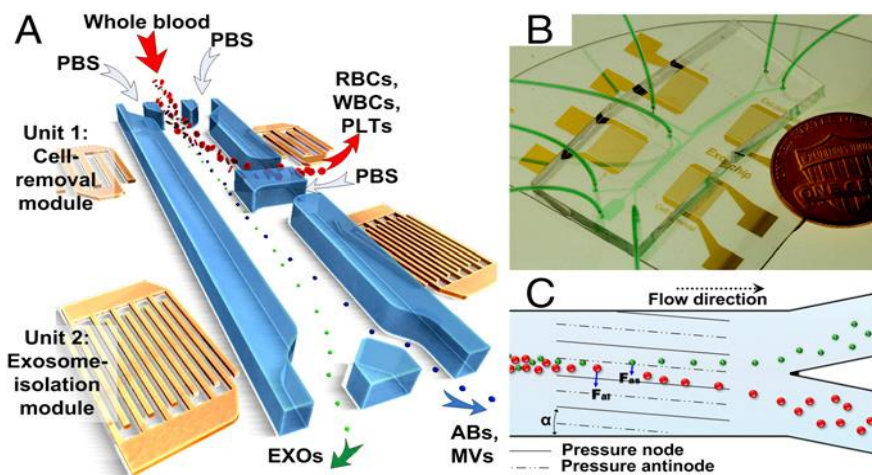


Figure 20: Schéma du dispositif microfluidique permettant la séparation des exosomes à partir d'un échantillon de sang par tri acoustique suivant un critère de taille [92].

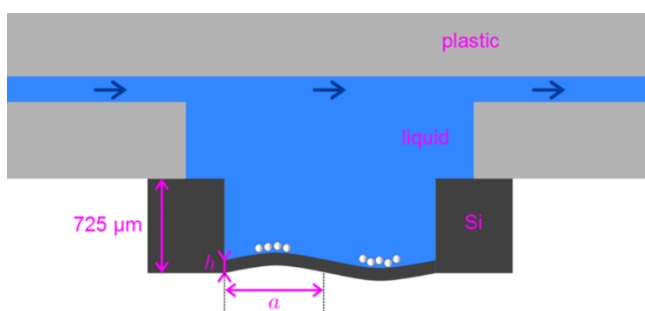
En 1787, le physicien allemand Ernst Chladni met en évidence des motifs dessinés par des grains de sable répartis sur une plaque métallique mise en vibration par l'archet de son violon. Il observe alors que les grains de sable se rassemblent aux nœuds de vibration. Les différents motifs obtenus aux modes de résonance de la plaque sont appelés depuis des figures de Chladni [93]. Une autre expérience utilisant des particules plus fines révèle l'effet opposé à celui observé avec les grains de sable. Les fines particules se regroupent aux positions correspondant aux ventres de vibration, là où le déplacement généré est maximal, on appelle ces motifs des figures de Chladni inverses. Cet effet opposé a ensuite été expliqué par Faraday par la présence de courant d'air à l'interface solide-air affectant les plus petites particules et les amenant aux ventres de vibration [94].

Ces mêmes motifs ont été observé en milieu liquide sur des poutres [95], [96], des membranes rectangulaires [96] et circulaires [97]–[99]. Vuillermet a développé une cavité microfluidique comprenant une membrane circulaire de rayon 800 μm avec un actionnement piézoélectrique apporté par une couche mince de PZT (Figure 21(a)). Avec la génération de modes de vibration hors plan sur une plage de 20 à 300 kHz, les billes de polystyrène de 25 à 35 μm de rayon se regroupent aux maxima de vibration (Figure 21(c)) et ainsi créent des figures de Chladni inverses. Les amplitudes de vibrations ne sont pas mesurées mais sont estimées entre 100 nm et 1 μm pour les différentes vibrations.

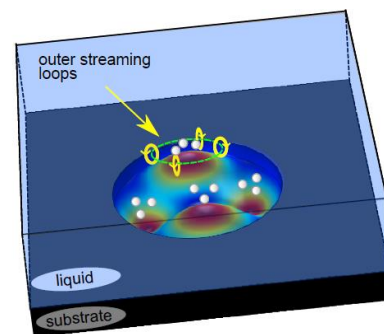
La manipulation de particules en milieu liquide selon plusieurs motifs contrôlables par l'alimentation de la membrane ouvre un champ de possibilités très variés, notamment pour des études sur les interactions cellules-cellules et cellules-substrat.

Contrairement au cas d'utilisation dans l'air, l'explication des figures de Chladni standards et inverses n'est pas encore entièrement résolu en milieu liquide. Plusieurs hypothèses proposent de manière similaire au cas dans l'air que le critère de différenciation dépendrait de la taille de la particule par rapport à la couche limite visqueuse de liquide $\delta = \sqrt{2\eta/\omega\rho}$ dans laquelle le courant de circulation est inverse par rapport au reste du fluide et qui permettrait d'expliquer les figures de Chladni inverses [95], [97], [98]. Une autre hypothèse est que pour une amplitude de vibration faible, les forces de van der Waals entre les billes et le substrat entraînent l'apparition d'une force de contact liée à l'accélération de la surface vibrante qui amènerait les particules vers les ventres de vibrations [96]. La dernière hypothèse apportée à ce jour repose sur la force de radiation acoustique, qui contrairement aux cas des SAW, tendrait à déplacer les billes aux maxima de vibration [100].

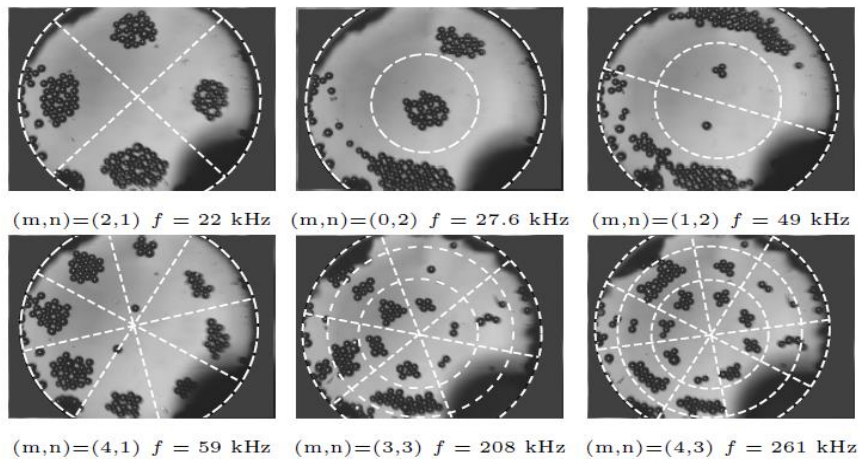
Néanmoins, même si les figures de Chladni et Chladni inverses ne sont pas encore totalement expliquées en milieu liquide, cela confirme la possibilité de manipuler des particules à basses fréquences sur des surfaces de grandes dimensions (centimétriques) et avec un grand nombre de particules [98], [99].



(a)



(b)



(c)

Figure 21: (a) Schéma en coupe d'une cavité microfluidique contenant une membrane avec actionnement piézoélectrique, (b) Schéma de la chambre microfluidique avec regroupement des billes aux maxima de vibration, (c) Photographie des figures de Chladni inverses observées à différents modes de vibration [97].

Concernant l'utilisation des ondes de volumes on peut noter les travaux de thèse de Vivian Aubert qui portent sur la propagation d'une onde de Scholte évanescence pour des applications acoustofluidiques (Figure 22) [101], [102]. L'un des intérêts est de s'affranchir du besoin d'un substrat piézoélectrique et de travailler avec des matériaux communément utilisés en biologie tels que le verre. L'onde de Scholte subsonique générée permet d'obtenir une onde évanescence dans le liquide sans rayonner et, grâce aux forces de radiations, de manipuler des microbilles et des cellules biologiques à quelques millimètres de l'interface solide-liquide. Grâce à cette technique Vivian propose de réaliser une culture de cellules fibroblastes sous piège acoustique pour étudier leur alignement, l'anisotropie d'orientation des cellules ainsi qu'une anisotropie de leur motilité. Le résultat montre que l'on obtient des lignes de cellules espacées de $277 \mu\text{m}$ soit une demi-longueur d'onde (Figure 23). Grâce à ce type de manipulation, il est possible de contrôler la position de cellules en suspension et par la suite de cellules adhérentes. C'est ce que l'on peut appeler du patterning de surface de culture cellulaire.

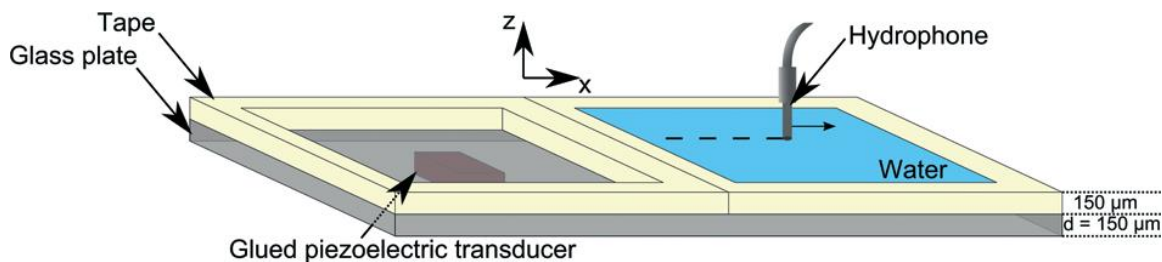


Figure 22: Schéma du dispositif pour la génération d'ondes de Scholte [101]

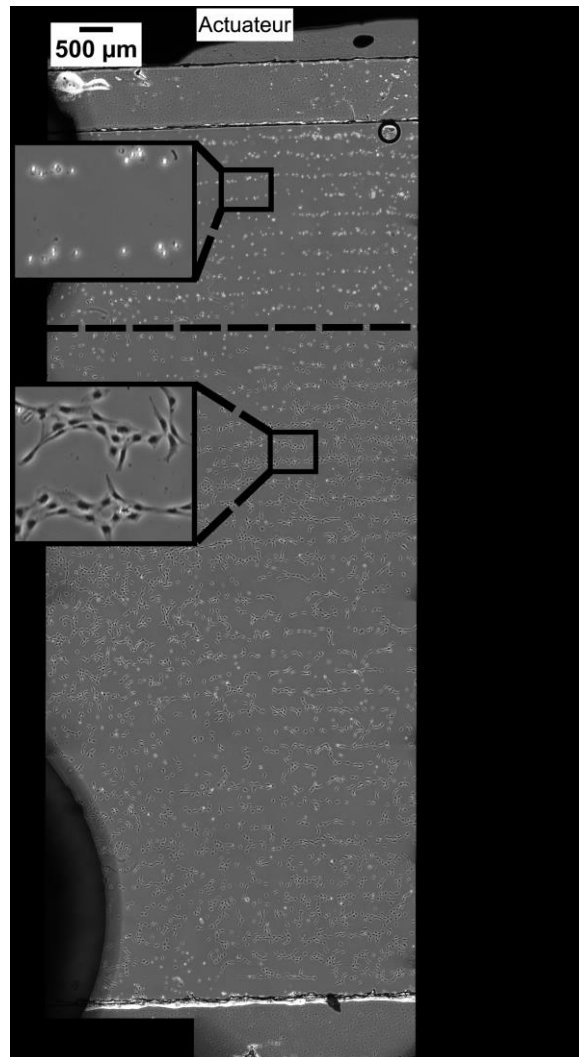


Figure 23: Observation microscopique d'une culture de fibroblaste après 24h d'insonification avec le système proposé par Vivian Aubert montrant un alignement des fibroblastes [102]

1.2.2.2. Systèmes résonants avec contact mécanique direct

Dans une configuration où l'objet d'étude est immergé et directement en contact avec la surface vibrante il est nécessaire de prendre en compte la force d'adhésion et la force mécanique de contact (Figure 24).

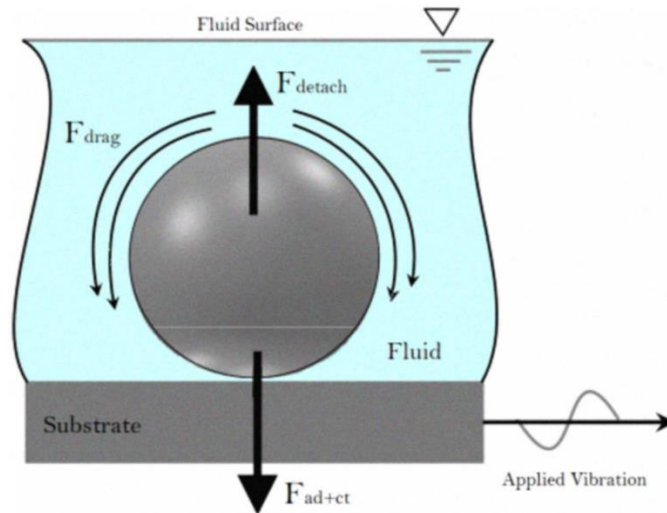


Figure 24 : Schéma des forces agissant sur une masse adhérente [103]

Dans le cas d'une masse adhérente rigide en contact avec une surface vibrante, la force générée prend la forme [103] :

$$F_{contact} = 4\pi^2 m u_0 f^2 \cos(2\pi f t - \theta) \quad (11)$$

Avec m la masse adhérente et avec un déplacement de la surface s'exprimant :

$$u(t) = u_0 \cos(2\pi f t - \theta) \quad (12)$$

La force dépend de l'accélération de la structure vibrante et donc de l'amplitude de déformation ainsi que du carré de la fréquence.

I.2.2.2.1. Adhésion cellulaire

La plupart des cas d'intérêt d'objets en contact avec une surface vibrante en milieu liquide, concernent des cellules biologiques.

En effet, la plupart des cellules des tissus ne peuvent survivre en suspension dans un liquide et cherchent alors à s'ancrer à une surface présente dans leur environnement. Cette adhésion est essentielle pour le maintien des fonctions des cellules adhérentes telles que sa migration, sa prolifération ou sa différenciation [104], [105].

L'interaction entre la cellule et son support se fait grâce à une matrice d'adhésion composée d'adhésions focales. Il s'agit des points d'ancrage de la cellule et de son cytosquelette et fait office d'interface physique entre le monde de la cellule et le monde extérieur (Figure 25).

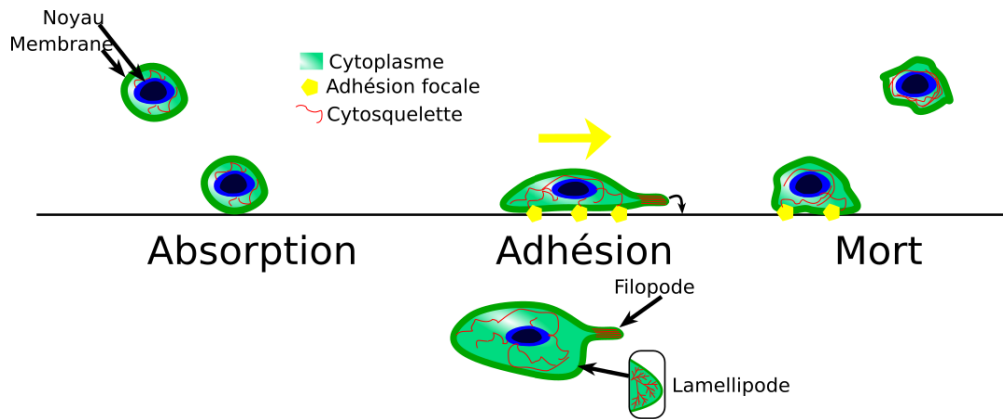


Figure 25: Schéma du processus d'adhésion d'une cellule sur un support au moment de l'absorption, l'adhésion et de sa mort [102]

Les cellules sont sensibles à leur environnement extérieur aussi bien d'un point de vue chimique et biologique que mécanique. Leur comportement est différent suivant la rigidité et porosité de leur substrat d'adhésion [105]. Le domaine de la mécanobiologie étudie l'influence des contraintes mécaniques extérieures sur le comportement des cellules.

I.2.2.2. Stimulation cellulaire

De manière statique, plusieurs dispositifs existent déjà pour étudier l'étirement des cellules jusqu'à deux dimensions d'étirement dans le plan [106]–[109].

Pour délivrer un stimulus mécanique à des cellules adhérentes, les systèmes résonants permettent de contrôler la contrainte appliquée à travers la variation possible de l'amplitude de vibration en modifiant les paramètres d'actionnement (comme la tension appliquée) et de la fréquence de résonance selon la géométrie et matériaux composant le système. La contrainte maximale applicable à une cellule adhérente correspond à sa force d'adhésion sur le substrat avant son décollement. En connaissant les paramètres de vibration, il est alors possible de déterminer la force d'adhésion des cellules. Pour ce type d'application de décollement cellulaire, à la vue de l'expression de la force de contact, l'accélération de la surface vibrante est le facteur déterminant de la stimulation. Il apparaît alors que pour maximiser la contrainte il est intéressant de travailler à hautes fréquences.

Des systèmes acousto-fluidiques pour la génération d'une onde de surface à l'aide d'un substrat piézoélectrique et d'électrodes interdigitées ont été utilisés pour créer un streaming acoustique et ainsi décoller des cellules de leur substrat dans le but d'étudier la dynamique de l'adhésion des cellules [110] ou de réaliser un tri cellulaire par critère de force d'adhésion [111]. Ces structures, travaillant à quelques dizaines de mégahertz, étudient l'adhésion des cellules sur un substrat piézoélectrique LiNbO_3 . Afin de rendre ces mesures plus pertinentes il est préférable d'étudier l'adhésion sur des matériaux communément utilisés en biologie tels que le plastique ou le verre.

Debavelaere propose par exemple d'associer une flasque de culture cellulaire avec un transducteur piézoélectrique PZT pour décoller des cellules ostéoblastes MC3T3-E1 d'un substrat de verre (Figure 26) [112].

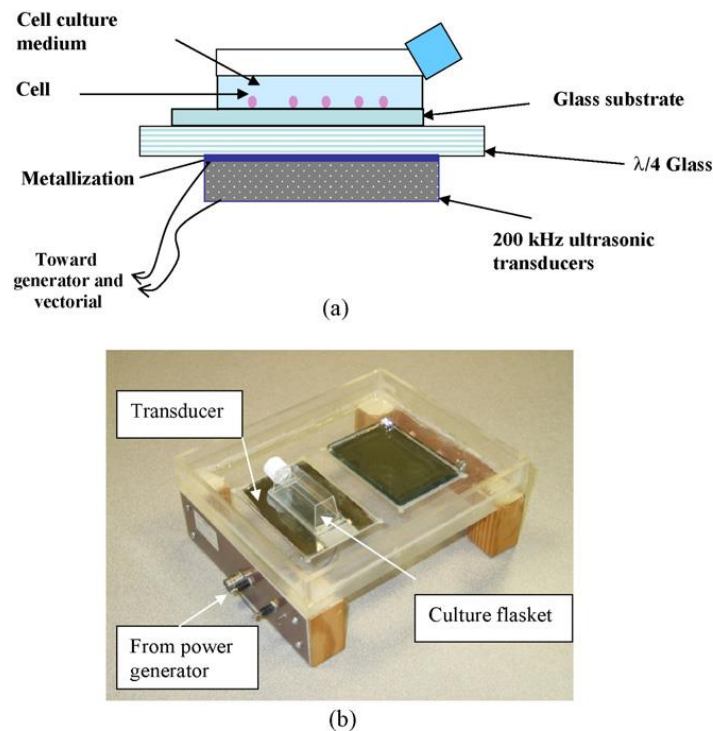


Figure 26: Schéma et image du dispositif comprenant une flasque de culture cellulaire sur un transducteur piézoélectrique [112].

Après une stimulation de 10 minutes à 200 kHz et une amplitude des vibrations d'environ 10 nm, les auteurs observent un taux de décollement d'environ 20 % et ainsi peuvent estimer la force d'adhésion à 1,5 μN . Ce système innovant, facile d'utilisation et compatible avec une utilisation en laboratoire biologique, souffre de l'inhomogénéité de la vibration et de pertes dans la transmission de la stimulation mécanique jusqu'aux cellules ce qui en détériore le rendement.

D'autres références font état d'utilisation de structures vibrantes en contact avec des cellules notamment pour étudier l'influence des vibrations sur l'adhésion cellulaire, la migration, la prolifération ou encore la différenciation.

Pour la stimulation mécanique, ces dispositifs utilisent des shakers mécaniques [113]–[115], des hauts parleurs [116], [117] ou bien des matériaux piézoélectriques en couches minces [118]–[120] ou céramiques [121]–[123]. L'avantage des céramiques piézoélectriques est de pouvoir choisir le substrat sur lequel les cellules adhèrent, comme par exemple une boîte de pétri. Bien sûr, les matériaux piézoélectriques déposés en couche mince, tout comme les céramiques piézoélectriques permettront après une étape de dimensionnement, de réaliser le système vibratoire optimisé qui permettra de générer le mode de vibration voulu de façon localisée, au contraire du shaker ou du haut-parleur qui présente une réponse fréquentielle préalablement établie.

Un exemple de système utilisant un matériau piézoélectrique déposé en couche mince est présenté en Figure 27 [118]. Le dispositif comprend un réseau de membranes vibrantes au fond d'une cavité fluide, permettant la stimulation mécanique de fibroblastes MEF à 10 kHz et pour une amplitude

de déplacement de 52 nm, le tout plongé dans 300 μ L de milieu de culture. Ce système est créé dans l'optique d'étudier diverses fonctions cellulaires telle que l'adhésion cellulaire.

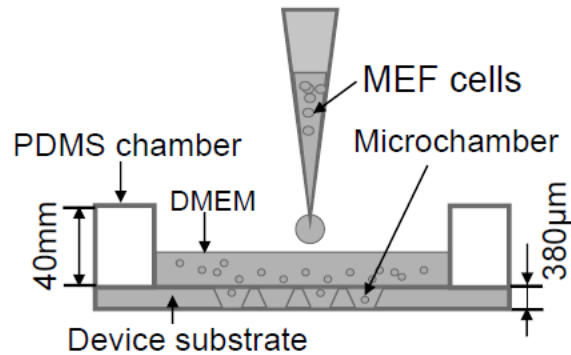


Figure 27: Schéma en coupe d'un réseau de membranes au fond d'une cavité fluide pour la stimulation mécanique de cellules [118]

Un autre exemple utilisant cette fois-ci des céramiques piézoélectriques montées sur des boîtes de pétri est présenté en Figure 28 [123]. En plus d'être plus intéressant au niveau du coût de fabrication du système comparé aux actionneurs déposés en couches minces, un actionnement à base de céramiques piézoélectriques permet de travailler à plus haute puissance. Avec le système proposé par Curtis, des céramiques sont collées sous la base de boîtes de pétri pour délivrer une stimulation mécanique de l'ordre du nanomètre à $5 \cdot 10^4$ cellules endothéliales Le-2 à faibles fréquences (jusqu'à 50 Hz). Le but de cette étude est d'étudier l'influence des vibrations sur l'adhésion cellulaire et l'expression de certains gènes KLF2 et endothelin-1.

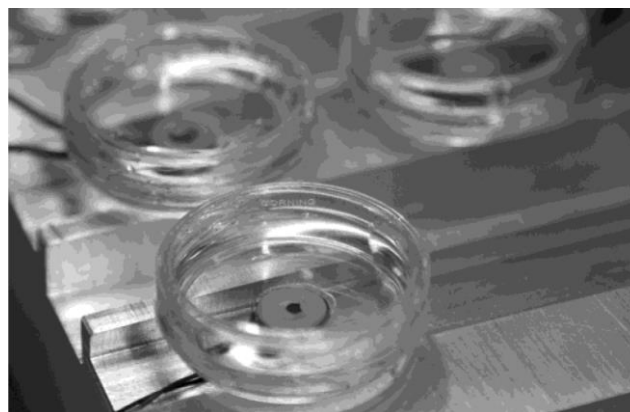


Figure 28: Images de boîtes de pétri actionnées à l'aide de céramiques piézoélectriques collées à leurs bases [123]

La plupart des observations réalisées avec ces systèmes se font de manière optique, il apparaît alors très avantageux d'utiliser un substrat transparent tel que le verre pour des observations en microscopie inversée.

Enfin, à la vue des précédents systèmes présentés, nous constatons que les structures vibrantes ne sont pas forcément dimensionnées au mieux pour générer le ou les modes de vibration souhaités. Ceci amène des résultats sous-optimaux ainsi qu'une inhomogénéité de la vibration au niveau de la surface actionnée qui amène alors à une stimulation inégale suivant le lieu d'adhésion de la cellule. Il apparaît ainsi possible d'améliorer leur fonctionnement en réalisant une étude de dimensionnement mécanique du système à réaliser, apte à optimiser les performances électromécaniques des modes considérés.

Les performances de différents systèmes sont présentées ci-dessous dans le Tableau 2.

Tableau 2 : Présentation des différents systèmes vibrants utilisés pour la stimulation mécanique de cellules avec leur performance : fréquence, déplacement et accélération.

Système	Fréquence (kHz)	Déplacement (nm)	Accélération (m.s ⁻²)	Application	Auteur /Références
Flasque avec transducteur piézoélectrique	200	10	1,6.10 ⁴	Décollement	Debavelaere [112]
Membranes piézoélectriques	10	52	2,1.10 ²	Régulation fonctions cellulaires	Yamada [118]
Boite de pétri avec céramique piézoélectrique	0,1	-	-	Prolifération	Tseng [121]
Membranes piézoélectriques	1	70	2,8	Régulation fonctions cellulaires	Kawashima [119]
Chambres avec actionneurs piézoélectrique	0,003	60000	2,1.10 ⁻²	Prolifération – expression gène	Tanaka [124]
Plaque 6 puits avec shaker	0,1 1 10	647 555 52	2,6.10 ⁻¹ 2,1.10 ¹ 2,1.10 ²	Différenciation	Ito [114]
Plaque 24 puits avec shaker	0,06	25000	3,6	Prolifération	Rosenberg [113]
Membranes piézoélectriques	10	100	3,9.10 ²	Régulation fonctions cellulaires	Kawashima [120]
Boite de pétri sur un haut-parleur	0,8	1000	2,5.10 ¹	Migration	Mohammed [116]
Plaque à puits avec actionneurs piézoélectriques	1	40	1,6	Comportement cellulaire	Childs [122]
Boite de pétri avec céramique piézoélectrique	0,05	50	4,9.10 ⁻³	Expression gène	Curtis [123]

D'après les données récoltées dans l'état de l'art sur les systèmes déjà existant, les accélérations imposées aux cellules varient entre 10^{-3} et 10^4 m/s⁻² pour des forces allant du piconewton [123] au micronewton [112]. Avec un actionnement piézoélectrique il est possible de contrôler l'amplitude de déplacement de la vibration en fonction du champ électrique appliqué, ce qui permet d'obtenir un dispositif contrôlable, capable d'adresser différentes gammes de valeur de force. L'accélération imposée est notre facteur de mérite qui permet de comparer les systèmes existants.

I.3. OBJECTIFS DE LA THESE

Dans ce chapitre nous avons étudié l'état de l'art sur l'utilisation des systèmes vibratoires en milieu liquide, tout aussi bien pour des applications de détection que de stimulation. Cette étude nous a permis de prendre conscience du grand champ d'applications possibles pour ces systèmes, ainsi que d'identifier leurs performances actuelles. Nous avons notamment vu que les modes de Lamb présentent l'avantage d'être peu amortis en milieu liquide, ce qui laisse augurer des forts facteurs de qualité nécessaires pour de nombreuses applications.

Cela a aussi été l'occasion pour nous d'identifier les points faibles des systèmes présentés. En effet, la plupart des systèmes résonants développés jusqu'alors souffrent de pertes importantes en milieu liquide, ce qui limite leur utilisation notamment en mode capteur, pour la mesure de la densité et la viscosité pour des fluides très visqueux. En mode actionneur, un manque d'étude poussée de dimensionnement électromécanique est souvent constaté sur les systèmes de l'état de l'art, induisant des résultats parfois difficilement exploitables, avec des modes de vibrations inhomogènes ou non contrôlés. C'est notamment le cas dans le cadre de l'étude de l'adhésion des cellules et de la croissance cellulaire.

Les objectifs de cette thèse seront donc de développer un résonateur mécanique basé sur la génération d'ondes de Lamb présentant de faibles pertes en milieu liquide grâce à une utilisation dans son régime subsonique. De plus un actionnement piézoélectrique permet une versatilité d'utilisation pour réaliser des actions mixtes en tant que capteur et actionneur. Le système devra aussi être compatible pour une utilisation en milieu liquide et biologique afin d'évaluer son potentiel pour des applications de caractérisation de liquide et de stimulation biologiques.

Ainsi, dans le cadre de cette thèse, on peut définir plusieurs objectifs :

- Utiliser un actionnement de type piézoélectrique permettant un système opérationnel en mode capteur et actionneur
- Utiliser les caractéristiques avantageuses des ondes de Lamb pour la propagation de la vibration en milieu liquide.
- Mettre en place des modèles analytiques et FEM (Finite Element Modeling) pour le design d'un système optimisé électromécanique afin de répondre aux spécifications définies et issues de l'état de l'art.
- Mettre en place un processus de réalisation technologique pour développer un démonstrateur.
- Réaliser des preuves de concept pour une utilisation en capteur et actionneur en milieu liquide et biologique.

Pour réaliser ces objectifs, les chapitres suivants porteront sur :

- La modélisation des ondes de Lamb
- Le design et fabrication du système vibrant
- La caractérisation électrique et électromécanique du dispositif
- Les applications fluidiques dans le domaine de la caractérisation de liquide
- Les applications biologiques autour de l'adhésion et de la culture cellulaire

II. Génération d'une onde de volume de type Lamb dans un substrat

SOMMAIRE

II.1.	Introduction.....	46
II.2.	Génération d'une onde guidée dans un solide	46
II.2.1.	Génération d'une onde de Lamb.....	49
II.2.2.	Equations de dispersion des ondes de Lamb	50
II.2.3.	Courbes de dispersion des ondes de Lamb	53
II.2.4.	Fréquences de résonance.....	55
II.3.	Génération d'onde de Lamb en milieu liquide	56
II.3.1.	Mise en équations	58
II.3.2.	Ondes de Lamb : configuration immergée	61
II.3.2.1.	Relation de dispersion	61
II.3.3.	Ondes de Lamb : configuration chargée	62
II.3.3.1.	Relation de dispersion	62
II.3.3.2.	Courbes de dispersion	63
II.4.	Modélisation par la méthode des éléments finis.....	66
II.4.1.	Présentation du modèle FEM.....	67
II.4.2.	Simulations des fréquences de résonance	67
II.4.2.1.	Résultats dans le vide	67
II.4.2.2.	Résultats en milieu liquide	68
II.5.	Définition du cahier des charges	71
II.5.1.	Dimensions de la zone vibrante et longueur d'onde	71
II.5.2.	Problématique du conditionnement.....	72
II.6.	Conclusions.....	72

II.1. INTRODUCTION

L'objectif de ce chapitre est de décrire les ondes mécaniques se propageant le long d'un substrat d'épaisseur donnée. On pourra voir dans un premier temps les solutions analytiques générales de l'ensemble des ondes mécaniques générées dans un substrat plan pour ensuite nous intéresser plus en détails à la formulation de la propagation des ondes de Lamb. Nous considérerons également l'influence d'un milieu liquide en contact direct avec le substrat vibrant suivant plusieurs configurations d'étude.

En plus d'une description analytique de la propagation des ondes de Lamb, il est également intéressant de construire un modèle utilisant les éléments finis pour étudier leur comportement de manière plus rapide et au sein de leur environnement de travail, par exemple en prenant en compte l'influence du packaging permettant la mise en eau de la plaque.

Depuis la découverte de la propagation de ces ondes par Lamb [70], celles-ci ont permis de développer la caractérisation de structures de façon non destructive afin de détecter les défauts présents [125]. Récemment, ce mode de vibration a également été utilisé pour diverses applications, pour notamment créer des surfaces avec un rendu haptique en jouant sur la modification du coefficient de friction d'une plaque, explorée par le doigt [126]. Des microplaques générant des ondes de Lamb ont aussi vu le jour dans le cadre de la caractérisation de liquide afin d'obtenir des mesures de densité et de viscosité [72].

Comme il a été montré dans le chapitre précédent, l'utilisation d'ondes acoustiques est répandue en milieu liquide. Ce domaine d'étude est d'ailleurs appelé acousto-fluidique. En particulier, les ondes de Lamb ont montré un comportement avantageux en milieu liquide. Comparées à des ondes de flexion standard, ces ondes guidées sont moins atténuées par la présence de liquide. C'est pourquoi elles sont depuis récemment utilisées en fluide comme moyen de caractérisation ou de stimulation de l'environnement extérieur, que cela soit un liquide ou bien des objets biologiques.

II.2. GENERATION D'UNE ONDE GUIDEE DANS UN SOLIDE

Il est intéressant dans un premier temps de formuler les équations qui régissent la génération d'ondes de volume dans un solide infini. Pour cela, on considère un substrat homogène, isotrope et élastique de masse volumique ρ , de coefficient de poisson ν et de module d'Young E . Les dimensions de la plaque dans le plan (e_x, e_y) appelées l et L sont, dans un premier temps, considérées comme infinies, comme montré sur la Figure 29.

Afin de garder des propriétés de biocompatibilité et de transparence utiles pour un système fluide et biologique, nous faisons le choix de prendre un substrat de verre, c'est-à-dire avec une masse volumique de 2380 kg/m^3 , un coefficient de poisson de $0,23$, un module d'Young de $73,6 \text{ GPa}$ et une épaisseur de $700 \text{ }\mu\text{m}$.

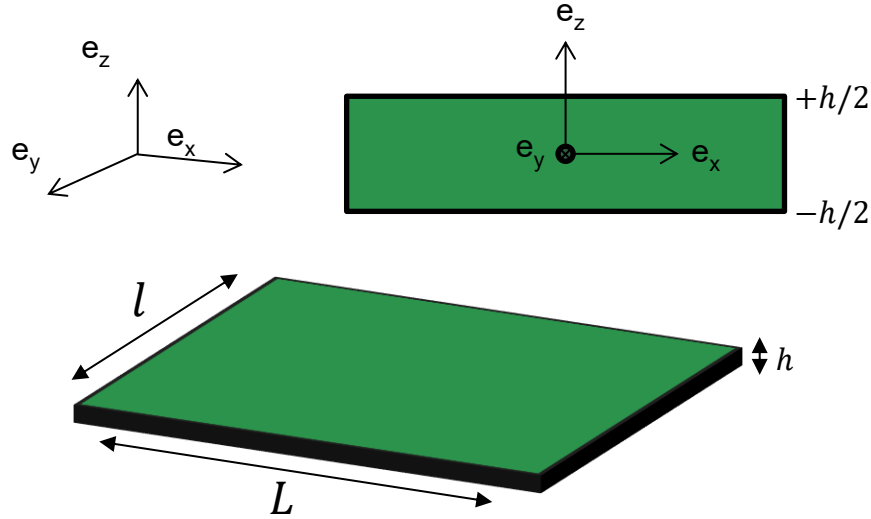


Figure 29: Schéma de la géométrie du substrat et du repère utilisé.

On définit les coefficients de Lamé γ et μ associés au substrat en fonction des propriétés du matériau :

$$\gamma = \frac{E\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)} \quad (13)$$

$$\mu = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (14)$$

D'après la théorie de l'élasticité linéaire dans l'hypothèse de faibles déformations, le bilan de la quantité de mouvement dans le solide s'écrit :

$$\rho \frac{\partial^2 \vec{u}}{\partial t^2} = (\gamma + \mu) \overrightarrow{\text{grad}}(\text{div } \vec{u}) + \mu \Delta \vec{u} \quad (15)$$

Avec $\mathbf{u} = (u_x, u_y, u_z)$ le champ de déplacement du substrat. Cette équation peut se décomposer selon les 3 axes ($\mathbf{e}_x, \mathbf{e}_y, \mathbf{e}_z$).

$$\begin{cases} \rho \frac{\partial^2 u_x}{\partial t^2} = (\gamma + \mu) \frac{\partial}{\partial x} \left(\frac{\partial u_x}{\partial x} + \frac{\partial u_y}{\partial y} + \frac{\partial u_z}{\partial z} \right) + \mu \Delta u_x \\ \rho \frac{\partial^2 u_y}{\partial t^2} = (\gamma + \mu) \frac{\partial}{\partial y} \left(\frac{\partial u_x}{\partial x} + \frac{\partial u_y}{\partial y} + \frac{\partial u_z}{\partial z} \right) + \mu \Delta u_y \\ \rho \frac{\partial^2 u_z}{\partial t^2} = (\gamma + \mu) \frac{\partial}{\partial z} \left(\frac{\partial u_x}{\partial x} + \frac{\partial u_y}{\partial y} + \frac{\partial u_z}{\partial z} \right) + \mu \Delta u_z \end{cases} \quad (16)$$

Pour la formulation d'ondes guidées dans un substrat, il s'avère utile d'écrire le champ de déplacement selon la décomposition de Helmholtz :

$$\vec{u} = \vec{u}_L + \vec{u}_T \quad (17)$$

Les ondes guidées alors établies sont la combinaison linéaire d'ondes longitudinales L et transverses T dans le plan (e_x, e_y) , se propageant indépendamment des ondes dans le plan (e_y, e_z) . Celles-ci peuvent être définies à l'aide de l'utilisation de potentiels.

$$\begin{cases} \vec{u}_L = \overrightarrow{\text{grad}}(\varphi) \\ \vec{u}_T = \overrightarrow{\text{rot}}(\vec{\psi}) \end{cases} \quad (18)$$

φ et $\vec{\psi}$ sont les potentiels de déplacement longitudinal et de déplacement transverse des ondes harmoniques.

Les équations de propagation peuvent alors s'écrire :

$$\begin{cases} \rho \frac{\partial^2 \varphi}{\partial t^2} - (\gamma + 2\mu)\Delta\varphi = 0 \\ \rho \frac{\partial^2 \vec{\psi}}{\partial t^2} - \mu\Delta\vec{\psi} = 0 \end{cases} \quad (19)$$

On cherche des solutions à chaque équation sous la forme d'onde plane progressive harmonique se propageant selon l'axe (e_x) avec un déplacement dans le plan (e_x, e_z) .

Cela donne les relations de dispersion :

$$\begin{cases} \omega^2 = \frac{\gamma + 2\mu}{\rho} k_L^2 \\ \omega^2 = \frac{\mu}{\rho} k_T^2 \end{cases} \quad (20)$$

On définit alors $k_L = \omega/c_L$, $k_T = \omega/c_T$ les nombres d'ondes associés aux vitesses des ondes de volume longitudinale et transverse.

$$\begin{cases} c_L = \sqrt{\frac{\gamma + 2\mu}{\rho}} \\ c_T = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}} \end{cases} \quad (21)$$

Les potentiels scalaires sont recherchés sous la forme d'ondes harmoniques se propageant selon e_x :

$$\begin{cases} \varphi(x, z, t) = f(z)e^{j(\omega t - kx)} \\ \psi(x, z, t) = g(z)e^{j(\omega t - kx)} \end{cases} \quad (22)$$

En réintroduisant les potentiels dans les équations de propagation, on obtient :

$$\begin{cases} \frac{\partial^2 f(z)}{\partial z^2} + \left(\frac{\omega^2}{c_L^2} - k^2 \right) f(z) = 0 \\ \frac{\partial^2 g(z)}{\partial z^2} + \left(\frac{\omega^2}{c_T^2} - k^2 \right) g(z) = 0 \end{cases} \quad (23)$$

A partir de ces relations et suivant la forme des potentiels scalaires recherchés il est possible de définir les différentes ondes de volumes présentes dans le substrat. On peut ainsi définir les ondes de Rayleigh, les ondes de Love, les ondes de Scholte et enfin les ondes de Lamb qui nous intéresseront par la suite.

II.2.1. Génération d'une onde de Lamb

Dans le cas des ondes de Lamb, le déplacement u_y est considéré comme nul. La propagation se fait dans le plan (e_x, e_z) et les ondes sont guidées par une interface parallèle au plan (e_x, e_y) . Le potentiel vecteur $\vec{\psi}$ s'écrit alors $\vec{\psi} = \psi \vec{e}_y$. Les fonctions f et g associées à ces potentiels sont de la forme :

$$\begin{cases} f(z) = A_1 e^{-jk_{Lz}z} + A_2 e^{jk_{Lz}z} \\ g(z) = B_1 e^{-jk_{Tz}z} + B_2 e^{jk_{Tz}z} \end{cases} \quad (24)$$

Avec

$$\begin{cases} k_{Lz}^2 = \frac{\omega^2}{c_L^2} - k^2 = k_L^2 - k^2 = k^2 \left(\frac{c^2}{c_L^2} - 1 \right) \\ k_{Tz}^2 = \frac{\omega^2}{c_T^2} - k^2 = k_T^2 - k^2 = k^2 \left(\frac{c^2}{c_T^2} - 1 \right) \end{cases} \quad (25)$$

Ainsi on écrit les potentiels :

$$\begin{cases} \varphi(x, z, t) = [A_1 e^{-jk_{Lz}z} + A_2 e^{jk_{Lz}z}] e^{j(\omega t - kx)} \\ \psi(x, z, t) = [B_1 e^{-jk_{Tz}z} + B_2 e^{jk_{Tz}z}] e^{j(\omega t - kx)} \end{cases} \quad (26)$$

En reprenant la décomposition de Helmholtz, le champ de déplacement peut ainsi s'exprimer :

$$\begin{aligned} \mathbf{u}(x, z, t) = & \left[\begin{pmatrix} -jke^{-jk_{Lz}z} \\ 0 \\ -jk_{Lz}e^{-jk_{Lz}z} \end{pmatrix} A_1 + \begin{pmatrix} -jke^{jk_{Lz}z} \\ 0 \\ jk_{Lz}e^{jk_{Lz}z} \end{pmatrix} A_2 \right. \\ & \left. + \begin{pmatrix} jk_{Tz}e^{-jk_{Tz}z} \\ 0 \\ -jke^{-jk_{Tz}z} \end{pmatrix} B_1 + \begin{pmatrix} -jk_{Tz}e^{jk_{Tz}z} \\ 0 \\ -jke^{jk_{Tz}z} \end{pmatrix} B_2 \right] e^{j(\omega t - kx)} \end{aligned} \quad (27)$$

Maintenant que nous avons exprimé le champ de déplacement du substrat, on peut définir les relations entre contraintes et déformations aux frontières du solide, données par l'équation 28.

$$\bar{\sigma} = \gamma \text{Tr}(\bar{\varepsilon}) \bar{I} + 2\mu \bar{\varepsilon} \quad (28)$$

Les contraintes et déformations au sein du substrat s'expriment de façon matricielle selon la forme :

$$\bar{\sigma} = \begin{pmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{xy} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{xz} & \sigma_{yz} & \sigma_{zz} \end{pmatrix}; \bar{\varepsilon} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} & \varepsilon_{xy} & \varepsilon_{xz} \\ \varepsilon_{xy} & \varepsilon_{yy} & \varepsilon_{yz} \\ \varepsilon_{xz} & \varepsilon_{yz} & \varepsilon_{zz} \end{pmatrix}; \varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right)$$

Les différents termes de contraintes du solide s'expriment alors en fonction de son champ de déplacement :

$$\begin{cases} \sigma_{xx} = \gamma(\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy} + \varepsilon_{zz}) + 2\mu\varepsilon_{xx} \\ \sigma_{yy} = \gamma(\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy} + \varepsilon_{zz}) + 2\mu\varepsilon_{yy} \\ \sigma_{zz} = \gamma(\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy} + \varepsilon_{zz}) + 2\mu\varepsilon_{zz} \\ \sigma_{xy} = 2\mu\varepsilon_{xy}; \sigma_{yz} = 2\mu\varepsilon_{yz}; \sigma_{xz} = 2\mu\varepsilon_{xz} \end{cases} \quad (29)$$

Dans le cas d'un substrat infini dans le vide, les interfaces solide-vide respectent des conditions de contraintes libres en $z = \pm h/2$ et on a alors :

$$\begin{cases} \sigma_{zz}(z = \pm h/2) = 0 \\ \sigma_{xz}(z = \pm h/2) = 0 \end{cases} \quad (30)$$

II.2.2. Equations de dispersion des ondes de Lamb

Pour décrire les ondes de Lamb, il est pertinent d'écrire le champ de déplacement sous la forme de sinus et cosinus pour conserver les symétries.

On cherche alors le champ de déplacement \vec{u} comme étant :

$$\vec{u}(x, z, t) = \left[\begin{aligned} & \begin{pmatrix} jk \cos(k_{Lz}z) \\ 0 \\ k_{Lz} \sin(k_{Lz}z) \end{pmatrix} U_L^C + \begin{pmatrix} -jk \sin(k_{Lz}z) \\ 0 \\ k_{Lz} \cos(k_{Lz}z) \end{pmatrix} U_L^S \\ & + \begin{pmatrix} k_{Tz} \cos(k_{Tz}z) \\ 0 \\ jk \sin(k_{Tz}z) \end{pmatrix} U_T^C + \begin{pmatrix} -k_{Tz} \sin(k_{Tz}z) \\ 0 \\ jk \cos(k_{Tz}z) \end{pmatrix} U_T^S \end{aligned} \right] e^{j(\omega t - kx)} \quad (31)$$

Avec

$$\begin{cases} k_{Lz}^2 = k_L^2 - k^2 \\ k_{Tz}^2 = k_T^2 - k^2 \end{cases} \quad (32)$$

On peut désormais exprimer les termes de contraintes qui nous intéressent, σ_{zz} et σ_{xz} :

$$\begin{cases} \sigma_{xz}(x, z) = -\mu[2jkk_{L_z}(\sin(k_{L_z}z)U_L^C + \cos(k_{L_z}z)U_L^S) + (k_{T_z}^2 - k^2)(\sin(k_{T_z}z)U_T^C + \cos(k_{T_z}z)U_T^S)]e^{-jkx} \\ \sigma_{zz}(x, z) = \mu[(k_{T_z}^2 - k^2)(\cos(k_{L_z}z)U_L^C - \sin(k_{L_z}z)U_L^S) + 2jkk_{T_z}(\cos(k_{T_z}z)U_T^C - \sin(k_{T_z}z)U_T^S)]e^{-jkx} \end{cases} \quad (33)$$

Les équations (30) et (33) nous donnent alors 4 équations :

$$\begin{cases} 2jkk_{L_z}(\sin(k_{L_z}h/2)U_L^C + \cos(k_{L_z}h/2)U_L^S) + (k_{T_z}^2 - k^2)(\sin(k_{T_z}h/2)U_T^C + \cos(k_{T_z}h/2)U_T^S) = 0 \\ 2jkk_{L_z}(-\sin(k_{L_z}h/2)U_L^C + \cos(k_{L_z}h/2)U_L^S) + (k_{T_z}^2 - k^2)(-\sin(k_{T_z}h/2)U_T^C + \cos(k_{T_z}h/2)U_T^S) = 0 \\ (k_{T_z}^2 - k^2)(\cos(k_{L_z}h/2)U_L^C - \sin(k_{L_z}h/2)U_L^S) + 2jkk_{T_z}(\cos(k_{T_z}h/2)U_T^C - \sin(k_{T_z}h/2)U_T^S) = 0 \\ (k_{T_z}^2 - k^2)(\cos(k_{L_z}h/2)U_L^C + \sin(k_{L_z}h/2)U_L^S) + 2jkk_{T_z}(\cos(k_{T_z}h/2)U_T^C + \sin(k_{T_z}h/2)U_T^S) = 0 \end{cases} \quad (34)$$

Ce système de 4 équations à 4 inconnues peut être découpé en deux systèmes de 2 équations à 2 inconnus.

Le premier système se met sous forme matricielle de la façon suivante :

$$\begin{pmatrix} 2jkk_{L_z} \sin(k_{L_z}h/2) & (k_{T_z}^2 - k^2) \sin(k_{T_z}h/2) \\ (k_{T_z}^2 - k^2) \cos(k_{L_z}h/2) & 2jkk_{T_z} \cos(k_{T_z}h/2) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} U_L^C \\ U_T^C \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (35)$$

Les solutions non triviales de ce système sont données par l'annulation de son déterminant, c'est-à-dire :

$$D_S = -4k^2k_{L_z}k_{T_z} \cos(k_{T_z}h/2) \sin(k_{L_z}h/2) - (k_{T_z}^2 - k^2)^2 \cos(k_{L_z}h/2) \sin(k_{T_z}h/2) \quad (36)$$

L'annulation de ce déterminant nous donne l'équation suivante :

$$\frac{\tan(k_{T_z}h/2)}{\tan(k_{L_z}h/2)} = -\frac{4k^2k_{T_z}k_{L_z}}{(k_{T_z}^2 - k^2)^2} \quad (37)$$

Il s'agit de l'équation de dispersion des ondes de Lamb symétriques S.

De la même façon, le second système s'écrit :

$$\begin{pmatrix} 2jkk_{L_z} \cos(k_{L_z}h/2) & (k_{T_z}^2 - k^2) \cos(k_{T_z}h/2) \\ (k_{T_z}^2 - k^2) \sin(k_{L_z}h/2) & 2jkk_{T_z} \sin(k_{T_z}h/2) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} U_L^S \\ U_T^S \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (38)$$

L'écriture du déterminant donne la relation de dispersion des ondes de Lamb antisymétriques A.

$$D_A = -4k^2k_{L_z}k_{T_z} \cos(k_{L_z}h/2) \sin(k_{T_z}h/2) - (k_{T_z}^2 - k^2)^2 \cos(k_{T_z}h/2) \sin(k_{L_z}h/2) \quad (39)$$

Après annulation de cette expression, on obtient :

$$\frac{\tan(k_{T_z} h/2)}{\tan(k_{L_z} h/2)} = -\frac{(k_{T_z}^2 - k^2)^2}{4k^2 k_{T_z} k_{L_z}} \quad (40)$$

Les ondes symétriques sont définies par les propriétés suivantes :

$$\begin{cases} u_x(x, -z, t) = u_x(x, z, t) \\ u_z(x, -z, t) = -u_z(x, z, t) \end{cases} \quad (41)$$

On peut écrire le champ de déplacement associé aux ondes symétriques sous la forme :

$$\begin{cases} u_x(x, z, t) = [jk \cos(k_{L_z} z) U_L^C + k_{T_z} \cos(k_{T_z} z) U_T^C] e^{j(\omega t - kx)} \\ u_z(x, z, t) = [k_{L_z} \sin(k_{L_z} z) U_L^C + jk \sin(k_{T_z} z) U_T^C] e^{j(\omega t - kx)} \end{cases} \quad (42)$$

Si on réécrit les conditions des contraintes avec ces déplacements, on obtient :

$$U_T^C = -\frac{(k_{T_z}^2 - k^2) \cos(k_{L_z} h/2)}{2jk k_{T_z} \cos(k_{T_z} h/2)} U_L^C \quad (43)$$

Finalement le champ de déplacement des ondes de Lamb symétriques S peuvent s'écrire :

$$\begin{cases} u_x(x, z, t) = U_L^C \left[jk \cos(k_{L_z} z) - \frac{(k_{T_z}^2 - k^2) \cos(k_{L_z} h/2)}{2jk \cos(k_{T_z} h/2)} \cos(k_{T_z} z) \right] e^{j(\omega t - kx)} \\ u_z(x, z, t) = U_L^C \left[k_{L_z} \sin(k_{L_z} z) - \frac{(k_{T_z}^2 - k^2) \cos(k_{L_z} h/2)}{2k_{T_z} \cos(k_{T_z} h/2)} \sin(k_{T_z} z) \right] e^{j(\omega t - kx)} \end{cases} \quad (44)$$

De la même façon les ondes antisymétriques sont définies par :

$$\begin{cases} u_x(x, -z, t) = -u_x(x, z, t) \\ u_z(x, -z, t) = u_z(x, z, t) \end{cases} \quad (45)$$

On écrit donc le champ de déplacement associé aux ondes antisymétriques sous la forme :

$$\begin{cases} u_x(x, z, t) = [-jk \sin(k_{L_z} z) U_L^S - k_{T_z} \sin(k_{T_z} z) U_T^S] e^{j(\omega t - kx)} \\ u_z(x, z, t) = [k_{L_z} \cos(k_{L_z} z) U_L^S + jk \cos(k_{T_z} z) U_T^S] e^{j(\omega t - kx)} \end{cases} \quad (46)$$

Si on réécrit les conditions des contraintes avec ces déplacements, on obtient :

$$U_T^S = -\frac{2jk k_{L_z} \cos(k_{L_z} h/2)}{(k_{T_z}^2 - k^2) \cos(k_{T_z} h/2)} U_L^S \quad (47)$$

Finalement le champ de déplacement des ondes de Lamb antisymétriques A peuvent s'écrire :

$$(48) \quad \begin{cases} u_x(x, z, t) = U_L^S \left[-jk \sin(k_{L_z} z) + \frac{2jk k_{L_z} k_{T_z} \cos(k_{L_z} h/2)}{(k_{T_z}^2 - k^2) \cos(k_{T_z} h/2)} \sin(k_{T_z} z) \right] e^{j(\omega t - kx)} \\ u_z(x, z, t) = U_L^S \left[k_{L_z} \cos(k_{L_z} z) + \frac{2k^2 k_{L_z} \cos(k_{L_z} h/2)}{(k_{T_z}^2 - k^2) \cos(k_{T_z} h/2)} \cos(k_{T_z} z) \right] e^{j(\omega t - kx)} \end{cases}$$

Les représentations des déplacements des modes symétriques et antisymétriques sont tracées sous Matlab et montrées dans les figures 30 et 31. On observe bien un comportement opposé entre ces deux types de modes.

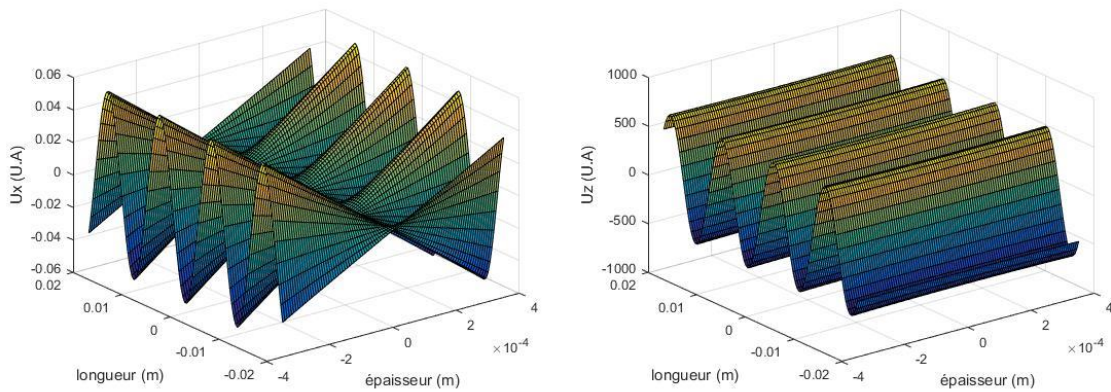


Figure 30: Déplacement U_x et U_z d'une onde antisymétrique pour une plaque de verre de longueur infinie

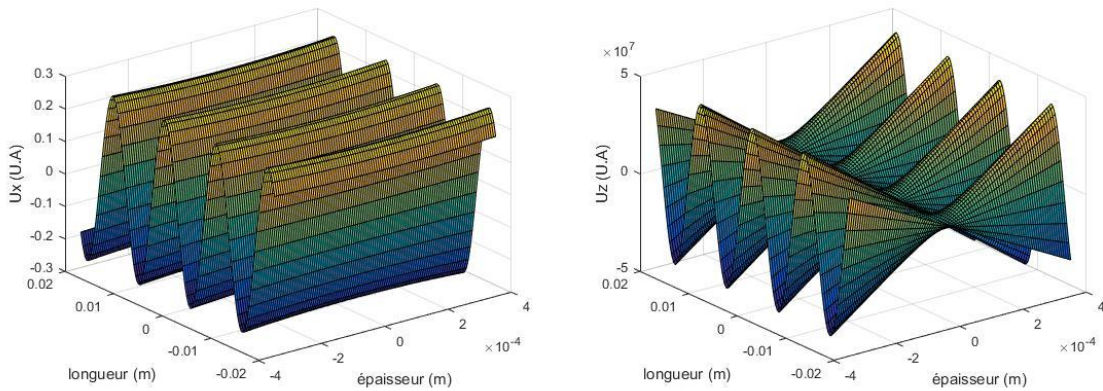


Figure 31: Déplacement U_x et U_z d'une onde symétrique pour une plaque de verre de longueur infinie

II.2.3. Courbes de dispersion des ondes de Lamb

On peut résoudre numériquement les deux relations de dispersion des équations (36) et (39), afin de déterminer les premiers ordres A0 et S0 des ondes de Lamb antisymétriques et symétriques. En effet, ce sont les deux seuls modes de Lamb qui ne présentent pas de fréquence de coupure, comme le montre la Figure 32. C'est-à-dire que pour n'importe quelle épaisseur de plaque, il est possible de

générer une onde de Lamb de longueur d'onde donnée. De surcroît, plus on souhaite générer un vecteur d'onde faible plus la fréquence de résonance du mode sera faible.

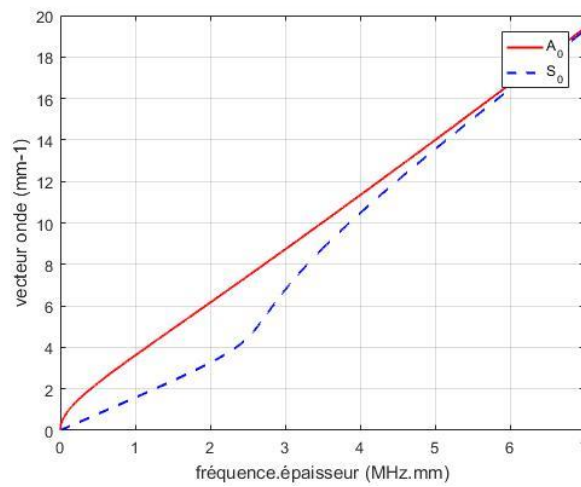
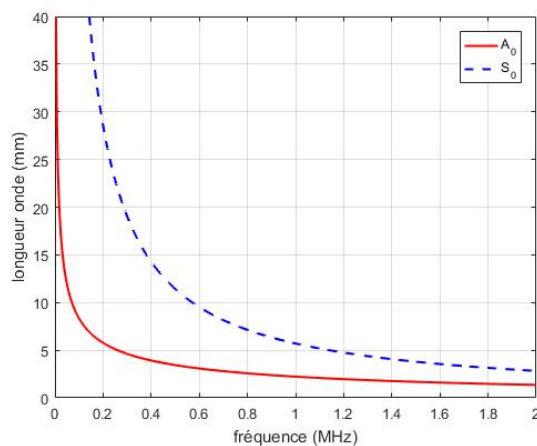
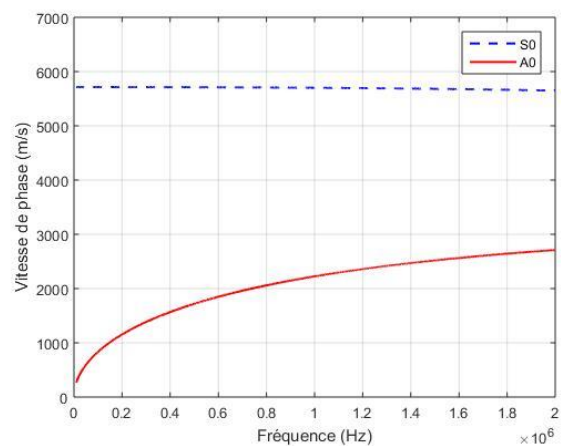


Figure 32: Vecteurs d'onde des modes A0 et S0 pour une plaque de verre de longueur infinie.

Pour une épaisseur de substrat donnée, dans notre cas 700 μm , il existe une relation entre la longueur d'onde des modes générés et la fréquence (Figure 33(a)). On observe également que pour une longueur d'onde donnée, les fréquences de résonance du mode A0 seront plus faibles que celles du mode symétrique S0. De plus, en termes de déplacements transverses il a été montré qu'il est possible d'atteindre des valeurs plus élevées pour un mode antisymétrique que pour un mode symétrique. C'est pour ces raisons que pour la suite nous nous intéresserons plus particulièrement aux modes de Lamb antisymétriques A0. De plus, la vitesse de phase des ondes A0 présentée dans la Figure 33(b) montre une vitesse de phase bien moins importante en comparaison des ondes symétriques S0. Cette vitesse de phase plus faible à basse fréquence est intéressante pour se placer dans un régime subsonique et ainsi limiter les pertes par radiation acoustique.



(a)



(b)

Figure 33 : (a) Longueur d'onde et vitesses de phase (b) des modes A0 et S0 pour une plaque de verre de longueur infinie et d'épaisseur 700 μm .

II.2.4. Fréquences de résonance

Afin de déterminer les fréquences de résonance des modes de Lamb antisymétriques A0, il faut connaître les vecteurs d'ondes associés aux ondes guidées pouvant se propager dans une plaque de longueur finie.

Le plaque étant de longueur finie, cela impose des conditions aux limites de longueur de plaque, dans notre cas en $x = \pm L/2$. Pour notre système, le choix des dimensions de la plaque de verre s'est porté sur une plaque rectangulaire de longueur $L = 4$ cm et de largeur $l = 3$ cm.

Pour une plaque libre, les conditions sont l'annulation des contraintes aux extrémités.

$$\begin{cases} \sigma_{zz}(z = \pm L/2) = 0 \\ \sigma_{xz}(z = \pm L/2) = 0 \end{cases} \quad (49)$$

Pour les ondes antisymétriques, on connaît le champ de déplacement U_x et U_z donné par l'équation (33). Cela impose une condition sur le vecteur d'onde k .

$$k = \frac{\pi}{L}(n + 1/2) \quad (50)$$

Avec n correspondant à un entier positif. La valeur $n+1$ correspond au nombre de nœud de vibration sur la longueur de la plaque. Il s'agit du même vecteur d'onde obtenu pour une poutre libre-libre, c'est-à-dire libre de toutes contraintes à ses deux extrémités.

En connaissant les vecteurs d'onde pouvant se propager dans une plaque de longueur finie, on peut connaître les fréquences de résonance associées, grâce à la relation de dispersion (36). On s'intéresse plus particulièrement à la génération d'onde de Lamb proposant une symétrie par rapport au milieu de la plaque, comme illustré en Figure 34. Ces modes sont appelés « coup de fouet » car ils possèdent un maximum à chacune des extrémités de la plaque.

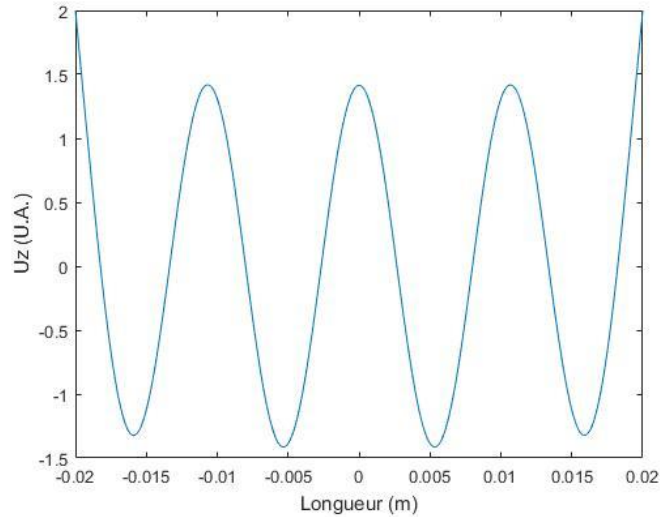


Figure 34 : Déplacement transverse U_z pour un mode de Lamb A_0 comprenant 8 nœuds de vibration

En connaissant les vecteurs d'ondes associés au mode antisymétrique A_0 , les longueurs d'onde de ces modes sont données par $\lambda = 2\pi/k$. Les fréquences et longueurs d'onde des modes comportant un nombre pair de nœuds de vibration sont présentées dans le Tableau 3. D'après le chapitre I, on s'intéresse plus particulièrement à des vibrations autour de la centaine de kHz, ce qui restreint notre choix. Néanmoins, voulant travailler en milieu liquide il faut intégrer à ce modèle analytique l'impact d'un milieu extérieur en contact avec la plaque vibrante.

Tableau 3: Longueurs d'onde et fréquences de résonance pour les modes de Lamb A_0 .

Nombre de nœuds de vibration	Longueur d'onde (mm)	Fréquence de résonance (Hz)
8	10.67	62069
10	8.42	97916
12	6.96	140922
14	5.9	190355
16	5.16	245324

II.3. GENERATION D'ONDE DE LAMB EN MILIEU LIQUIDE

Vu que l'on s'intéresse à des applications de vibration en milieu liquide il est important de modéliser l'impact du milieu extérieur sur l'objet résonant. Pour cela, on peut s'intéresser à deux configurations différentes : La plaque en immersion totale dans le liquide et la plaque seulement recouverte par une couche de liquide sur sa face supérieure. On appellera par la suite ces deux configurations respectivement, configuration immergée et configuration chargée (Figure 35).

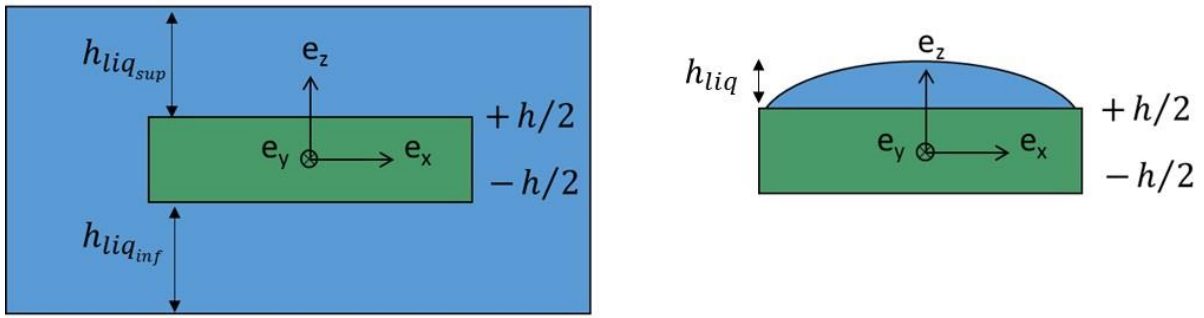


Figure 35 : Schémas des deux configurations étudiées : configuration immergée et configuration chargée

Avant de modéliser l'environnement extérieur et de le coupler avec les équations précédemment établies il est nécessaire de définir les hypothèses de modélisation du liquide. On peut considérer le milieu extérieur (liquide) selon plusieurs hypothèses :

- Des pertes acoustiques venant de la compressibilité du liquide
- Des pertes visqueuses

Pour connaître la validité de ces hypothèses, il est intéressant de calculer le nombre de Mach et le nombre de Reynolds. Ces deux nombres permettent d'évaluer l'influence de la compressibilité et de la viscosité sur un écoulement.

Le nombre de Mach est défini comme étant :

$$M_a = \frac{v}{c} \quad (51)$$

Dans l'équation (39), le terme v représente la vitesse de la structure alors que c correspond à la vitesse de propagation du son dans le milieu, ici pris dans l'eau à 1480 m.s^{-1} . Dans notre cas et pour les applications visées, on peut estimer les fréquences de résonance ainsi que le déplacement généré autour respectivement de 100 kHz et $1 \mu\text{m}$. On trouve finalement un nombre de Mach proche de $0,6$. On se situe alors dans un régime subsonique. Une limite souvent prise pour négliger la compressibilité est donnée par un nombre inférieur à $0,3$. Pour notre système d'onde de Lamb, il faut alors prendre en compte la compressibilité du milieu. Cela confirme que lors de la génération de ces ondes dans le substrat il y a propagation d'ondes acoustiques dans le milieu liquide extérieur et donc interaction.

Pour estimer l'impact de la viscosité dans l'écoulement, on évalue le nombre de Reynolds défini par le rapport des forces d'inertie sur les forces visqueuses.

$$R_e = \frac{\rho_l v_l L_c}{\eta} \quad (52)$$

Dans l'équation (40) ρ_l correspond à la masse volumique du liquide, v_l la vitesse du liquide, L_c une longueur caractéristique du système et η la viscosité dynamique du liquide. La vitesse du liquide dépend de l'endroit où l'on regarde dans le liquide. En effet, dans la couche limite sa vitesse est proche de celle de la structure mécanique vibrante dû aux conditions de non-glissement. Par contre, à la

surface libre du liquide la vitesse est bien moindre voire nulle. Cela nous donne alors deux valeurs pour le nombre de Reynolds respectivement 10^3 et 10^1 . Il est difficile de conclure sur le régime de l'écoulement provoqué par la vibration, cela dépend essentiellement de la viscosité du liquide ainsi que de la vitesse de l'écoulement.

Pour conclure, de manière générale, l'évaluation de ces deux nombres caractéristiques ne permet pas de conclure sur la dominance d'un type de perte par rapport à l'autre.

La modélisation du milieu liquide dépend du mode de fonctionnement du système. Pour une utilisation en mode de détection, c'est-à-dire à faible amplitude de vibration (de l'ordre de 10 nm) et avec un liquide de viscosité supérieur à l'eau (1 mPa.s), les pertes sont principalement visqueuses. Alors que pour une application de stimulation biologique, les forces générées sont liées à la fréquence de vibration et à l'amplitude que nous allons chercher à maximiser (de l'ordre de 1 μ m). De plus, le milieu de culture cellulaire ayant des caractéristiques de densité et de viscosité proche de l'eau, il apparaît dans ce cas plus approprié de ne considérer que les pertes acoustiques [127].

II.3.1. Mise en équations

Afin d'établir les relations de dispersion des ondes de Lamb dans les deux configurations présentées précédemment, il faut définir l'ensemble des équations régissant leurs comportements. De la même manière que dans le cas d'une plaque dans le vide, les équations proviennent des équations de continuité normales et tangentielles des contraintes et déplacements aux interfaces solide/liquide.

On remarque également que la configuration chargée est un cas particulier de la configuration immergée avec $h_{liq_{inf}} = 0$.

Le système d'équation se compose des équations de continuité des contraintes de compression et de cisaillement ainsi que de continuité des déplacements normaux aux interfaces. On peut les écrire selon le système d'équation suivant :

$$\left\{ \begin{array}{l} \sigma_{zz}(z = +h/2) = T_{zz}(z = +h/2) \\ \sigma_{zz}(z = -h/2) = T_{zz}(z = -h/2) \\ \sigma_{xz}(z = +h/2) = T_{xz}(z = +h/2) \\ \sigma_{xz}(z = -h/2) = T_{xz}(z = -h/2) \\ u_z(z = +h/2) = u_{zf_1}(z = +h/2) \\ u_z(z = -h/2) = u_{zf_2}(z = -h/2) \\ T_{zz}(z = +h/2 + h_{liq_{sup}}) = 0 \\ u_{zf_2}(z = -h/2 - h_{liq_{inf}}) = 0 \end{array} \right. \quad (53)$$

T représente le tenseur de contrainte au sein du liquide (supérieur et inférieur, appelés respectivement f_1 et f_2).

Pour résoudre ce système d'équation, il faut connaître le champ de déplacement du liquide ainsi que définir son tenseur de contraintes T .

Le champ de déplacement du liquide s'établit à partir de l'équation de conservation de la masse (42) ainsi que de l'équation de Navier Stokes (43).

$$\frac{d\rho_f}{dt} + \rho_f \nabla \cdot \vec{v} = 0 \quad (54)$$

$$\rho_f \frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + \rho_f (\vec{v} \cdot \nabla) \vec{v} = \vec{F} + \nabla \cdot \mathbf{T} \quad (55)$$

$$\mathbf{T} = -p\mathbf{I} + \eta(\nabla \mathbf{v} + \mathbf{v} \nabla) + \mathbf{I}\lambda(\nabla \cdot \mathbf{v}) \quad (56)$$

ρ_f est la masse volumique du liquide et \vec{F} représente les forces volumiques appliquées au liquide. η correspond à la viscosité dynamique et λ est le second coefficient de viscosité.

On considérera le milieu comme compressible mais non visqueux, ce qui permet d'écrire le tenseur des contraintes en fonction de la pression p comme étant :

$$\begin{cases} T_{zz} = -p \\ T_{xz} = 0 \end{cases} \quad (57)$$

Soit une plaque chargée par un fluide compressible parfait de masse volumique ρ_{L0} . Le liquide étant compressible, on introduit le coefficient de compressibilité adiabatique à entropie constante β_s .

$$\beta_s = \frac{1}{\rho_f} \left(\frac{\partial \rho_f}{\partial p} \right) \quad (58)$$

Pour de faibles variations de densité et de pression autour des équilibres ρ_{f0} et p_0 , on peut écrire :

$$\begin{aligned} \rho_f &= \rho_{f0} + \rho_{fe} , & |\rho_{fe}| &\ll \rho_{f0} \\ p &= p_0 + p_e , & |p_e| &\ll p_0 \end{aligned} \quad (59)$$

A partir de la définition du coefficient de compressibilité, on peut exprimer la variation de la masse volumique du liquide comme étant :

$$\rho_{fe} = \beta_s \rho_{f0} p_e \quad (60)$$

D'après l'équation de la conservation de la matière, et en considérant que $\beta_s p_e \ll 1$ (cela revient à négliger le terme convectif) on a :

$$\beta_s \frac{dp_e}{dt} + \nabla \cdot \vec{v} = 0 \quad (61)$$

En intégrant cette expression, on obtient :

$$p_e = -\frac{1}{\beta_s} \nabla \cdot \vec{u} \quad (62)$$

On peut donc écrire le terme du tenseur des contraintes qui nous intéresse comme étant :

$$T_{zz} = \frac{1}{\beta_s} \nabla \cdot \vec{u} \quad (63)$$

On définit c_f , la vitesse de propagation des ondes dans le liquide (vitesse du son).

$$c_f = \sqrt{\frac{1}{\rho_{f0} \beta_s}} \quad (64)$$

On peut alors écrire :

$$T_{zz} = \rho_f c_f^2 \nabla \cdot \vec{u} \quad (65)$$

Pour définir les champs de déplacements dans le solide et le liquide, on utilise la méthode des potentiels. Dans le cas d'un liquide non visqueux, le potentiel s'exprime uniquement en fonction d'un potentiel vecteur. Les déplacements normaux peuvent alors s'écrire :

$$\begin{cases} u_{zf1} = \frac{\partial \varphi_{f1}}{\partial z} \\ u_{zf2} = \frac{\partial \varphi_{f2}}{\partial z} \end{cases} \quad (66)$$

D'après l'équation de Navier-Stokes (55) et en cherchant une solution harmonique, les potentiels de déplacement respectent l'équation de Helmholtz :

$$\begin{cases} \Delta \varphi_{f1} + k_{f1}^2 \varphi_{f1} = 0 \\ \Delta \varphi_{f2} + k_{f2}^2 \varphi_{f2} = 0 \end{cases} \quad (67)$$

Avec,

$$\begin{cases} k_{f1}^2 = \frac{\omega^2}{c_{f1}^2} \\ k_{f2}^2 = \frac{\omega^2}{c_{f2}^2} \end{cases} \quad (68)$$

On cherche les potentiels fluides ci-dessus sous la forme :

$$\begin{cases} \varphi_{f1} = [E e^{jk_1(z-h/2)} + F e^{-jk_1(z-h/2)}] e^{i(\omega t - kx)} \\ \varphi_{f2} = [G e^{jk_2(z+h/2)} + H e^{-jk_2(z+h/2)}] e^{i(\omega t - kx)} \end{cases} \quad (69)$$

Avec,

$$\begin{cases} k_1^2 = k_{f1}^2 - k^2 \\ k_2^2 = k_{f2}^2 - k^2 \end{cases} \quad (70)$$

L'ensemble des conditions aux interfaces peuvent alors s'écrire :

$$\left\{ \begin{array}{l} \sigma_{zz}|_{z=h/2} = -\omega^2 \rho_{f1} \varphi_{f1}|_{z=h/2} \\ \sigma_{zz}|_{z=-h/2} = -\omega^2 \rho_{f2} \varphi_{f2}|_{z=-h/2} \\ \sigma_{xz}|_{z=h/2} = 0 \\ \sigma_{xz}|_{z=-h/2} = 0 \\ u_z|_{z=h/2} = \frac{\partial \varphi_{f1}}{\partial z} \Big|_{z=h/2} \\ u_z|_{z=-h/2} = \frac{\partial \varphi_{f2}}{\partial z} \Big|_{z=-h/2} \\ \omega^2 \rho_{f1} \varphi_{f1} \Big|_{z=h/2+h_{liqsup}} = 0 \\ \frac{\partial \varphi_{f2}}{\partial z} \Big|_{z=-h/2-h_{liqinf}} = 0 \end{array} \right. \quad (71)$$

On obtient un système de 8 équations à 8 inconnues (U_L^C , U_T^C , U_L^S , U_T^S , E, F, G et H). Une solution non triviale à ce système est donnée par l'annulation du déterminant de sa forme matricielle.

L'équation matricielle s'écrit sous la forme :

$$M \begin{pmatrix} U_L^C \\ U_T^C \\ U_L^S \\ U_T^S \\ E \\ F \\ G \\ H \end{pmatrix} = 0 \quad (72)$$

L'annulation du déterminant de M permet de définir la relation de dispersion (73).

$$\det(M) = 0 \quad (73)$$

II.3.2. Ondes de Lamb : configuration immergée

II.3.2.1. Relation de dispersion

Les calculs du déterminant de la configuration immergée sont présentés en Annexe 2.

La relation de dispersion prend la forme :

$$D_{im} = -\frac{\omega^2 \rho_{f2}}{\mu} (D'_1 + D'_2) \cos(k_2 h_{liq_{inf}}) + 2k_2 D_{ch} \sin(k_2 h_{liq_{inf}}) \quad (74)$$

Avec,

$$D'_1 = \sin(\tilde{k}_{Lz}) \sin(\tilde{k}_{Tz}) \left[-j \frac{4\rho_{f1} \omega^6 k_{Lz}^2}{\rho c_T^6} \cos(\tilde{k}_{Lz}) \cos(\tilde{k}_{Tz}) \sin(k_1 h_{liq_{sup}}) - 2jk_1 k_T^2 k_{Lz} \cos(k_1 h_{liq_{sup}}) D_A \right] \quad (75)$$

$$D'_2 = \cos(\tilde{k}_{Lz}) \cos(\tilde{k}_{Tz}) \left[-j \frac{4\rho_{f1} \omega^6 k_{Lz}^2}{\rho c_T^6} \sin(\tilde{k}_{Lz}) \sin(\tilde{k}_{Tz}) \sin(k_1 h_{liq_{sup}}) e + 2jk_1 k_T^2 k_{Lz} D_S \cos(k_1 h_{liq_{sup}}) \right] \quad (76)$$

Et D_{ch} est le déterminant obtenu pour la configuration chargée.

Si l'on s'intéresse à la configuration immergée dans un volume infini de même liquide de chaque côté de la plaque, la relation de dispersion est donnée par D_{im_inf} .

$$D_{im_inf} = \frac{-\omega^4 \rho_{f1}}{2\rho c_T^4} k_{Lz} \left(k_T^2 k_{Lz} \sin(\tilde{k}_{Lz}) \sin(\tilde{k}_{Tz}) \frac{\omega^4 \rho_{f1}}{\rho c_T^4} k_{Lz} \cos(\tilde{k}_{Tz}) \cos(\tilde{k}_{Lz}) - k_T^2 k_{Lz} \sin(\tilde{k}_{Lz}) \sin(\tilde{k}_{Tz}) jk_1 D_A + k_{Lz} k_T^2 \cos(\tilde{k}_{Lz}) \cos(\tilde{k}_{Tz}) \frac{\omega^4 \rho_{f1}}{\rho c_T^4} k_{Lz} \sin(\tilde{k}_{Tz}) \sin(\tilde{k}_{Lz}) + k_{Lz} k_T^2 \cos(\tilde{k}_{Lz}) \cos(\tilde{k}_{Tz}) jk_1 D_S \right) + jk_1 \left(\frac{\omega^4 \rho_{f1}}{\rho c_T^4} k_{Lz} (\sin(\tilde{k}_{Lz}) \sin(\tilde{k}_{Tz}) D_A - \cos(\tilde{k}_{Lz}) \cos(\tilde{k}_{Tz}) D_S) \right) - k_1^2 D_S D_A \quad (77)$$

On peut simplifier cette expression si l'on s'intéresse en particulier aux modes antisymétriques. Le déplacement du liquide de chaque côté de la plaque est alors de même amplitude mais de direction opposée. Cela nous donne :

$$D_{im_inf} = \frac{\omega^4 \rho_{f1}}{\rho c_T^4} k_{Lz} \cos(\tilde{k}_{Lz}) \cos(\tilde{k}_{Tz}) - jk_1 D_A \quad (78)$$

II.3.3. Ondes de Lamb : configuration chargée

II.3.3.1. Relation de dispersion

Pour la génération d'ondes de Lamb en milieu liquide, une des configurations qui nous intéresse en particulier est la configuration chargée dans laquelle le liquide n'est dispensé que sur la partie supérieure de la plaque, comme cela est montré dans la Figure 35. Dans ce cas particulier, le système d'équation est réduit à une matrice 6x6 dont l'annulation de son déterminant permet de définir la relation de dispersion.

Les calculs du déterminant de la configuration chargée sont présentés en Annexe 1.

Pour le cas de la configuration chargée, la relation de dispersion s'écrit :

$$D_{ch} = \frac{\omega^4 \rho_{f1}}{\rho c_T^4} j k_{Lz} [\sin(\tilde{k}_{Lz}) \sin(\tilde{k}_{Tz}) D_A - \cos(\tilde{k}_{Lz}) \cos(\tilde{k}_{Tz}) D_S] \sin(k_1 h_{liqsup}) + 2j k_1 D_S D_A \cos(k_1 h_{liqsup}) \quad (79)$$

Avec,

$$\begin{cases} \tilde{k}_{Lz} = k_{Lz} h/2 \\ \tilde{k}_{Tz} = k_{Tz} h/2 \end{cases} \quad (80)$$

D_A et D_S sont les déterminants correspondants aux ondes de Lamb symétriques et antisymétriques dans le vide.

Dans le cas d'un liquide occupant un demi-espace infini, la relation de dispersion s'écrit :

$$D_{chinf} = \frac{\omega^4 \rho_{f1}}{\rho c_T^4} k_{Lz} (\sin \tilde{k}_{Tz} \sin \tilde{k}_{Lz} D_A - \cos \tilde{k}_{Tz} \cos \tilde{k}_{Lz} D_S) + j k_1 D_S D_A \quad (81)$$

II.3.3.2. Courbes de dispersion

Afin de faciliter la résolution de l'équation de dispersion, on se place dans le cas limite où l'on considère un domaine de liquide infini recouvrant la plaque. Ce cas de figure a déjà été étudié notamment par Aubert [101], Yu [128] ou bien encore Zhu [129]. Le résultat des vitesses de phase de cette configuration est présenté dans la Figure 36.

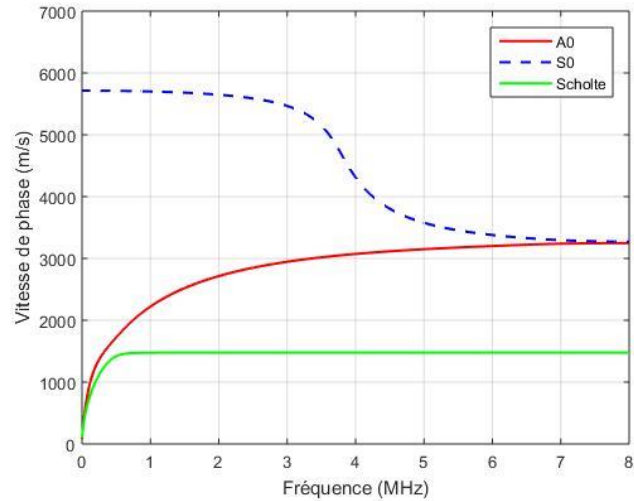


Figure 36 : Vitesses de phase des ondes de Lamb et Scholte dans la configuration chargée avec un liquide infini.

On observe deux familles de modes, les modes A et S que l'on apparentera pour simplifier aux modes de Lamb A0 et S0 obtenus dans le vide, et l'onde pseudo-Scholte qu'on appellera Scholte.

L'onde de Scholte est une onde de surface qui n'apparaît qu'à une interface solide-liquide.

En comparaison à la vitesse du son dans l'eau (1480 m/s), on observe que l'onde symétrique S0 est toujours supersonique. L'onde de Scholte est quant à elle toujours subsonique et l'onde antisymétrique A0 est supersonique sauf à basse fréquence ($310 < \text{kHz}$).

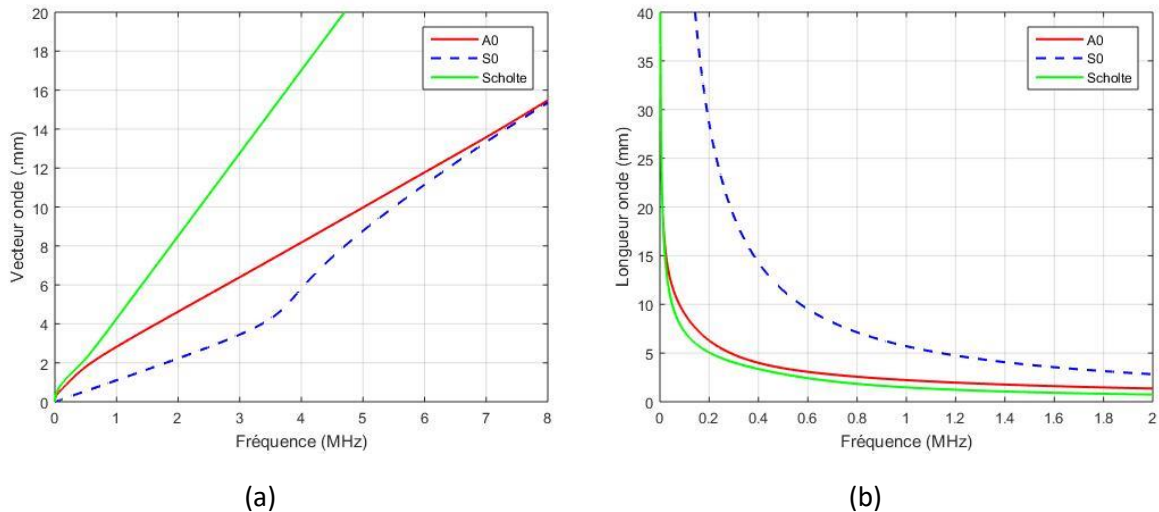


Figure 37 : Vecteurs d'onde (a) et longueur d'onde (b) des modes A0 et S0 en configuration chargée avec un liquide infini.

Quand on s'intéresse aux vecteurs d'ondes et longueurs d'ondes des modes de Lamb (Figure 37), on observe que les parties réelles obtenues pour ces grandeurs sont les mêmes que celles obtenues dans le vide. Néanmoins, en milieu liquide, la résolution des équations de dispersion se fait dans le plan complexe, c'est-à-dire que la vitesse peut avoir une composante imaginaire représentative des pertes

lors de la propagation de l'onde de Lamb. A noter, que l'onde de Scholte étant subsonique, elle ne rayonne pas dans le liquide. Elle se propage donc sans atténuation.

En effet, on peut tracer l'atténuation $A = Im(c)/\sqrt{Re(c)^2 + Im(c)^2}$ par longueur d'onde en Figure 38 afin de représenter les pertes dans la direction de propagation des ondes (selon x). On observe que le mode antisymétrique A0 est surtout atténué à basse fréquence, lorsque la longueur d'onde est importante (de l'ordre du mm). Cela peut devenir problématique dans le cas d'une plaque de grande taille avec un actionnement seulement à l'une de ses extrémités.

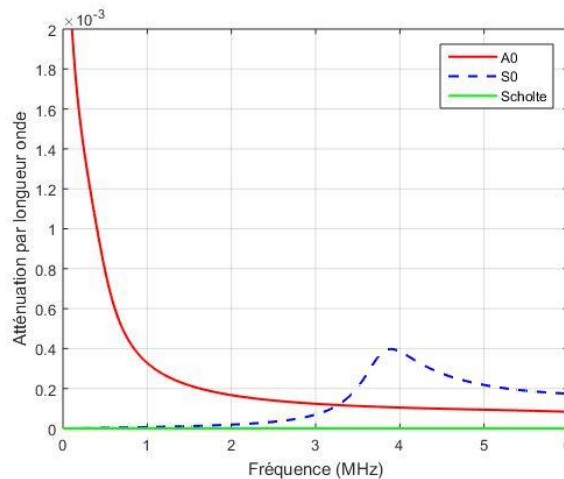


Figure 38 : Atténuation par longueur d'onde des ondes de Lamb chargées par un liquide semi-infini.

Afin de mieux comprendre l'intérêt de l'utilisation des ondes de Lamb en milieu liquide, il faut porter attention sur l'onde acoustique générée dans le liquide suivant la composante z et noté k_1 avec : $k_1^2 = k_{f1}^2 - k^2 = \frac{\omega^2}{c_f^2} \left(1 - \frac{c_f^2}{c^2}\right)$. Lorsque la vitesse de phase de l'onde A0 est inférieure à la vitesse du son dans le liquide (ici 1480 m/s pour l'eau), le vecteur d'onde k_1 est complexe mais avec une partie imaginaire bien plus grande que la partie réelle ($Im(k_1) \gg Re(k_1)$). On a donc propagation d'une onde acoustique avec une onde évanescente qui n'a aucune radiation acoustique, c'est-à-dire qui ne dissipe aucune énergie dans le liquide. L'onde de Scholte propose le même avantage de n'émettre qu'une onde évanescente dans le liquide.

Le champ acoustique émis alors par ces ondes est confiné proche de l'interface solide-liquide. La profondeur de pénétration $1/Im(k_1)$ nous donne cette longueur caractéristique (Figure 39).

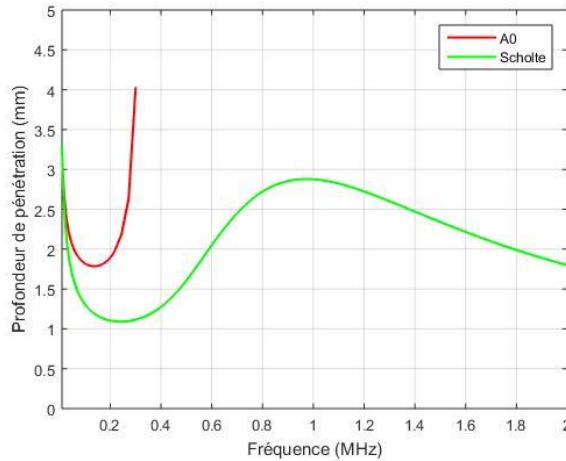


Figure 39 : Profondeur de pénétration des ondes antisymétriques et ondes de Scholte.

Pour l'onde antisymétrique A0, on ne s'intéresse qu'à la région subsonique, c'est-à-dire dans notre cas pour une fréquence inférieure à 310 kHz. On remarque que le mode A0 possède une plus grande profondeur de pénétration que l'onde de Scholte car sa vitesse de phase est supérieure. Pour l'onde A0 la profondeur de pénétration est comprise entre 2 et 4 mm dans le domaine de fréquence qui nous intéresse.

Pour la manipulation d'objets par la génération d'onde de Lamb, il est montré que le champ acoustique est essentiellement confiné à seulement quelques millimètres de la plaque de verre. Cela fixe donc notre intervalle de travail par rapport à la surface.

En conclusion, l'onde antisymétrique A0 est atténuée à basse fréquence dans le sens de sa propagation, mais elle a l'avantage de ne dissiper que très peu d'énergie vers le milieu extérieur et le champ acoustique émis se trouve à seulement quelques millimètres de la surface de la plaque. Ce constat nous conforte dans l'utilisation des ondes de Lamb basse fréquence pour des applications en milieu liquide ou biologique. La profondeur de pénétration permet également d'appuyer notre choix de nous intéresser à des configurations chargée et immergée, avec une relativement faible hauteur de liquide déposée sur la plaque.

II.4. MODELISATION PAR LA METHODE DES ELEMENTS FINIS

Afin de compléter l'étude de la génération des ondes de Lamb on adopte une méthode numérique utilisant le logiciel COMSOL. Le but est de comparer et valider les résultats obtenus par le modèle analytique présenté précédemment et la méthode numérique. Il s'agit d'un outil complémentaire qui permet d'évaluer la pertinence du système à développer. COMSOL permet la modélisation multiphysique des ondes de Lamb en milieu liquide en couplant la dynamique de la mécanique de la structure vibrante avec la présence d'un milieu extérieur, amenant des problématiques acoustiques et fluidiques.

Dans cette partie on traitera de la vibration de la plaque sans actionnement, ce qui n'est en réalité pas réalisable, mais nous permet de comparer les résultats avec le modèle analytique.

II.4.1. Présentation du modèle FEM

Afin de définir le modèle FEM, les propriétés des matériaux sont les mêmes que celles utilisées précédemment pour le modèle analytique.

Le modèle 3D se compose d'une plaque de verre de dimension 4 cm x 3 cm défini selon le modèle élastique linéaire proposé par le module « *structural mechanics* ». L'environnement extérieur influençant la vibration de la plaque, est décrit par le biais du module « *acoustics* », dans lequel il est possible de considérer plusieurs hypothèses sur le fluide (gaz, liquide parfait, liquide visqueux...).

Un aspect important de cette modélisation est la définition des conditions aux limites. En effet, le couplage des interfaces solide/liquide sont définis par la physique *Acoustics Structure Interaction* qui permet la continuité des contraintes et des déplacements normaux comme étant définis dans le modèle analytique.

Pour les conditions aux limites sur le liquide, celui-ci est considéré comme libre pour sa surface supérieure, alors qu'une condition de non glissement est imposée à sa surface inférieure en contact avec une surface solide immobile. La condition aux limites sur la face inférieure du liquide n'est présente que pour la configuration immergée. Dans le logiciel COMSOL, on définit ces différentes conditions comme *Soft Sound Boundary* et *Hard Sound Boundary*. À noter qu'il s'agit d'un cas particulier de l'option d'impédance qui permet de définir une impédance acoustique à une frontière extérieure. Pour diminuer le temps de calcul, on profite des symétries de la géométrie pour n'étudier qu'un quart de la plaque dans son environnement.

Préalablement aux études modales, on effectue une étude sur le maillage en diminuant celui-ci jusqu'à obtenir une convergence en fréquence. Une fois obtenue, on réalise une étude aux fréquences propres autour des fréquences données par le modèle analytique. L'avantage de la simulation est de pouvoir visualiser la forme des modes, car il existe une multitude d'ondes mécaniques stationnaires pouvant se propager dans la plaque.

II.4.2. Simulations des fréquences de résonance

II.4.2.1. Résultats dans le vide

Dans un premier temps, afin de valider la modélisation des ondes de Lamb on étudie leur propagation pour une plaque de verre dans le vide. Les résultats obtenus sont comparés aux fréquences de la résolution analytique, le tout est présenté dans le Tableau 4. La Figure 40 présente la déformée du mode de Lamb 12 nœuds à 140850 Hz.

Tableau 4: Comparaison entre les fréquences de résonance du modèle analytique avec la modèle FEM dans le vide

Nombre de nœuds de vibration	Fréquence de résonance (Hz) FEM	Fréquence de résonance (Hz) Analytique	Erreur relative (%)
8	61835	62069	0.38
10	97778	97916	0.14
12	140850	140922	0.05
14	190316	190355	0.02
16	245549	245324	0.09

On obtient une très bonne concordance entre les fréquences du modèle FEM et le modèle analytique. Cela valide ces modèles pour étudier le comportement des modes de Lamb et pour par la suite les comparer aux données expérimentales.

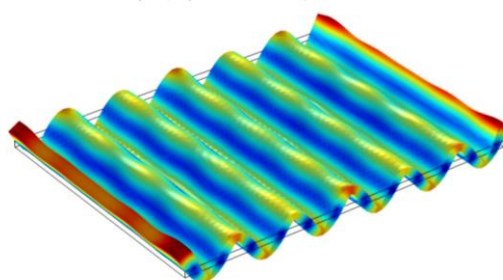


Figure 40 : Image par simulation de la déformée du mode de Lamb 12 nœuds à 140922 Hz dans le vide.

II.4.2.2. Résultats en milieu liquide

A partir de ce modèle FEM, on simule les fréquences de résonance correspondant à la configuration chargée et à la plaque immergée. Pour cela nous devons poser les dimensions de hauteur de liquide sur la face supérieure et inférieure de la plaque de verre. Dans cette étude nous prendrons comme liquide de l'eau.

Dans le cas de la configuration chargée, on souhaite recouvrir celle-ci d'une couche de liquide sur toute sa surface, on fixe alors le volume à déposer comme étant 2 mL, ce qui correspond à une hauteur de liquide d'environ 1,67 mm. Il s'agit du volume maximal pouvant être déposé dans cette configuration, pour ces dimensions de plaques, tout en s'affranchissant de contraintes d'encastrement.

Les fréquences obtenues dans cette configuration chargée sont présentées dans le Tableau 5.

Tableau 5: Fréquences de résonance de la configuration chargée par FEM.

Nombre de nœuds de vibration	Fréquence de résonance (Hz) FEM - chargée	Fréquence de résonance (Hz) FEM - vide	Diminution relative de la fréquence de résonance
8	48105	61835	-22 %
10	77249	97778	-21 %
12	112692	140850	-20 %
14	153723	190316	-19,2 %
16	199362	245549	-18,8 %

Comme attendu, les fréquences de résonance diminuent lorsque la plaque est chargée par de l'eau. Les fréquences obtenues sont dans la gamme de fréquence dans laquelle l'onde de Lamb ne dissipe que très peu d'énergie. Ces modes sont adaptés pour travailler en milieu liquide dans cette configuration.

Pour la configuration immergée, on fixe une hauteur de liquide en contact avec la surface inférieure de la plaque et on fait varier la hauteur sur la surface supérieure. Pour visualiser l'influence de $h_{liq_{inf}}$, dans le Tableau 6 on simule pour une même hauteur de liquide supérieure, deux hauteurs de liquide sous la plaque.

Tableau 6 : Fréquences de résonance dans une onfiguration immergée en fonction de la hauteur de liquide sur la face inférieure

Nombre de nœuds de vibration	Fréquence de résonance (Hz) FEM – immergée	Fréquence de résonance (Hz) FEM – immergée
	$h_{liq_{inf}} = 11 \text{ mm}$ $h_{liq_{sup}} = 1,67 \text{ mm}$	$h_{liq_{inf}} = 1 \text{ mm}$ $h_{liq_{sup}} = 1,67 \text{ mm}$
8	38884	34638
10	64224	59413
12	95666	90470
14	132632	127181
16	174457	169688

Pour une différence de 1 cm de liquide sous la plaque, les fréquences de résonance ne varient que de quelques pourcents et sont dans la gamme de fréquence préconisée pour travailler en milieu liquide.

On s'intéresse maintenant à l'influence de la hauteur de liquide sur la face supérieure de la plaque. Pour un mode de Lamb à 12 nœuds, on regarde l'influence de la hauteur de liquide $h_{liq_{sup}}$ sur la fréquence de résonance (Tableau 7).

Tableau 7 : Influence de la hauteur de liquide $h_{liq_{sup}}$ sur la fréquence de résonance du mode de Lamb 12 nœuds en configuration immergée.

Hauteur de liquide $h_{liq_{sup}}$ (mm)	1,67	2,72	3,72	4,72	5,72	6,72	7,72
Fréquence de résonance – Lamb 12 nœuds immergée (Hz)	95666	94374	94185	94112	94089	94081	94080

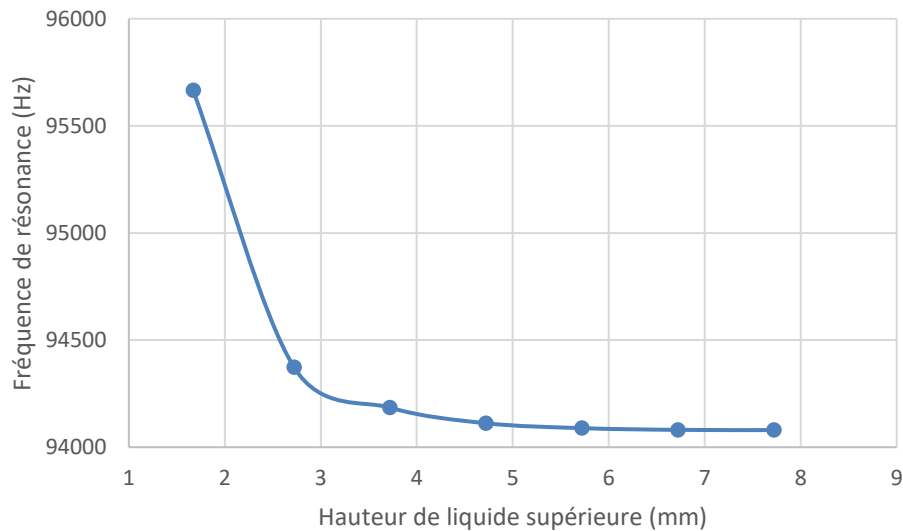


Figure 41 : Evolution de la fréquence de résonance du mode A0 12 nœuds en fonction de la hauteur de liquide $h_{liq_{sup}}$

On observe, d'après la Figure 41, que la fréquence de résonance diminue quand on augmente la hauteur de liquide jusqu'à une asymptote à partir de 5 mm. En effet à cette distance de la plaque, le champ acoustique n'existe plus et le liquide n'a presque plus d'influence sur la vibration, ce qui conforte les résultats analytiques obtenus.

Finalement, ces modèles analytiques ou par éléments finis permettent la compréhension du comportement des ondes de Lamb en milieu liquide. Les résultats obtenus valident l'utilisation de ces ondes de Lamb pour des applications en milieu liquide et va permettre de mieux définir le cahier des charges de notre système.

II.5. DEFINITION DU CAHIER DES CHARGES

En s'appuyant sur les objectifs de la thèse définis dans le chapitre précédent, nous avons montré que le système à développer doit pouvoir générer des vibrations dans une gamme de fréquence inférieure à 300 kHz afin d'obtenir une profondeur de pénétration des ondes supérieure au micromètre, avec une amplitude de déplacement supérieure à la centaine de nanomètres et doté d'un facteur de qualité supérieur à la centaine en milieu liquide. En prenant ces spécifications, il est alors possible de travailler en milieu liquide sur des problématiques concernant les capteurs fluidiques ou bien le domaine biologique sur de nombreuses applications liées à la stimulation mécanique. De plus, le modèle analytique a permis de fixer une plage de fréquence sur laquelle travailler (< 310 kHz) pour limiter les pertes en milieu liquide.

Fort de ces recherches sur l'état de l'art, on s'est intéressé dans ce chapitre aux ondes de Lamb générées à partir d'une plaque de verre rectangulaire de dimensions centimétriques. Les dimensions étudiées sont de 4 cm x 3 cm. Il s'agit de dimensions compatibles avec l'étude du vivant, pouvant accueillir une population de cellules.

Les résultats donnés par le modèle analytique et corroborés par la modélisation par éléments finis montrent que pour cette dimension de plaque, il est possible de générer des ondes de Lamb dans une gamme de fréquence favorable au domaine fluidique.

II.5.1. Dimensions de la zone vibrante et longueur d'onde

Pour s'intéresser aux domaines de la fluidique et de la biologie, il faut intégrer les problématiques liées à ces deux domaines.

En ce qui concerne la fluidique, cela impose au système à développer de pouvoir travailler avec des volumes de liquide relativement faibles tout en restant facile à prélever, c'est-à-dire de l'ordre du millilitre.

Pour le domaine biologique, bien que les organismes étudiés soient de petites tailles, de l'ordre de 10 à 100 μm pour une cellule, les études biologiques portent généralement sur le comportement global d'une population de cellule (souvent travaillant avec des centaines de milliers de cellules). C'est pourquoi les cultures cellulaires se font généralement sur des millions de cellules et les tailles de flasques de culture sont de tailles standardisées. Les surfaces de culture varient de 10 à 200 cm^2 , ces flasques sont toutes centimétriques. Elles permettent d'accueillir quelques (ou dizaine) millilitres de milieu de culture cellulaire. Il s'agit généralement de polystyrène qui permet l'adhésion des cellules sur sa surface et a également l'avantage d'être transparent pour permettre des observations au microscope inversé. De plus, afin de travailler à l'échelle de la population de cellules, il est nécessaire d'utiliser des longueurs d'ondes supérieures à la dimension caractéristique des cellules. On cherche la propagation d'onde de longueur d'onde très supérieure à la taille d'une cellule, $\lambda \gg 100 \mu\text{m}$.

Finalement, le choix du substrat vibrant s'est porté sur une plaque de verre rectangulaire de dimension 4 cm par 3 cm, compatible avec des études fluidiques et de populations biologiques. Cette structure transparente a déjà prouvé son potentiel pour établir la propagation d'ondes de Lamb, par exemple pour des applications haptiques.

On peut résumer les spécifications et contraintes à respecter pour notre plaque vibrante dans le Tableau 8.

Tableau 8: Paramètres et spécifications à respecter pour la plaque vibrante

Paramètres	Spécifications
Dimensions	4 cm x 3 cm
Longueur d'onde	$\gg 100 \mu\text{m}$
Fréquence	$< 300 \text{ kHz}$
Déplacement	$> 100 \text{ nm}$
Facteur de qualité (liquide)	> 100

II.5.2. Problématique du conditionnement

En plus des spécifications intrinsèques du système qui portent sur le comportement vibratoire, il faut également en parallèle définir les contraintes liées au fait de travailler en milieu liquide.

Pour ce faire, il est nécessaire de définir une chambre fluide permettant d'accueillir du liquide tout en conservant le caractère complètement libre de notre plaque. Ce packaging à développer est donc soumis à plusieurs contraintes pour répondre aux applications visées.

- Disposer d'une cavité fluide étanche pouvant contenir quelques dizaines de millilitres de liquide
- Afin de pouvoir réaliser des observations cela impose une cavité transparente
- Pour travailler avec les organismes biologiques, le packaging doit être biocompatible
- Le système vibrant doit être intégré à l'intérieur de celui-ci sans imposer aucune contrainte mécanique à la plaque.
- Accessibilité des contacts électriques à travers la cavité

II.6. CONCLUSIONS

Dans ce chapitre, nous nous sommes penchés sur la problématique de la modélisation analytique des ondes de Lamb dans le vide et en milieu liquide suivant plusieurs configurations.

A travers la résolution analytique des ondes de Lamb on a pu mieux comprendre la propagation des ondes de Lamb dans le substrat, ainsi que l'atténuation provoquée par la présence d'un liquide en contact avec la structure. En effet l'atténuation est représentée par la partie imaginaire de la vitesse des ondes. Celle-ci restant faible devant la partie réelle, les pertes restent relativement faibles en milieu liquide, ce qui explique l'avantage de ces ondes pour des applications en milieu liquide. De plus, à basse fréquence ($< 310 \text{ kHz}$) les ondes A0 sont subsoniques, ce qui limite leur rayonnement acoustique et donc permet de garder de forts facteurs de qualité.

Finalement, cette partie nous a permis de définir un cahier des charges à respecter par notre système afin d'être pertinent pour les applications visées.

Les spécifications et contraintes à respecter, définies dans cette partie, seront le point de départ de la conception du système complet abordé dans le chapitre III.

III. Design et fabrication du système Lamb libre-libre

SOMMAIRE

III.1.	Introduction.....	76
III.2.	Design du système Lamb libre-libre	76
III.2.1.	Notions de piézoélectricité.....	76
III.2.2.	Intégration des actionneurs piézoélectriques.....	78
III.2.3.	Choix de la technologie des actionneurs piézoélectriques	79
III.2.3.1.	Choix des matériaux	80
III.2.3.2.	Contrainte sur l'épaisseur – position de la fibre neutre.....	81
III.2.4.	Mode d'actionnement des actionneurs piézoélectriques.....	83
III.2.4.1.	Etudes électriques des actionneurs.....	84
III.2.4.2.	Etudes des déformations statiques	85
III.2.5.	Dimensionnement des actionneurs	87
III.2.5.1.	Modèle.....	87
III.2.5.2.	Etude modale	90
III.2.5.3.	Position des actionneurs : étude harmonique	91
III.2.5.4.	Dimensions des actionneurs.....	93
III.2.5.5.	Choix des céramiques piézoélectriques	94
III.3.	Fabrication du système Lamb libre-libre.....	96
III.3.1.	Etapas de fabrication.....	96
III.4.	Conditionnement du système dans un dispositif fluidique.....	101
III.4.1.	Configuration chargée	103
III.4.2.	Configuration immergée	104
III.5.	Conclusion	104

III.1. INTRODUCTION

L'objectif de ce chapitre est de présenter la conception et la réalisation d'un système mécanique vibrant générant des ondes de Lamb antisymétriques en milieu liquide. Pour cela, comme il a été présenté dans le chapitre précédent, il est nécessaire d'intégrer un actionnement piézoélectrique à un substrat permettant la propagation de ces ondes. Afin d'optimiser l'actionnement, une étude du comportement des actionneurs sera effectuée et leurs dimensions, pour la génération des modes spécifiques présentés dans le chapitre 2, seront précisées. Pour cela, les modèles mis en place et reportés dans le chapitre 2 seront utilisés. Une fois le design établi, les étapes de fabrication du système seront présentées. Enfin, on se penchera sur la problématique du conditionnement pour pouvoir permettre son utilisation en milieu liquide, afin de finalement obtenir le système final.

III.2. DESIGN DU SYSTEME LAMB LIBRE-LIBRE

Afin de générer les ondes de Lamb dans la plaque de verre, il est nécessaire d'ajouter à celle-ci un moyen d'actionnement, un transducteur, permettant de transformer l'énergie électrique utilisée pour son actionnement en énergie mécanique générant les ondes mécaniques recherchées. Plusieurs types d'actionnement sont envisageables tels que l'actionnement magnétique par la force de Lorentz, l'actionnement électrostatique, l'actionnement thermique ou bien encore en utilisant des matériaux piézoélectriques.

Du fait de notre problématique (système vibrant en milieu liquide, dimensions, gamme de fréquence...), l'actionnement piézoélectrique sera privilégié.

L'effet piézoélectrique indirect sera présenté par la suite et on verra notamment dans les chapitres suivants son utilisation à travers des mesures d'impédance et de vélocimétrie pour des applications en tant que capteur ou bien pour réaliser une stimulation mécanique de l'environnement extérieur.

III.2.1. Notions de piézoélectricité

La piézoélectricité a été découverte par Pierre et Jacques Curie en 1880. Il s'agit de la propriété de certains matériaux à voir leur polarisation électrique varier en réponse à une contrainte mécanique appliquée, et réciproquement, de se déformer sous l'action d'un champ électrique. Ce phénomène s'explique à l'échelle de la maille élémentaire des cristaux qui sont non centrosymétriques. Sous l'influence d'une contrainte mécanique, il y a création d'un dipôle élémentaire au sein de la maille suite à la dissociation des barycentres des charges positives et négatives. Ce phénomène est appelé effet piézoélectrique direct. Il est généralement utilisé pour des applications de capteurs ou de récupération d'énergie. Dans le cas d'une utilisation en tant qu'actionneur, on s'intéresse à l'effet indirect qui génère une déformation de la structure par application d'un champ électrique. Ces deux effets sont représentés sur la Figure 42.

Les matériaux piézoélectriques les plus connus sont le quartz, le titano-zirconate de plomb (ou PZT), le nitrure d'aluminium (AlN), l'oxyde de zinc ZnO, le titanate de baryum BaTiO₃, le niobate de lithium LiNbO₃ ou encore le KNN. Les polymères peuvent également présenter des propriétés piézoélectriques

tels que le PVDF ou le copolymère PVDF-TrFE. Grâce à ses bonnes performances piézoélectriques, le PZT est à l'heure actuelle le matériau le plus utilisé dans le domaine des actionneurs, même si celui-ci semble être amené à être remplacé dans les prochaines années au profit de matériaux sans plomb, plus écologiques.

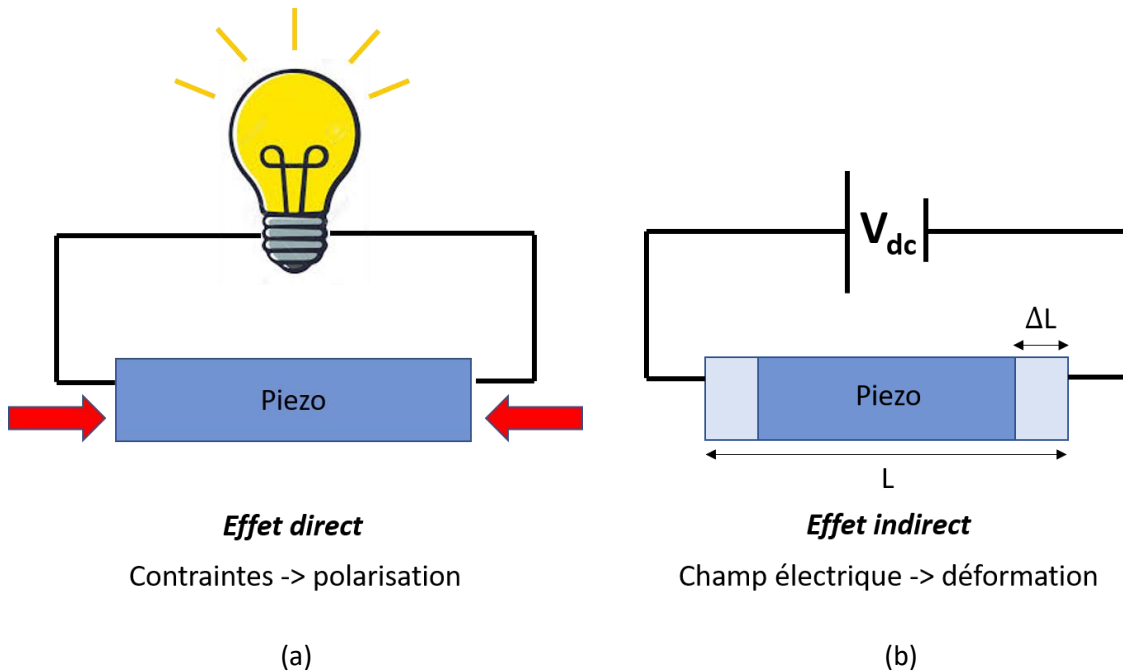


Figure 42 : Schémas représentatifs de l'effet piézoélectrique direct (a) et indirect (b)

Selon le formalisme piézoélectrique des relations de contraintes-déformations et en négligeant les termes thermoélectriques et thermoélastiques, les équations de la piézoélectricité peuvent s'écrire de la façon suivante :

$$\begin{cases} S = sT + dE \\ D = dT + \varepsilon E \end{cases} \quad (82)$$

S représente le tenseur des déformations, T le tenseur des contraintes, E le champ électrique appliqué et D le champ d'induction électrique. Les autres termes s , d et ε sont respectivement les matrices, de souplesse, des constantes piézoélectriques et des permittivités diélectriques relatives à champ électrique constant.

Pour un matériau hexagonal de classe 6mm, la matrice de souplesse s est symétrique et s'exprime de la façon suivante :

$$s = \begin{pmatrix} s_{11} & s_{12} & s_{13} & 0 & 0 & 0 \\ s_{12} & s_{11} & s_{23} & 0 & 0 & 0 \\ s_{13} & s_{23} & s_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & s_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & s_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & s_{66} \end{pmatrix}$$

Pour sa part, la matrice des coefficients piézoélectriques d est sous la forme suivante. Notons que le coefficient d_{31} va relier une déformation dans la direction 1 lorsque que le matériau est soumis à un champ électrique dans la direction 3.

$$d = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 & 0 \\ d_{31} & d_{31} & d_{33} & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

Enfin la matrice des permittivités diélectriques relatives ε :

$$\varepsilon = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{22} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33} \end{pmatrix}$$

Les termes de la matrice de souplesse s sont directement reliés aux propriétés physiques des matériaux comme la masse volumique ρ , le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν . En particulier, dans le cas d'un matériau isotrope, on a $E = 1/s_{11}$ $\nu = -s_{12}/s_{11}$.

Comme le montre l'équation 82, les constantes piézoélectriques relient le champ électrique appliqué à la déformation de la structure du matériau piézoélectrique. Pour choisir le matériau piézoélectrique à utiliser, on s'intéressera naturellement à ces coefficients piézoélectriques.

III.2.2. Intégration des actionneurs piézoélectriques

Pour générer les modes de Lamb décrit dans le chapitre précédent, nous devons engendrer un mouvement hors plan de notre substrat. Pour cela, nous choisissons d'intégrer les actionneurs directement sur la surface à mettre en vibration et d'utiliser l'effet bilame. Une configuration standard est représentée dans la Figure 43.

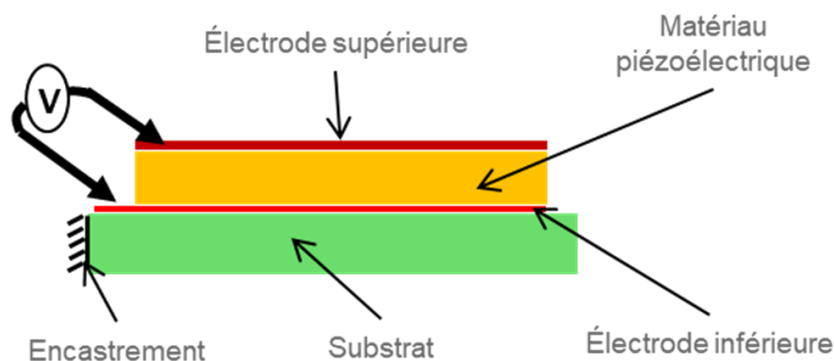


Figure 43: Schéma en coupe d'un empilement technologique piézoélectrique.

Afin d'actionner un matériau piézoélectrique, il est nécessaire de lui appliquer un champ électrique, d'où le fait de joindre à celui-ci deux électrodes. Dans le cas présenté, il s'agit de deux électrodes métalliques inférieure et supérieure qui permettent l'accumulation des charges électriques aux bornes du matériau piézoélectrique.

L'application d'un champ électrique hors plan (direction 3) va engendrer au sein du matériau une déformation de sa structure dans le plan (direction 1) par le biais du coefficient piézoélectrique d_{31} qui relie la déformation et le champ électrique transverse (respectivement les directions 3 et 1). Les coefficients d_{31} s'expriment en pm/V et peuvent atteindre des valeurs de 250-270 pm/V dans le cas de céramiques PZT. En utilisant l'effet bilame, cette faible déformation dans le plan va créer un moment mécanique hors plan dans le substrat, ce qui va entraîner sa déflexion (Figure 44). Enfin, en appliquant un champ électrique alternatif il est alors possible de consécutivement allonger et raccourcir le matériau piézoélectrique dans le plan du substrat, et ainsi d'obtenir déflexion et déflexion inverse, ce qui donne naissance à une vibration, par exemple tel que le mode de Lamb recherché.

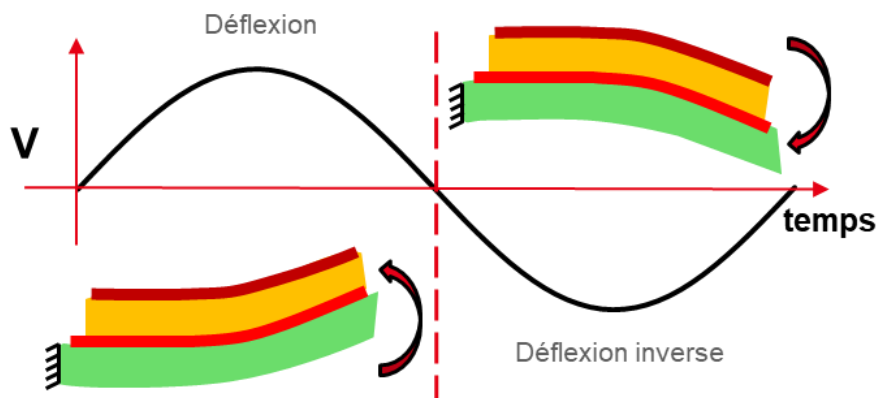


Figure 44: Schéma du mode d'actionnement de l'effet bilame.

Afin de favoriser certains modes de vibrations par rapport à d'autres, et ainsi optimiser la transduction électromécanique pour le mode recherché, le choix du matériau, des dimensions et du positionnement des actionneurs sera crucial. Nous allons expliquer et justifier nos choix dans les sections suivantes.

III.2.3. Choix de la technologie des actionneurs piézoélectriques

Pour intégrer des actionneurs piézoélectriques sur un substrat, deux types de technologies ou de matériaux peuvent être utilisés : les matériaux piézoélectriques déposés en couches minces ou bien les céramiques piézoélectriques. La technologie couche mince permet la déposition de fines épaisseurs de matériaux piézoélectrique, allant de la centaine de nanomètre jusqu'à quelques micromètres (typiquement inférieure à 5 μm). Ceux-ci sont généralement déposés par procédé Sol-gel, pulvérisation cathodique ou ablation laser, ce qui nécessite une réalisation en salle blanche. L'avantage des couches minces intervient dans la miniaturisation des dimensions, de plus faibles tensions d'actionnement et la possibilité d'obtenir des designs complexes. Néanmoins, les matériaux piézoélectriques couches minces ont des coefficients piézoélectriques légèrement inférieurs à ceux des céramiques et leur intégration nécessite des procédés de réalisation complexes en salle blanche au détriment des temps de cycle de fabrication.

Les céramiques piézoélectriques sont généralement en PZT. Elles sont d'épaisseurs comprises entre 100 μm et 30 mm. Les céramiques possèdent des constantes piézoélectriques élevées comparées aux couches minces (allant de 120 à 270 pm/V pour le coefficient d_{31}). Leur intégration est rapide (quelques

jours) et induisent des temps de cycle de fabrication relativement courts. Néanmoins, leur épaisseur importante contraint à utiliser de fortes tensions d'actionnement afin d'obtenir un champ électrique équivalent à l'actionnement en couche mince. Concernant les géométries des céramiques disponibles dans le marché, elles sont généralement en forme de cylindre, anneau, disque ou plaque rectangulaire.

On résume les avantages et inconvénients de ces technologies dans le Tableau 9.

Tableau 9: Comparaison couches minces et céramiques piézoélectriques.

Technologie	Avantages	Inconvénients
Couches minces	<ul style="list-style-type: none"> Complexité des designs possibles Faible tension 	<ul style="list-style-type: none"> Temps de cycle élevé
Céramiques	<ul style="list-style-type: none"> Meilleurs coefficients piézoélectriques Intégration rapide 	<ul style="list-style-type: none"> Grande tension d'actionnement Précision du design moindre

III.2.3.1. Choix des matériaux

Le choix des actionneurs est également lié au matériau de substrat. En effet, le PZT en couche mince est classiquement déposé sur substrat silicium et plus difficilement sur verre, notamment en utilisant la technologie sol-gel disponible au CEA, qui nécessite des recuits rédhibitoires pour le verre des substrats (700°C). Des étapes de report de couche sont possibles mais engendrent des temps de cycle très longs. L'AIN est par contre un matériau déposé classiquement sur verre en utilisant des techniques de pulvérisation.

Afin de faire notre choix de technologie d'actionneur, on s'intéresse dans le cas d'un fonctionnement piézoélectrique bilame par effet transverse au coefficient $e_{31,f}$ qui représente la force de l'actionnement par la formule [130].

$$e_{31,f} = \frac{d_{31}}{s_{11}^E - s_{12}^E} = d_{31} \frac{E}{1 - \nu} \quad (83)$$

Dans le Tableau 10, on compare les propriétés physiques et piézoélectriques des couches minces en AIN et d'une céramique proposée par le fabricant APC (850).

Tableau 10: Comparaison des propriétés mécaniques et piézoélectrique entre AIN et céramique PZT.

Configuration	AIN / Verre	Céramique PZT / Verre APC 850
Epaisseur	Quelques μm	100 μm – 30 mm

Densité (kg/m³)	3260	7600
Module d'Young (GPa)	340	63
Coefficient de Poisson	0,29	0,31
Coefficient d31 (pm/V)	-2,7	-175
Permittivité diélectrique relative	9,14	1900
e_{31,f} (N.V⁻¹m⁻¹)	-1,3	-16

La céramique en PZT propose un coefficient $e_{31, f}$ de $-16 \text{ N.V}^{-1}.\text{m}^{-1}$ plus important que celui de l'AlN grâce à sa grande valeur de d_{31} . En effet, la plus grande différence de propriétés qui nous importe entre une couche mince AlN et une céramique PZT correspond à la valeur du d_{31} . Il existe un facteur 65 entre les coefficients d_{31} de des deux matériaux ce qui implique un actionnement beaucoup moins efficace (déformation du matériau piézoélectrique) à champ appliqué identique.

La meilleure force piézoélectrique induite par les céramiques PZT ($e_{31, f}$) couplée à un temps de cycle beaucoup moins important comparé à une technologie couche mince va orienter notre choix d'actionneur sur des céramiques PZT disponibles dans le commerce.

A noter également que si l'on s'intéresse à l'efficacité de l'actionnement et à la consommation du système, il faudrait également prendre en compte l'écart significatif d'épaisseurs entre céramiques et couches minces ainsi que la permittivité diélectrique relative qui influe grandement sur la puissance électrique nécessaire.

III.2.3.2. Contrainte sur l'épaisseur – position de la fibre neutre

Les céramiques piézoélectriques présentent des épaisseurs allant de $100 \mu\text{m}$ à 30 mm . Néanmoins, pour bénéficier de l'effet bilame au sein de l'empilement, il est important que la fibre neutre de la structure se situe au sein du substrat. La fibre neutre correspond à la zone de l'empilement où l'allongement est nul. Celle-ci n'a alors qu'un mouvement de flexion. De part et d'autre de cette zone, il y a soit compression soit tension.

La position de la fibre neutre, Z_f , se détermine en effectuant le calcul des contraintes sur une section droite. En définissant les épaisseurs des couches constitutives de l'empilement h_{el} , h_p et h_s et E_{el} , E_p , E_s

les modules d'Young respectifs des électrodes, de la céramique piézoélectrique et du substrat (Figure 45), on peut calculer la position de la fibre neutre en utilisant la formule suivante [131] :

$$Z_f = \frac{E_{el}h_{el}(h_{el} + h_s) + c_{11}^E h_p(h_p + h_s + 2h_{el}) + E_{el}h_{el}(h_{el} + h_s + 2h_{el} + 2h_p)}{2(E_s h_s + E_{el}h_{el} + c_{11}^E h_p + E_{el}h_{el})} + \frac{h_s}{2} \quad (84)$$

Avec,

$$c_{11}^E = \frac{E_p(1 - \nu)}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)} \quad (85)$$

Le terme c_{11}^E correspond au premier terme de la matrice de rigidité à champ constant. La formule ci-dessus n'est valable que dans le cas isotrope.

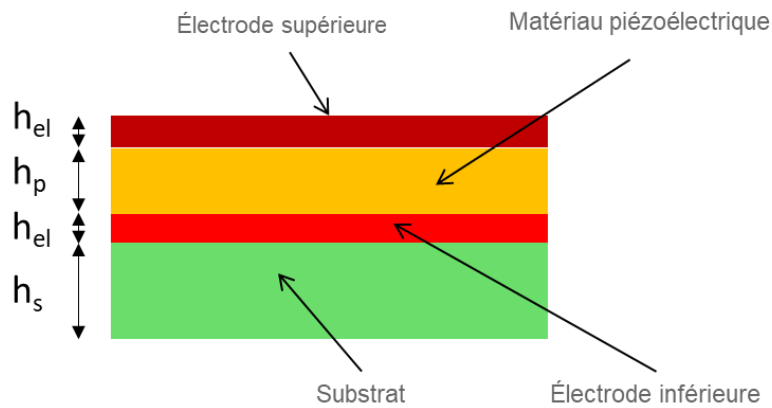


Figure 45: Empilement avec épaisseurs d'un bilame piézoélectrique non symétrique.

Pour le calcul de la fibre neutre, on fixe l'épaisseur du substrat de verre à 700 μm , ce qui correspond à l'épaisseur des substrats de verre que nous utiliserons. Les électrodes seront prises en argent avec une épaisseur de 10 μm . Ce type d'électrode correspond à celles proposées pour les céramiques APC. Celles-ci n'ont qu'un effet mineur sur la position de la fibre neutre.

Les caractéristiques de l'empilement étudié sont résumées dans le Tableau 11. Nous allons étudier la position de la fibre neutre lorsque l'épaisseur de la céramique (h_p) varie de 100 μm à 1 mm. Les résultats obtenus sont reportés sur la Figure 46. On observe une augmentation linéaire de la position de la fibre neutre jusqu'à dépasser la valeur de l'épaisseur du substrat (représentée en pointillé rouge sur le graphe). Cela correspond à la limite pour laquelle la fibre neutre se trouve dans le substrat. Afin de bénéficier de l'effet bilame, il est donc nécessaire d'avoir une épaisseur de céramique inférieure à 600 μm .

Tableau 11: Caractéristiques de l'empilement piézoélectrique étudié.

Couches	Matériaux	Epaisseurs	Module d'Young
Electrode supérieure	Argent	10 μm	83 GPa
Céramique	PZT	h_p	63 GPa
Electrode inférieure	Argent	10 μm	83 GPa
Substrat	Verre	700 μm	73,6 GPa

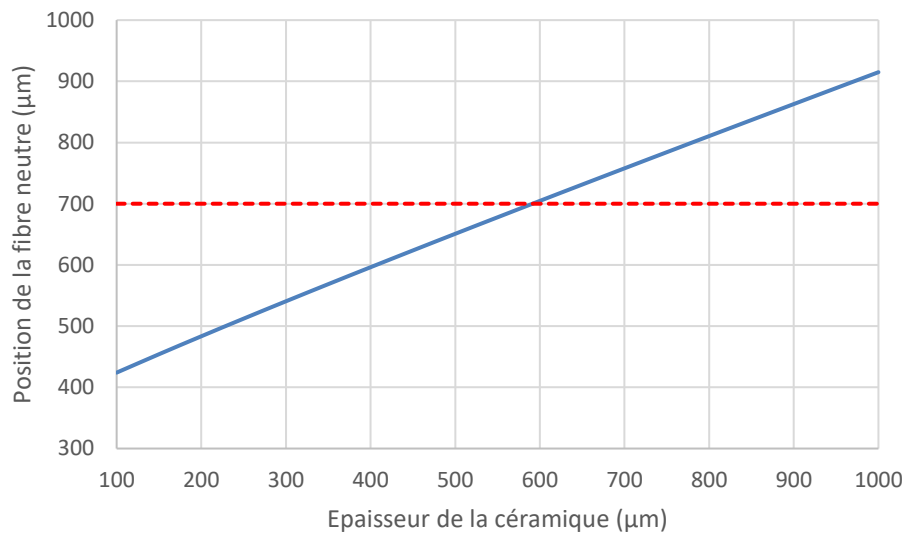


Figure 46: Evolution de la position de la fibre neutre en fonction de l'épaisseur de la céramique (bleu), l'épaisseur du substrat est représentée en pointillé rouge.

III.2.4. Mode d'actionnement des actionneurs piézoélectriques

Pour dimensionner au mieux les actionneurs, il faut prendre en compte leur stratégie d'intégration et leur mode de fonctionnement. En particulier, dans le cas des céramiques piézoélectriques commerciales, fournies avec leur électrodes supérieure et inférieure, se pose la question de la connexion électrique de l'électrode inférieure collée sur le substrat.

Pour simplifier l'intégration des céramiques, une possibilité est de n'utiliser que l'électrode supérieure, plus facilement accessible. Pour cela, on propose de séparer cette électrode en deux électrodes supérieures distinctes comme le montre la Figure 47. Il s'agit d'un design à mi-chemin entre une utilisation classique en d_{31} et l'utilisation d'électrodes interdigitées [132], [133]. Au lieu d'appliquer un champ électrique alternatif entre les électrodes inférieures et supérieures, on impose alors une différence de potentiel entre les deux électrodes supérieures. Dans cette configuration d'électrode et pour une séparation de 200 μm entre les deux électrodes supérieures, le champ de claquage des céramiques PZT est évaluées dans l'air à 3 V/ μm ce qui nous donne une tension de claquage d'environ 600 V.

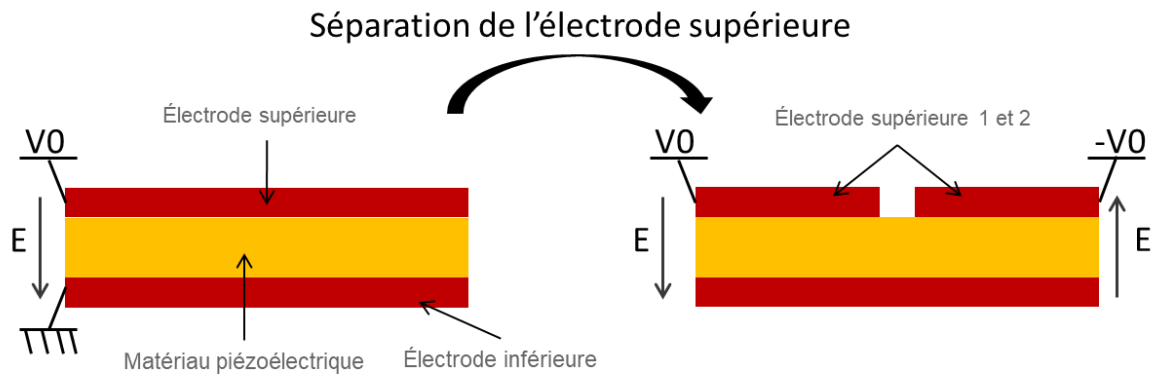


Figure 47: Schéma représentatif de la séparation de l'électrode supérieure avec la représentation des champs électriques attendus.

III.2.4.1. Etudes électriques des actionneurs

Pour valider cette configuration d'actionnement, on réalise une étude FEM sous Comsol de la céramique dans cette configuration. On s'intéresse à une coupe en 2D de la céramique avec séparation des électrodes supérieures (Figure 48). On effectue des études électriques stationnaires du comportement de la céramique pour différentes conditions électriques appliquées aux électrodes. Dans toute cette partie, on considèrera une céramique de 300 μm d'épaisseur et de 3 mm de largeur.

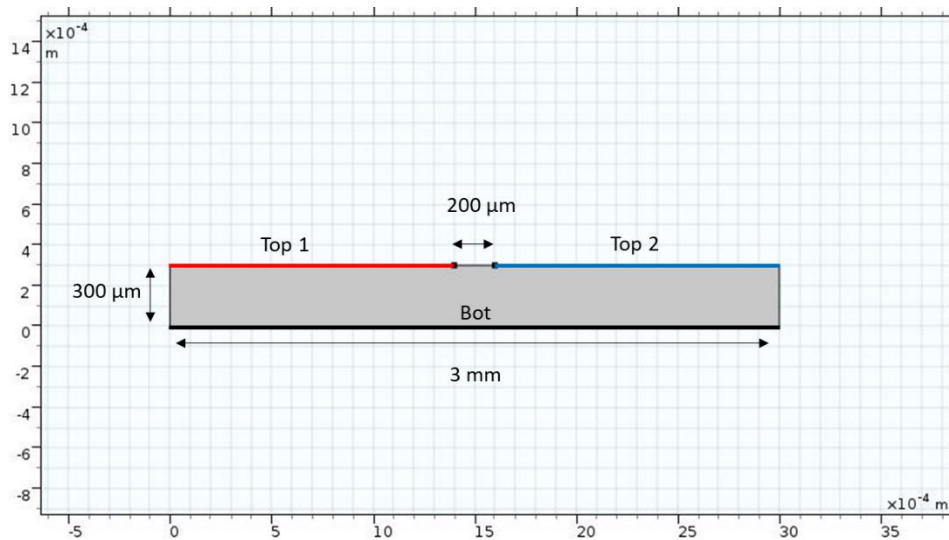


Figure 48: Géométrie de la céramique étudiée sous Comsol.

Nous allons simuler la répartition du potentiel électrique à l'intérieur de la céramique et ainsi tracer les lignes de champs ($E = -grad(V)$) ou de polarisation pour finalement définir la déformation de la céramique dans cette configuration.

On s'intéresse à différents cas d'étude, correspondant à plusieurs conditions d'actionnement. On appellera par la suite les deux électrodes supérieures, Top 1 et Top 2 ainsi que l'électrode inférieure Bot. Toutes les configurations étudiées sont présentées en Annexe 3.

En particulier, le cas présentant une alimentation asymétrique entre les deux électrodes supérieures nous intéresse tout particulièrement. Il est décrit de la façon suivante.

Conditions aux électrodes :

- Top 1 : $V = -V_0 = -1$ V
- Top 2 : $V = V_0 = 1$ V
- Bot : Potentiel flottant

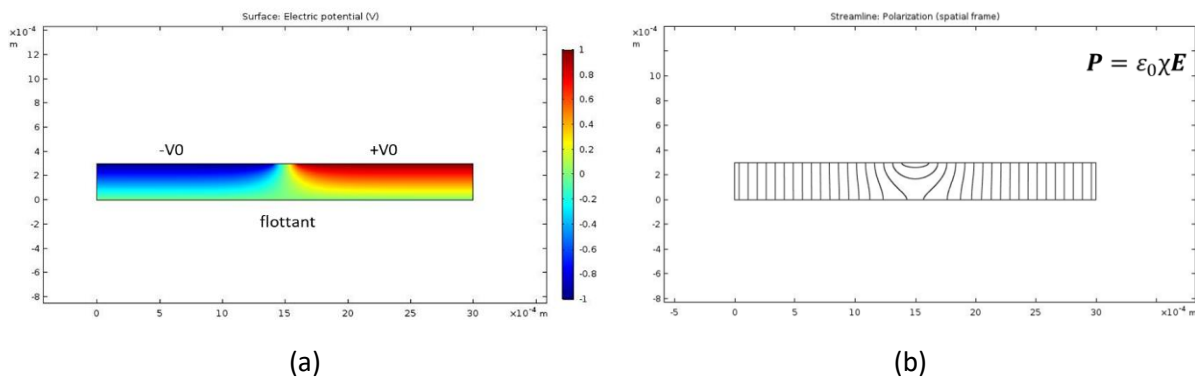


Figure 49 : (a) Répartition du potentiel électrique à l'intérieur de la céramique, (b) lignes de polarisation pour le 4^{ème} cas d'étude.

La Figure 49 montre que cette configuration en alimentation asymétrique induit un potentiel de l'électrode inférieure à 0 V, que l'on peut considérer comme une masse pour notre système, et un champ électrique optimal au sein du matériau piézoélectrique. Il s'agit de la configuration optimale que nous considérerons par la suite.

III.2.4.2. Etudes des déformations statiques

Pour confirmer le bon mode de fonctionnement des céramiques dans une configuration d'alimentation asymétrique, on s'intéresse cette fois-ci aux déflexions statiques engendrées par l'actionnement de la céramique. Pour cela, on étudie le déplacement d'un système de double poutre actionné par une céramique, en appliquant ± 1 V. Ce modèle est présenté dans la Figure 50. On considère ici, deux poutres de 5 mm de longueur pour une longueur totale de 10 mm encastée en son centre.

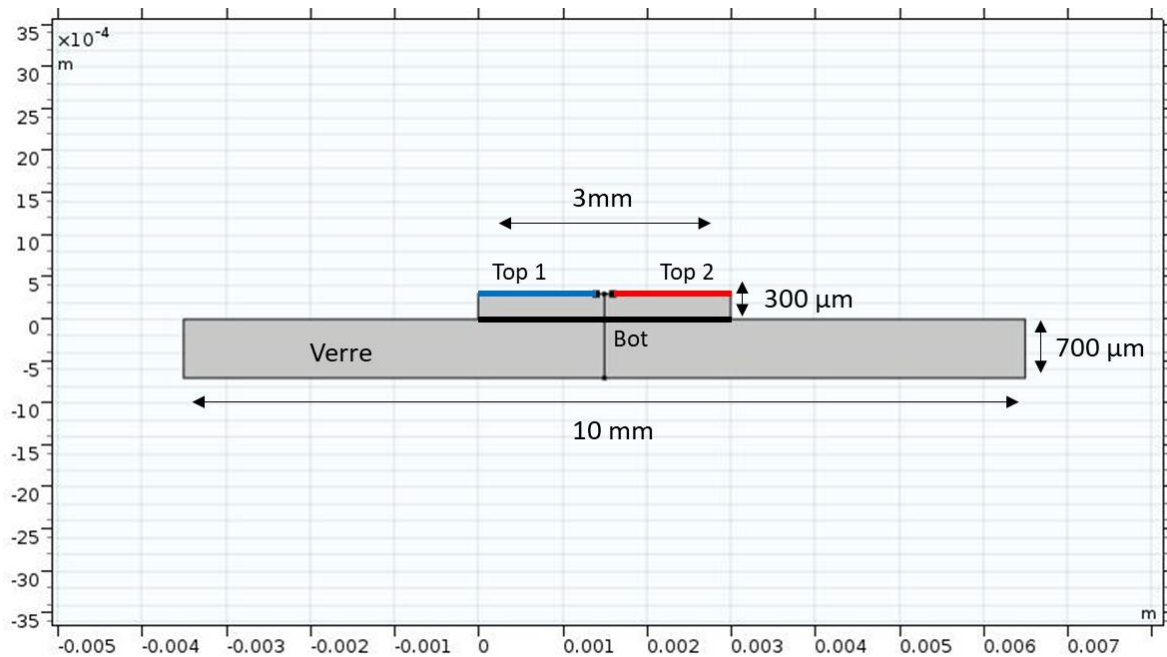


Figure 50: Modèle 2D d'une double poutre actionnée par une céramique en configuration asymétrique.

L'objectif de cette étude est de valider le déplacement hors plan généré par la céramique afin de déduire une règle de positionnement des actionneurs selon le mode de vibration recherché.

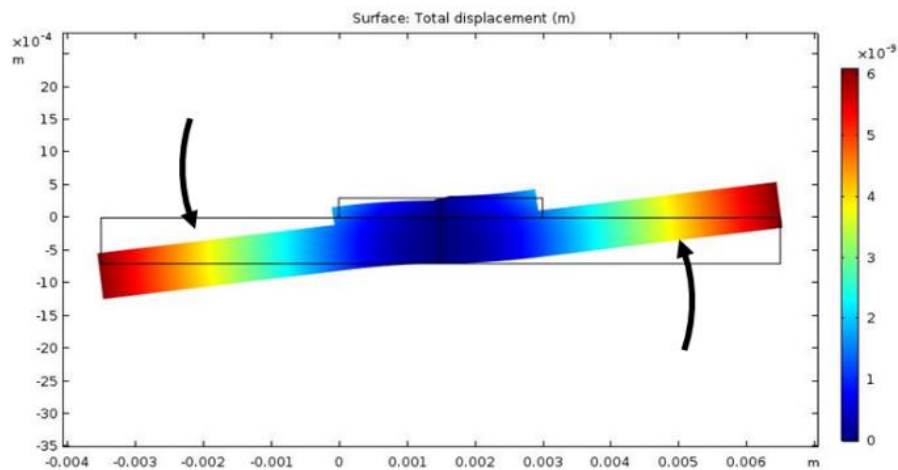


Figure 51: Visualisation 2D du déplacement statique généré par une céramique en configuration d'alimentation asymétrique.

La Figure 51 représente le déplacement total des deux poutres sous actionnement. On observe une déflexion opposée entre les deux poutres. En effet, la compression d'une partie de l'actionneur entraîne par effet bilame la poutre qui se déplace alors « vers le haut » et inversement pour l'autre partie de l'actionneur. La position correspondant au milieu de la céramique est un point d'inflexion de la structure.

Pour une structure vibrante et en particulier pour obtenir la déformée d'un mode de Lamb antisymétrique, les points d'inflexion correspondent aux nœuds de vibrations de la structure. Cette information, nous donne notre règle de design pour le positionnement des céramiques, celles-ci doivent être centrées sur un des nœuds de vibration du mode souhaité. Nous allons mettre en œuvre cette règle dans la section suivante, en recherchant par simulation FEM les positions et dimensions optimales des céramiques afin d'obtenir un maximum de déplacement du substrat pour les ondes de Lamb considérées.

III.2.5. Dimensionnement des actionneurs

Dans cette partie, on s'intéresse au dimensionnement des actionneurs (longueur et largeur) afin qu'ils puissent générer les ondes de Lamb recherchées. On étudie également leur position sur la plaque. On utilisera le logiciel de simulation par éléments finis COMSOL.

III.2.5.1. Modèle

Etant donné que les céramiques disponibles dans le marché pouvant correspondre à notre système présentent des épaisseurs du même ordre de grandeur que la plaque de verre (de 200 μm à 600 μm), elles ne peuvent pas être négligées dans l'étude des fréquences propres du système, qui permet de trouver les fréquences de résonance des modes de Lamb. Cela oblige à réaliser deux études FEM successives : une étude des fréquences propres suivie d'une étude fréquentielle à ces fréquences de résonance permettant de trouver le déplacement généré.

Afin d'obtenir des valeurs de déplacement cohérentes et faciliter la convergence des études, on ajoute un amortissement sous la forme d'un amortissement de Rayleigh à l'étude FEM.

Le modèle de l'amortissement de Rayleigh prend la forme suivante :

$$C = \alpha K + \beta M \quad (86)$$

L'amortissement C comprend un terme lié à la rigidité K et un terme dépendant de la masse M. Il est possible également d'écrire cette équation en fonction du taux d'amortissement ξ et de la pulsation ω selon l'équation (87).

$$\xi_n = \frac{\alpha}{2} \frac{1}{\omega_n} + \frac{\beta}{2} \omega_n \quad (87)$$

Pour établir les taux d'amortissement et les fréquences de résonance associées, on étudie une plaque de silicium de dimensions 4 cm par 3 cm sur laquelle on effectue des mesures au vibromètre laser permettant d'extraire deux fréquences de résonances et facteurs de qualité pour des modes de Lamb comprenant 6 nœuds et 10 nœuds de vibration.

En connaissant ces deux fréquences de résonance (f_1 , f_2) et les taux d'amortissements associés aux facteurs de qualité à -3 dB (ξ_1 et ξ_2 tels que : $\xi = 1/(2Q)$) on peut déterminer l'équation de l'amortissement de Rayleigh et l'implémenter au modèle FEM. Les fréquences et amortissements utilisés sont notés dans le Tableau 12.

Tableau 12: Paramètres associés à l'amortissement du modèle FEM.

Amortissement de Rayleigh	
Caractéristiques mesurées	Valeurs dans l'air
f_1	44334
Q_1	89
ξ_1	0,0056
f_2	152530
Q_2	200
ξ_2	0,0025

Comme présenté dans le chapitre II, nous considérons une plaque de verre de dimension 4 cm par 3 cm et d'épaisseur 700 μm . Nous étudions une plaque libre – libre, sans conditions mécaniques de maintien. Nous choisissons de dimensionner deux colonnes d'actionneurs disposées de chaque côté de la plaque afin de laisser une zone centrale totalement transparente, ce qui est intéressant pour réaliser des observations biologiques. Vu la géométrie du mode et de la plaque, nous privilégions des actionneurs rectangulaires, parallèles aux bords de la plaque. Le schéma du système à dimensionner est présenté à la Figure 52.

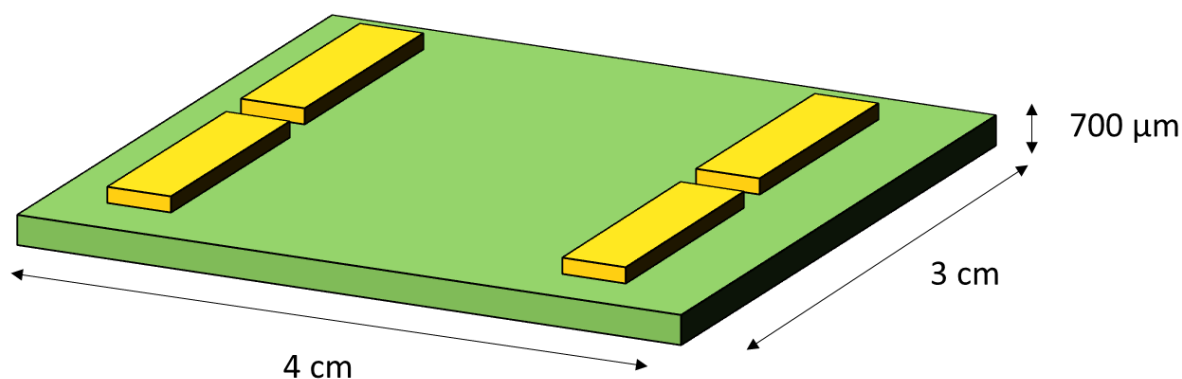


Figure 52 : Schéma du système ondes de Lamb comprenant une plaque de verre et deux colonnes d'actionneurs à dimensionner.

Grâce aux symétries du système, il est plus efficace d'étudier par simulations FEM un quart de plaque pour gagner en temps de calcul. Le schéma du quart de plaque étudié pour l'étude du positionnement et de la taille des actionneurs est présenté par la Figure 53.

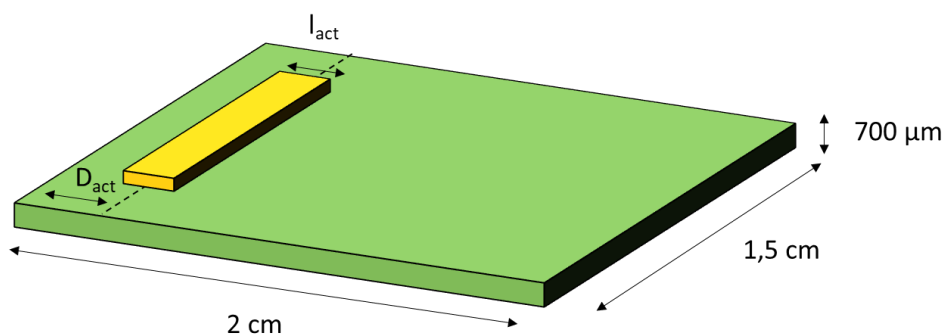


Figure 53: Schéma du principe de l'étude du dimensionnement des actionneurs piézoélectriques sur un quart de plaque.

A partir de ce modèle FEM, on cherche à optimiser la position de l'actionneur sur la plaque de verre en faisant varier la distance entre le bord de la plaque et le milieu de l'actionneur notée D_{act} , mais également à étudier l'influence de la largeur de l'actionneur en modifiant la valeur de l_{act} . La géométrie du modèle FEM complet développé sous Comsol est présentée en Figure 54. Seulement un quart de cette plaque est étudié.

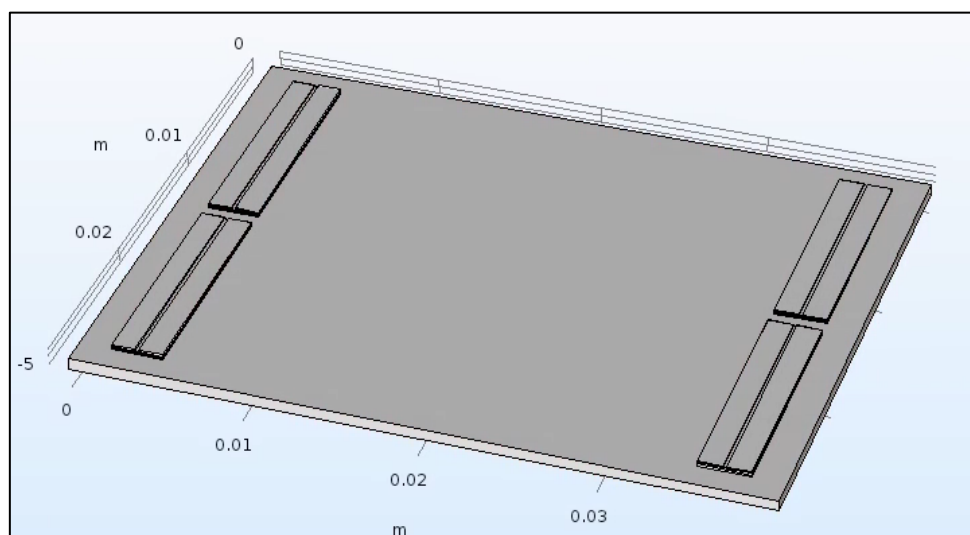


Figure 54: Géométrie complète du modèle FEM développé sous Comsol.

III.2.5.2. Etude modale

On réalise tout d'abord une étude modale permettant de déterminer les fréquences de résonance des modes de Lamb étudiés comme cela est le cas dans le chapitre II.

Pour cette étude de dimensionnement, on cherche à optimiser ces paramètres pour la génération d'ondes de Lamb antisymétriques comprenant 12 nœuds de vibration. Dans un deuxième temps, on s'intéresse à un mode plus haute fréquence avec l'étude du mode de Lamb comprenant 16 nœuds de vibration.

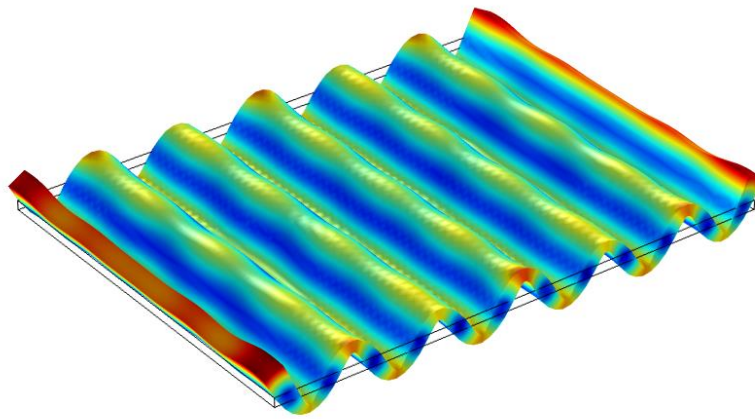


Figure 55: Visualisation d'un mode de Lamb 12 nœuds sous Comsol.

L'étude modale permet de connaître les longueurs d'ondes des modes que l'on souhaite générer, ces résultats sont présentés dans le Tableau 13.

Tableau 13: Longueurs d'onde et fréquences de résonance des modes de Lamb.

Nombre de nœuds de vibration	Longueur d'onde (mm)	Fréquence de résonance (Hz)
12	6.96	140850
16	5.16	245549

Etant donné l'étude précédente sur le fonctionnement des céramiques dans une configuration comprenant deux électrodes supérieures, on sélectionne les céramiques disponibles dans le commerce, correspondantes à des dimensions respectant les règles de design, c'est-à-dire de largeur inférieure à la moitié de la longueur d'onde et avec une épaisseur inférieure à 600 μm . Les céramiques sont proposées dans le Tableau 14.

Tableau 14: Listes des céramiques piézoélectriques compatibles pour le système de Lamb libre-libre.

Fournisseur	Dimensions	d_{31}	ϵ_r	Module d'Young
PI Ceramic	9,8 x 2,5 x 0,5 mm ³	-180 pm/V	1750	62 GPa
PI Ceramic	9 x 2,5 x 0,5 mm ³	-180 pm/V	1750	62 GPa
American Piezo	6,4 x 3,2 x 0,5 mm ³	-175 pm/V	1900	63 GPa
American Piezo	10 x 3,05 x 0,25 mm ³	-125 pm/V	1275	80 GPa
American Piezo	10 x 3,08 x 0,37 mm ³	-175 pm/V	1900	83 GPa
American Piezo	13 x 3 x 0,3 mm ³	-175 pm/V	1900	63 GPa

III.2.5.3. Position des actionneurs : étude harmonique

Pour l'étude de la position du centre de l'actionneur sur la plaque, on choisit une céramique de taille donnée, puis on fait varier la distance entre son centre et le bord de la plaque. On considère une céramique de longueur $L_{act}=13$ mm, de largeur $l_{act}=3$ mm et d'épaisseur 300 μ m. Etant donné le fonctionnement électrique de la céramique vu précédemment, on fait varier sa position par rapport au bord de la plaque par pas de 100 μ m sur un intervalle centré sur un nœud de vibration entre 3,3 mm et 5,3 mm. La structure est actionnée par une différence de potentiel de ± 1 V appliquée entre les deux électrodes supérieures.

L'amplitude de déplacement est extraite au centre de la plaque, sur un maximum de vibration pour chaque position de la céramique. Les résultats obtenus sont tracés dans la Figure 56.

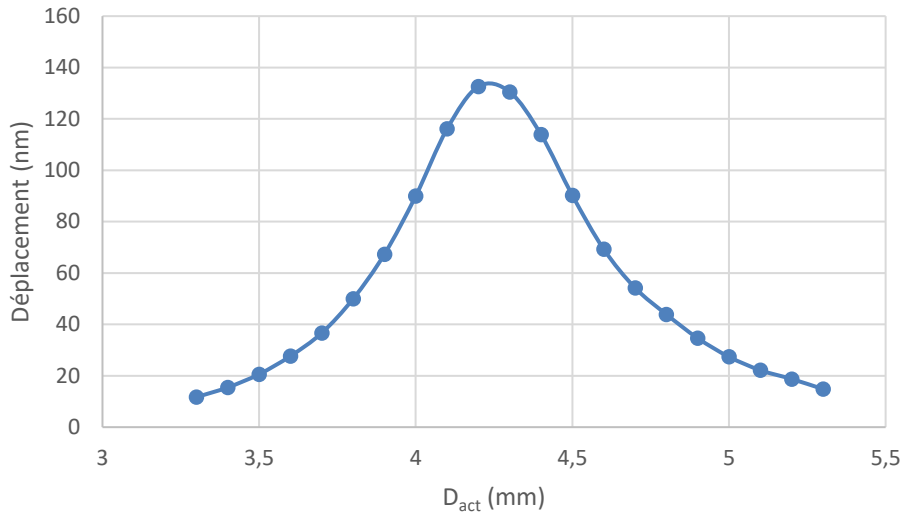


Figure 56: Déplacement au centre de la plaque en fonction de la distance de l'actionneur par rapport au bord de plaque, obtenu par FEM.

On observe un maximum de déplacement obtenu pour une valeur de D_{act} comprise entre 4,2 et 4,3 mm ce qui correspond à la position d'un nœud de vibration pour le mode de Lamb comprenant 12 nœuds.

On confirme ce résultat en traçant le profil de déplacement obtenu sur toute la largeur de l'actionneur en Figure 57. Le milieu de la céramique coïncide avec un nœud de vibration. Ce résultat confirme l'étude précédente sur le fonctionnement électromécanique de la céramique. Pour le mode de Lamb comprenant 12 nœuds, on fixe donc D_{act} à 4,3 mm.

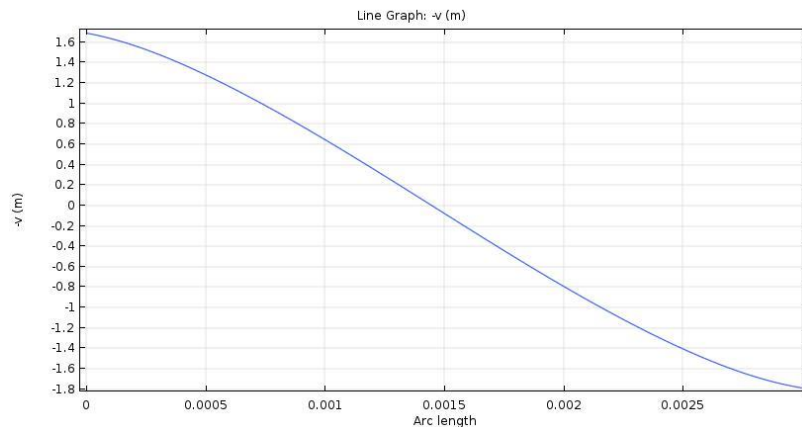


Figure 57: Profil du déplacement de l'actionneur sur toute sa largeur pour un mode de Lamb 12 nœuds.

Pour le second design plus haute fréquence, correspondant à un mode de Lamb comprenant 16 nœuds de vibration, le deuxième nœud de vibration de ce mode se situe à 3,4 mm du bord de la plaque, ce qui nous donne la position centrale de l'actionneur pour ce mode. Le profil de l'actionneur obtenu par FEM est présenté en Figure 58.

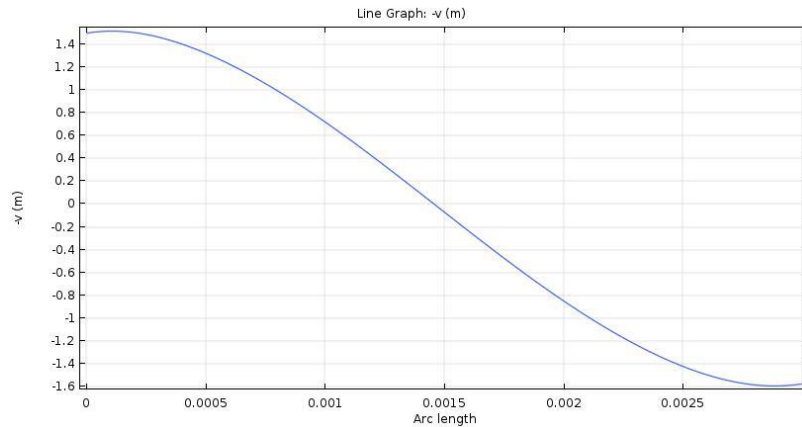


Figure 58 : Profil du déplacement de l'actionneur sur toute sa largeur pour un mode de Lamb 16 nœuds.

Les résultats de cette étude sur le positionnement sont résumés dans le Tableau 15. Etant donné la symétrie du système, la position de la seconde colonne d'actionneurs est également déterminée.

Tableau 15: Résultats FEM pour le positionnement des céramiques.

Mode de Lamb	Position de la première colonne d'actionneurs (D_{act})	Position de la seconde colonne d'actionneurs ($L - D_{act}$)
12 nœuds	4,3 mm	35,7 mm
16 nœuds	3,4 mm	36,6 mm

III.2.5.4. Dimensions des actionneurs

A partir des résultats du paragraphe précédent, on fixe la position des actionneurs sur un nœud de vibration. Basé sur cette géométrie, on fait varier la largeur de l'actionneur par pas de 100 μm entre 2 mm et 4,4 mm, ce qui correspond à une valeur plus importante que la demi longueur d'onde du mode à 12 nœuds. De la même façon que précédemment, on extrait le déplacement au centre de la plaque pour chaque valeur de largeur d'actionneur.

Les résultats obtenus pour le mode 12 nœuds sont présentés en Figure 59. On observe une augmentation du déplacement généré jusqu'à une largeur de 3,5 mm de l'actionneur puis au-delà de cette valeur une légère diminution. Cette valeur de 3,5 mm correspond à la demi longueur d'onde du mode de Lamb 12 nœuds, c'est-à-dire que pour des valeurs plus importantes, les extrémités de l'actionneur dépassent du ventre de vibration, ce qui explique la diminution de l'amplitude de déplacement pour des valeurs plus grandes.

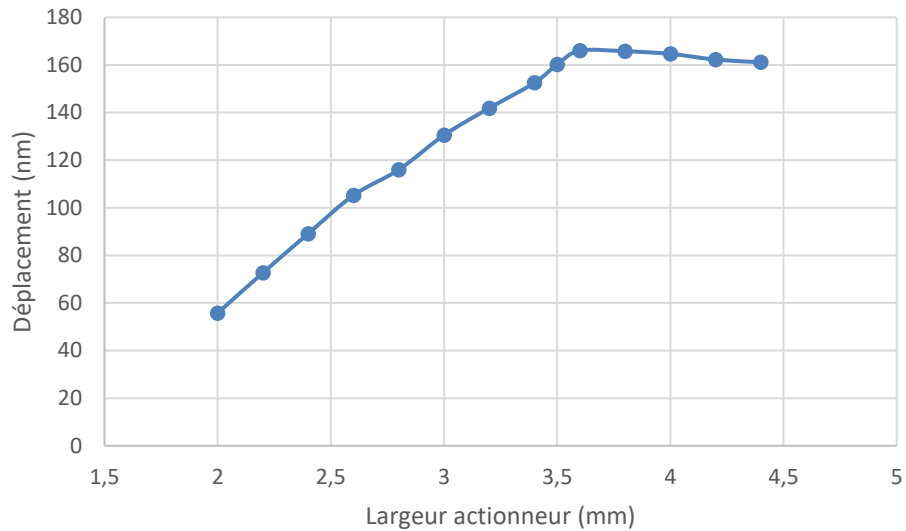


Figure 59: Déplacement du mode de Lamb 12 nœuds au centre de la plaque en fonction de la largeur de l'actionneur, obtenu par FEM.

Cette étude nous donne la deuxième règle de design pour les actionneurs céramiques. La largeur optimale des céramiques est égale à la demi-longueur d'onde du mode de Lamb souhaité. Les largeurs induisant le maximum d'amplitude de déplacement pour les deux modes de Lamb étudiés sont notées dans le Tableau 16.

Tableau 16: Résultats FEM pour la largeur optimale des céramiques.

Mode de Lamb	Largeur optimale de la céramique l_{act}
12 nœuds	3,48 mm
16 nœuds	2,58 mm

III.2.5.5. Choix des céramiques piézoélectriques

A partir des résultats issus des paragraphes précédents, les céramiques idéales présentent une épaisseur inférieure à 600 μm , une largeur de 3,48 mm pour le mode de Lamb 12 nœuds.

L'étude des produits disponibles chez les fournisseurs potentiels de céramiques nous amène à sélectionner les céramiques suivantes (Tableau 17) qui répondent à nos spécifications.

Tableau 17: Listes de céramiques piézoélectriques disponibles sur le marché.

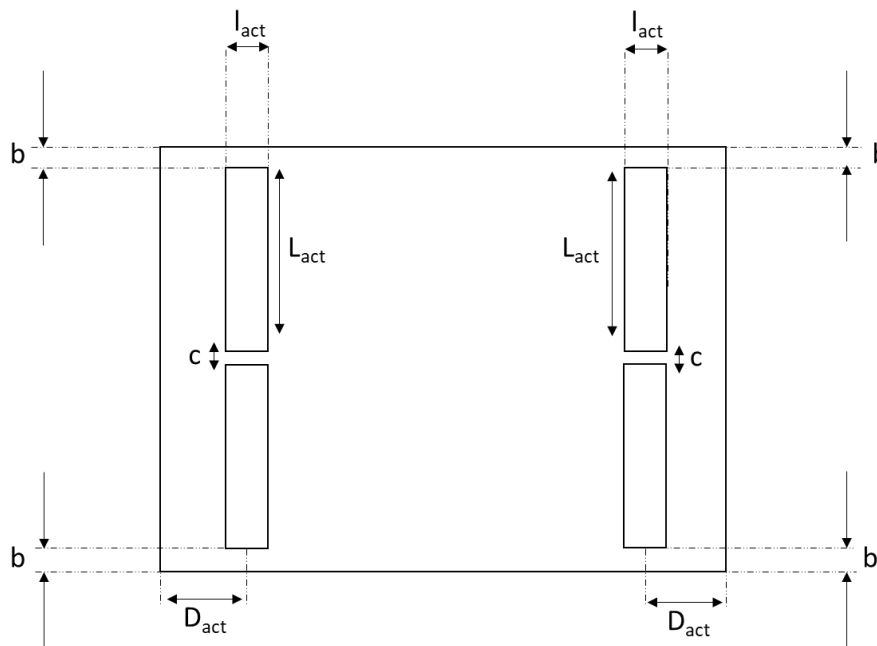
Fournisseur	Dimensions	d_{31}	ϵ_r	Module d'Young
PI Ceramic	9,8 x 2,5 x 0,5 mm ³	-180 pm/V	1750	62 GPa

PI Ceramic	9 x 2,5 x 0,5 mm ³	-180 pm/V	1750	62 GPa
American Piezo	6,4 x 3,2 x 0,5 mm ³	-175 pm/V	1900	63 GPa
American Piezo	10 x 3,05 x 0,25 mm ³	-125 pm/V	1275	80 GPa
American Piezo	10 x 3,08 x 0,37 mm ³	-175 pm/V	1900	83 GPa
American Piezo	13 x 3 x 0,3 mm ³	-175 pm/V	1900	63 GPa

Le choix se porte finalement sur les céramiques APC de dimensions 13 mm x 3 mm x 300 µm.

Ces céramiques choisies pour le mode de Lamb 12 nœuds seront également utilisées pour le design de la plaque plus haute fréquence correspondant à la génération d'onde de Lamb comprenant 16 nœuds de vibration.

Les schémas des designs des deux plaques de Lamb à fabriquer sont détaillés en Figure 60.



Nom	Mode	Dalle de verre	L _{act} (µm)	l _{act} (µm)	D _{act} (µm)	b (µm)	c (µm)
12N	Lamb 12 nœuds	40x30mm ²	13000	3000	4300	1500	1000
16N	Lamb 16 nœuds	40x30mm ²	13000	3000	3400	1500	1000

Figure 60 : Schéma du design final des plaques de Lamb 12N et 16N.

III.3. FABRICATION DU SYSTEME LAMB LIBRE-LIBRE

III.3.1. Etapes de fabrication

Dans cette section, les différentes étapes de fabrication du système seront présentées.

- Préparation des céramiques

Afin d'utiliser les céramiques piézoélectriques dans la configuration choisie, il est nécessaire de séparer l'électrode supérieure en deux. Pour les céramiques retenues, les électrodes d'argent présentent sur chaque face ont une épaisseur d'environ 10 μm .

Pour ce faire, on réalise une découpe partielle de la céramique correspondant à la découpe de l'électrode supérieure d'argent au CIME Nanotech. La découpe doit être au minimum de 10 μm afin d'avoir une isolation électrique entre les deux électrodes. Le chemin de séparation de la découpe donné par la dimension de la lame utilisée est d'environ 200 μm (Figure 61).

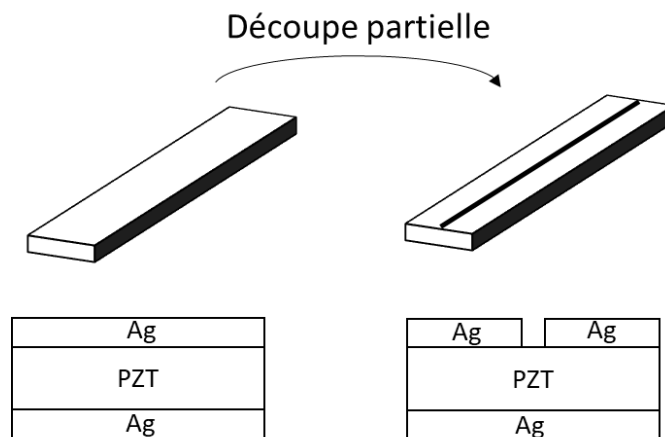


Figure 61: Schéma 3D et en coupe de la découpe partielle de l'électrode supérieure.

Afin de vérifier la bonne séparation des électrodes, on réalise une mesure au multimètre pour valider qu'il n'y a pas de court-circuit.

- Préparation de la plaque de verre

Pour le choix du substrat de verre, on réalise une découpe d'un wafer de verre 200 mm selon les dimensions souhaitées de 40 mm par 30 mm selon le schéma suivant.

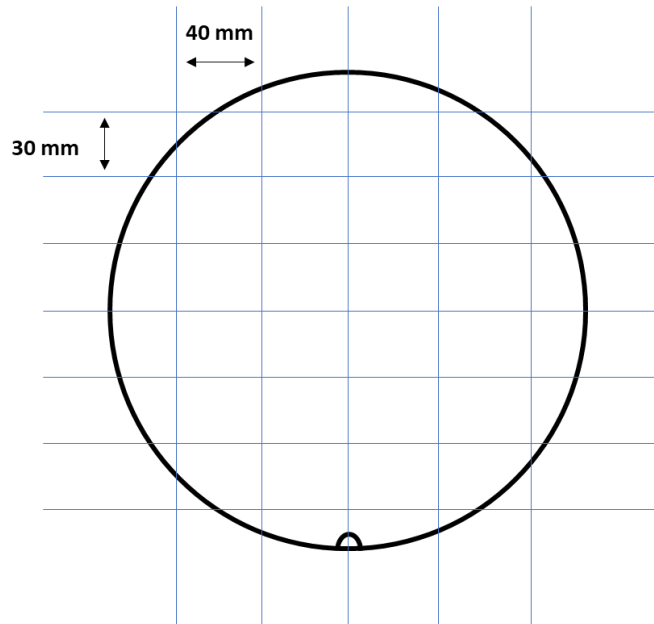


Figure 62: Illustration de la découpe du wafer de verre 200 mm.

Ce procédé permet pour chaque wafer d'obtenir jusqu'à 20 plaques de verre.

- Collage des céramiques

Afin de coller les céramiques sur la plaque de verre, on fabrique un moule plastique présentant des encoches aux positions des actionneurs selon les designs établis (Figure 63).

De la colle époxy UV (Master Bond UV15X-2), déposée dans les encoches, est utilisée pour le collage des céramiques. La colle est soumise aux ultraviolets pendant 15 secondes pour la réticulation puis le système est mis à l'étuve à 80°C pendant 1h.

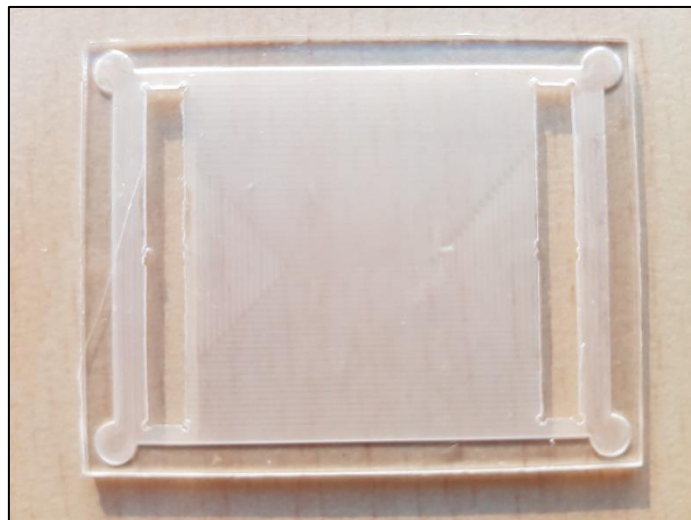


Figure 63: Moule en plastique pour le positionnement des céramiques.

Après vérification de l'homogénéité de la répartition de la colle sur la surface inférieure de la céramique, on obtient une plaque de verre comprenant 4 actionneurs disposés en deux colonnes de deux céramiques (Figure 64).

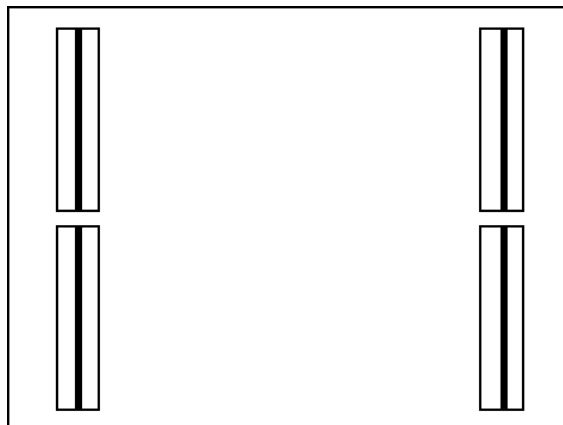


Figure 64: Plaque de verre après collage des céramiques piézoélectriques.

- Reprise des contacts électriques

Pour la reprise des contacts électriques au sein d'une même colonne d'actionneur, on réalise du wedge bonding avec des microfils d'or de 25 μm de diamètre afin de relier les électrodes actionnées au même potentiel entre elles (Figure 65).

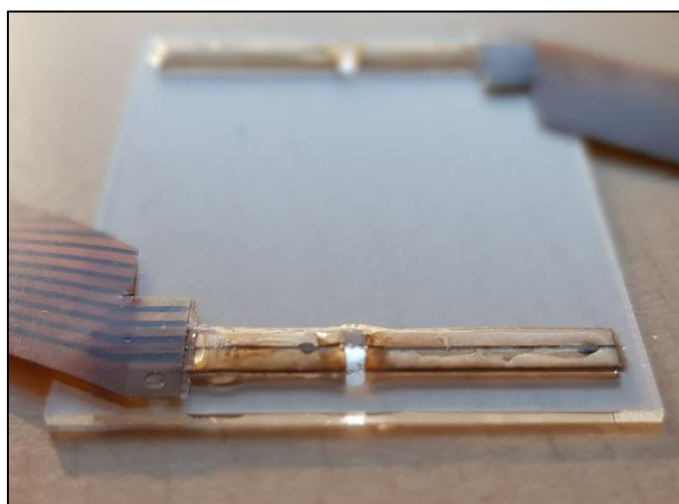


Figure 65: Photo de la plaque après bonding des électrodes d'une même colonne.

Afin de solidifier le bonding et éviter les risques de ruptures en manipulant la plaque, on dépose de la colle époxy UV sur les microfils d'or avant de la faire réticuler.

Les électrodes de chaque colonne seront raccordées à un connecteur flexible appelé FLEX. Il s'agit de câbles en nappe, contenus dans une gaine polymère présentant une ouverture de 24 pistes en or en son extrémité. Ces pistes sont de largeur 500 μm au pas de 1,27 mm. Les deux électrodes supérieures de notre système sont de largeur 1,4 mm et sont écartées de 200 μm , ce qui est adapté pour l'utilisation du FLEX.

Les pistes du FLEX et les électrodes sont reliées par l'utilisation d'ACF (anisotropic conductive film – 3M 9703 - 33X25). Ce film adhésif double face, comprenant des particules d'argent, est déposé sur l'ouverture du FLEX avant d'être pressé contre les électrodes d'argent. Ce film présente l'avantage de pouvoir être pressé à la main (à 0,10 MPa de pression) à température ambiante et donc de s'affranchir de l'utilisation d'une presse thermique.

Chaque colonne d'actionneur est connectée à un FLEX de chaque côté de la plaque, comme le présente la Figure 66, afin de conserver au mieux la symétrie du système. Les FLEX sont ensuite découpés pour ne garder que les pistes qui nous intéressent.

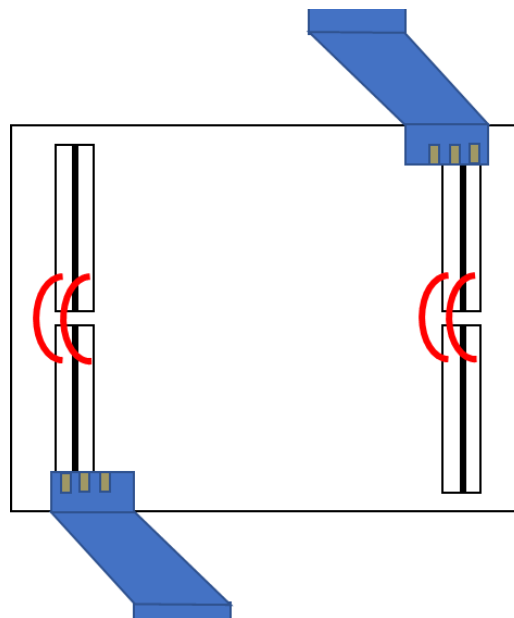


Figure 66 : Schéma du dispositif après reprise des contacts électriques à l'aide d'électronique FLEX.

- Isolation électrique

Souhaitant travailler en milieu liquide, il est nécessaire d'isoler électriquement les électrodes et l'ouverture du FLEX. Pour ce faire, on réalise un dépôt de silicone MED 6010 (50% Part A + 50% Part B) que l'on fait durcir par un recuit de 30 minutes en étuve à 100°C. Le dépôt est effectué en plusieurs fois pour en appliquer sur la totalité de la céramique. L'épaisseur du dépôt final est comprise entre 100 et 500 μm .

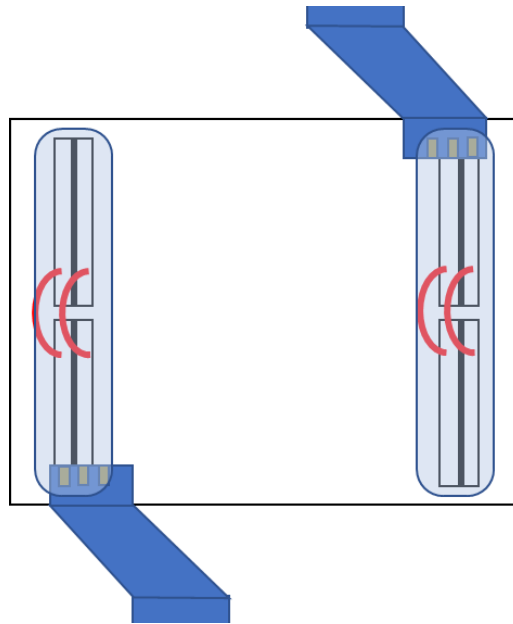


Figure 67: Schéma de la plaque de verre après dépôt du silicium.

De la même façon que précédemment, on vérifie les connexions électriques par une mesure au multimètre.

Le système final est présenté dans la Figure 68.

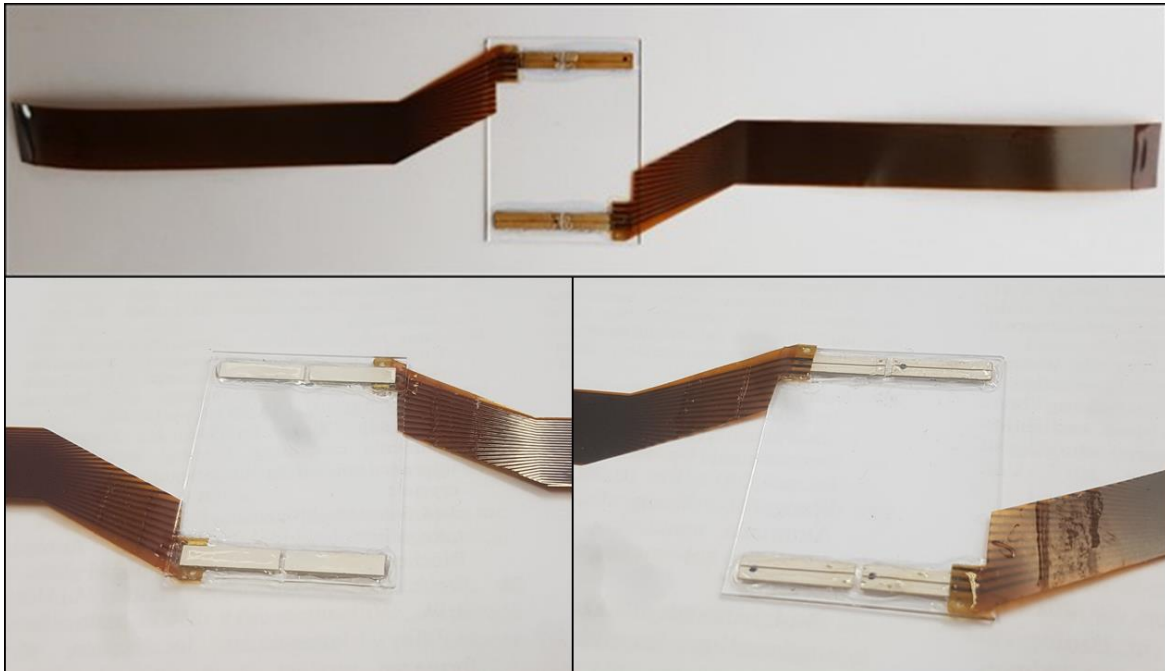


Figure 68: Photographie de la plaque à onde de Lamb 12 nœuds (haut), (gauche) face supérieure, (droite) face inférieure.

III.4. CONDITIONNEMENT DU SYSTEME DANS UN DISPOSITIF FLUIDIQUE

La dernière étape avant utilisation du système est de permettre son utilisation en milieu liquide. Pour cela, il faut intégrer la plaque développée dans un système fluide adapté.

Le rôle de ce packaging est d'accueillir un liquide tout en préservant la liberté de la plaque et en permettant son actionnement. La transparence de la cavité est également une contrainte à prendre en compte.

La cavité présente dans le packaging fluide doit être de dimensions plus importantes que la plaque à ondes de Lamb pour en assurer la totale liberté, comme le montre la Figure 69. Afin de permettre la sortie des FLEX de la cavité fluide, le packaging se décompose en deux parties désolidarisées et pouvant être assemblées par des vis.

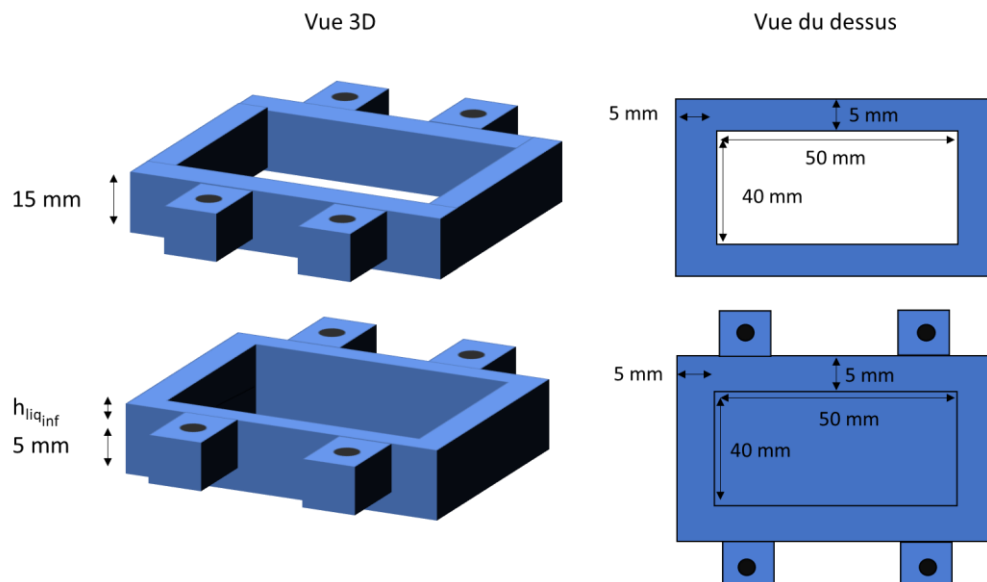


Figure 69: Schéma du design du packaging fluide.

Pour en assurer l'étanchéité, un joint en caoutchouc est réparti tout au long du cadre de la cavité. Le packaging fluide est essentiellement réalisé en plexiglass afin d'assurer sa transparence, propriété utile pour les observations lors des campagnes de mesure.

La plaque est maintenue dans la cavité en utilisant 4 piliers présentant à leur extrémité du scotch adhésif double face en mousse souple pour minimiser la contrainte mécanique. Ces adhésifs sont placés à des nœuds de vibration du mode généré. De ce fait, on considère la plaque comme étant libre de toute contraintes mécaniques.

Deux packagings sont réalisés présentant une seule différence concernant la hauteur à laquelle est suspendue la plaque (h_{liq_inf}). Cela s'est montré utile dans la réalisation d'observation au microscope inversé afin de diminuer la distance entre la plaque et l'objectif. La Figure 70 montre les deux packagings fluidiques fabriqués. Pour le besoin de certaines études, la cavité peut être fermée grâce à un capot en plexiglass.

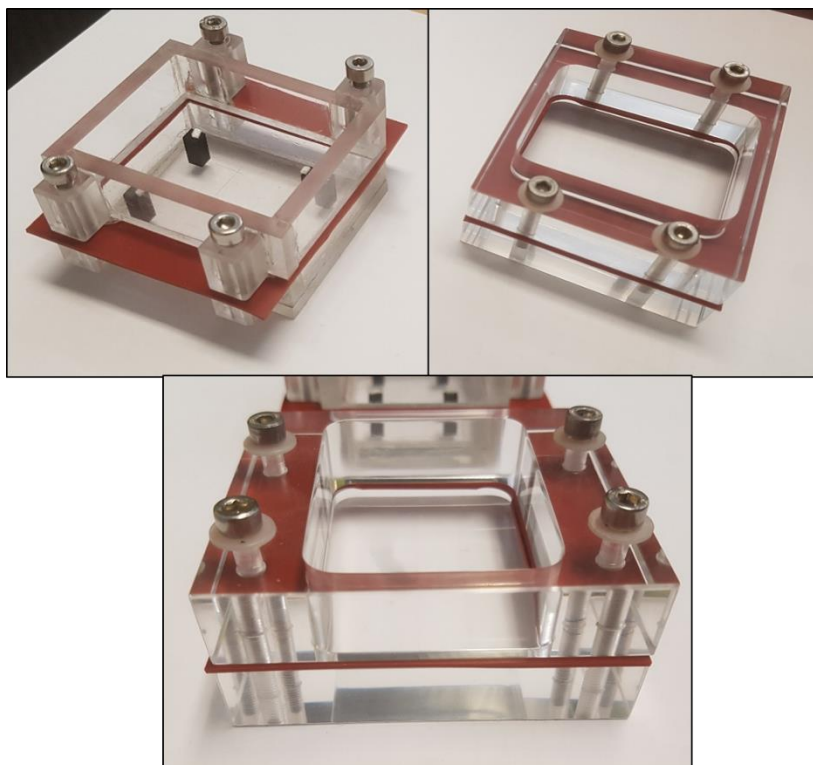


Figure 70: Photographies des deux packagings fluidiques réalisés.

Enfin, un PCB composé d'un connecteur FPC Molex Serie 24 pistes a été conçu, adapté à la connectique du FLEX, et des 24 pistes amenant sur des connecteurs femelles (Figure 71). Le PCB a été fabriqué par Beta Layout.

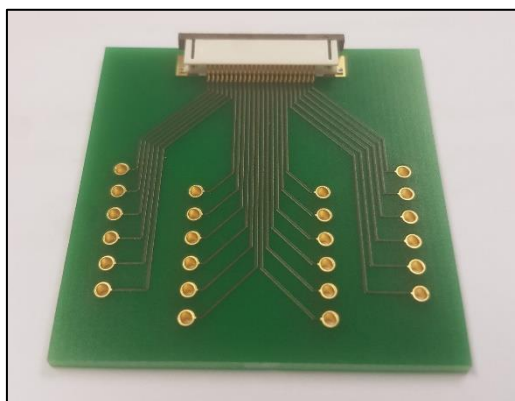


Figure 71: PCB réalisé pour la reprise de contacts de l'électronique flexible.

Ce PCB permet de contrôler individuellement la tension appliquée à chaque électrode.

L'un des avantages du système complet tient du fait que toutes les pièces peuvent être remplacées individuellement. L'assemblage du système complet est présenté dans la Figure 72.

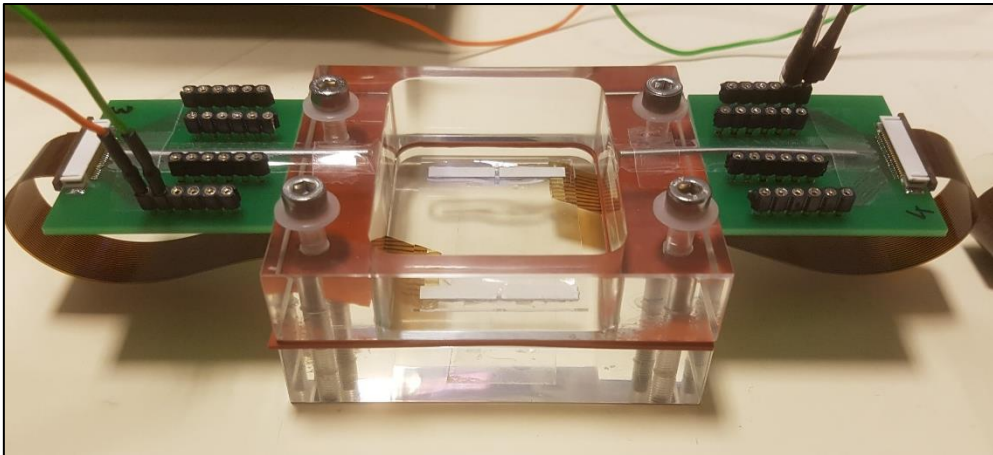
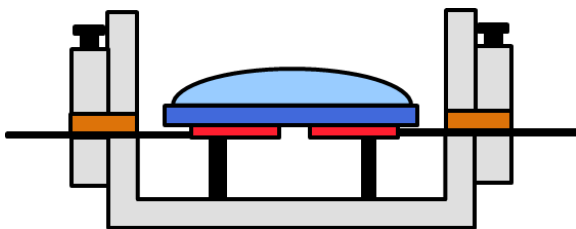


Figure 72: Photographie du système complet assemblé.

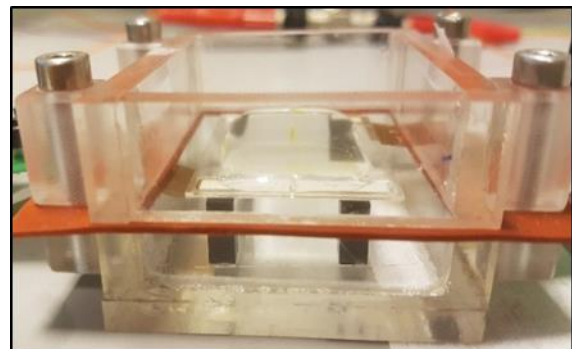
III.4.1. Configuration chargée

Comme présenté dans le chapitre précédent, on va s'intéresser en particulier à deux configurations en milieu liquide : la configuration chargée et la configuration immergée.

Dans le cas de la configuration chargée, la plaque est recouverte de 2 mL de liquide sur sa face supérieure (Figure 73).



(a)



(b)

Figure 73: (a) Schéma de la configuration chargée, (b) Photographie de la configuration chargée.

Cette configuration sera notamment utilisée pour les mesures de densité et viscosité ainsi que pour le dépôt de cellule biologique à la surface de la plaque de verre. Le principal avantage de cette configuration tient dans le fait que l'on n'utilise qu'un faible volume de liquide (2 mL ou moins).

III.4.2. Configuration immergée

La configuration immergée correspond à l'immersion totale de la plaque dans différents volumes de liquide (Figure 74).

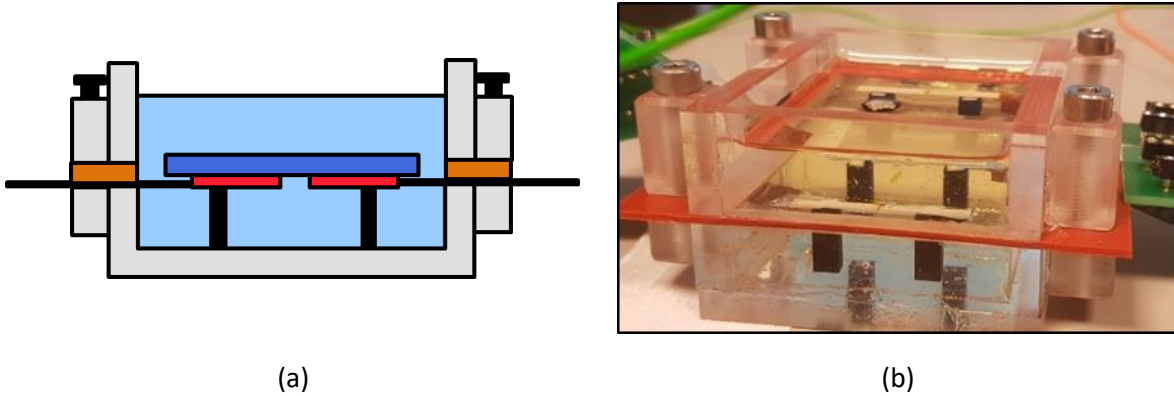


Figure 74: (a) Schéma de la configuration immergée, (b) Photographie de la configuration immergée.

Cette configuration sera notamment utilisée par la suite pour comprendre expérimentalement l'impact du liquide sur la génération des ondes de Lamb. Avec cette configuration, le système est également adapté à une utilisation avec de grands volumes de liquide.

III.5. CONCLUSION

Dans ce chapitre, nous avons présenté l'étude de dimensionnement ainsi que les étapes de fabrication du système à ondes de Lamb libre-libre, nous permettant de répondre à notre cahier des charges. Le choix de la technologie et du matériau des actionneurs s'est porté sur des céramiques en PZT afin de bénéficier d'un cycle de fabrication de courte durée, comparé à des technologies en couches minces. Une étude du comportement électrique des céramiques nous a permis de faire le choix d'utiliser les actionneurs en appliquant un champ électrique alternatif asymétrique entre les deux électrodes supérieures, facilitant l'intégration des actionneurs à la plaque vibrante.

L'étude de la position de la fibre neutre dans notre structure a permis de poser une contrainte sur l'épaisseur maximale de la céramique à utiliser. Le dimensionnement des céramiques a été effectué à travers des études FEM afin de déterminer leur position optimale sur la plaque de verre, mais également pour définir leur largeur correspondant à une amplitude de vibration maximale. Ces études ont été réalisées pour deux designs correspondant à deux modes de Lamb antisymétriques, un mode comprenant 12 nœuds de vibration et un autre, plus haute fréquence, avec 16 nœuds de vibration. Pour générer ces ondes de Lamb, des céramiques de 13 mm de longueur pour 3 mm de largeur et 300 μm d'épaisseur ont été choisies. Ainsi deux designs de plaques ont été développés.

On peut rajouter en perspectives que ce système peut également être réalisé en utilisant des technologies de mise en forme des actionneurs piézoélectriques en couches minces afin de pouvoir produire un plus grand nombre de structures, tout en abaissant les tensions d'actionnement et en s'affranchissant de la problématique de l'intégration des céramiques.

Par la suite, nous avons exposé les étapes de fabrication de la plaque, et de son intégration dans un packaging fluide permettant l'accueil d'un volume de liquide tout en préservant sa liberté de mouvement et en prenant en compte la problématique de reprise des contacts électriques.

Les deux configurations d'étude chargée et immergée ont été présentées. Le système complet ainsi développé est prêt à être mis en fonctionnement. La prochaine étape qui sera présentée dans le chapitre suivant, correspond à la caractérisation électrique et vibratoire du système sous différents environnements.

IV. Comportement vibratoire du système Lamb libre-libre : Caractérisation et post-simulation

SOMMAIRE

IV.1.	Introduction.....	108
IV.2.	Vélocimétrie appliquée à l'étude des vibrations du système Lamb libre-libre.....	108
IV.2.1.	Vibrométrie laser à effet Doppler	108
IV.2.1.1.	Principe de fonctionnement général.....	108
IV.2.1.2.	Correction pour des vibrations en milieu liquide	109
IV.2.1.3.	Méthodologie de mesure	110
IV.2.2.	Résultats vélocimétriques	112
IV.2.2.1.	En air.....	112
IV.2.2.1.1.	Fréquences de résonance	112
IV.2.2.1.2.	Amplitudes de déplacements	115
IV.2.2.2.	Configuration chargée	116
IV.2.2.2.1.	Fréquences de résonance	116
IV.2.2.2.2.	Amplitudes de déplacements	118
IV.2.2.3.	Configuration immergée	119
IV.2.2.3.1.	Fréquences de résonance	119
IV.2.2.3.2.	Amplitudes de déplacements	121
IV.3.	Caractérisation électrique	123
IV.3.1.	Suivi impédancemétrique.....	123
IV.3.2.	Circuit équivalent et extraction des paramètres.....	123
IV.4.	Bilan sur les deux configurations d'étude	129
IV.5.	Conclusion	131

IV.1. INTRODUCTION

Dans ce chapitre, nous allons nous intéresser à l'étude du comportement vibratoire de notre système Lamb libre-libre dans différents environnements, dans l'air et en milieu liquide pour les configurations chargée et immergée. L'objectif est de caractériser les ondes de Lamb générées par le système en termes de fréquences de résonance, d'amplitudes de déplacement et de facteurs de qualité. Pour extraire ces paramètres vibratoires nous allons effectuer une étude vélocimétrique du mouvement de la plaque ainsi qu'une étude électrique permettant de caractériser la vibration grâce à un suivi de l'impédance des actionneurs piézoélectriques. Cette caractérisation nous permettra de valider le modèle des ondes de Lamb ainsi que les choix réalisés pour le design du système.

IV.2. VELOCIMETRIE APPLIQUEE A L'ETUDE DES VIBRATIONS DU SYSTEME LAMB LIBRE-LIBRE

IV.2.1. Vibrométrie laser à effet Doppler

IV.2.1.1. Principe de fonctionnement général

Afin de caractériser au mieux nos systèmes vibratoires en milieu liquide, il est important de comprendre le principe de fonctionnement général de la mesure.

Le vibromètre laser permet de mesurer la vitesse de déplacement d'une vibration par l'effet Doppler. En effet, il s'agit d'une mesure optique basée sur l'utilisation de deux lasers (Figure 75). A partir d'un laser Hélium-Néon de longueur d'onde $\lambda = 633 \text{ nm}$, deux faisceaux lumineux provenant d'une lame semi-séparatrice sont émis. Il s'agit d'un faisceau de référence et d'un faisceau de mesure permettant de réaliser des mesures relatives. Le faisceau venant se réfléchir sur l'échantillon en vibration voit alors sa fréquence être modifiée d'une valeur $f_d = 2v/\lambda$, provenant du décalage Doppler d'un objet en déplacement. Cette modification est directement reliée à sa vitesse de vibration v . Le second faisceau passe quant à lui par une cellule de Bragg, permettant d'augmenter sa fréquence d'une valeur f_b (40 MHz), qui permettra par la suite de connaître la direction de la vitesse. Finalement les deux rayons se rejoignent au niveau du photodétecteur. Avec l'expression des ondes planes progressives harmoniques de référence et de mesure (Equation 88 et 89), l'intensité lumineuse alors reçue s'exprime à basse fréquence en fonction de la différence de fréquence $f_b - f_d$ (Equation 90). Et finalement, par le biais d'une transformée de Fourier rapide, il est possible de déterminer le terme basse fréquence directement relié à la vitesse de vibration hors plan.

$$a_1 = A_1 \cos(2\pi(f_b + f_0) + \theta_1) \quad (88)$$

$$a_1 = A_2 \cos(2\pi(f_d + f_0) + \theta_2) \quad (89)$$

$$I = \langle a_1^2 \rangle + \langle a_2^2 \rangle + A_1 A_2 \langle \cos(2\pi(f_b + f_d + 2f_0) + \theta_1 + \theta_2) + \cos(2\pi(f_b - f_d) + (\theta_1 - \theta_2)) \rangle \quad (90)$$

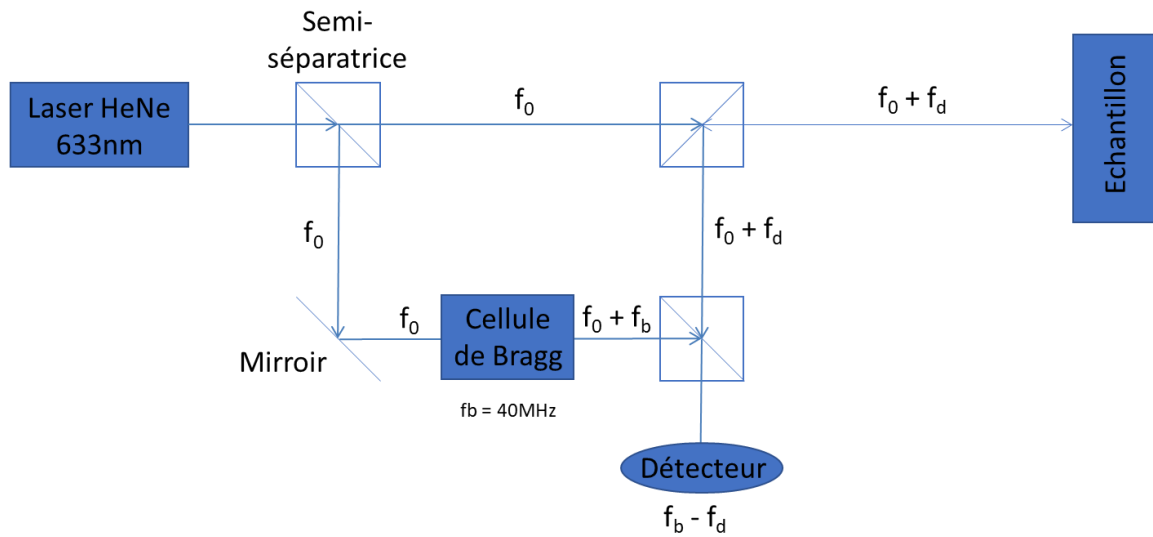


Figure 75 : Schéma optique simplifié d'un vibromètre laser.

IV.2.1.2. Correction pour des vibrations en milieu liquide

Le principe de fonctionnement précédent est valable pour des mesures dans le vide ou dans l'air. Mais lorsque l'échantillon à caractériser est en milieu liquide, une correction sur les mesures est nécessaire.

Lors d'une mesure en milieu liquide, la vitesse mesurée par le vibromètre est erronée. Lors de la conversion du décalage en fréquence f_d en vitesse de vibration de l'échantillon, le vibromètre considère la longueur d'onde originelle du laser dans le vide. Or, lorsque le faisceau change de milieu, sa fréquence reste inchangée mais sa longueur d'onde est modifiée et dépend de l'indice du milieu (Figure 76).

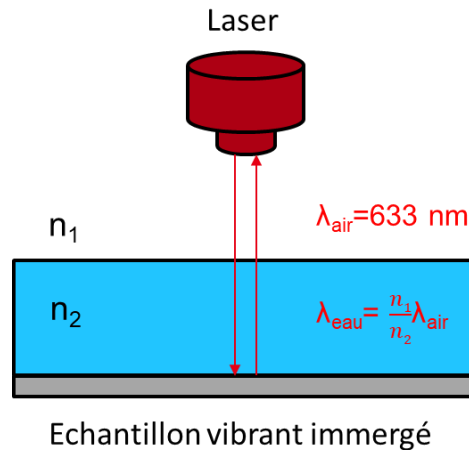


Figure 76 : Schéma de la réflexion du faisceau lumineux sur un échantillon immergé.

Finalement, la vitesse mesurée et affichée par le vibromètre doit être corrigée par le rapport d'indice optique entre les deux milieux (Equation 91). De manière pratique, les mesures étant réalisées dans l'eau, cela revient à diviser la vitesse mesurée par 1,33.

$$v_{réelle} = v_{mesurée} \frac{n_1}{n_2} \quad (91)$$

Par la suite, les mesures présentées seront les mesures corrigées.

IV.2.1.3. Méthodologie de mesure

Les mesures vibrométriques sont effectuées à l'aide du vibromètre laser MSA-400 de Polytec. Pour notre système, on utilise le vibromètre dans le mode Microscope Scanning Vibrometer qui permet de mesurer des déplacements hors-plan et le décodeur de vitesse VD-02 permettant de mesurer les vitesses à basse fréquence jusqu'à 1,5 MHz.

Cet équipement permet de réaliser des mesures de vitesse en un point. On s'intéressera aux résultats obtenus au centre de la plaque comme le montre la Figure 77. En effet, tous les modes de Lamb antisymétriques avec un nombre de nœud de vibration pair ont un maximum de vibration au centre de la plaque.

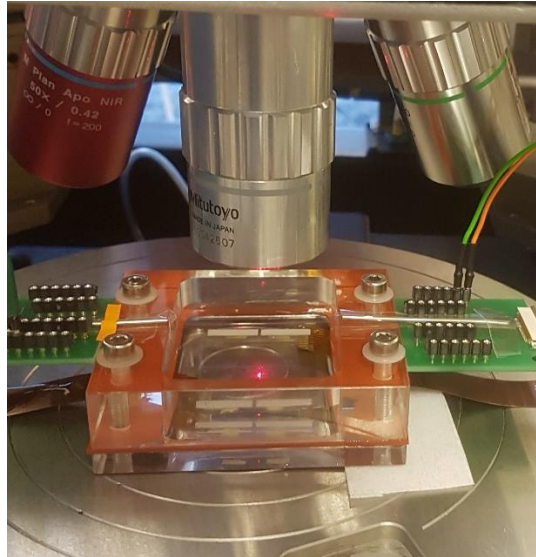


Figure 77 : Mesures au vibromètre laser au centre de la plaque.

Tout d'abord, on vérifie que le faisceau lumineux est bien réfléchi par la plaque de verre transparente et récupéré au niveau du photodétecteur. Le signal est légèrement bruité mais les mesures sont réalisables. Du fait que la plaque est centimétrique, on utilise le plus petit grossissement possible (x2) afin de voir la plus grande surface possible. Malgré cela, le champ de vue est limité à quelques millimètres carrés.

Concernant la méthodologie de mesure mise en place, elle est la même suivant les différentes configurations et s'articule de la manière suivante :

- On cherche les fréquences de résonance du système dans l'intervalle 1 kHz – 200 kHz afin d'obtenir les modes de Lamb antisymétriques allant jusqu'au mode de Lamb comprenant 16 nœuds en milieu liquide, comme prévu dans les modèles analytiques et FEM.
- On identifie les déformées des résonances obtenues en réalisant une cartographie rapide de la vitesse de la plaque à chaque fréquence de résonance. Les ondes mécaniques générées ne sont pas nécessairement des ondes de Lamb. En effet du fait de la géométrie de la plaque, les modes de résonance peuvent présenter des lignes nodales dans le sens de la longueur de la plaque ou bien dans le sens de la largeur. Les modes sont notées (n, m) avec n le nombre de lignes nodales suivant la longueur et m le nombre de lignes nodales suivant la largeur (Figure 78). Les ondes de Lamb seront alors notées $(x,0)$, avec dans notre cas x pair. A cause du champ de vue insuffisant pour observer la totalité de la surface de la plaque et afin de compter le nombre de lignes nodales d'un mode de résonance, on bouge manuellement le système à l'aide d'une table xy sur laquelle est fixé le packaging.

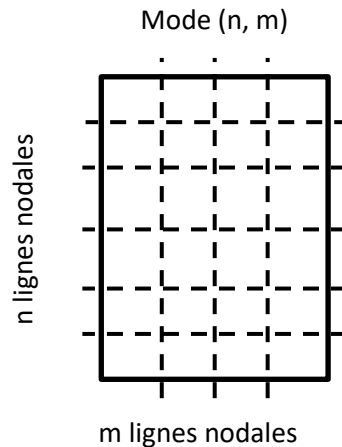


Figure 78 : Représentation d'un mode (n, m) .

- Une fois la fréquence de résonance et la déformée de la plaque observée, on s'intéresse au déplacement généré au niveau des maximums de vibration. Pour cela, on réalise, à la fréquence de résonance fixée, un balayage en tension appliqué aux deux colonnes d'actionneurs. Etant donnée qu'on utilise des céramiques piézoélectriques, les tensions appliquées peuvent atteindre de grandes valeurs (>100 V). On utilise alors une source de tension extérieure, couplée à un amplificateur ($\times 10$). En effet, si on prend un champ de claquage de $15 \text{ V}/\mu\text{m}$ pour le PZT, en théorie on pourrait atteindre des valeurs de tensions applicables jusqu'à 4500 V pour nos céramiques d'épaisseur $300 \mu\text{m}$. En réalité, on sera limité par les tensions générées par nos alimentations électriques. Les amplificateurs utilisés sont limités à une tension générée de 100 V. Il s'agira de notre maximum de tension.

IV.2.2. Résultats vélocimétriques

On s'intéressera tout d'abord au comportement vibratoire dans l'air, puis en milieu liquide dans les configurations chargée et immergée. A chaque fois on mesurera les fréquences de résonance et les amplitudes de déplacements générées par les modes de Lamb.

IV.2.2.1. En air

Afin de vérifier le bon fonctionnement du système développé, on s'intéresse tout d'abord au cas classique du système dans l'air. Cela permettra par la suite de comparer les résultats avec les configurations en milieu liquide et de mieux comprendre l'impact de l'environnement extérieur sur la vibration.

IV.2.2.1.1. Fréquences de résonance

On étudie premièrement la plaque 16N1 adaptée pour un design 16 nœuds présenté dans le chapitre précédent. On réalise un balayage en fréquence de 1 à 200 kHz avec une tension appliquée de 1 Vrms (Volt efficace) à une des électrodes et en reliant l'autre à la masse (Figure 79). Les deux colonnes d'actionneurs sont actionnées.

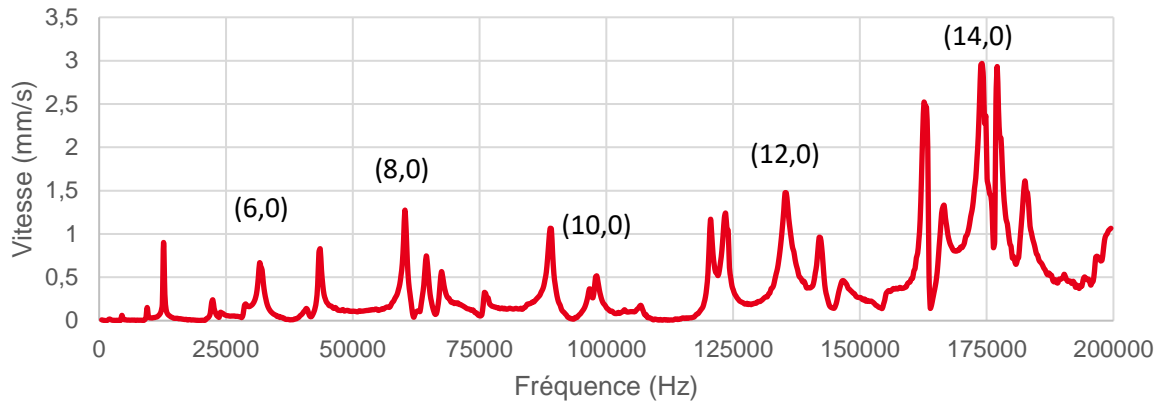


Figure 79 : Spectre en fréquence de la vitesse de vibration pour la plaque 16N1 dans l'air.

Le spectre en fréquence présenté en Figure 79 révèle les pics de résonance de différents modes de vibration. Des modes de Lamb antisymétriques comme attendu mais également d'autres modes de vibrations de type (n, m) comme présenté précédemment. Le mode de Lamb 16 nœuds en air est attendu au-delà de 200 kHz et donc n'apparaît pas dans le spectre présenté en Figure 79 et celui-ci est mesuré séparément.

A partir de ces mesures, on extrait les fréquences de résonance des modes de Lamb et on les compare aux résultats obtenus par simulation et également au modèle analytique présenté dans le chapitre II (Tableau 18).

Tableau 18 : Fréquences de résonance des modes de Lamb pour la plaque 16N1.

Mode	Lamb (8,0)	Lamb (10,0)	Lamb (12,0)	Lamb (14,0)	Lamb (16,0)
Fréquence expérimentale (Hz)	60330	98130	135500	174400	226190
FEM (Hz)	63600	101780	143086	186666	241698
Analytique (Hz)	62069	97916	140922	190355	245324
Erreur exp./FEM (%)	5,1	3,6	5,3	6,6	6,4

Le modèle FEM utilisé pour extraire les fréquences de résonance correspond au modèle du chapitre III après l'étude du positionnement et des dimensions des actionneurs. Pour les modes de Lamb étudiés, l'erreur entre les résultats obtenus par les mesures au vibromètre laser et le modèle FEM est inférieure à 7%. Cette erreur peut s'expliquer par l'incertitude sur les dimensions réelles de la plaque, du fait de l'étape de découpe du substrat en verre et l'incertitude sur la largeur et le positionnement du trait de découpe (sciage de la plaque en verre).

On réalise la même étude pour la plaque 12N1 adaptée au design 12N (Figure 80).

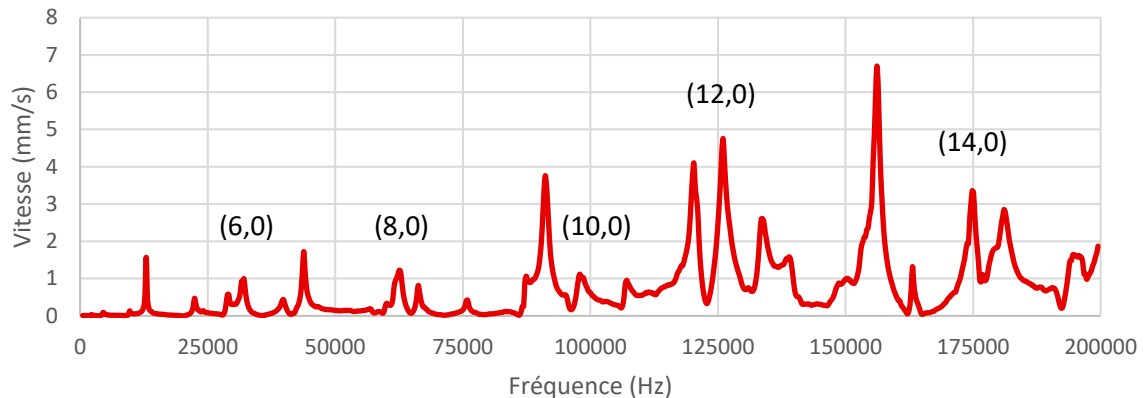


Figure 80 : Spectre en fréquence de la vitesse de vibration pour la plaque 12N1 dans l'air.

Le spectre en fréquence dans l'air de la plaque 12N1 montre la même tendance que le spectre de l'autre plaque avec néanmoins des pics de résonance plus accentués que d'autres dû à la différence de position des actionneurs. On compare les fréquences issues de la mesure au vibromètre avec les modèles analytique et FEM (Tableau 19). Les résultats sont en accord avec les prédictions faites par simulation et valident nos modèles.

Tableau 19 : Fréquences de résonance des modes de Lamb pour la plaque 12N1.

Mode	Lamb (8,0)	Lamb (10,0)	Lamb (12,0)	Lamb (14,0)
Fréquence expérimentale (Hz)	60330	97880	126030	174400
FEM (Hz)	63779	101670	139566	183065
Analytique (Hz)	62069	97916	140922	190355
Erreur exp./FEM (%)	5,4	3,7	9,7	4,7

Si l'on compare les résultats du Tableau 18 et Tableau 19 montrant les fréquences de résonance des modes de Lamb en air pour les plaques dédiées aux design 16 nœuds et 12 nœuds, les fréquences obtenues sur les modes de Lamb sont similaires dans les deux cas étudiés. Les écarts de fréquences sont expliqués par la position des actionneurs qui est différentes suivant les deux designs et donc rigidifie la plaque là où ceux-ci sont placés. Le positionnement des céramiques agit comme un « filtre » en favorisant le mode pour lequel celui-ci est prévu (modes 12 et 16 nœuds).

IV.2.2.1.2. Amplitudes de déplacements

A partir des spectres en fréquence mesurés et présentés dans la partie précédente, on s'intéresse aux déplacements à la fréquence de résonance pour les modes de Lamb (16,0) et (12,0) correspondant aux modes pour lesquelles les deux plaques ont été dimensionnées.

Pour cela, on s'intéresse à la vitesse hors plan mesurée au centre de la plaque, pour des valeurs de tensions asymétriques appliquées aux électrodes des actionneurs allant de 0 à 100 V.

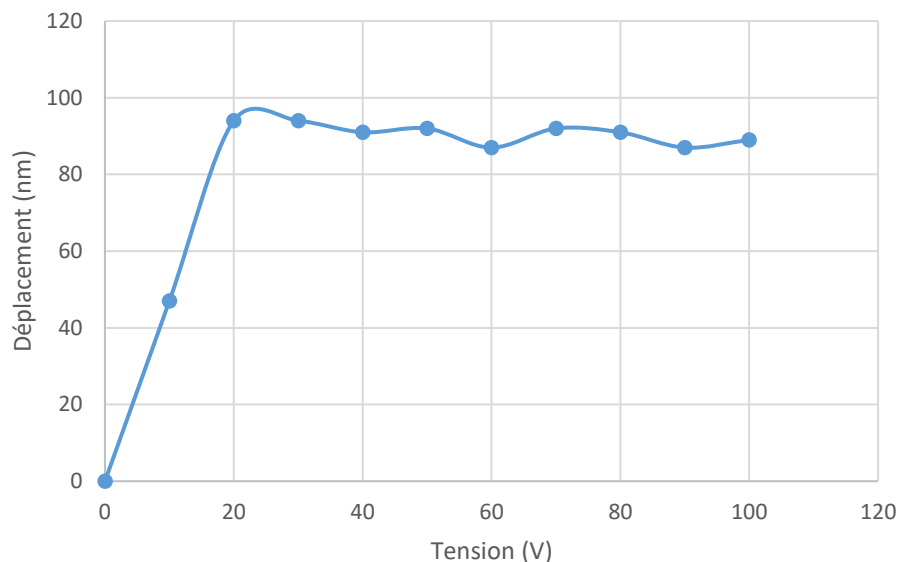


Figure 81 : Déplacement à la résonance du mode (16,0) dans l'air pour la plaque 16N1.

Sur la Figure 81, on remarque un début de courbe linéaire en tension permettant d'obtenir un déplacement de l'ordre de 100 nm pour 20 V. Mais au-delà de cette valeur, le déplacement semble bloqué aux alentours de 100 nm.

Pour mieux comprendre ce phénomène, il faut s'intéresser au mode de fonctionnement du vibromètre laser. En effet, à partir de la transformée de Fourier du signal électrique reçu par le vibromètre suite à la détection des signaux provenant du laser, le vibromètre affiche le déplacement correspondant à la fréquence d'excitation appliquée aux actionneurs. C'est-à-dire que les valeurs présentées dans la Figure 81 correspondent au déplacement généré à la fréquence de résonance. Or on s'est aperçu, qu'en réalité, en augmentant la tension, le déplacement généré par les autres modes de résonances (donc à différentes fréquences) augmente et notamment les modes harmoniques inférieurs

(respectivement Lamb (6,0) et Lamb (8,0)). On dit que le mode devient instable et on verra par la suite que ce phénomène ne se répète pas forcément. D'après les résultats des déplacements obtenus, le comportement de saturation n'apparaît pas de manière constante sur les configurations en air et chargée. Une des pistes d'explication possible est le couplage de la céramique avec la plaque de verre. La céramique rigidifie le système à l'endroit de leurs collages, une imperfection dans leur positionnement peut provoquer ce phénomène. Ce phénomène peut également provenir d'un collage imparfait des céramiques. En effet, suivant la répartition de la colle après réticulation entre la plaque de verre et la céramique, le couplage mécanique peut être dégradé et l'efficacité des actionneurs agissant sur la plaque de verre peut s'en retrouver affectée.

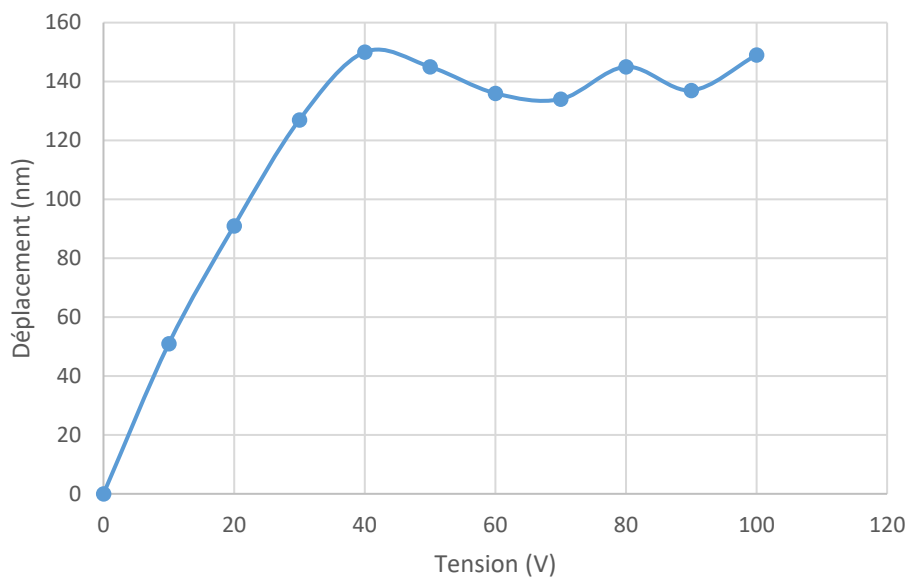


Figure 82 : Déplacement à la résonance du mode (12,0) dans l'air pour la plaque 12N1.

La Figure 82 présente le déplacement du mode de résonance (12,0) pour la plaque 12N1. On observe la même tendance que pour le design 16N, le début de la courbe apparaît comme linéaire jusqu'à une valeur de 150 nm atteint pour une tension appliquée de 40 V et par la suite le mode devient lui aussi instable.

On verra par la suite que ce comportement n'est pas observable pour toutes les configurations étudiées.

IV.2.2.2. Configuration chargée

Dans cette partie nous allons réaliser l'étude du comportement vibratoire dans la configuration chargée c'est-à-dire avec une couche de liquide en contact avec la face supérieure de la plaque.

IV.2.2.2.1. Fréquences de résonance

Pour étudier la configuration chargée, la méthodologie est la même que pour les mesures dans l'air. D'un point de vue pratique, ces mesures sont plus délicates à réaliser car le signal optique est parasité par la présence de liquide.

On détermine les fréquences de résonance de nos deux modes d'intérêts Lamb (16,0) et Lamb (12,0) sur la plaque 16N1 (Figure 83).

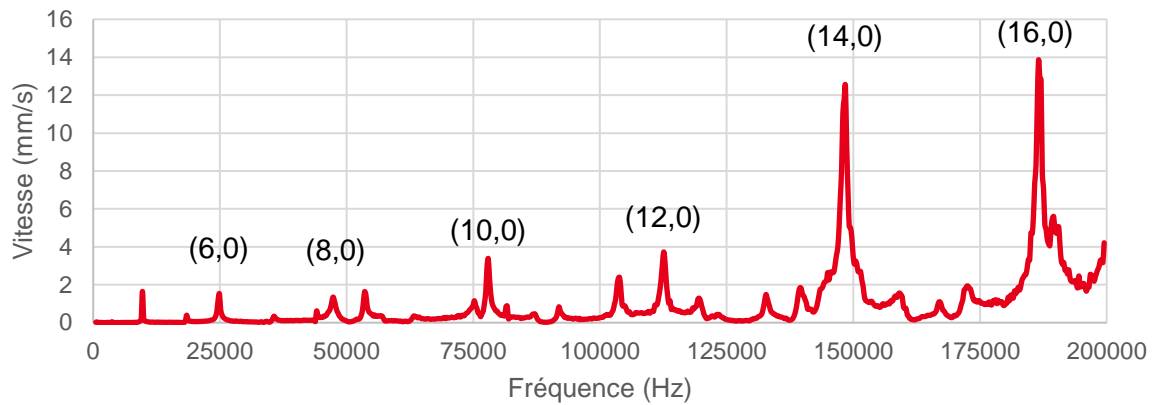


Figure 83 : Spectre en fréquence de la vitesse de vibration pour la plaque 16N1 dans la configuration chargée.

Comme attendu, en ajoutant 2 mL d'eau sur la face supérieure de la plaque, on diminue les fréquences de résonance des modes de vibrations générés.

Dans le Tableau 20, on présente les diminutions de la fréquence de résonance des modes de Lamb d'étude pour le passage de l'air à la configuration chargée. Les résultats en milieu liquide sont également comparés aux valeurs données par la FEM. Les fréquences de résonance obtenues en configuration chargée sont comparées à la prédiction de la simulation par éléments finis.

Tableau 20 : Comparaison des fréquences de résonance (air / chargée).

Design / mode	12N / Lamb (12,0)	16N / Lamb (16,0)
Fréquence exp. air (HZ)	126030	226190
Fréquence exp. chargée (Hz)	103200	189800
Diminution (%)	18,1	16,1
Fréquence FEM, chargée (Hz)	113255	208250
Erreur configuration chargée (%)	8,9	8,8

L'erreur entre la mesure et la simulation augmente légèrement par rapport aux résultats dans l'air. En effet, pour la modélisation de la configuration chargée, dans le modèle FEM on considère une couche de liquide recouvrant la totalité de la surface supérieure de la plaque avec une hauteur constante. Or en pratique, à cause de la mouillabilité du verre, le liquide ne recouvre pas forcément l'entièreté de la surface et présente également des angles de contacts différents suivant la tension superficielle. Néanmoins avec une erreur inférieure à 10% on se satisfait de ce modèle pour prédire les fréquences de la configuration chargée.

IV.2.2.2.2. Amplitudes de déplacements

Aux fréquences de résonance déterminées précédemment, on réalise des mesures de l'amplitude de déplacements en augmentant la tension appliquée aux électrodes.

La Figure 84 présente les résultats de deux balayages effectués lors de deux campagnes de mesures différentes.

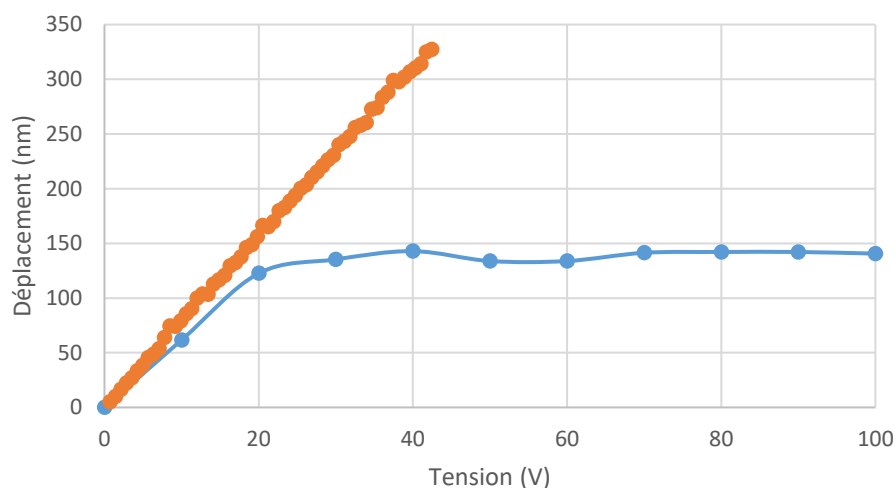


Figure 84 : Déplacement à la résonance du mode (16,0) dans la configuration chargée pour la plaque 16N1.

Sur la courbe bleue, on observe la même tendance que les résultats obtenus dans l'air, avec un mode qui devient instable à partir de 125 nm et au-delà de 20 V d'actionnement. Par contre, pour l'autre balayage en tension (orange), on observe un comportement linéaire jusqu'à obtenir un déplacement de 330 nm pour 30 Vrms d'actionnement (ou 42,4 V). De plus, cette courbe a été moyennée sur un ensemble de 5 balayages en tension. Ce résultat et la répétition des mesures montrent que le phénomène de saturation n'est pas reproductible et apparaît comme plus ou moins aléatoire et indépendant de la configuration utilisée. En effet, cela est également observé pour les autres modes de Lamb dans l'air présenté dans l'annexe 4.

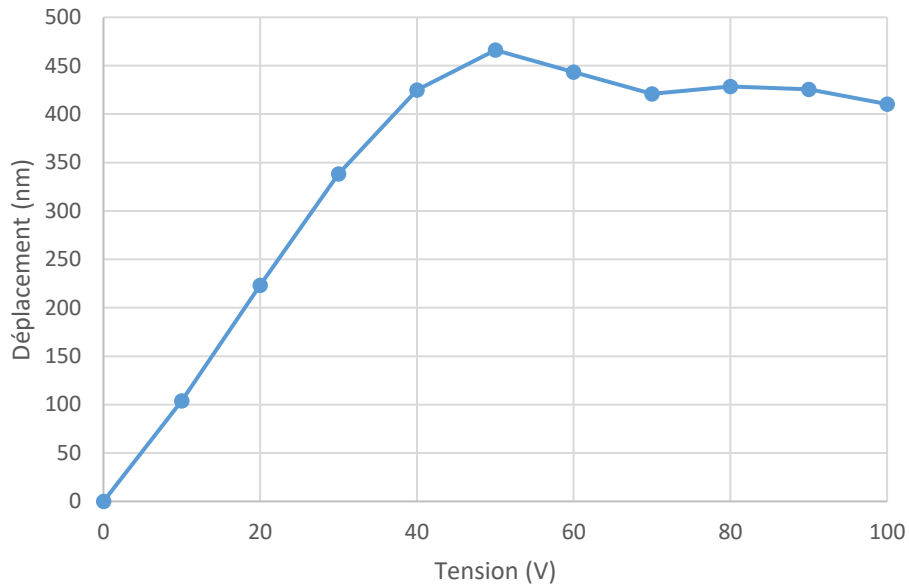


Figure 85 : Déplacement à la résonance du mode (12,0) dans la configuration chargée pour la plaque 12N1.

De même que pour les résultats dans l'air, la plaque 12N1 affiche un comportement instable à partir de 425 nm et pour une tension supérieure à 40 V.

Malgré ces comportements, les valeurs de déplacement dépassent la centaine de nanomètre dans cette configuration et, dans un cas sans instabilité, peuvent s'approcher du micromètre pour une tension de 100 V. De manière expérimentale, ce régime instable est observable par la mise en vibration de la surface supérieure du liquide en configuration chargée à hautes tensions, ce qui est montré dans le chapitre VI. Si l'on n'observe pas ce comportement on considérera alors que l'on se situe dans le régime linéaire.

Si on compare ces déplacements aux amplitudes mesurées dans l'air, on observe une augmentation du déplacement passant de 130 nm à 340 nm à 30 V d'actionnement pour la plaque 12N1 et une hausse de 95 nm à 125 nm à 20 V pour la plaque 16N1 dans la partie linéaire du signal.

IV.2.2.3. Configuration immergée

La deuxième configuration possible en milieu liquide est la configuration immergée. Pour étudier le comportement dynamique des modes de Lamb générés dans cette configuration, on va réaliser une étude des fréquences de résonance et des amplitudes de déplacement pour différents volumes de liquide, en s'intéressant tout particulièrement au design 16N.

IV.2.2.3.1. Fréquences de résonance

Nous étudions dans un premier temps l'influence du volume de liquide sur les fréquences de résonance dans cette configuration chargée. L'étude complète est réalisée pour chaque volume de liquide, allant

de 28 mL à 40 mL ce qui correspond à une hauteur de liquide allant de 2,72 mm à 8,72 mm au-dessus de la face supérieure de la plaque.

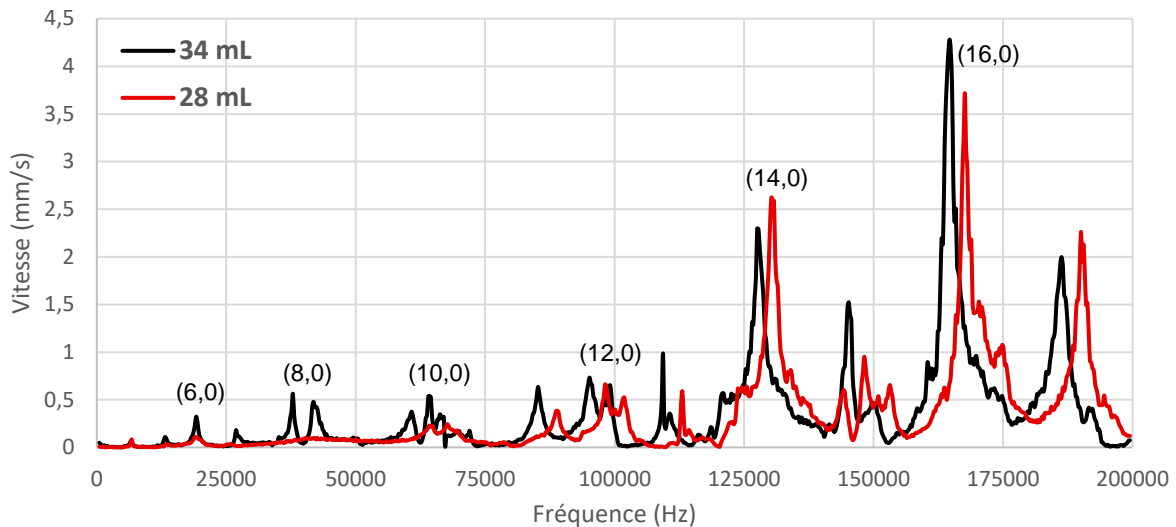


Figure 86 : Spectre en fréquence de la vitesse de vibration pour la plaque 16N1 dans la configuration immergée avec 28 et 34 mL de liquide.

La Figure 86 nous permet de comparer les spectres en fréquence de la vitesse de vibration hors plan pour deux volumes de liquide différents, 28 mL et 34 mL. Nous constatons que l'ajout de liquide ne décale que légèrement la position des pics et donc ne réduit que peu les fréquences de résonance des différents modes de Lamb. Pour cet exemple, on passe d'une hauteur de liquide au-dessus de la plaque de 2,72 mm à 5,72 mm. Pour le cas du mode de Lamb (16,0), on trace l'influence du volume de liquide sur la fréquence de résonance (Figure 87). Les incertitudes en fréquence correspondent à la résolution du balayage effectué. En passant de 28 mL, qui correspond au plus petit volume de liquide nécessaire pour considérer être dans la configuration immergée, et 40 mL, la fréquence de résonance d'un mode diminue de moins de 1%. On note qu'à partir de 34 mL, la fréquence de résonance devient quasiment constante. On peut alors considérer que la hauteur de liquide sur la face supérieure est infinie. Au vu du chapitre II, ce résultat n'est pas étonnant. En effet, la profondeur de pénétration n'étant que de quelques millimètres, pour de grands volumes on atteint très rapidement le cas limite d'un demi-espace de liquide infini. Il sera intéressant pour la suite d'introduire une quantité de liquide supérieure à 34 mL afin de s'affranchir de la variation de la fréquence de résonance en cours de mesure du fait d'une évaporation parasite de liquide.

On voit également sur la Figure 87 un bon accord entre la mesure et la simulation, prouvant de nouveau la validité de notre modèle.

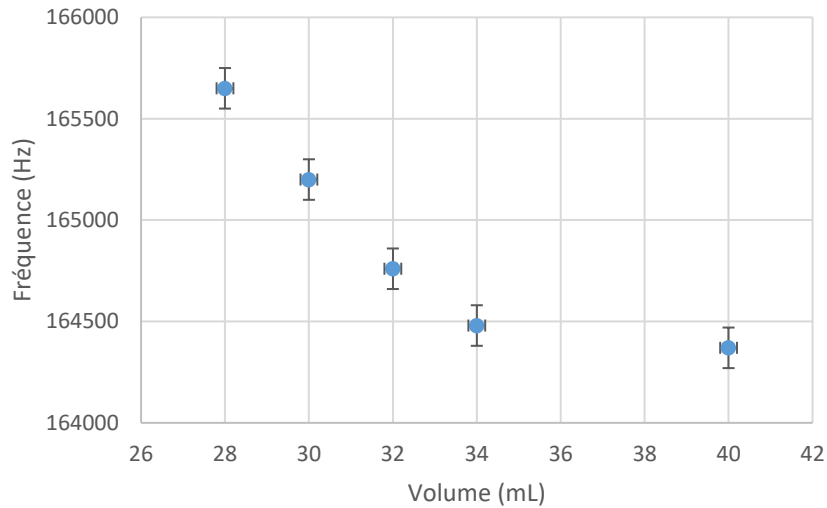


Figure 87 : Fréquences de résonance du mode Lamb 16 nœuds en fonction du volume de liquide.

Tableau 21 : Comparaison des fréquences de résonance mesurées au vibromètre et par simulation.

Volume de liquide	28 mL	30 mL	32 mL	34 mL	40 mL
Fréquence expérimentale (Hz)	165650	165200	164760	164480	164370
FEM (Hz)	183660	183429	183679	183567	183649
Erreur (%)	9,8	9,9	10,3	10,4	10,5

IV.2.2.3.2. Amplitudes de déplacements

On vient de voir qu'au-delà d'un certain volume, l'ajout de liquide n'a presque plus d'influence sur la fréquence de résonance des modes de Lamb. Dans cette partie, on étudie l'impact des différents volumes de liquide sur le déplacement généré à la résonance. Pour chaque fréquence de résonance mesurée précédemment, on effectue un balayage en tension afin de connaître l'amplitude de déplacement généré. Dans chaque configuration, on répète la mesure jusqu'à 5 reprises afin d'obtenir des barres d'erreurs. La Figure 88 montre les amplitudes de déplacement pour chaque volume de liquide testé.

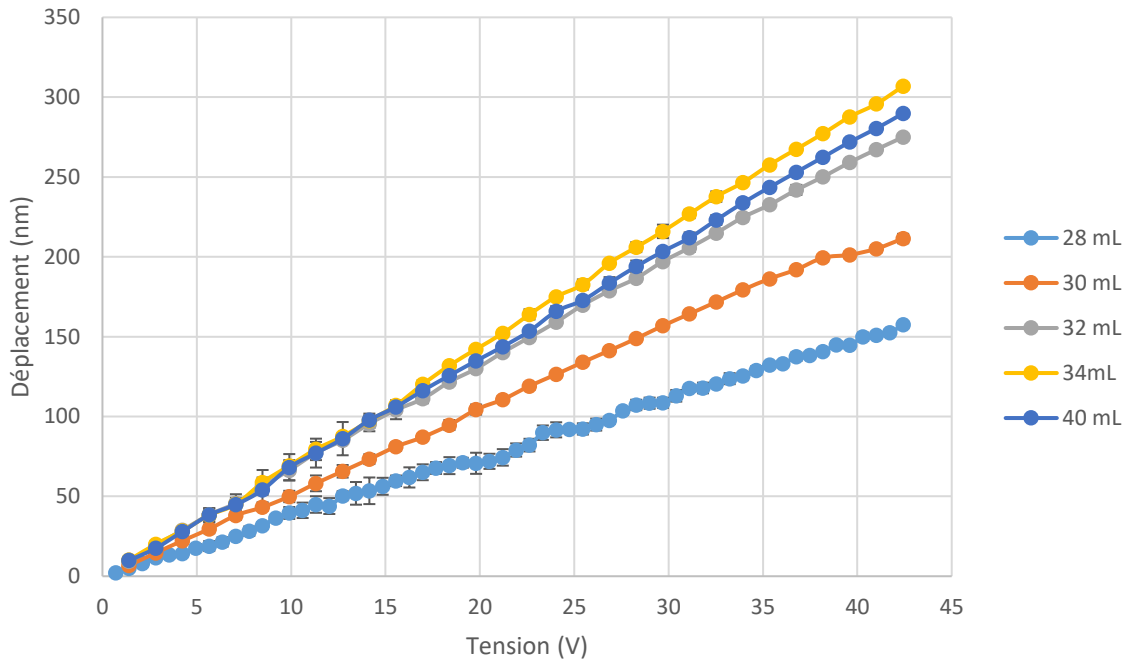


Figure 88 : Comparaison des déplacements à la résonance du mode (16,0) pour différents volumes de liquide.

On remarque premièrement un comportement linéaire pour toutes ces configurations et tous les balayages effectués. Pour les mesures à plus basses tensions effectuées dans cette configuration il n’y a pas de saturation en déplacement contrairement aux configurations en air ou chargée. Deuxièmement, le déplacement augmente avec le volume de liquide jusqu’à obtenir une valeur maximale aux alentours de 300 nm pour un actionnement à 42,4 V. Ce constat peut également être fait sur les autres modes de Lamb présenté en Annexe 4.

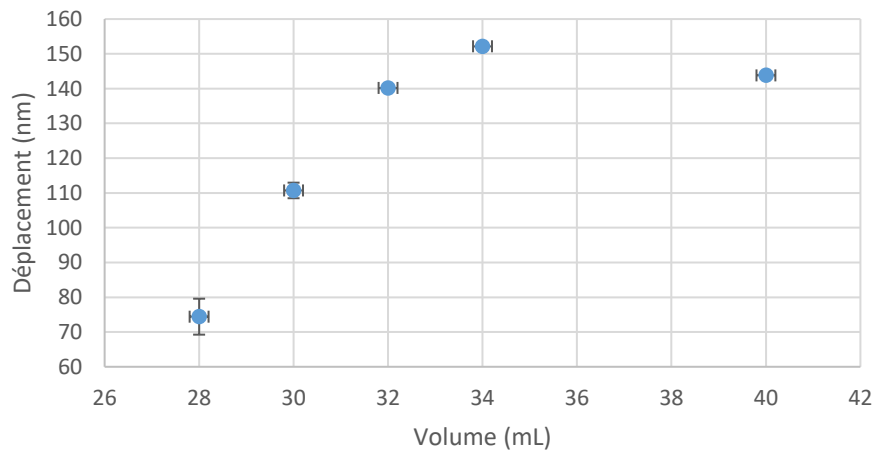


Figure 89 : Evolution du déplacement généré par le mode (16,0) en fonction du volume de liquide à 15 Vrms.

On trace l’évolution du déplacement en fonction du volume de liquide à une tension fixée de 15 Vrms (Figure 89). On trouve un maximum de déplacement pour un volume de 34 mL. Pour extrapoler à la

tension à laquelle on souhaite actionner notre système (100 V), on peut s'attendre à un déplacement d'au moins 700 nm pour le mode de Lamb (16,0).

IV.3. CARACTERISATION ELECTRIQUE

Les mesures vélocimétriques précédentes permettent d'avoir accès à tous les paramètres associés à la vibration de notre système (fréquence de résonance, déplacement, facteur de qualité). Le défaut de ces mesures tient du fait qu'elles ne sont possibles que préalablement à toute utilisation pratique de notre système en milieu liquide. Il s'agit d'une mesure complexe à mettre en œuvre dans un laboratoire de fluide et biologique. De plus, nous avons vu que les résultats dépendent grandement des conditions expérimentales (dispense du liquide, volume de liquide...). Malgré tout, cela nous donne un ordre d'idée des fréquences de résonance et des déplacements générés. Les spectres en fréquences présentés ci-dessus nous ont également montré des pics de résonance bien définis, cela implique qu'un léger décalage en fréquence peut engendrer une perte de performance de notre système. Il apparaît alors nécessaire de pouvoir contrôler les fréquences de résonance de notre système par des mesures rapides et en continue lors des expériences physiques ou biologiques. Pour réaliser cela, le moyen le plus simple est d'effectuer un suivi des résonances électromécaniques par le biais de l'impédance des actionneurs.

IV.3.1. Suivi impédancemétrique

Ces mesures électriques permettent de réaliser un suivi de l'impédance des céramiques piézoélectriques pendant la mise en vibration de nos systèmes. Grâce à des mesures électriques, il est possible d'accéder aux fréquences de résonance et aux facteurs de qualité des modes de Lamb. Néanmoins, cette mesure d'impédance ne permet pas d'avoir accès à la forme du mode généré ainsi qu'à l'amplitude de déplacement. C'est pour cela que la calibration préalable de nos systèmes au vibromètre laser a été réalisé. Pour effectuer ces mesures d'impédance nous utiliserons un impédancemètre HP4294A.

Le principe de la mesure repose sur l'utilisation des effets direct et indirect de la piézoélectricité. En effet, l'appareil impose une tension sinusoïdale sur une plage de fréquence donnée aux actionneurs puis grâce à l'effet direct, l'analyseur d'impédance mesure le courant généré à ces mêmes fréquences ce qui permet de déterminer le spectre en fréquence de l'impédance selon sa partie réelle et imaginaire représentative de la différence de phase entre la tension imposée et le courant mesuré.

IV.3.2. Circuit équivalent et extraction des paramètres

Les mesures d'impédance piézoélectrique sont basées sur le modèle de Mason qui, ramené au primaire, donne le circuit équivalent de Butterworth Van Dyke, auquel on ajoute une résistance d'accès ainsi qu'une résistance et inductance correspondant à l'influence du milieu extérieur sur la transduction (Figure 90).

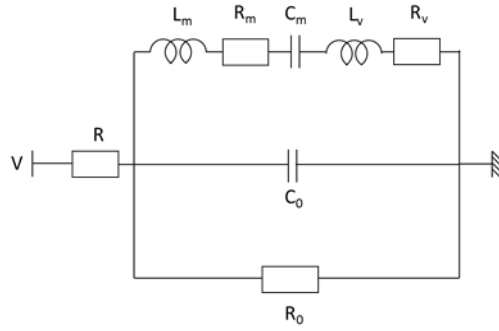


Figure 90 : Circuit équivalent Butterworth Van Dyke modifié en milieu liquide.

Dans le circuit équivalent présenté en Figure 90, R_0 représente les pertes diélectriques des actionneurs, C_0 est la capacité piézoélectrique, R la résistance d'accès, C_m , L_m et R_m sont liés à la transduction électromécanique dans le vide. Les autres paramètres R_v et L_v sont quant à eux liés aux pertes visqueuses et acoustiques en milieu liquide, et sont respectivement liés à l'amortissement et à la masse ajoutée.

L'admittance du circuit est alors :

$$Y = \frac{1}{R + \frac{1}{Y_{eq}}} \quad (92)$$

Avec,

$$Y_{eq} = \frac{1}{R_0} + jC_0\omega + \frac{jC_m\omega}{j(R_m + R_v)C_1\omega + 1 - C_mL_mL_v\omega^2} \quad (93)$$

Pour extraire la fréquence de résonance et le facteur de qualité, on étudie les boucles de résonance et notamment les fréquences quadrantales à travers les équations 94 et 95 [131].

$$f_{res} = \frac{1}{2\pi\sqrt{(L_m + L_v)C_m}} \quad (94)$$

$$Q = \sqrt{\frac{f_{q1}f_{q2}}{(f_{q1} - f_{q2})^2}} = \frac{1}{R_m + R_v} \sqrt{\frac{L_m + L_v}{C_m}} \quad (95)$$

En effet, dans la représentation de Nyquist de la susceptance (partie imaginaire de l'admittance) en fonction de la conductance (partie réelle de l'admittance) les résonances apparaissent comme des boucles (Figure 94). Les deux fréquences quadrantales f_{q1} et f_{q2} sont respectivement le maximum et minimum de la susceptance dans cette boucle.

Afin d'extraire les paramètres d'intérêt, après avoir réalisé les compensations électriques open et short pour s'affranchir de l'influence de l'appareillage, on mesure l'impédance des actionneurs sur une grande plage de fréquence allant de 1 kHz à 250 kHz pour une tension appliquée de 500 mV. Nous obtenons respectivement la Figure 91 et la Figure 92 pour les plaques 16N1 et 12N1. On observe les pics de transduction correspondant à un pic de la phase de l'impédance et un saut du module de l'impédance (Figure 93).

Pour un système fortement couplé, à la résonance, on s'attend à ce que la phase de l'impédance passe de -90° à $+90^\circ$, notre système n'étant que faiblement couplé on n'observe que des rotations de phase de l'ordre de quelques degrés.

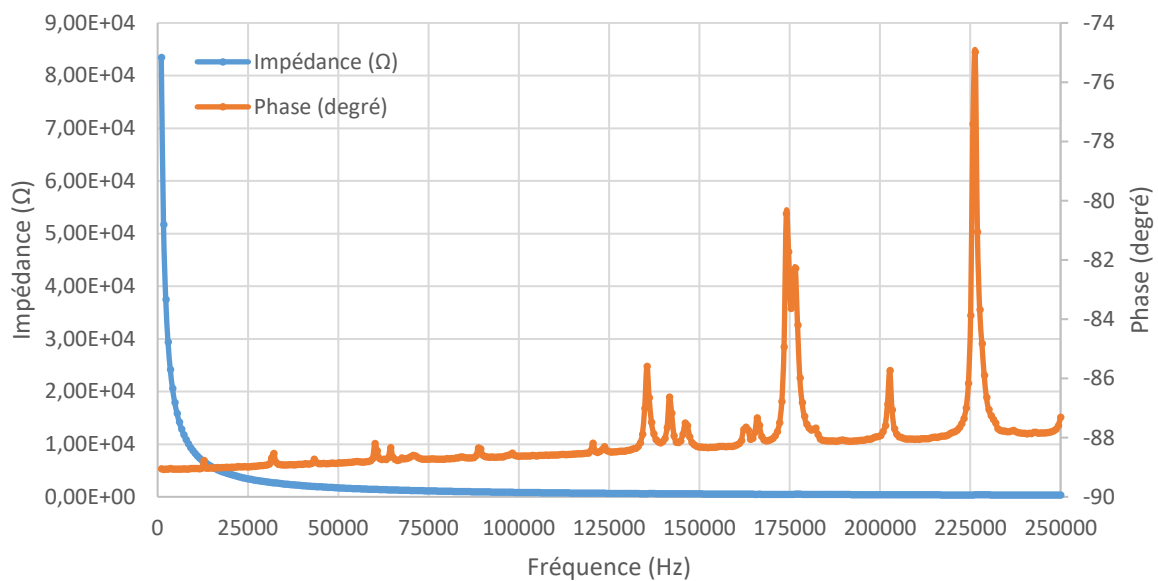


Figure 91 : Module et phase de l'impédance des actionneurs de la plaque 16N1 dans l'air.

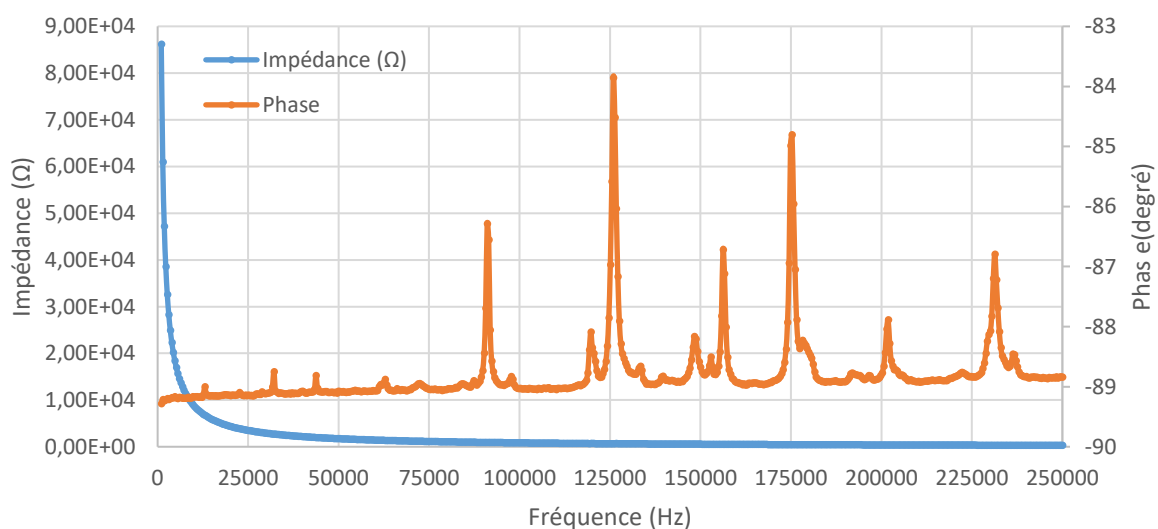


Figure 92 : Module et phase de l'impédance des actionneurs de la plaque 12N1 dans l'air.

A partir de ces mesures sur un large spectre de fréquence, on extrait les valeurs hors résonance de la capacité intrinsèque des actionneurs ainsi que les pertes diélectriques et la résistance d'accès.

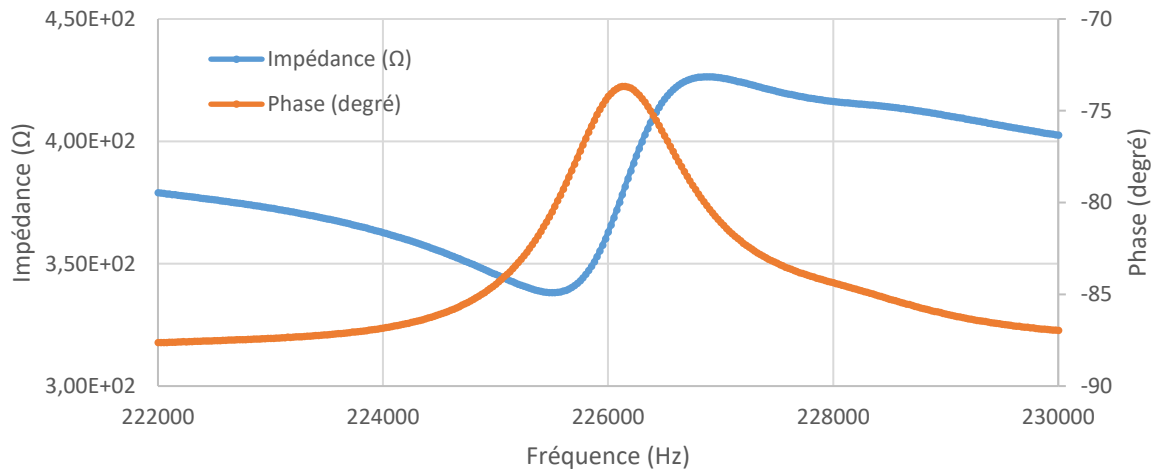


Figure 93 : Module et phase de l'impédance du mode de Lamb 16 nœuds dans l'air.

Suite à une mesure plus précise centrée sur une résonance électromécanique autour de 226 kHz (Figure 93) on trace la boucle de résonance représentée par la susceptance en fonction de la conductance (Figure 94).

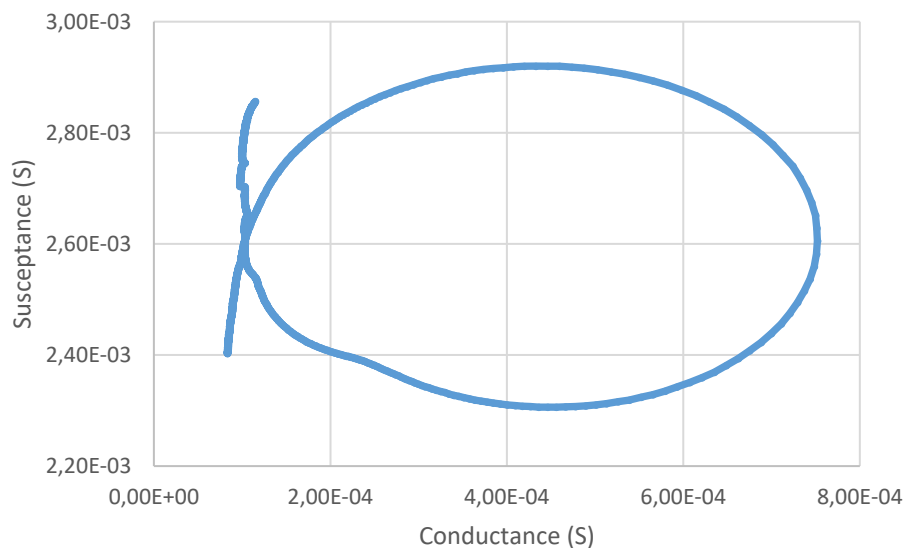


Figure 94 : Représentation de la susceptance et conductance autour de la résonance du mode de Lamb 16 nœuds.

A partir des mesures hors résonance, on déduit la capacité statique, les pertes diélectriques ainsi que la résistance d'accès du système (Tableau 22).

Tableau 22: Valeurs de la capacité statique, des pertes diélectriques et de la résistance d'accès pour les deux systèmes étudiés.

Design / mode	16N / Lamb (16,0)	12N / Lamb (12,0)
Capacité statique (nF)	1,90	1,77
Pertes diélectriques	0,017	0,017
Résistance d'accès (Ω)	2,5	1,4

Après compensation du signal par ces valeurs, on peut extraire les deux fréquences quadrantaes et ainsi calculer le facteur de qualité lié à la résonance.

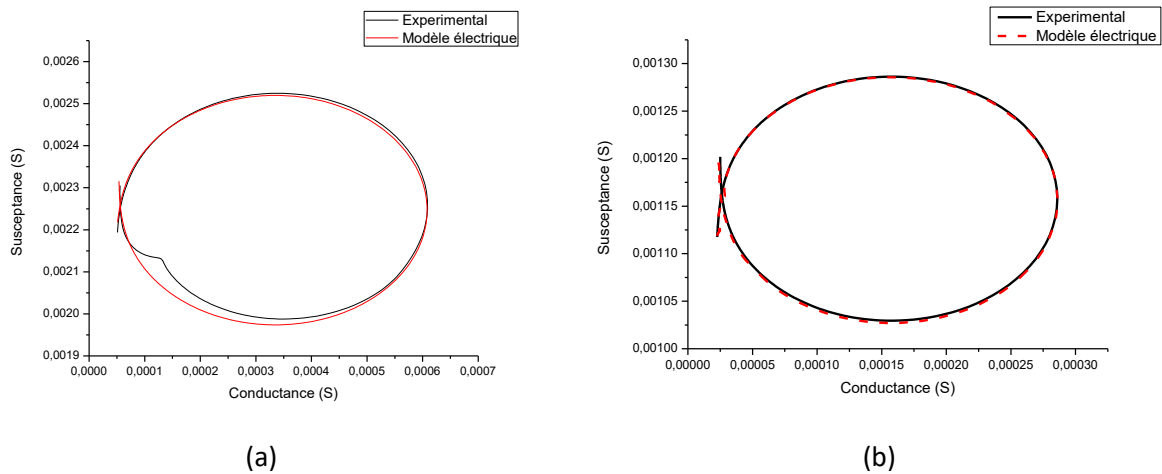


Figure 95 : Boucle de résonance de la transduction électromécanique du mode de Lamb chargée par de l'eau expérimentale et obtenue avec le modèle électrique pour le mode 16 nœuds (a) et 12 nœuds (b).

En effectuant des mesures du même mode de vibration dans l'air et en milieu liquide, on peut donc remonter à tous les paramètres du circuit équivalent et ainsi comparer le signal extrait de ce même circuit avec la mesure (Figure 95).

En utilisant la méthodologie présentée précédemment, on mesure dans chaque configuration d'étude le spectre de l'impédance sur une large plage de fréquence (1 kHz à 250 kHz), puis on fait une mesure centrée autour des modes de résonance d'intérêt. Le Tableau 23 présente les fréquences de résonance et facteurs de qualité extraits à partir de la plaque 16N1 dans les différentes configurations d'étude. Ces mesures sont moyennées sur 5 spectres mesurés.

Tableau 23 : Fréquences de résonance et facteurs de qualité associés au mode de Lamb (16,0) dans les différentes configurations.

Configuration		Fréquence de résonance (Hz) vibromètre	Fréquence de résonance (Hz) impédancemètre	Facteur de qualité
Air		226190	226175	187 ± 5,4
Chargée		189800	186352	228 ± 6,7
Immergée	28 mL	165650	164375	134 ± 5,5
	30 mL	165200	164225	140 ± 5,9
	32 mL	164760	164175	140 ± 5,9
	34 mL	164480	164125	134 ± 5,5
	40 mL	164370	164200	126 ± 4,9

On retrouve les valeurs de fréquences de résonance mesurées au vibromètre laser, ce qui confirme qu'il s'agit bien du mode de Lamb (16,0). De plus, en comparant les mesures effectuées dans l'air et la configuration chargée, on remarque une augmentation du facteur de qualité passant de 187 à 228. Le facteur de qualité obtenu dans la configuration chargée avec l'eau est très satisfaisant et correspond à une valeur supérieure à la plupart des systèmes de l'état de l'art des systèmes vibrants en milieu liquide. Cela permet de confirmer le potentiel de notre système pour réaliser des mesures de densités et viscosités précises dans cette configuration d'étude. Cette augmentation du facteur de qualité est en adéquation avec les mesures des amplitudes de déplacement au vibromètre laser, où l'on pouvait constater une augmentation du déplacement généré en configuration chargée par rapport aux amplitudes de déplacement obtenus en air.

Cette augmentation du facteur de qualité entre air et milieu liquide a déjà été observé pour des résonateurs à basses fréquences et il semblerait que cela s'explique par le fait que les pertes dues à la radiation acoustique est plus faible en milieu liquide que dans l'air [23], [134].

De même, nous pouvons étudier la configuration immergée (Figure 96 et Figure 97). En traçant l'évolution de la fréquence de résonance en fonction du volume de liquide, on observe la même tendance que pour les caractérisations réalisées au vibromètre laser. La fréquence de résonance diminue jusqu'à atteindre un palier pour lequel le volume de liquide peut être considéré comme infini.

Dans cette configuration immergée, le facteur de qualité dans l'eau est de l'ordre de 140. On note, d'après la Figure 97, que le facteur de qualité du mode de Lamb (16,0) est peu impacté par une variation de volume. Il s'agit donc d'une configuration très stable pour laquelle notre système va être très peu impacté et parasité par une éventuelle évaporation en cours de mesure. Les incertitudes correspondent à la résolution du balayage en fréquence et du moyennage sur plusieurs mesures.

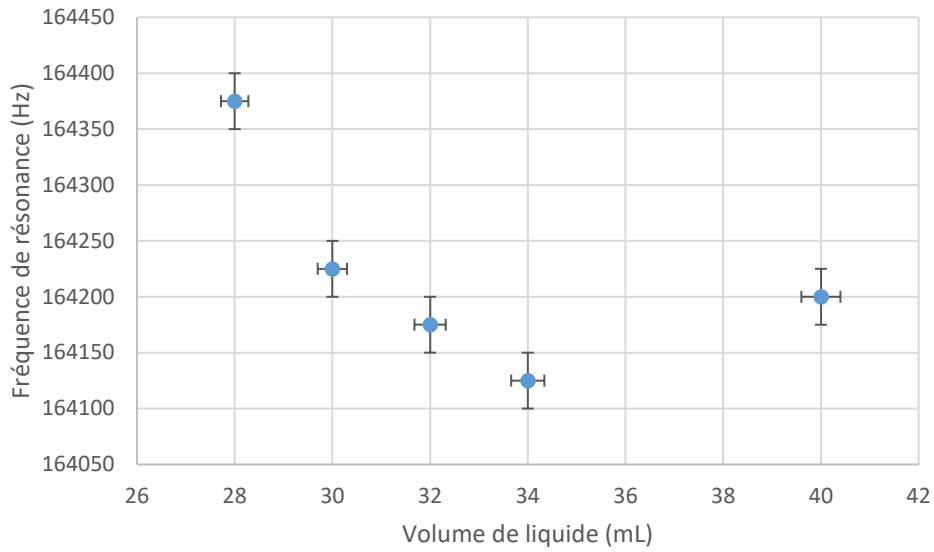


Figure 96 : Evolution de la fréquence de résonance en fonction du volume de liquide pour la plaque 16N1 immergée.

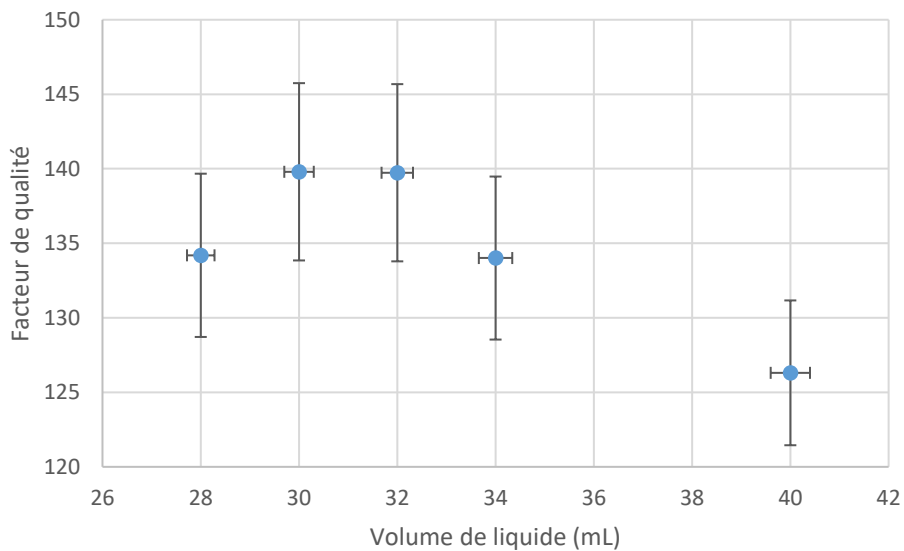


Figure 97 : Evolution du facteur de qualité en fonction du volume de liquide pour la plaque 16N1 immergée.

IV.4. BILAN SUR LES DEUX CONFIGURATIONS D'ETUDE

Les caractérisations optiques et électriques ont permis de déterminer tous les paramètres du comportement vibratoire de notre système dans toutes les configurations d'étude. Les résultats obtenus sont résumés pour les deux designs dans le Tableau 24 et le Tableau 25.

Tableau 24 : Fréquences de résonance, déplacements et facteurs de qualité de la plaque 16N1.

Configuration	Lamb (16,0)		
	Fréquence vibromètre (Hz)	Déplacement @ 20 V (nm)	Facteur de qualité
	Fréquence impédancemètre (Hz)		
	Fréquence FEM (Hz)		
Air	226190	95	187
	226175		
	241698		
Chargée	189800	160	228
	186352		
	208250		
Immergée 34 mL	164480	142	134
	164125		
	183567		

Tableau 25 : Fréquences de résonance, déplacements et facteurs de qualité de la plaque 12N1.

Configuration	Lamb (12,0)		
	Fréquence vibromètre (Hz)	Déplacement @ 20 V (nm)	Facteur de qualité
	Fréquence impédancemètre (Hz)		
	Fréquence FEM (Hz)		
Air	126030	91	87
	125985		
	139566		
Chargée	103200	223	141
	104766		
	113255		

Au vu de l'ensemble des caractérisations réalisées, les deux configurations pour les deux designs présentent un facteur de qualité supérieure à 100 et un déplacement au-delà de 100 nm pour une

tension minimale de 20 V. Les deux systèmes répondent aux spécifications déterminées dans le chapitre II.

Après ces caractérisations, nous pouvons tirer des conclusions quant aux avantages et inconvénients des deux configurations en milieu liquide proposées. En effet, la configuration chargée affiche de meilleures performances en termes de déplacement à la résonance (160 nm en configuration chargée comparé à 142 nm pour la configuration immergée de la plaque 16N1) mais aussi un meilleur facteur de qualité. Cette configuration a également l'avantage d'éviter un contact entre les actionneurs céramiques et le milieu liquide ce qui simplifie la mise en œuvre et l'utilisation du système. Néanmoins, d'un point de vue pratique, on a remarqué que les résultats dépendaient de la répartition du liquide sur la face supérieure de la plaque qui est plus ou moins répétable. On verra par la suite que le mouillage a de l'importance notamment quand on réalise des mesures avec d'autres liquides que de l'eau. Les avantages et inconvénients sont reportés dans le Tableau 26.

Tableau 26 : Récapitulatifs des avantages et inconvénients des configurations en milieu liquide.

Configuration	Avantages	Inconvénients
Chargée	<ul style="list-style-type: none"> • Plus grand déplacements générés et facteurs de qualité • Pas d'immersion des actionneurs 	<ul style="list-style-type: none"> • Dépend de la répartition du liquide et du mouillage • Apparition possible d'un régime instable qui bloque le déplacement
Immergée	<ul style="list-style-type: none"> • Fréquence déplacements et facteurs de qualité moins sensibles aux conditions expérimentales (volume de liquide) 	<ul style="list-style-type: none"> • Déplacements et facteurs de qualité moins importants

IV.5. CONCLUSION

Dans ce chapitre, nous avons caractérisé notre système de Lamb libre-libre à l'aide de mesures optiques réalisées au vibromètre laser ainsi que des mesures électriques de l'impédance des actionneurs piézoélectriques. Au travers de ces mesures, nous avons pu étudier le comportement vibratoire de nos systèmes dans chaque configuration d'étude (air, chargée et immergée). La mesure des fréquences de résonance, des amplitudes de déplacements ainsi que l'extraction du facteur de qualité nous a permis de mettre en évidence que le système développé respectait les spécifications et contraintes imposées et définies dans le chapitre II. Le bon accord entre les mesures et la modélisation nous a permis de valider les modèles mis en place. Grâce à des déplacements supérieurs à la centaine de nanomètres couplés avec un facteur de qualité en milieu liquide supérieur à 100 nous pouvons envisager des applications fluidiques et biologiques qui seront présentées dans les chapitres suivants.

V. Application fluidique : mesure de viscosité et densité d'un liquide

SOMMAIRE

V.1.	Introduction.....	134
V.2.	Mesure de viscosité et densité.....	134
V.2.1.	Principe de fonctionnement.....	134
V.2.2.	Préparation des solutions tests et étalonnage.....	135
V.2.2.1.	Mesures au rhéomètre.....	136
V.2.2.2.	Modèle de liquide binaire	137
V.2.3.	Calibration par mesures d'impédance sur les solutions étalons.....	139
V.2.3.1.	Montage expérimental.....	140
V.2.3.2.	Extraction des paramètres	140
V.2.4.	Modélisation.....	142
V.2.5.	Sensibilité et résolution du résonateur	148
V.2.6.	Mesure d'un liquide inconnu	151
V.3.	Conclusion	152
V.4.	Perspectives.....	153

V.1. INTRODUCTION

Nous avons jusqu'alors dimensionné, réalisé et caractérisé un système de Lamb libre-libre pouvant fonctionner en milieu liquide. Nous avons montré dans le chapitre IV qu'il exhibe de forts facteurs de qualité, aussi bien en configuration chargée qu'immergée, au-delà de 100 pour les deux plaques testées. De ce fait, ce système semble adéquat pour être utilisé en tant que capteur en milieu liquide. Nous allons donc dans ce chapitre l'étudier pour mesurer la viscosité et la densité de fluides modèles, notamment des mélanges eau/glycérol. Nous montrerons tout le potentiel de notre capteur, en particulier pour mesurer les propriétés de liquide sur une très large gamme de viscosité allant de 1,22 à 985 mPa.s et de densité comprise entre 997 et 1264 kg/m³.

V.2. MESURE DE VISCOSITE ET DENSITE

Pour cette étude, le choix de la configuration se porte sur la configuration chargée. Ce choix est un choix pratique, car il nous permet de n'utiliser que des faibles quantités de liquide pour chaque mesure. Mais nous avons montré que nous pourrions tout aussi bien travailler sur des grands volumes de liquides en configuration immergée. Nous avons retenu cette configuration également car elle induit les meilleurs facteurs de qualité en milieu liquide et donc présente potentiellement la meilleure sensibilité et résolution pour le capteur.

Il a été montré dans le chapitre I que les résonateurs mécaniques sont régulièrement utilisés pour effectuer des mesures sur des liquides, afin d'en extraire leur densité et viscosité. Réaliser des mesures à basses fréquences permet en effet d'obtenir une profondeur de pénétration supérieure à quelques micromètres, ce qui est indispensable pour pouvoir traiter des liquides dont la taille de microstructures est de cet ordre de grandeur [58], [59]. Malheureusement, les résonateurs mécaniques basés sur des vibrations hors plan souffrent souvent d'importantes pertes en milieu liquide, d'autant plus lorsque la viscosité du liquide augmente [60], [68].

Etant donné les caractéristiques de notre système, on ne peut s'attendre à pouvoir obtenir des résolutions comparables aux résonateurs MEMS (0,01 kg/m³ et 0,025 mPa.s [135]). Néanmoins, grâce au faible amortissement en milieu liquide et du fort facteur de qualité en résultant, nous allons montrer le potentiel de notre système pour la caractérisation de liquide sur une grande plage de densité et de viscosité.

V.2.1. Principe de fonctionnement

Le principe de fonctionnement d'un système vibrant en tant que capteur, est d'étudier la réponse fréquentielle du système en fonction des propriétés du milieu extérieur. Dans notre cas, il s'agit de l'étude de la fréquence de résonance et du facteur de qualité en fonction de la densité et de la viscosité du liquide qui est mis en contact avec le résonateur (Figure 98).

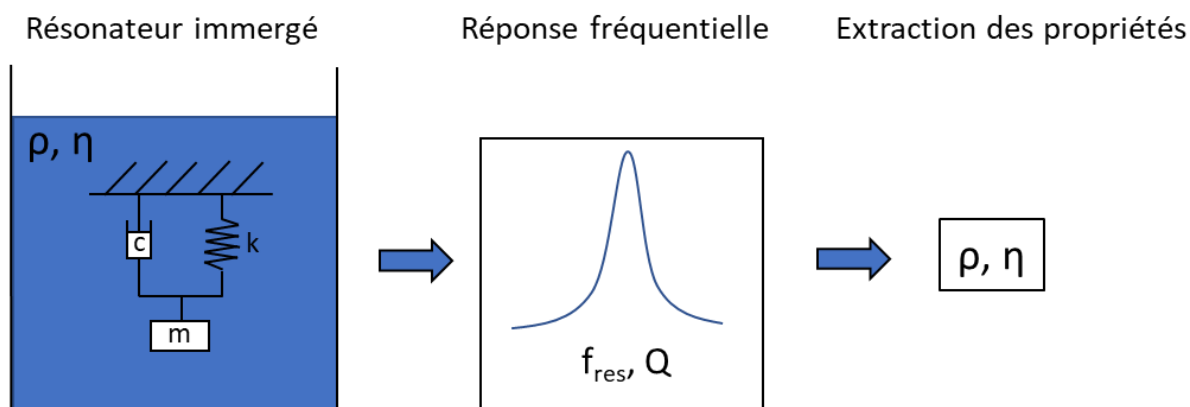


Figure 98: Schéma du principe de fonctionnement d'un résonateur mécanique pour l'extraction des paramètres de densité et de viscosité du liquide.

Comme présenté dans le chapitre I, les caractéristiques de la vibration montrent des réponses différentes suivant la densité et la viscosité du liquide. L'étape de calibration du système correspond à l'étude de l'évolution de la fréquence de résonance et du facteur de qualité avec des liquides de propriétés connus. Grâce à cela, on établit une plage de fonctionnement du système où le comportement vibratoire est connu. Finalement, pour chaque couple de fréquence de résonance et facteur de qualité, on peut en extraire les valeurs de densité et de viscosité du liquide d'étude.

V.2.2. Préparation des solutions tests et étalonnage

Afin d'avoir accès à d'importantes densités et viscosités, sur une grande plage de valeurs pour les solutions utilisées dans la calibration du système, le choix des solutions étalons se porte sur des mélanges eau-glycérol à différentes fractions volumiques de glycérol. Le glycérol étant plus dense et plus visqueux que l'eau, la plus faible densité et viscosité sera donc celle de l'eau (connu à environ 1000 kg/m^3 et $1 \text{ mPa}\cdot\text{s}$) et les valeurs les plus importantes seront pour une solution de glycérol pur.

6 solutions différentes sont utilisées pour la calibration du système : eau distillée, mélanges eau-glycérol à 50 %, 80 %, 90 % et 95 %, ainsi qu'une solution de glycérol pur. Les solutions préparées sont détaillées dans le Tableau 27.

Tableau 27 : Préparation des solutions étalons pour les mesures de densité et viscosité.

Solutions	Volume eau distillée (mL)	Volume glycérol (mL)
Eau	15	0
Glycérol 50 %	7,5	7,5
Glycérol 80 %	3	12

Glycérol 90 %	1,5	13,5
Glycérol 95 %	0,75	14,25
Glycérol 100 %	0	15

Pour la calibration de notre système, il est nécessaire dans un premier temps de connaître les propriétés des solutions utilisées.

V.2.2.1. Mesures au rhéomètre

A l'aide d'un rhéomètre Malvern Kinexus Pro, on mesure la viscosité des solutions en fonction du taux de cisaillement appliqué (Figure 99).

Le liquide est placé entre les deux disques du rhéomètre. Celui-ci applique une vitesse de cisaillement connue par le biais de la mise en rotation d'un de ces disques qui est en contact avec le liquide à étudier. Le rapport entre le couple de rotation mesuré entre les deux disques et la vitesse de rotation permet de déterminer la viscosité du liquide.

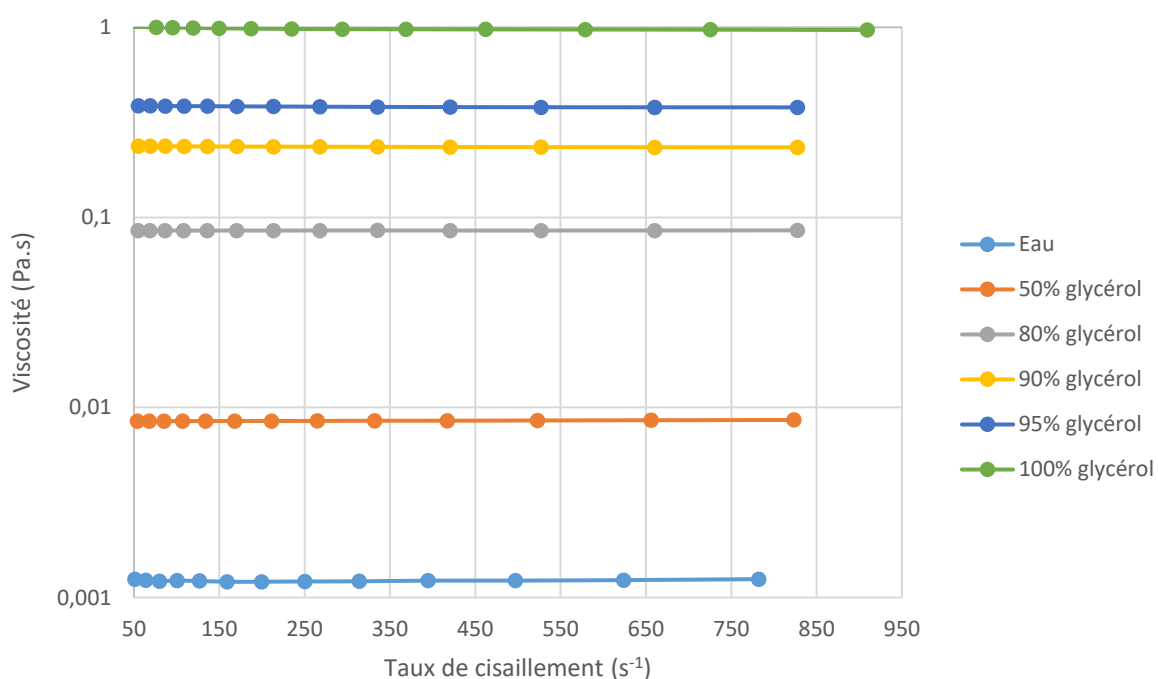


Figure 99 : Résultats des mesures au rhéomètre de la viscosité dynamique en fonction du taux de cisaillement appliqué pour différentes concentrations de mélange eau-glycérol.

Sur les mesures effectuées notamment sur les solutions de glycérol 95 % et 100 %, on observe un comportement légèrement rhéofluidifiant [136]. C'est-à-dire que la viscosité diminue en fonction du

cisaillement et donc l'aspect non newtonien de ces solutions apparait. En effet, en réalité très peu de liquides peuvent être supposés comme étant parfaitement newtonien, d'où l'importance de réaliser des mesures de viscosités à différentes fréquences, comparées au rhéomètre classiquement utilisé.

A partir de ces courbes, on détermine la viscosité des différentes solutions au plus haut taux de cisaillement disponible. Les viscosités extraites sont présentées dans le Tableau 28.

Tableau 28: Viscosités des solutions étalons mesurées au rhéomètre.

Solutions	Viscosité mesurée au rhéomètre (mPa.s)
Eau	1,22
Glycérol 50 %	8,50
Glycérol 80 %	85,29
Glycérol 90 %	235,5
Glycérol 95 %	383,10
Glycérol 100 %	985,00

Grâce à ces différentes fractions du mélange eau-glycérol, on obtient une plage de viscosité allant de 1,22 mPa.s pour de l'eau distillée à 985 mPa.s pour la solution pure de glycérol.

Pour la densité des solutions étalons, n'ayant pas accès à un densimètre, nous nous appuyerons sur la connaissance de la densité de l'eau et de la solution de glycérol acheté pour ainsi déduire la densité des mélanges.

V.2.2.2. *Modèle de liquide binaire*

Afin de vérifier le comportement visqueux de nos mélanges eau-glycérol et également de calculer la densité des différentes fractions volumiques, on s'intéresse au modèle de liquide binaire qui permet de calculer la densité et viscosité d'un mélange eau-glycérol en fonction de la fraction volumique et de la température. Pour les calculs suivants, nous étudierons le mélange eau-glycérol à température ambiante de 20°C.

Le calcul de viscosité est proposé par la paramétrisation de Cheng [137] et le calcul de densité s'appuiera sur le polynôme présenté par Andreas Volk [138]. Le modèle s'articule selon les équations suivantes :

$$a(T) = 0,705 - 0,0017 \times T \quad (96)$$

$$b(T) = (4,9 + 0,036 \times T) \times a^{2,5} \quad (97)$$

$$\alpha = 1 - x_m + \frac{abx_m(1 - x_m)}{ax_m + b(1 - x_m)} \quad (98)$$

$$A = \ln\left(\frac{\eta_e}{\eta_g}\right) \quad (99)$$

La viscosité théorique du mélange est alors déterminée par l'équation suivante :

$$\eta_m = \eta_g e^{A\alpha} \quad (100)$$

La densité est calculée à partir du polynôme proposé par Andreas Volk :

$$c(T) = 1,78 \cdot 10^{-6} \times T^2 - 1,82 \cdot 10^{-4} \times T + 1 \quad (101)$$

Ce modèle prend en compte la contraction du volume du mélange. On introduit alors le terme de contraction suivant :

$$cont = 1 + c(T) \sin(x_m^{1,31} \pi)^{0,81} \quad (102)$$

Finalement la densité est calculée par le biais de l'équation 103.

$$\rho_m = (\rho_g x_v + \rho_e (1 - x_v)) * cont \quad (103)$$

On peut comparer les résultats de densité et de viscosité du modèle du mélange binaire avec les viscosités mesurées au rhéomètre (Figure 100). Pour les fractions volumiques de glycérol choisies, la densité varie de 997 kg/m³ pour l'eau à 1264 kg/m³ pour le glycérol pur. Il s'agit d'une plage de densité avec de fortes densités en comparaison à la plupart des liquides dont la densité est souvent comprise entre 900 et 1100 kg/m³.

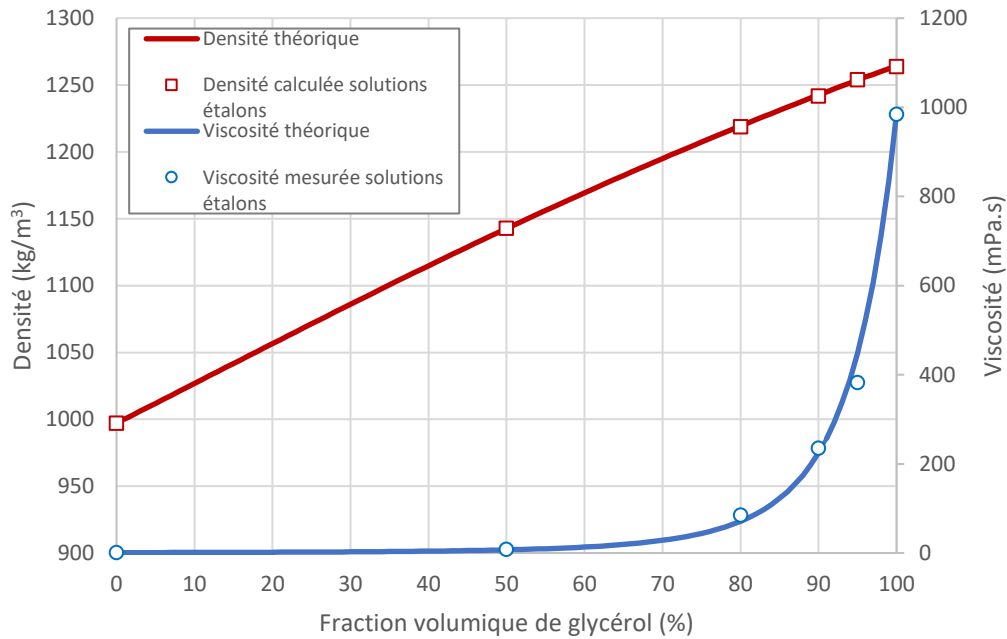


Figure 100: Densités et viscosités des mélanges eau-glycérol en fonction de la fraction de glycérol.

On remarque que la courbe de densité en fonction de la fraction volumique de glycérol n'est pas linéaire à cause de la contraction volumique du mélange.

D'après la Figure 100, on obtient une bonne concordance entre les valeurs de viscosité mesurées au rhéomètre et le modèle de liquide binaire.

Les propriétés des solutions étalons utilisées pour la calibration sont résumées dans le Tableau 29.

Tableau 29: Densités et viscosités des solutions étalons.

Solutions	Densité calculée (kg/m ³)	Viscosité calculée (mPa.s)	Viscosité mesurée au rhéomètre (mPa.s)
Eau	997	0,94	1,22
Glycérol 50 %	1143	7,17	8,5
Glycérol 80 %	1219	71,39	85,29
Glycérol 90 %	1242	225,01	235,5
Glycérol 95 %	1254	448,47	383,1
Glycérol 100 %	1264	987,58	985

V.2.3. Calibration par mesures d'impédance sur les solutions étalons

V.2.3.1. Montage expérimental

Maintenant que les densités et viscosités des mélanges eau-glycérol sont connues, on s'intéresse à la calibration du système électromécanique.

Le protocole expérimental des mesures électriques est le même que celui présenté dans le chapitre IV. Les mesures sont réalisées selon la configuration chargée, et sont répétées de 3 à 5 fois, sur de nouveaux échantillons de liquide.

Les mesures permettent d'obtenir l'évolution du module et de la phase de l'impédance pour les différentes solutions étalons. L'impédance est mesurée sur l'ensemble des quatre actionneurs de chaque plaque, avec une tension appliquée de 500 mV. Les mesures sont réalisées grâce à un analyseur d'impédance HP4294A et un générateur de signal HIOKI IM3570. Le montage expérimental des mesures effectuées est présenté dans la Figure 101.

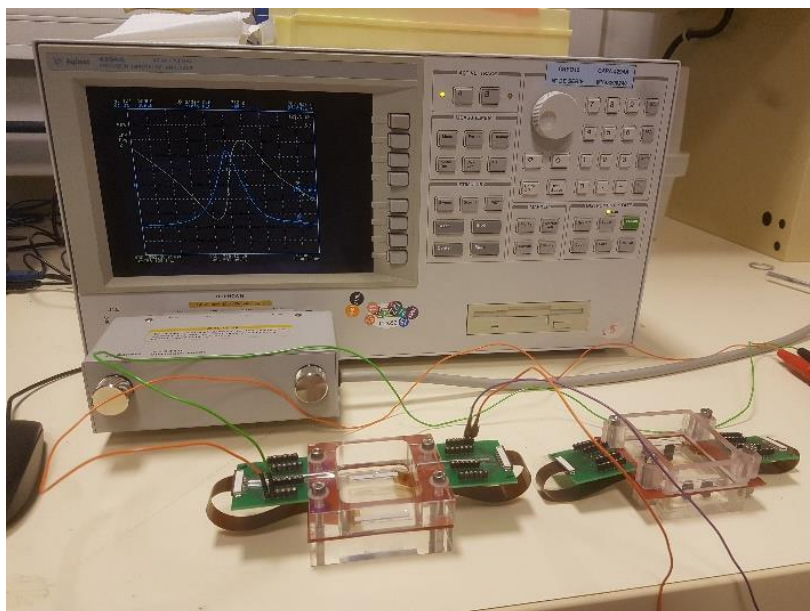


Figure 101: Montage expérimental pour les mesures des résonances électromécaniques à l'aide d'un analyseur d'impédance.

V.2.3.2. Extraction des paramètres

L'extraction des paramètres de fréquence de résonance et de facteur de qualité selon le schéma électrique de la Figure 90 a déjà été présenté dans le chapitre IV.

A partir des valeurs des paramètres électriques trouvés, on en déduit directement la fréquence de résonance f_{res} et le facteur de qualité Q selon les équations (94) et (95).

Les mesures électriques permettent de tracer les courbes de conductance en fonction de la fréquence (Figure 102). Les valeurs de fréquences de résonance et de facteurs de qualité présentées sont moyennées sur les différents échantillons mesurés dans le même liquide. Entre chaque test du même liquide la plaque est nettoyée à l'eau et éthanol puis celle-ci est séchée.

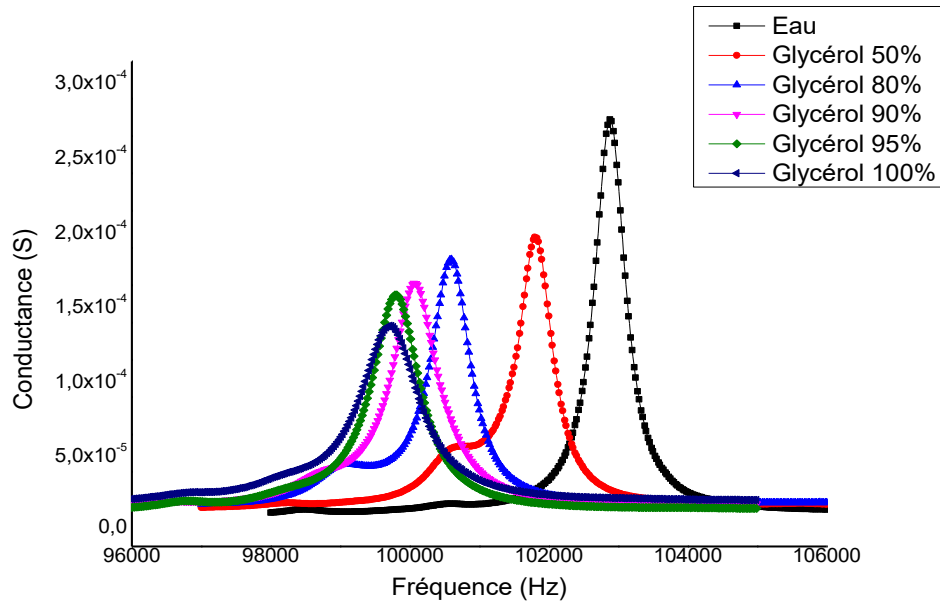


Figure 102: Evolution de la conductance associée au mode 12 nœuds pour les différentes solutions étalons.

On remarque, d'après l'évolution de la conductance, qu'en augmentant la fraction de glycérol, le pic de résonance se décale vers des valeurs de fréquences plus faibles. La valeur de conductance maximale diminue également et le pic s'élargit, traduisant une diminution du facteur de qualité.

A partir de ces courbes et de l'extraction des fréquences quadrantaux présentée dans le chapitre IV, on peut déterminer les fréquences de résonance et les facteurs de qualité obtenus pour les plaques de Lamb fonctionnant avec les diverses solutions étalons. Le Tableau 30 présente les valeurs mesurées pour les deux designs de plaques 12 et 16 nœuds. Les incertitudes sont calculées à partir des différentes valeurs obtenues lors de la répétition de la manipulation de 3 à 5 fois pour le même liquide.

Tableau 30 : Extraction des fréquences de résonance et facteurs de qualité des liquides de calibration.

Solutions	12 N1		16 N1	
	Fréquence de résonance (Hz)	Facteur de qualité	Fréquence de résonance (Hz)	Facteur de qualité
Eau distillée	103376±485	163±31	186490±289	162±16
Glycérol 50 %	101833±25	139±19	185397±150	158±16
Glycérol 80 %	100610±75	131±10	183763±347	156±9
Glycérol 90 %	100140±79	113±6	183077±165	144±4
Glycérol 95 %	99825±43	111±8	182757±75	121±14
Glycérol 100 %	99763±86	93±2	182657±220	104±4

Pour le mode de Lamb 12 nœuds, la fréquence de résonance diminue de 103376 Hz à 99763 Hz lorsque l'on passe de l'eau au glycérol pur et le facteur de qualité associé diminue lui aussi de 163 à 93. De la même manière pour le mode de Lamb 16 nœuds, la fréquence chute de 186490 Hz à 182657 Hz et les facteurs de qualité obtenus sont très similaires à ceux de la plaque 12 nœuds (de 162 à 104).

On note que, globalement, l'erreur sur les fréquences de résonance et sur les facteurs de qualité a tendance à diminuer lorsque la viscosité augmente. On peut expliquer cela du fait de la difficulté à reproduire, d'une expérience à une autre, la même forme et dimension de goutte créée lors du dépôt de 2 mL de solution sur la plaque (et ceci bien que nous essayions d'obtenir la même répartition du liquide sur la surface). Selon les solutions utilisées, les angles de contact varient et le mouillage change ce qui induit un léger changement dans le comportement vibratoire du système, qui semble d'autant plus important que le liquide est peu visqueux.

V.2.4. Modélisation

Nous allons désormais pouvoir extraire la densité et viscosité d'un liquide en connaissant la fréquence et le facteur de qualité de la résonance associée. Pour ce faire, on va s'appuyer sur le modèle de la sphère oscillante. Il s'agit d'un modèle qui permet de donner une expression de la force de résistance du fluide au mouvement de la structure vibrante [65]. Cette formulation est basée sur l'expression des différentes composantes de la force hydrodynamique proposée par Sader [139], dans le cas d'une poutre vibrante. Cette force est associée à la masse ajoutée du liquide et d'un amortissement supplémentaire induit par celui-ci. L'expression de la masse ajoutée et de l'amortissement a été étudié sur plusieurs types de résonateurs mécaniques, tels qu'une plaque avec vibration dans le plan, un cylindre en rotation ou avec une vibration transverse, ou encore une poutre en flexion [140], [141]. L'expression de la masse ajoutée et de l'amortissement est liée aux propriétés de densité et de viscosité du liquide. En partant de ce constat, Heinisch a par la suite proposé un modèle généralisé de l'expression de la fréquence de résonance et du facteur de qualité en fonction des propriétés du liquide [142]. Ce modèle s'est montré pertinent notamment dans l'étude de poutres en vibration transverse [67], [141] et de plaques générant un déplacement hors plan [72]. Ainsi, ce modèle semble adapté, dans notre cas, pour l'étude de notre système.

Dans ce modèle généralisé, la fréquence de résonance et le facteur de qualité sont reliés à l'amortissement et à la masse ajoutée. L'amortissement et la masse sont associées respectivement aux expressions des variables g_1 et g_2 . Ces paramètres décrivent le comportement vibratoire du système par les expressions suivantes :

$$f_n = \frac{1}{2\pi\sqrt{g_2}} \quad (104)$$

f_n correspond à la fréquence de résonance du résonateur.

$$Q = \frac{\sqrt{g_2}}{g_1} \quad (105)$$

Q est le facteur de qualité associé à la résonance. Les termes g_1 et g_2 sont décrits par les équations suivantes.

$$g_1 = C_0 + C_1\sqrt{f_n}\sqrt{\rho\eta} + C_2\eta \quad (106)$$

$$g_2 = C_3\rho + C_4\sqrt{\rho\eta}/\sqrt{f_n} + C_5 \quad (107)$$

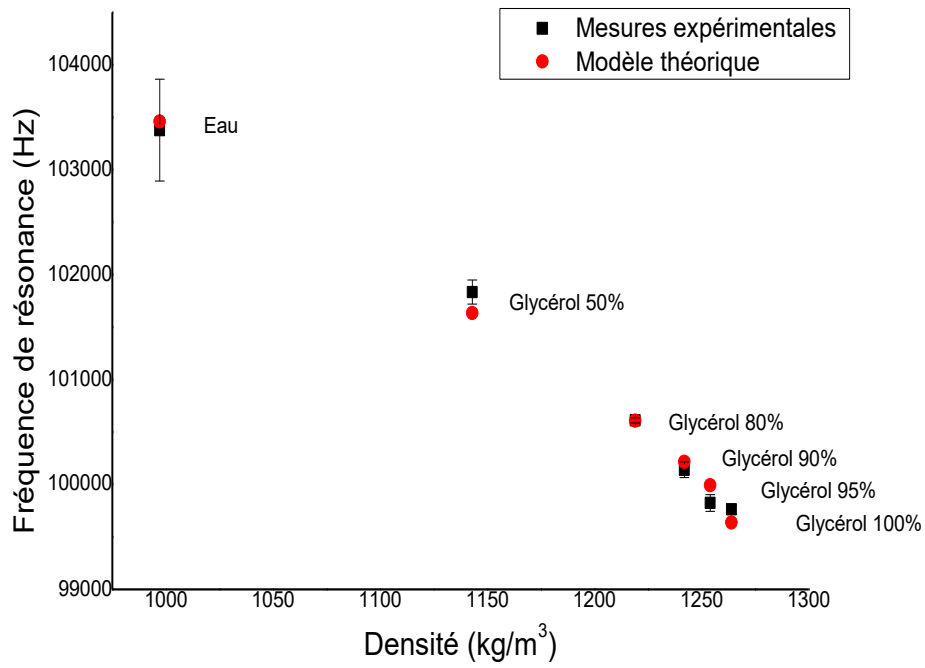
Dans ce modèle, les coefficients C_0 , C_1 , C_2 , C_3 , C_4 et C_5 dépendent du type de résonateur mécanique et du mode de vibration utilisé. Dans notre cas, grâce aux mesures de calibration et à la méthode des moindres carrés implémentée sous Matlab, on peut déterminer les coefficients C_0 , C_1 , C_2 , C_3 , C_4 et C_5 pour les plaques associées aux modes 12 et 16 nœuds. Les coefficients obtenus sont présentés dans le Tableau 31.

Tableau 31: Valeurs des coefficients du modèle obtenus numériquement pour les plaques basées sur un design 12 nœuds et 16 nœuds.

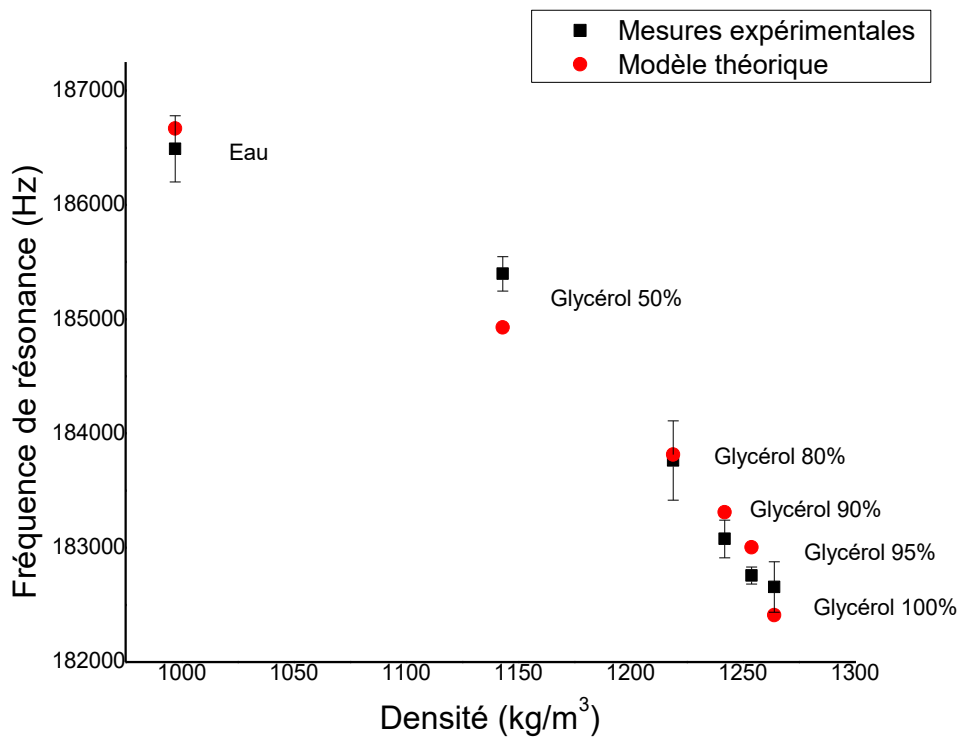
Coefficients	Modèle 12N	Modèle 16N
C_0 (s)	$9,19.10^{-9}$	$5,18.10^{-9}$
C_1 ($m^2s^2kg^{-1}$)	$2,52.10^{-14}$	$2,94.10^{-15}$
C_2 ($m.s^2kg^{-1}$)	$-1,39.10^{-12}$	$1,93.10^{-12}$
C_3 ($m^3s^2kg^{-1}$)	$5,75.10^{-16}$	$9,02.10^{-17}$
C_4 ($m^2s^2kg^{-1}$)	$9,17.10^{-15}$	$4,05.10^{-15}$
C_5 (s^2)	$1,79.10^{-12}$	$6,37.10^{-13}$

D'après les valeurs obtenues pour chacun des coefficients, et en s'intéressant aux expressions de g_1 et g_2 pour les plages de densité et de viscosité étudiées, nous constatons que le paramètre g_1 dépend majoritairement des termes associés à C_0 et C_1 , et que le terme associé à C_2 apparaît comme négligeable. De la même façon, le terme associé au coefficient C_4 , dans l'expression du paramètre g_2 , est négligeable. Le paramètre g_1 varie majoritairement en fonction de la racine du produit densité-viscosité tandis que g_2 dépend de la densité du liquide.

A partir de ces observations, il apparaît alors pertinent de tracer l'évolution de la fréquence de résonance en fonction de la densité du liquide (Figure 103(a)) et le facteur de qualité en fonction de la racine du produit densité-viscosité (Figure 103(b)).



(a) - Plaque 12 nœuds

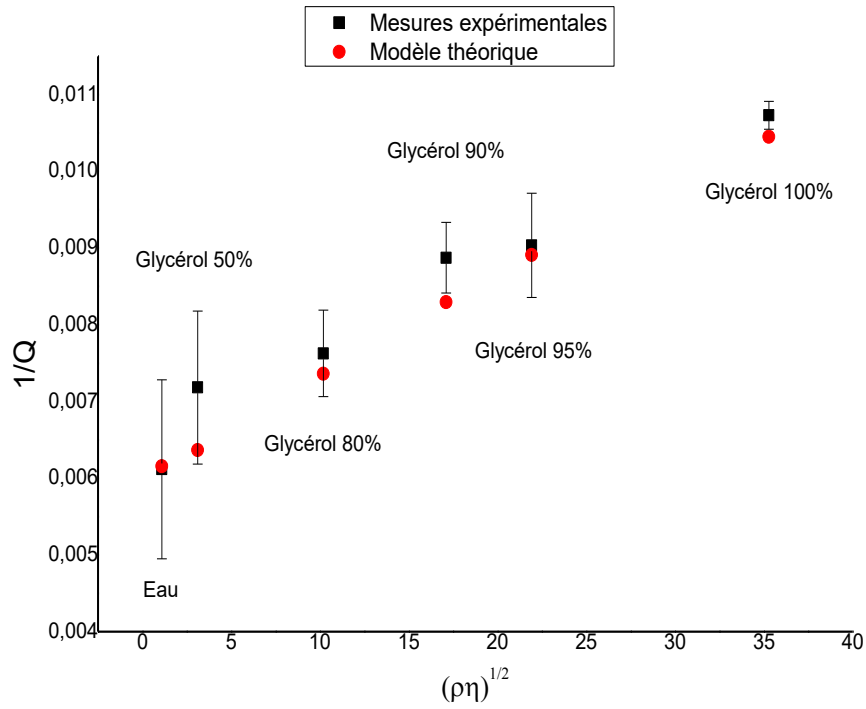


(b) - Plaque 16 nœuds

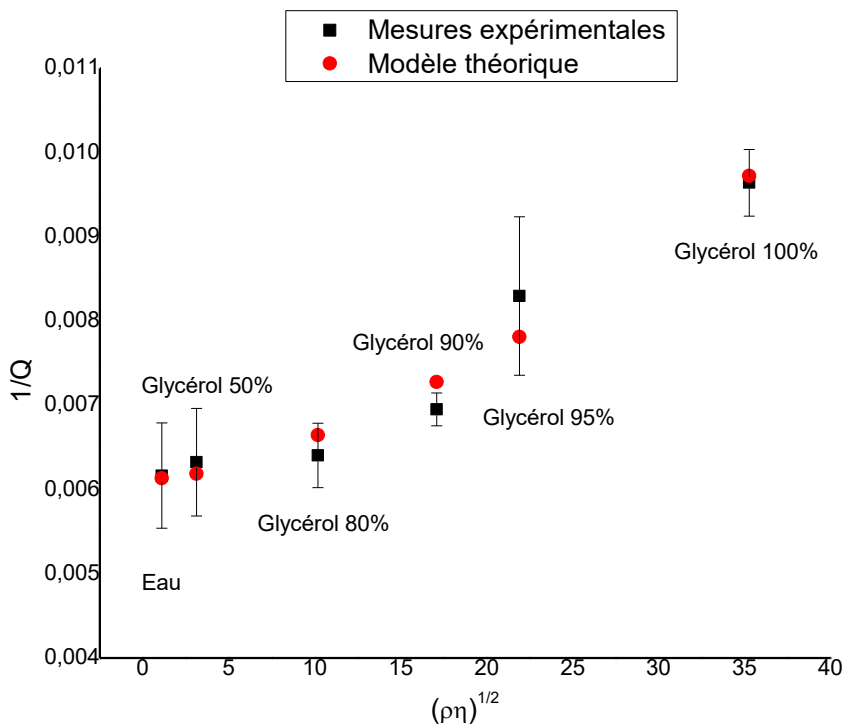
Figure 103: Evolution de la fréquence de résonance en fonction de la densité du liquide pour les modes de Lamb 12 nœuds (a) et 16 nœuds (b).

Nous constatons le bon accord entre les points du modèle théorique et ceux calculés à l'aide des équations 106 et 107.

D'après la Figure 103 on observe que la fréquence de résonance des modes de Lamb 12 nœuds et 16 nœuds diminue linéairement en fonction de la densité du liquide.



(a)



(b)

Figure 104: Evolution de l'inverse du facteur de qualité en fonction du produit densité-viscosité des différents liquides pour les modes de Lamb 12 nœuds (a) et 16 nœuds (b).

La Figure 104 présente l'évolution linéaire de l'inverse du facteur de qualité en fonction de la racine du produit densité-viscosité. Comme attendu les valeurs des fréquences de résonance et du facteur de qualité ont un comportement linéaire respectivement en fonction de la densité et de la racine du produit densité-viscosité.

On remarque également que les barres d'erreurs varient d'un liquide à l'autre, dû au fait que celles-ci soient liées à la répétition de la mesure sur plusieurs essais, donnant une erreur plus importante que la simple résolution de la mesure de fréquence de résonance et de l'extraction du facteur de qualité. De plus, on observe que l'incertitude est plus importante pour les solutions les moins visqueuses. Ceci est lié à la répétabilité de la répartition de la couche de liquide déposée sur la plaque. Pour une solution peu visqueuse expérimentalement, la déposition du liquide est peu reproductible.

L'intérêt de ce modèle est de pouvoir inverser les équations 106 et 107 pour retrouver les valeurs de densité et de viscosité en fonction de la fréquence de résonance et du facteur de qualité mesurés. Les expressions de densité et de viscosité sont données par les relations suivantes[140], [141] :

$$\rho = \frac{1}{2}(a_0 k_1 - b_0 + k_3) \frac{C_4}{C_3 k_2 \sqrt{f_n}} \quad (108)$$

$$\eta = \frac{1}{2}(b_0 k_1 - a_0 + k_3) \frac{C_1 \sqrt{f_n}}{C_2 k_2} \quad (109)$$

Les paramètres b et k correspondent aux expressions suivantes :

$$a_0 = \frac{1}{C_4 (2\pi)^2 (f_n)^{3/2}} - \frac{C_5}{C_4} \sqrt{f_n}; \quad b_0 = \frac{1}{C_1 Q 2\pi (f_n)^{3/2}} - \frac{C_0}{C_1 \sqrt{f_n}} \quad (110)$$

$$k_1 = 1 - 2 \frac{C_3 C_2}{C_4 C_1}; \quad k_2 = 1 - \frac{C_3 C_2}{C_4 C_1}; \quad k_3 = \sqrt{(a_0 - b_0)^2 + 4 a_0 b_0 \frac{C_3 C_2}{C_4 C_1}} \quad (111)$$

A partir des valeurs calculées à l'aide des équations 110 et 111, on peut comparer les résultats obtenus avec les valeurs précédemment mesurées pour les solutions étalons dans le cas de la plaque 12 nœuds (Tableau 32) et de la plaque associée au mode de Lamb 16 nœuds (Tableau 33).

Tableau 32: Comparaison des densités et viscosités des solutions étalons et calculées à partir du résonateur à ondes de Lamb 12 nœuds.

Solutions	Densité théorique	Densité Lamb	Erreur (%)	Viscosité théorique	Viscosité Lamb	Erreur (%)
Eau distillée	997	1004	0,7	1,22	0,79	35
Glycérol 50 %	1143	1125	1,6	8,5	15	76
Glycérol 80 %	1219	1221	0,2	85,29	61	28
Glycérol 90 %	1242	1249	0,6	235,5	238	1,1
Glycérol 95 %	1254	1267	1,0	383,1	416	8,6
Glycérol 100 %	1264	1253	0,9	985	977	0,8

Tableau 33: Comparaison des densités et viscosités des solutions étalons et calculées à partir du résonateur à ondes de Lamb 16 nœuds.

Solutions	Densité théorique	Densité Lamb	Erreur (%)	Viscosité théorique	Viscosité Lamb	Erreur (%)
Eau distillée	997	1010	1,3	1,22	3,19	161
Glycérol 50 %	1143	1095	4,2	8,5	23	171
Glycérol 80 %	1219	1234	1,2	85,29	41	52
Glycérol 90 %	1242	1273	2,5	235,5	155	34
Glycérol 95 %	1254	1264	0,8	383,1	527	38
Glycérol 100 %	1264	1244	1,6	985	957	2,8

D'une manière générale nous constatons des erreurs plus grandes sur la plaque de Lamb 12 nœuds que sur celle à 16 nœuds. Cette tendance peut venir d'une meilleure calibration sur la plaque de Lamb 12 nœud que sur celle à 16 nœuds. Une légère différence de température entre celle de calibration et celle de mesure a notamment pu survenir pour la plaque à 16 nœuds.

Pour les deux designs de plaques, l'erreur relative aux mesures de densité sont relativement faibles (<4 %). Concernant les mesures de viscosité, on remarque que les erreurs sont relativement élevées pour les faibles viscosités et diminuent pour les solutions les plus visqueuses. Le plus grand écart est dans les deux cas reliés à la solution de glycérol à 50 % pour laquelle on peut remettre en cause la validité de la calibration sur cette solution. Nous pouvons également conclure que les écarts les plus importants correspondent aux solutions dont la répétabilité expérimentale est la moins probante. Le système à ondes de Lamb utilisé dans cette configuration semble alors mieux adapté pour des liquides dont la viscosité est importante.

La Figure 105 compare graphiquement les valeurs de densités et de viscosités obtenues avec la courbe du modèle de liquide binaire eau-glycérol pour les deux designs de plaque. Ces courbes confirment que le design de Lamb à 12 nœuds nous permette d’obtenir plus précisément aussi bien sur les valeurs de densité que de viscosité, dans le cas de nos systèmes et de leur calibration.

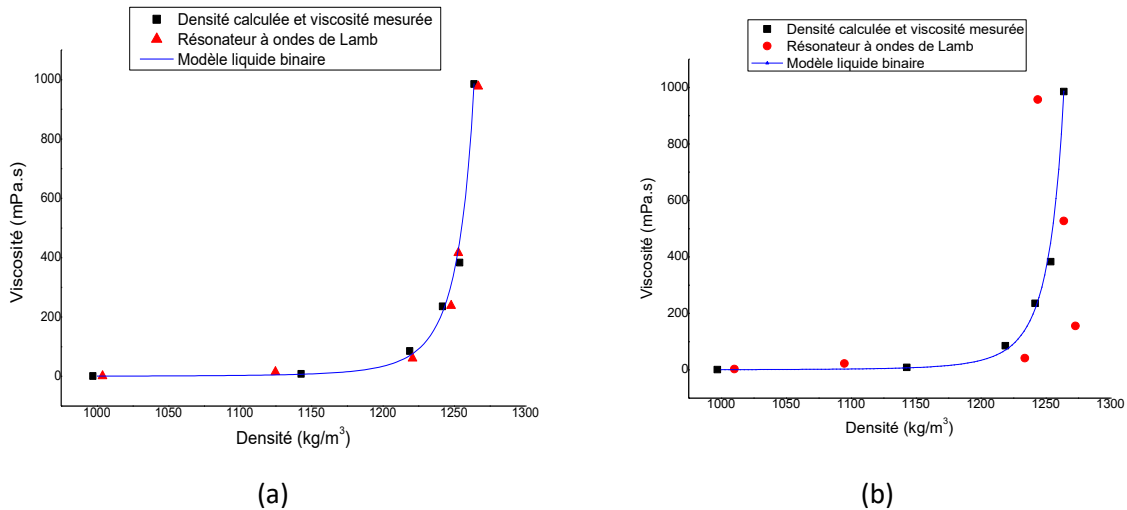


Figure 105: Densités et viscosités des différentes solutions étalons comparées entre les valeurs mesurées au rhéomètre et par le système à ondes de Lamb pour les modes 12 nœuds (a) et 16 nœuds (b).

V.2.5. Sensibilité et résolution du résonateur

A partir des mesures effectuées dans les différents liquides, il est possible de déterminer la sensibilité du résonateur qui représente la variation du signal de sortie en fonction d’une des propriétés du liquide considéré, c’est-à-dire sa densité ou sa viscosité.

En général, les sensibilités ne sont pas constantes, mais d’après la Figure 103, on peut estimer la sensibilité par rapport à la densité et la viscosité.

On pourrait s’intéresser à la sensibilité du système par rapport à la masse ajoutée.

$$S_m = \frac{\partial f_n}{\partial m} \quad (112)$$

Etant donné que l’on travaille à volume de liquide constant dans notre cas il est plus pertinent de déterminer la sensibilité en fonction de la masse volumique du liquide [140].

$$S_\rho = \frac{\partial f_n}{\partial \rho} \quad (113)$$

Concernant la sensibilité par rapport à la viscosité, ou plutôt du produit densité-viscosité, on peut écrire cette sensibilité de la forme suivante :

$$S_\eta = \frac{\partial Q}{\partial \sqrt{\rho\eta}} \quad (114)$$

Le Tableau 34 présente les valeurs de sensibilité pour les deux plaques étudiées.

Tableau 34: Sensibilités et résolutions des résonateurs associées aux modes de Lamb 12 et 16 nœuds.

Sensibilités	Plaque 12N	Plaque 16N
S_ρ (Hz/kg/m ³)	13,8	14,9
S_η (mPa.s.kg/m ³) ^{1/2})	6,31.10 ⁻²	5,64.10 ⁻²

Ces valeurs de sensibilité constantes permettent de comparer avec l'état de l'art des résonateurs mécaniques pour la mesure de propriétés de liquides. Les systèmes SMR présentent des sensibilités similaires de 14,3 Hz/kg/m³ comparé à nos systèmes [135]. Une sensibilité par rapport à la viscosité de 0,1 (Pa.s.kg/m³)^{1/2} est reportée par Pfusterschmied dans une solution de D500 (de propriétés 872 kg/m³ et 712 mPa.s) dans le cas d'une poutre micrométrique générant des vibrations comparables aux ondes de Lamb [143]. Les plaques étudiées sont moins sensibles au produit de la densité viscosité vis-à-vis du facteur de qualité, c'est-à-dire qu'à densité constante, le système est moins sensible à une augmentation de la viscosité. Ce résultat confirme le plus faible amortissement des vibrations dans des liquides visqueux et laisse donc augurer d'une possible utilisation à forte viscosité.

Pour la résolution du système et des mesures effectuées, les incertitudes sont calculées à partir des équations 110 et 111 en utilisant la propagation des incertitudes.

Les résolutions de la densité et de la viscosité extraites peuvent s'écrire de la façon suivante :

$$\Delta\rho = \sqrt{\left(\frac{\partial\rho}{\partial f_n}\Delta f_n\right)^2 + \left(\frac{\partial\rho}{\partial Q}\Delta Q\right)^2} \quad (115)$$

$$\Delta\eta = \sqrt{\left(\frac{\partial\eta}{\partial f_n}\Delta f_n\right)^2 + \left(\frac{\partial\eta}{\partial Q}\Delta Q\right)^2} \quad (116)$$

Les résolutions dépendent des erreurs Δf_n et ΔQ déterminées à partir des différents essais effectués à partir d'une même plaque sur le même liquide.

La résolution de la densité est principalement due au terme lié à l'écart de fréquence Δf_n alors que pour la viscosité il s'agit du second terme lié à ΔQ .

Les résolutions des mesures de densité et viscosité sont présentées pour les deux systèmes dans le Tableau 35 et le Tableau 36.

Tableau 35: Résolutions des mesures de densité et viscosité pour la plaque de Lamb 12 nœuds.

Solutions	Densité Lamb (kg/m ³)	Résolution $\Delta\rho$ (kg/m ³)	Viscosité Lamb (mPa.s)	Résolution $\Delta\eta$ (mPa.s)
Eau distillée	1010	39,9	3,19	12,5
Glycérol 50%	1095	8,5	23	37,7
Glycérol 80%	1234	8,4	41	48,9
Glycérol 90%	1273	8,4	155	86
Glycérol 95%	1264	9,1	527	190
Glycérol 100%	1244	8,2	957	115

Tableau 36: Résolutions des mesures de densité et viscosité pour la plaque de Lamb 16 nœuds.

Solutions	Densité Lamb (kg/m ³)	Résolution $\Delta\rho$ (kg/m ³)	Viscosité Lamb (mPa.s)	Résolution $\Delta\eta$ (mPa.s)
Eau distillée	1010	43,8	3,19	39,4
Glycérol 50%	1095	33,9	23	88
Glycérol 80%	1234	35,1	41	60
Glycérol 90%	1273	16,2	155	45
Glycérol 95%	1264	23,9	527	292
Glycérol 100%	1244	20,6	957	124

Les résolutions des densités obtenues sont comprises entre 8 et 40 kg/m³ alors que pour la viscosité les résolutions présentées se situe entre 12 et 292 mPa.s. Etant donné les termes dominants dans le calcul des résolutions (équations 117 et 118), $\Delta\rho$ affiche un comportement que l'on peut considérer comme linéaire en fonction de l'écart en fréquence Δf_n , alors que $\Delta\eta$ dépend linéairement de ΔQ . Ceci indique que la résolution de la densité dépend de l'écart en fréquence Δf_n , alors que la résolution de la viscosité dépend de l'écart du facteur de qualité ΔQ mesuré entre les différents essais sur une même plaque pour le même liquide. Ces valeurs de résolutions sont relativement éloignées des résolutions proposées par Khan avec un système SMR avec des résolutions en densité de 0,01 kg/m³ et en viscosité

de 0,025 mPa.s [135]. Le système proposé par Toledo constitué d'une plaque suspendue encastrée affiche lui aussi des résolutions de l'ordre de 0,5 kg/m³ pour la mesure de densité et de 0,017 mPa.s pour la viscosité [37]. Tel que notre système de Lamb est développé, il se différencie principalement par son importante plage de mesure en densité-viscosité et son point fort réside dans les mesures de liquides à grandes viscosités.

Le système de Lamb 16 nœuds présente les valeurs de résolutions les plus hautes, dues aux plus grands écarts de mesure de la fréquence de résonance et de facteur de qualité pour ce système.

De manière générale, la mesure de la densité est relativement précise avec une résolution relative d'une valeur maximale de 4% obtenue pour les solutions étalons, tandis que la mesure de la viscosité présente une variation relative importante notamment pour les solutions de faibles viscosités.

V.2.6. Mesure d'un liquide inconnu

Afin de démontrer l'efficacité de notre système dans le cas de la mesure d'un liquide inconnu et non utilisé pour la calibration, on cherche à mesurer la densité et la viscosité d'une huile. L'expérience porte sur une huile végétale Lesieur ISIO 4 achetée dans le commerce. D'après la composition de cette huile et les données du fournisseur, on peut évaluer la densité entre 910 et 940 kg/m³. La viscosité est quant à elle mesurée au rhéomètre et est de 52 mPa.s. Etant donné que cette densité est inférieure à nos valeurs de calibration de densité, cette mesure doit nous permettre d'évaluer la possibilité d'étendre la plage de densité mesurable par notre résonateur à des densités plus faibles que la gamme de calibration.

Le système de Lamb 12 nœuds est utilisé pour évaluer la densité et la viscosité de cette huile. Les mesures effectuées sur 3 essais mettent en évidence une fréquence de résonance de 104080±115 Hz et un facteur de qualité de 148±3. Expérimentalement, les mesures se montrent plus répétables et le facteur de qualité varie peu entre les 3 essais, comparativement aux mesures de calibration. Nous pouvons mettre en lien ce constat avec le fait que, contrairement aux solutions eau-glycérol, la répartition de l'huile est pratiquement identique lors de ces 3 essais effectués. La différence de mouillage entre l'huile et les solutions eau-glycérol met en évidence une limite dans l'état actuel de la répétabilité des mesures de notre système. Un système de délimitation de la zone de charge sur notre plaque, par exemple en utilisant le dépôt localisé d'un cadre en polymère, pourrait améliorer significativement cette répétabilité.

A partir des données vibratoires, on détermine la densité et viscosité de l'huile dans le Tableau 37.

Tableau 37: Comparaison des densités et viscosités mesurées au rhéomètre et le résonateur à ondes de Lamb.

Solutions	Densité attendue (kg/m ³)	Densité mesurée (kg/m ³)	Viscosité mesurée au rhéomètre (mPa.s)	Viscosité mesurée (mPa.s)
Huile	925±15	939±9	52	43±12

Les propriétés mesurées par le système à ondes de Lamb affichent une densité de $939 \pm 9 \text{ kg/m}^3$ et une viscosité de $43 \pm 12 \text{ mPa.s}$ qui sont cohérentes avec les valeurs attendues pour l'huile. Les faibles variations de fréquence et du facteur de qualité engendrent une plus faible variation de la densité et de la viscosité mesurées pour l'huile, conduisant à une meilleure résolution.

Cette mesure sur un liquide inconnu nous permet de prouver la fonctionnalité de notre plaque de Lamb en mode capteur, pour la mesure de la viscosité et de la densité. Cette mesure concluante sur l'huile nous permet d'envisager d'étendre la plage de densité à des valeurs de densité plus faibles à partir de 800 kg/m^3 (Figure 106).

Au vu des facteurs de qualité élevés mesurés sur la solution la plus visqueuse de glycérol pur, évalués à 93 et 104, respectivement pour les modes de Lamb 12 et 16 nœuds, le système semble adapté pour les mesures à fortes viscosités, au-delà de 1 Pa.s . En perspective, si la diminution du facteur de qualité suit la même tendance que pour le système 12 nœuds, pour un liquide plus visqueux tel que le miel ($\rho=1400 \text{ kg/m}^3$ et $\eta=10 \text{ Pa.s}$) on pourrait s'attendre à un facteur de qualité de 47 rendant la mesure encore tout à fait pertinente. Ces perspectives distinguent notre système de ceux de l'état de l'art, limités ou même inopérant pour des mesures à de telles viscosités.

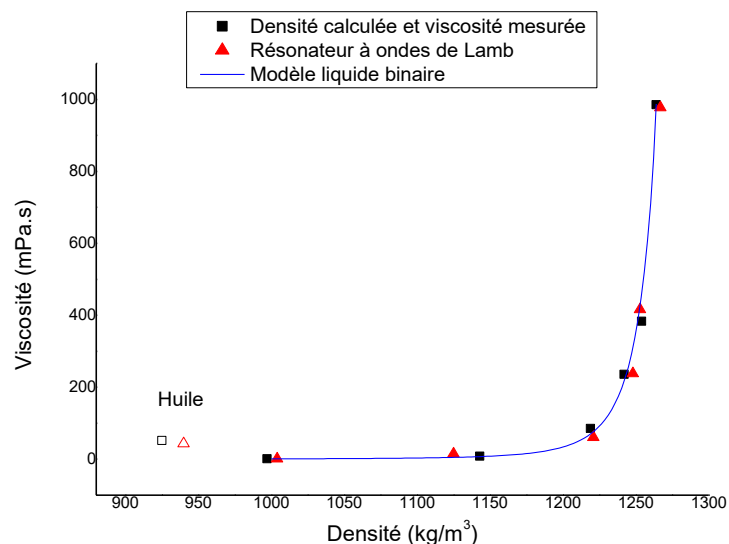


Figure 106 : Densités et viscosités des liquides mesurées en incluant l'huile pour le système à ondes de Lamb 12 nœuds.

V.3. CONCLUSION

Dans ce chapitre nous avons étudié le potentiel du système à ondes de Lamb pour la caractérisation des propriétés de densité et de viscosité de liquides. Différentes fractions de mélanges eau-glycérol ont tout d'abord été étalonnées à l'aide d'un rhéomètre, puis celles-ci ont été utilisées pour calibrer le système à ondes de Lamb. Ces solutions ont permis d'étudier la réponse fréquentielle du système sur une plage de densités allant de 997 et 1264 kg/m^3 et de viscosités comprises entre 1,22 et 985 mPa.s . Dans la calibration du système Lamb 12 nœuds, le facteur de qualité mesuré diminue d'une valeur de

163 à 92 affichant une valeur encore élevée pour un liquide plus visqueux que ceux rapportés par l'état de l'art.

Le résonateur est modélisé par des équations basées sur le modèle de la sphère oscillante généralisée. La sensibilité du système par rapport à la densité du liquide est de l'ordre de 14 Hz/kg/m^3 , ce qui est comparable aux performances des résonateurs MEMS de type SMR ou plaque encastrée [135], [143]. Les plaques développées affichent néanmoins une sensibilité réduite vis-à-vis de la viscosité, de l'ordre de $6.10^{-2} (\text{mPa.s.kg/m}^3)^{1/2}$, ce qui explique la faible diminution du facteur de qualité sur une importante plage de viscosité, mais permet ainsi d'envisager une utilisation à forte viscosité ce qui est un avantage par rapport aux systèmes MEMS. Les résolutions de notre plaque de Lamb par rapport à la mesure de densité et de viscosité sont de l'ordre de $9\text{-}40 \text{ kg/m}^3$ et $12\text{-}292 \text{ mPa.s}$. Ces valeurs sont inférieures à des systèmes existants dans l'état de l'art avec des résolutions de l'ordre de $0,5 \text{ kg/m}^3$ en termes de densité et $0,017 \text{ mPa.s}$ pour la viscosité dans le cas d'un système à base de plaque encastrée [37].

Il a également été montré que la résolution des mesures de densité et de viscosité effectuées est perturbée par le manque de répétabilité des mesures engendrant ainsi un écart important du facteur de qualité pour chaque liquide, responsable de la dégradation de la résolution en viscosité.

Finalement, une mesure sur une huile présentant des propriétés hors de la plage de calibration du système ont été réalisés, montrant ainsi la possibilité d'étendre la calibration pour des liquides de plus faibles densités.

Le système à ondes de Lamb possède des résolutions et sensibilités globalement inférieures à des résonateurs mécaniques mais permet d'évaluer les propriétés sur un plus grand intervalle de densités et de viscosités. De plus, d'une manière pratique le système propose une mesure facile à réaliser en évitant la micromanipulation de liquide et une caractérisation à basse tension facilement implantable dans un test in-situ. Les mesures effectuées avec le dispositif de Lamb 12 nœuds ont fait l'objet de la publication d'un article [144].

V.4. PERSPECTIVES

Les études effectuées ont montré le potentiel du système actuel en tant que capteur pour la mesure de propriétés de liquide, mais également ses limites. D'après la mesure hors de la gamme de calibration, on peut envisager d'élargir la plage de mesure de la densité à des valeurs inférieures à 800 kg/m^3 . De plus les facteurs de qualité affichés dans le glycérol pur permettent également d'ouvrir la gamme de mesure de la viscosité à de plus grandes valeurs, à priori au-delà de 1 Pa.s . Pour étudier les performances à plus hautes viscosités il serait alors nécessaire d'utiliser des étalons de viscosité choisis plus judicieusement, tels que des solutions de S600 à 2063 mPa.s et de N1000 à 4400 mPa.s.

Le système a montré des limites dans la résolution des mesures, notamment concernant la mesure de viscosité. Ceci est principalement dû à des problèmes de répétabilité entre les différents essais pour le même liquide. Il s'agit d'une limite intrinsèque à la configuration chargée qui dépend de la répartition du liquide sur la plaque et donc du mouillage qui diffère selon les liquides. Les pistes d'amélioration du système peuvent être de contrôler la répartition du liquide en ajoutant un cadre en silicone sur la surface supérieure de la plaque, créant ainsi une cavité, sans appliquer de contraintes d'encastrement. La configuration immergée peut potentiellement également résoudre ce problème mais oblige alors d'utiliser un volume plus important de liquide.

Un des avantages de notre système est également de pouvoir travailler sur des grands volumes de liquide, pourquoi pas en environnement sévères. Une suite possible à ce travail serait de faire la preuve de concept de la mesure de la viscosité dans des cuves de pétroles lourds qui ont des densités comprises entre 800 et 1000 kg/m³ et des viscosités entre 100 et 10000 mPa.s. D'après le comportement de notre système, et même à ces très hautes viscosités, on peut s'attendre à obtenir des facteurs de qualité de l'ordre de 50 d'après la tendance affichée après calibration et ainsi permettant de réaliser une mesure des propriétés physiques.

VI. Applications biologiques : adhésion et patterning de culture cellulaire

SOMMAIRE

VI.1. Introduction.....	156
VI.2. Motivations	156
VI.3. Culture cellulaire sur système de Lamb	157
VI.3.1. Choix des cellules.....	157
VI.3.2. Adhésion sur substrat de verre	158
VI.3.2.1. Tests d'adhésion.....	158
VI.3.2.2. Un packaging biocompatible ?	161
VI.4. Patterning d'une surface de culture cellulaire	164
VI.4.1. Protocole	164
VI.4.2. Actionnement.....	166
VI.4.3. Observations du patterning.....	169
VI.4.4. Caractéristiques du patterning.....	173
VI.5. Conclusion	175
VI.6. Perspectives.....	176

VI.1. INTRODUCTION

Dans ce chapitre nous allons étudier le potentiel du système Lamb libre pour des applications biologiques. Nous étudierons principalement l'adhésion des cellules sur le système à ondes de Lamb et également une application de patterning de cellules adhérentes grâce à la vibration du système développé. Le patterning consiste au contrôle de la position des cellules sur une surface afin d'obtenir un motif de cellules adhérentes. La première partie de ce travail est l'étude de l'adhésion de cellules au substrat de verre et de la biocompatibilité du système de Lamb libre développé.

Pour réaliser une preuve de concept de patterning par la mise en vibration du système à ondes de Lamb, nous essayerons deux approches. La première est à partir d'un tapis de cellules adhérentes, à partir duquel nous essayerons de décoller les cellules sélectivement, par région de la plaque. La seconde est de se servir des forces acoustiques générées par le système pour contrôler la position des cellules en suspension et d'ensuite laisser adhérer les cellules avec le pattern désiré.

VI.2. MOTIVATIONS

Le contrôle de la position des cellules adhérentes présente de l'intérêt dans les études de prolifération et de migration des cellules adhérentes [102], [105], [116].

L'étude de la migration cellulaire est un enjeu majeur de l'étude du comportement cellulaire dans un contexte physiologique ou pathologique. Une des méthodes utilisées pour étudier la migration cellulaire in vitro se base sur la réalisation d'une ou plusieurs « cicatrices » dans un tapis cellulaire et l'analyse de la fermeture de la ou des cicatrices. Cette fermeture est la résultante directe de la migration des cellules présentes. On peut distinguer des méthodes passives ou actives pour la création de ces cicatrices. Les techniques passives pouvant être utilisées se basent sur la modification du substrat afin d'obtenir un substrat micro-structuré ou bien en déposant localement des protéines afin de faciliter l'adhésion dans certaines zones. Ces méthodes utilisent une fonctionnalisation chimique du substrat d'adhésion qui permet d'étudier l'interaction entre les cellules et leur substrat, mais impliquent de tenir compte de la chimie utilisée et nécessitent une étape préliminaire.

Une des techniques actives la plus répandue pour former la cicatrice utilise un stylet ou une pipette, la formation de la cicatrice est donc peu contrôlée et son niveau de reproductibilité est faible. De plus dans ce cas, les cellules peuvent être endommagées. Une autre technique met en œuvre des inserts permettant le passage des cellules à certains endroits, mais les tailles disponibles pour les inserts et la nécessité de coller ceux-ci peuvent interférer avec le test. Pour réaliser ces manipulations il est préférable d'utiliser des méthodes sans contact afin de préserver les cellules. Les forces à distance optiques, électriques ou encore acoustiques sont souvent privilégiées pour des manipulations de cellules. Comme présenté dans le chapitre I, l'utilisation d'ondes acoustiques dans un milieu liquide pour la manipulation de particules est appelée acousto-fluidique. Dans le cas d'une application de patterning de culture biologique d'une population de cellules adhérentes il est avantageux de travailler à des longueurs d'onde de l'ordre du millimètre correspondant aux longueurs caractéristiques d'une population de cellules. Néanmoins, les systèmes existants génèrent une onde acoustique dont la fréquence se situe au-delà du Mégahertz [89], [90], [92], [145]. Dans ce cas les valeurs de demi-longueurs d'ondes, qui correspondent à l'écart spatiale entre 2 regroupements de particules, est de

l'ordre du micromètre ou de la centaine de micromètres [101], [102]. Le système que nous avons développé présente des caractéristiques vibratoires intéressante pour ce type d'application.

Nous allons dans cette partie évaluer le potentiel du système Lamb libre pour une application de patterning de cellules adhérentes.

VI.3. CULTURE CELLULAIRE SUR SYSTEME DE LAMB

Comme présenté dans le chapitre I, certaines cellules nécessitent un support afin de réaliser leurs fonctions biologiques de migration, prolifération ou encore de différenciation. Pour les applications visées nous nous intéresserons au cas des cellules adhérentes sur du verre.

VI.3.1. Choix des cellules

Pour le choix des cellules adhérentes étudiées nous allons utiliser les NIH-3T3 (ATCC CRL-1658). Ce sont des fibroblastes embryonnaires de souris suisse NIH immortalisées, ce qui leur donne la capacité de se diviser sans limite. Les fibroblastes sont des cellules adhérentes présentes dans le tissu conjonctif. Elles sécrètent des composants de la matrice extracellulaire, collagène et élastine, et interviennent dans la cicatrisation des plaies.

Lorsque celles-ci adhèrent à une surface, d'après nos observations, elles prennent une forme étoilée pour une longueur de 20 à 30 μm et une largeur de 5 à 10 μm (Figure 107).

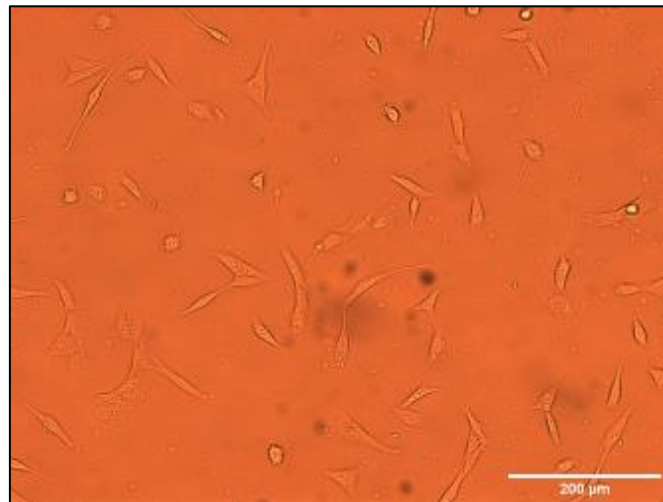


Figure 107: Image au microscope inversé en lumière blanche d'une culture de cellules NIH-3T3 au grossissement x10.

En plus des fibroblastes, les études porteront également sur des cellules cancéreuses humaines issues de la prostate PC3. On différenciera deux types de cellules PC3, des cellules PC3-WT ou de type sauvage et des PC3-GFP qui sont marquées par une protéine fluorescente (GFP). La GFP (Green Fluorescent Protein) est une protéine capable d'émettre une fluorescence de couleur verte à une longueur d'onde

de 395 nm. Ce marquage permet une visualisation plus facile en microscopie à fluorescence et dans notre cas permet de différencier les cellules PC3-GFP. La Figure 108 présente des images par microscopie inversée d'une co-culture de PC3-WT et PC3-GFP avec une différence optique des cellules marquées à la GFP grâce au microscope à fluorescence (Figure 108).

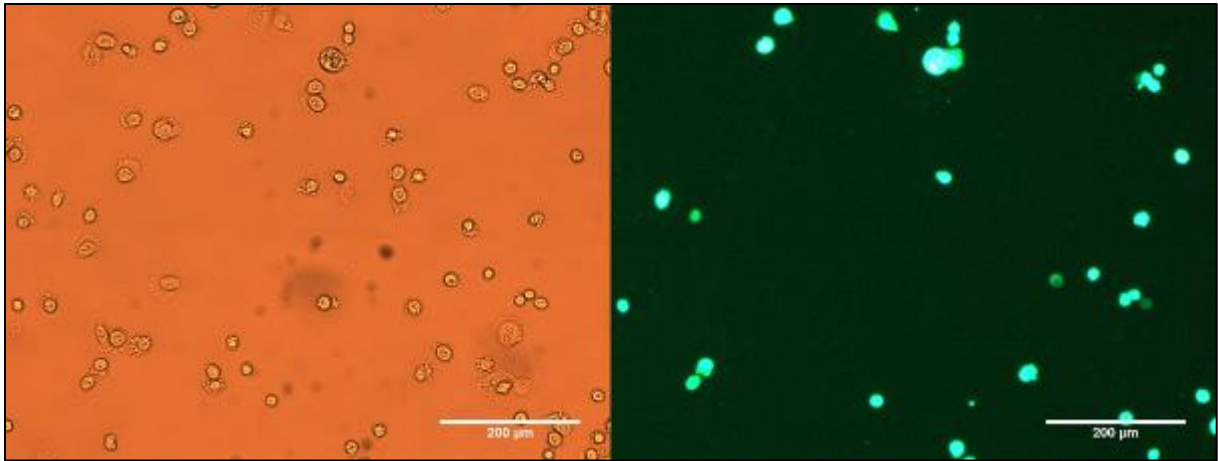


Figure 108: Images au microscope inversé d'une co-culture de cellules PC3-GFP et PC3-WT obtenues en lumière blanche et en fluorescence au grossissement x10.

Concernant leurs dimensions, les cellules PC3 présentent une forme ronde pour un diamètre d'environ 30 µm.

VI.3.2. Adhésion sur substrat de verre

On s'intéresse à l'adhésion des lignées cellulaires choisies, sur la plaque de verre de notre système et à la biocompatibilité du système. Pour cela, nous allons tout d'abord étudier l'adhésion sur une plaque de verre simple, identique à celles utilisées pour la structure actionnée. Puis sur une plaque avec des céramiques non actionnées, et enfin une plaque actionnée dans son packaging fluidique.

Le protocole de culture des cellules PC3 et NIH3T3 étudiées est présenté dans l'Annexe 5-1.

VI.3.2.1. Tests d'adhésion

Le but est d'évaluer le temps minimal nécessaire à attendre pour obtenir une adhésion des cellules. Il s'agit d'une étape préalable afin d'étudier le décollement de cellules adhérentes et le dessin de culture en motif.

Pour ces tests d'adhésion et afin de contrôler la zone de dispense des cellules sur les plaques de verre, nous utiliserons la configuration chargée. Pour les tests d'adhésion, 70 000 cellules sont dispensées sur les différentes plaques dans 1,4 mL de milieu de culture. Le volume utilisé est inférieur au volume normalement utilisé dans la configuration chargée afin d'éviter que le liquide ne s'échappe de la surface supérieure de la plaque de verre.

Tout d'abord nous allons étudier le temps nécessaire pour l'adhésion des différentes lignées cellulaires sur notre plaque de verre. Le but de cette étude est de déterminer le temps nécessaire d'incubation pour l'adhésion des cellules sur notre plaque de verre. Pour cela, nous allons déposer chaque type de lignées sur une plaque de verre dans 1,4 mL de milieu que nous allons ensuite mettre en incubateur dans une boîte de pétri (Figure 109).

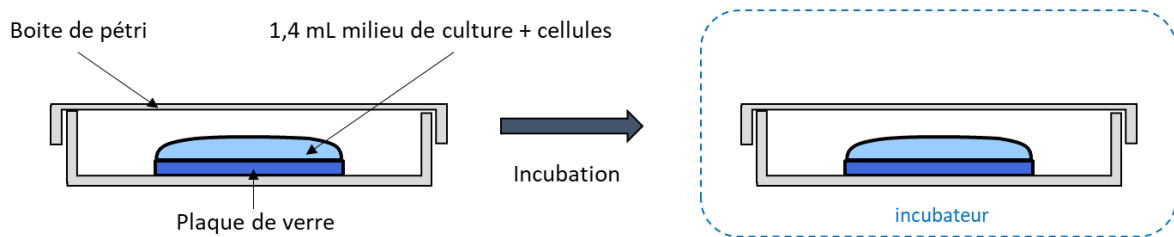


Figure 109 : Illustration du protocole de test d'adhésion de cellules sur substrat de verre.

Pour les trois types de cellules à disposition, nous allons étudier le temps d'adhésion nécessaire en laissant en incubation des cultures pendant 6h, 12h, 18h et 24h sur une plaque de verre.

D'après les observations effectuées à l'aide d'un microscope inversé à fluorescence Olympus IX50, Les cellules NIH-3T3 et PC3 ont le même comportement pour les temps d'incubation expérimentés. A partir de 12h d'incubation des cultures, les cellules observées en Figure 110 pour les NIH-3T3, Figure 111 pour les cellules PC3-WT et Figure 112 dans le cas des PC3-GFP, montrent une adhésion complète sur le substrat de verre.

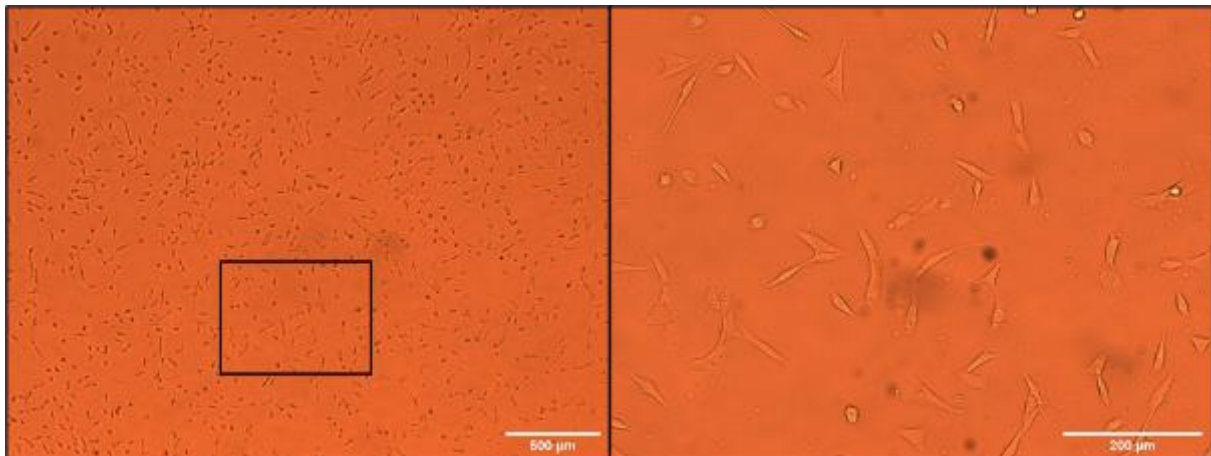


Figure 110: Images au microscope inversé en lumière blanche de l'adhésion des cellules NIH-3T3 sur plaque de verre témoin, au grossissement x2,5 et x10, le cadre noir correspondant à la zone de l'image agrandie. Observation réalisée après environ 12h d'incubation.

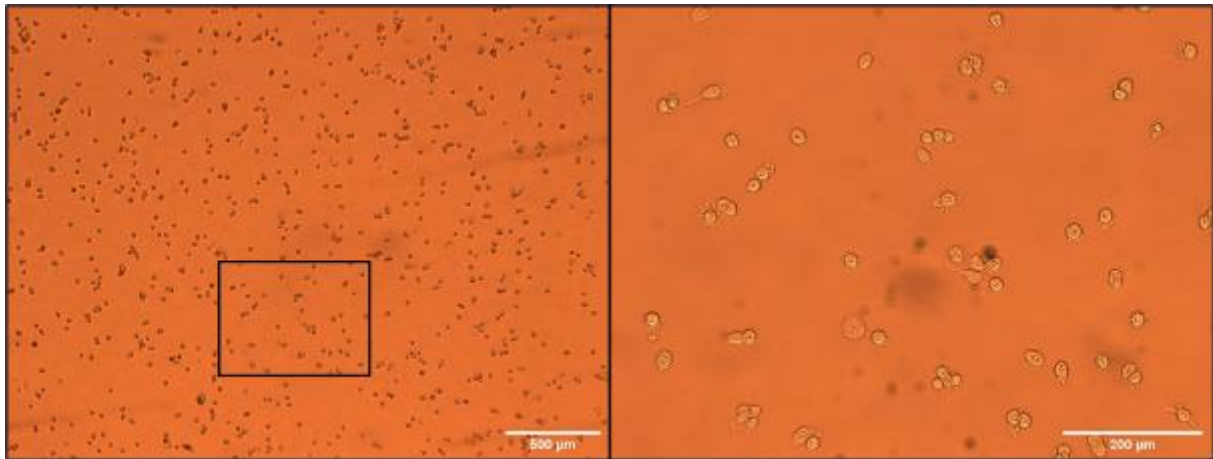


Figure 111: Images au microscope inversé en lumière blanche de l'adhésion des cellules PC3-WT sur plaque de verre témoin, au grossissement x2,5 et x10, le cadre noir correspondant à la zone de l'image agrandie. Observation réalisée après environ 12h d'incubation.

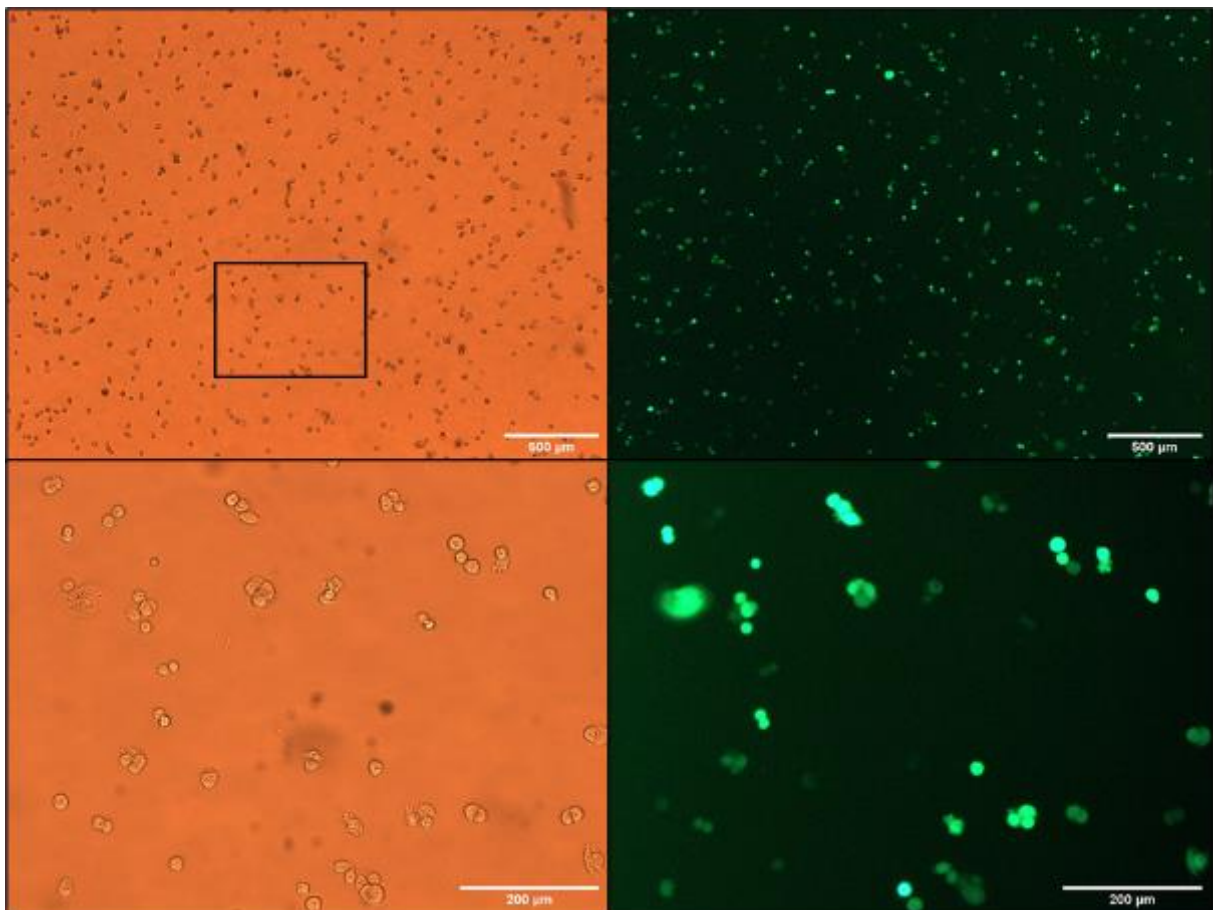


Figure 112: Images au microscope inversé en lumière blanche et fluorescence de l'adhésion des cellules PC3-GFP sur plaque de verre témoin, au grossissement x2,5 et x10, le cadre noir correspondant à la zone de l'image agrandie. Observation réalisée après environ 12h d'incubation.

Les observations qualitatives réalisées aux différents temps d'incubation sont présentées dans le Tableau 38. Les expériences marquées comme adhésion représentent les manipulations où les cellules sont adhérentes à la plaque après retrait du milieu de culture.

Tableau 38: Résultats des observations d'adhésion des cultures de NIH-3T3, PC3-WT et PC3-GFP sur substrat de verre en fonction du temps d'incubation.

Temps d'incubation	NIH-3T3	PC3-WT	PC3-GFP
6h	Suspension	Suspension	Suspension
12h	Adhésion	Adhésion	Adhésion
18h	Adhésion	Adhésion	Adhésion
24h	Adhésion	Adhésion	Adhésion

VI.3.2.2. Un packaging biocompatible ?

Afin de vérifier la biocompatibilité du système complet (plaque et packaging) pour accueillir une culture cellulaire, on réalise les mêmes expériences d'adhésion des différentes lignées cellulaires que précédemment. De la même façon que pour les plaques de verre seules, on met en incubation 1,4 mL de milieu de culture avec environ 70 000 cellules en suspension selon le schéma présenté en Figure 113. Lors de ces études d'adhésion, nous rajoutons également un capot sur notre cavité fluïdique pour limiter l'évaporation du milieu.

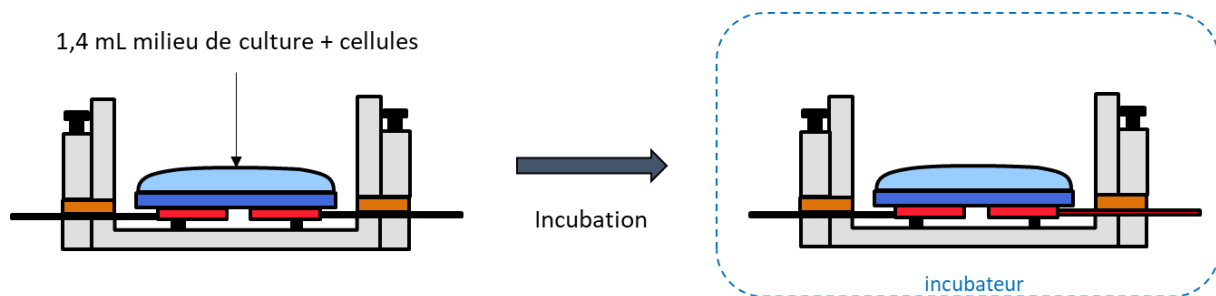


Figure 113: Illustration du protocole de test d'adhésion de cellules sur une plaque avec actionneurs dans son packaging.

Lors de ces tests, dans une partie des cas les expériences montrent que les trois différentes lignées cellulaires adhèrent à la plaque et on observe les mêmes résultats que pour les adhésions sur le substrat de verre seul (Figure 110, Figure 111 et Figure 112). Néanmoins dans l'autre partie des cas, on observe des cellules en suspension dans le liquide avec une tendance à se regrouper au centre de la plaque comme le montre la Figure 114, où l'on peut voir des cellules PC3-WT en suspension.

Sur la plaque de verre instrumentée, on a observé 52 % d'adhésion des cellules après incubation sur une durée supérieure à 12h. Toutes les lignées cellulaires présentent des problèmes d'adhésion dans

le système complet. Néanmoins, les cellules PC3-WT et PC3-GFP semblent plus impactées, affichant une adhésion dans seulement 40% des cas sur un total de 23 tentatives.

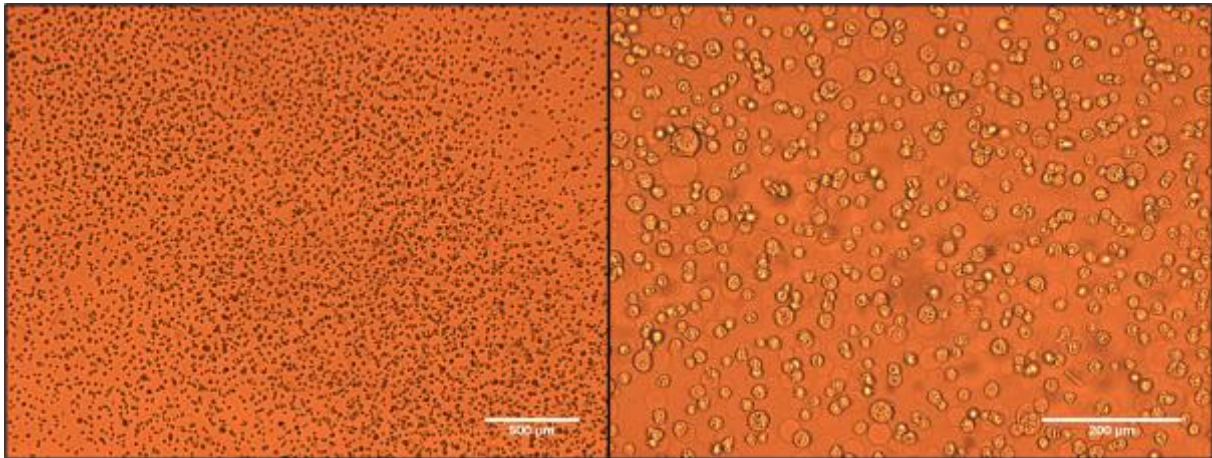


Figure 114: Images au microscope inversé en lumière blanche de cellules PC3-WT en suspension dans le système complet, au grossissement x2,5 et x10.

Afin de connaître la viabilité des cellules, les cellules en suspension sont récupérées et colorées grâce à l'utilisation de bleu de trypan. Il s'agit d'un colorant azoïque permettant de colorer les cellules mortes d'une couleur bleu foncé. La Figure 115 présente la coloration au bleu de trypan des cellules PC3-WT en suspension après incubation, montrant que les cellules alors récupérées sont mortes.

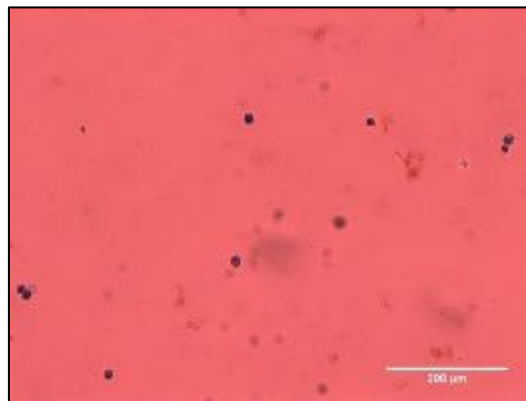


Figure 115: Coloration au bleu de trypan des cellules en suspension PC3-WT après incubation.

Une cause possible de la mort des cellules peut provenir de la biocompatibilité de la plaque actionnée ou bien de la cavité fluïdique. Pour étudier cela nous sortons une plaque avec actionneur de la cavité pour la placer dans une boîte de pétri (Figure 116). On étudie dans ce cas l'adhésion des cellules sur la plaque comprenant les céramiques, le silicone et les connectiques électriques.

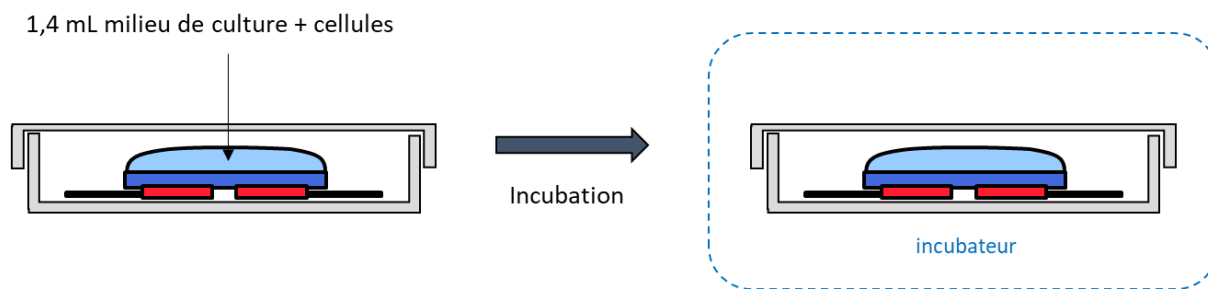


Figure 116: Illustration du protocole de test d'adhésion de cellules sur une plaque instrumentée sans packaging.

Les observations montrent que les cellules adhèrent à la surface de verre (Figure 117, dans le cas des cellules PC3-WT). Ce résultat permet de mettre hors de cause la biocompatibilité de la plaque instrumentée avec les actionneurs céramiques, le silicone ainsi que les connectiques électriques FLEX.

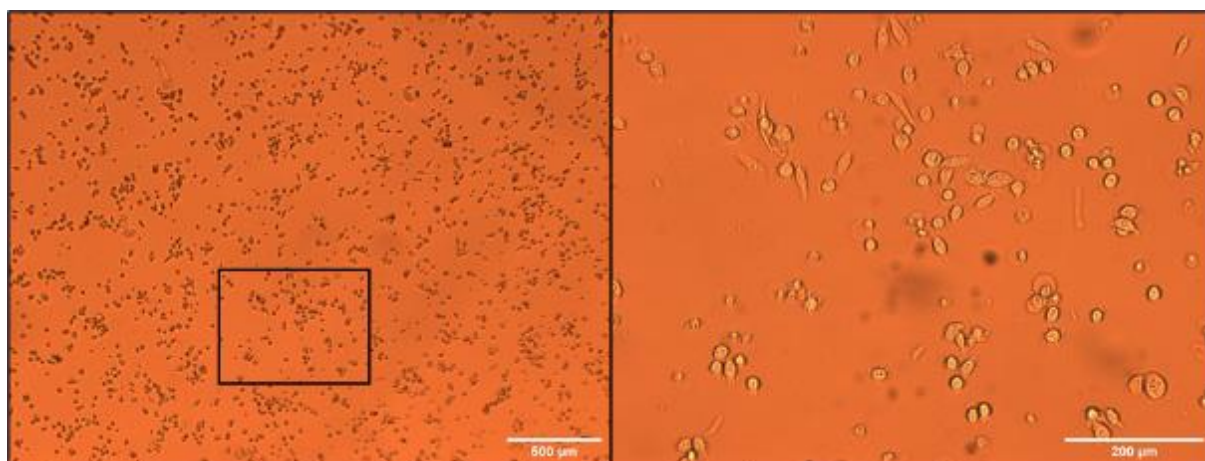


Figure 117: Images au microscope inversé en lumière blanche de l'adhésion des cellules PC3-WT sur plaque de verre avec actionneurs dans une pétri, au grossissement x2,5 et x10, le cadre noir correspondant à la zone de l'image agrandie.

Suite à cela, on peut alors s'interroger sur la biocompatibilité de la cavité fluide utilisée. Celle-ci est constituée comme décrit dans le chapitre III de plexiglass. Afin de vérifier son influence sur l'adhésion, nous utilisons la cavité fluide comme récipient d'une plaque de verre seule sans actionneurs, qui a montré une adhésion des cellules dans 100 % des tests réalisés dans une boîte de pétri.

Ces expériences ont montré l'absence d'adhésion des cellules dans ce cas d'étude, incriminant la cavité fluide utilisée comme cause de la mort des cellules dans certains cas. La cavité fluide utilisée est essentiellement constituée de plexiglass et de colle. Le plexiglass étant un matériau biocompatible, nous supposons que la colle utilisée est sans doute responsable de la mort des cellules. En effet, certaines colles peuvent se montrer toxiques pour les cellules.

Etant donné l'avancement des expériences lors de l'observation de ce problème de biocompatibilité du packaging fluide et les nombreux cas où les cellules adhèrent à la surface, nous avons continué avec ce système pour les preuves de concept présentées par la suite.

L'avantage du système développé est de pouvoir changer de cavité fluïdique qui est indépendante de la plaque actionnée. Pour résoudre ce problème de toxicité du packaging envers les cellules, une perspective à ce travail sera de modifier la colle utilisée pour réaliser la cavité fluïdique.

VI.4. PATTERNING D'UNE SURFACE DE CULTURE CELLULAIRE

Pour créer des cicatrices dans un tapis de cellules adhérentes, nous nous sommes penchés sur deux méthodes. La première est, à partir d'un tapis cellulaire homogène, de décoller les cellules placées au niveau des maxima de vibration du mode de Lamb généré pour ainsi créer des zones d'exclusion de cellules. Les résultats obtenus pour cette méthode sont présentés et analysés en Annexe 4.

Malgré le manque de résultats probant pour cette méthode les observations faites dans le cas des expériences sur le décollement ont permis de mettre en évidence le mouvement de cellules en suspension dans le liquide grâce aux forces acoustiques générées par l'actionnement de la plaque de verre. Une nouvelle stratégie d'application repose sur l'actionnement du système préalablement à l'adhésion des cellules sur le substrat permettant ainsi de créer des zones dépourvues de cellules lors de leur adhésion et ainsi de dessiner alors un motif d'adhésion.

VI.4.1. Protocole

Le protocole mis en place lors de cette étude se décompose en 3 étapes : l'actionnement du système, la sédimentation des cellules et enfin leur adhésion au substrat de verre.

- L'actionnement correspond à la première étape du protocole de patterning. Après la dispense sur la plaque de verre de la suspension de cellules, le système est mis en vibration par les ondes de Lamb 12 nœuds ou 16 nœuds. La génération d'une onde acoustique dans le milieu de culture permet aux forces acoustiques de regrouper les cellules en suspension afin de dessiner des figures de Chladni inverses.
- Après une certaine durée d'actionnement déterminée par la suite, l'actionnement est arrêté et les cellules sont laissées en incubation permettant leur sédimentation à la surface du système.
- Finalement, les cellules adhèrent à la plaque de verre sans modification du motif de départ dessiné dans le liquide.

Les trois étapes sont résumées par le schéma en Figure 118.

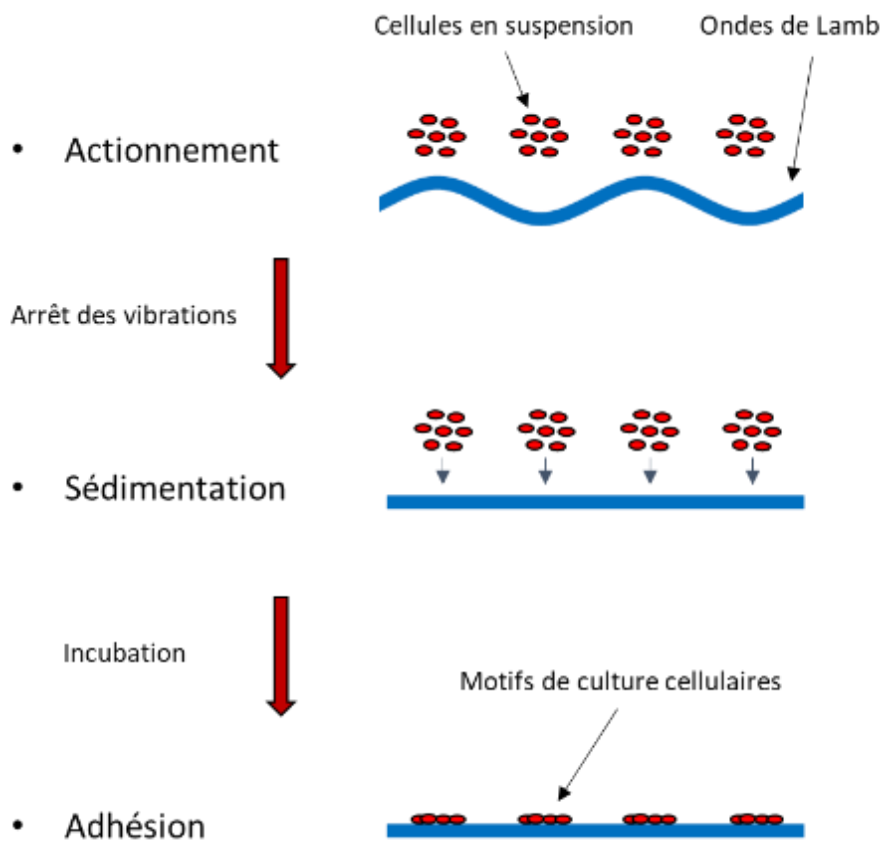


Figure 118: Schéma du protocole du dessin de motifs de culture cellulaire grâce aux ondes de Lamb.

Afin de mettre en œuvre ce protocole, il est nécessaire d'actionner le système lors de l'incubation et également de pouvoir faire un suivi de la résonance. Pour cela, il est nécessaire de disposer, à côté de l'incubateur, d'un générateur basse fréquence et de deux amplificateurs x20 pour alimenter les actionneurs piézoélectriques, ainsi qu'un analyseur d'impédance pour effectuer le suivi de la fréquence de résonance des modes de Lamb. Le schéma du montage expérimental d'actionnement est présenté en Figure 119. L'incubateur utilisé pour la culture permet le passage des connectiques électriques (Figure 120).

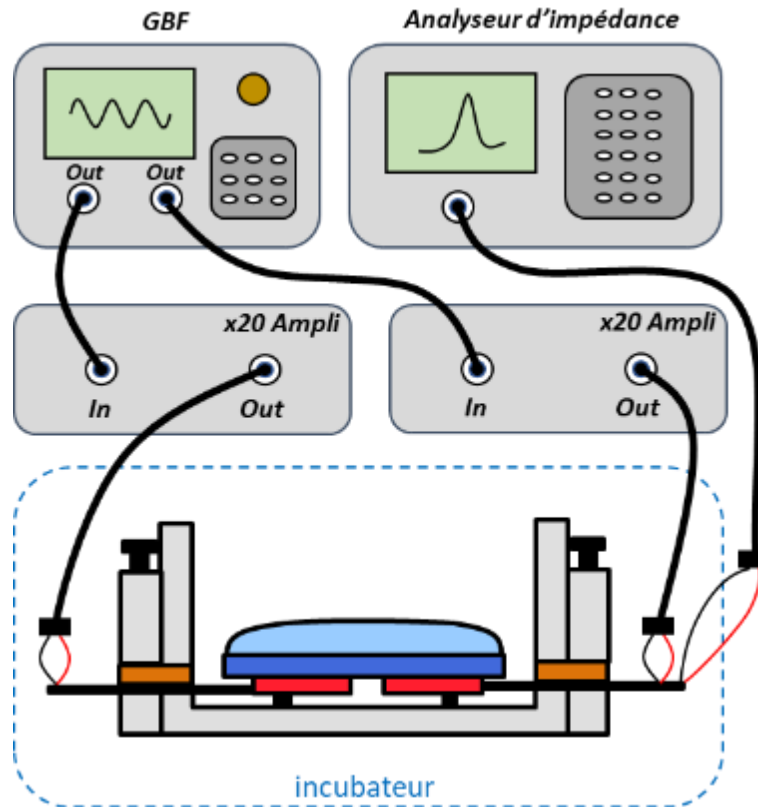


Figure 119: Schéma du montage expérimental pour l'alimentation du système à ondes de Lamb dans le cas d'une application de patterning de surface de culture cellulaire.



Figure 120: Image du montage expérimental utilisée pour la réalisation de patterning de culture cellulaire.

VI.4.2. Actionnement

On souhaite dans un premier temps étudier l'influence de la vibration sur la disposition des cellules en suspension. Cette étape d'actionnement est le piégeage acoustique des cellules en suspension dans le milieu de culture. Ce phénomène est assez répandu en acousto-fluidique dont certaines méthodes ont

été décrites dans le chapitre I. Néanmoins, les systèmes existants génèrent une onde acoustique dont la fréquence se situe souvent au-delà de 5 MHz. Dans ce cas les valeurs de demi-longueurs d'ondes qui correspondent à l'écart spatiale entre 2 regroupements de particules est de l'ordre du micromètre ou de la centaine de micromètres. Pour travailler sur de grande population de cellules, il est intéressant d'avoir des longueurs d'onde plus importantes, de l'ordre du millimètre et donc de travailler à plus basses fréquences.

Les valeurs de demi-longueurs d'onde pour notre système sont de 3,48 mm et 2,58 mm dans les cas respectifs des modes de Lamb 12 nœuds et 16 nœuds. Il s'agit de la taille maximale que l'on puisse générer pour la formation des cicatrices. Les tailles millimétriques permettent de traiter un grand nombre de cellules grâce à cette technique.

Pour la réalisation du protocole complet permettant de former les motifs de culture adhérente, on souhaite déterminer le temps nécessaire d'actionnement pour la formation de lignes de cellules en suspension dans le liquide. Pour cela, on observe par microscopie la formation des lignes pendant l'actionnement des céramiques piézoélectriques. La Figure 121 montre l'évolution de la position de cellules PC3-GFP en suspension dans le milieu de culture pendant l'actionnement du mode de Lamb 12 nœuds à 100 V.

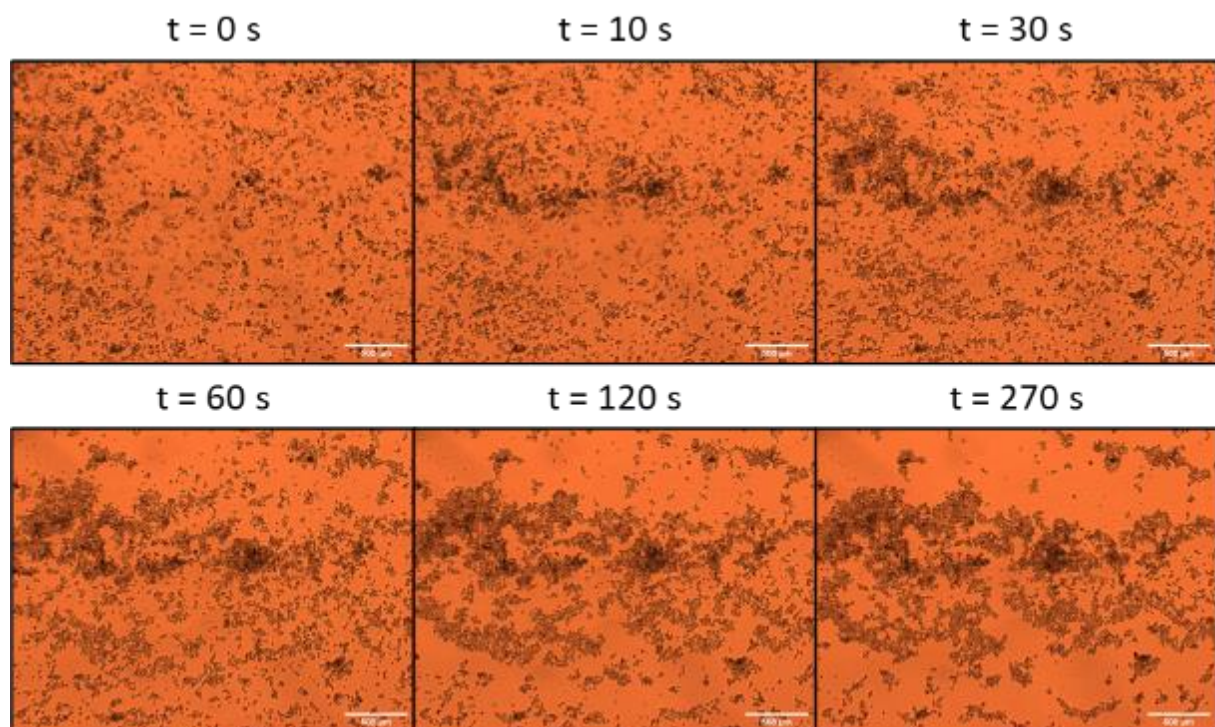


Figure 121: Images à plusieurs temps d'actionnement de la formation d'une ligne de cellules PC3-GFP en suspension. Ligne formée par le mode de Lamb 12 nœuds.

Cette observation montre qu'il est nécessaire d'avoir un actionnement continue pendant une durée supérieure à 5-10 minutes avant d'obtenir des lignes en suspension. Durant cette observation de quelques minutes, la fréquence de résonance du mode de Lamb 12 nœuds varie de 107,5 kHz à 107,7 kHz. Cette variation montre l'importance de réaliser un suivi de la fréquence de résonance durant l'étape d'actionnement. D'autant plus que les forts facteurs de qualité obtenus en milieu liquide

pour la configuration chargée nous indiquent qu'une variation de quelques centaines de Hz peut entraîner la perte de l'actionnement du mode de Lamb recherché.

Durant la mise en vibration du système, on observe à hautes tensions (>50 V) une déformation permanente de la surface du liquide comme le montre la Figure A5-2-2134. La profondeur de pénétration des ondes de Lamb dans la configuration chargée est de plusieurs millimètres et est supérieure à la hauteur de liquide dans cette configuration. L'énergie de l'onde évanescence est quasiment entièrement confinée dans cette couche de liquide permettant de déformer la surface supérieure de liquide dans le cas des modes 10 nœuds, 12 nœuds et 14 nœuds présenté dans la Figure 122.



Figure 122: Images des déformations de la surface supérieure du liquide par la génération des ondes de Lamb 10 nœuds, 12 nœuds et 14 nœuds.

L'étape d'actionnement est effectuée avec le système dans l'incubateur, c'est-à-dire qu'il n'est pas possible de réaliser d'observation simultanée pour s'assurer de la formation des lignes en suspension. On effectuera un suivi de la fréquence de résonance et on se permettra d'actionner durant un temps plus long, jusqu'à quelques heures.

Pendant l'étude de la formation des lignes en suspension à certaines fréquences bien définies, proches de la fréquence de résonance du mode de Lamb souhaité, on a remarqué la présence de modes instables, comme présenté dans le chapitre IV. Les mesures avaient alors montré l'apparition d'harmoniques à certaines fréquences pour de fortes tensions d'actionnement (supérieures à 20 ou 40 V selon la plaque étudiée). Ce mode instable est responsable de l'apparition de nouvelles lignes de cellules en suspension avec un espacement réduit par rapport à ce que l'on attend pour les modes de Lamb 12 et 16 nœuds (Figure 123).

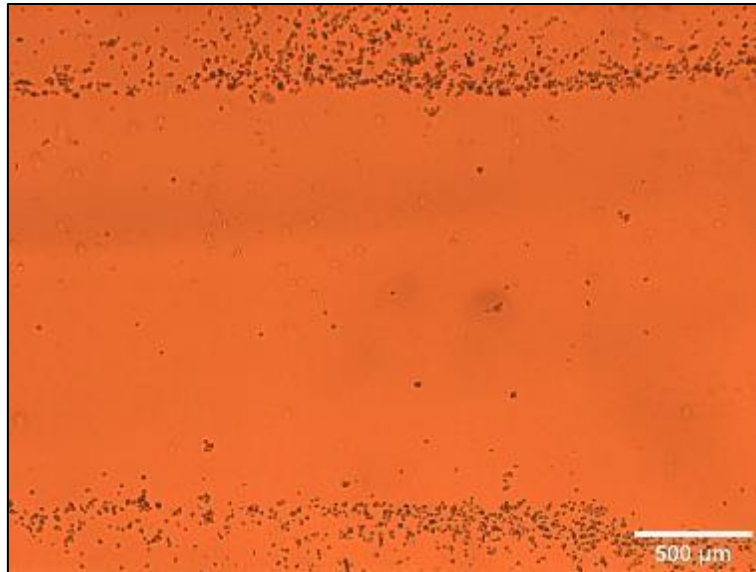


Figure 123: Image de la formation de lignes de cellules PC3-GFP en suspension par l'actionnement d'un mode « instable ».

Ce mode instable engendre la formation de ligne avec un espacement d'environ 1750 μm et pour une largeur de ligne de 300-350 μm . Grâce à ces informations, on peut alors remonter à la valeur de la longueur d'onde qui dans ce cas se situe autour de 4200 μm . D'après le chapitre II, le mode de Lamb proche de cette valeur de longueur d'onde est le mode de Lamb comprenant 20 nœuds qui présente une longueur d'onde de 4100 μm . Cette observation confirme de façon pratique la présence d'un harmonique d'ordre plus élevé à une fréquence pourtant relativement faible.

Cette observation inattendue nous permet de confirmer qu'en augmentant l'harmonique du mode de Lamb il est possible de diminuer l'espacement des lignes et leurs largeurs.

VI.4.3. Observations du patterning

Pour l'étude du patterning complet, plusieurs tests ont été réalisés en faisant varier le temps d'actionnement, la lignée cellulaire étudiée ou encore le nombre de cellules déposées sur la plaque. Après un temps d'actionnement variable, les cellules sont laissées en incubation pendant une durée minimale de 12h.

Pour un total de 12 expériences de patterning et malgré l'impossibilité de réaliser une observation en cours d'expérience, dans 10 cas les résultats ont montré une adhésion des cellules selon un motif en forme de ligne. Les cellules adhèrent après une stimulation acoustique prolongée de plusieurs heures ce qui nous permet de conclure que l'actionnement ne dégrade pas la cellule.

Les expériences ont montré des résultats de patterning pour des durées d'actionnement comprises entre 20 minutes et 2h. Il semble qu'une fois le regroupement des cellules en suspension l'actionnement ne modifie plus la position des cellules dans le milieu de culture.

Afin d'analyser les résultats obtenus, on s'intéressera en particulier à 3 expériences menées qui sont présentées dans le Tableau 39.

Tableau 39: Présentation des paramètres d'expériences pour les expériences 1, 2 et 3.

Expériences	1	2	3
Mode de Lamb	12 nœuds	12 nœuds	16 nœuds
Fréquence d'actionnement (kHz)	107,23	106,45	187,53
Durée d'actionnement	2h	15h	2h
Type de cellule	PC3-GFP	NIH-3T3	PC3-GFP
Nombre cellules déposées	500k	200k	350k

Les observations sont réalisées entre les deux actionneurs sur une fenêtre de 28,4 x 30 mm² et 30,2 x 30 mm² pour les plaques adaptées au mode 12 nœuds et 16 nœuds.

La Figure 124 présente l'image par microscope inversé de deux lignes consécutives de cellules NIH-3T3 obtenues après patterning par le mode de Lamb 12 nœuds correspondant à l'expérience 2. La Figure 125 représente une ligne de cellules adhérentes de la même expérience. La Figure 126 montre une ligne de cellules PC3-GFP après patterning de l'expérience 3.

La Figure 127 montre la répartition des lignes de patterning obtenue pour les expériences 1, 2 et 3.



Figure 124: Image par microscopie inversé de la formation de deux lignes de cellules NIH-3T3 obtenu par le patterning avec le mode de Lamb 12 nœuds.

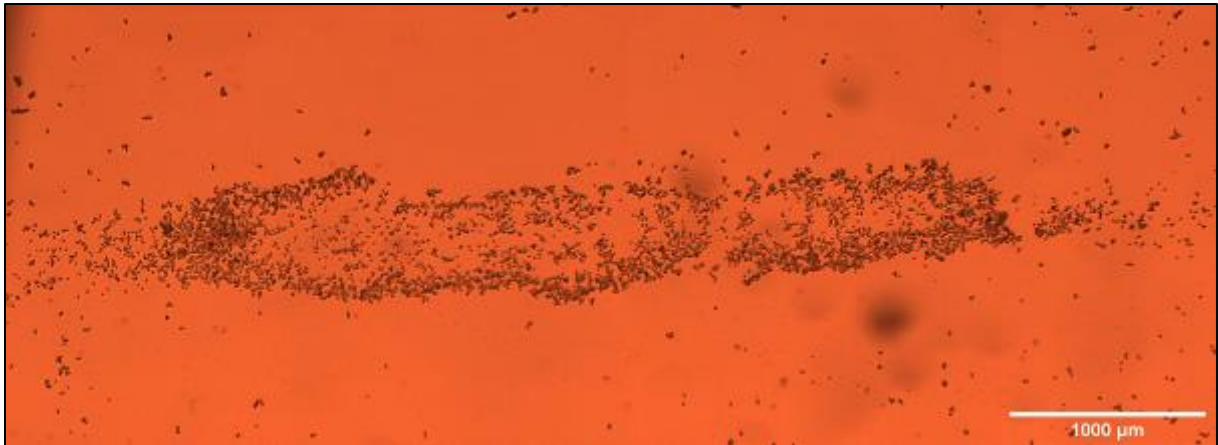


Figure 125: Image par microscopie inversé au grossissement 2,5 d'une ligne de cellules adhérentes NIH-3T3 obtenu par le patterning avec le mode de Lamb 12 nœuds.



Figure 126: Image d'une ligne de cellules PC3-GFP après patterning dans le cas de l'expérience 3.

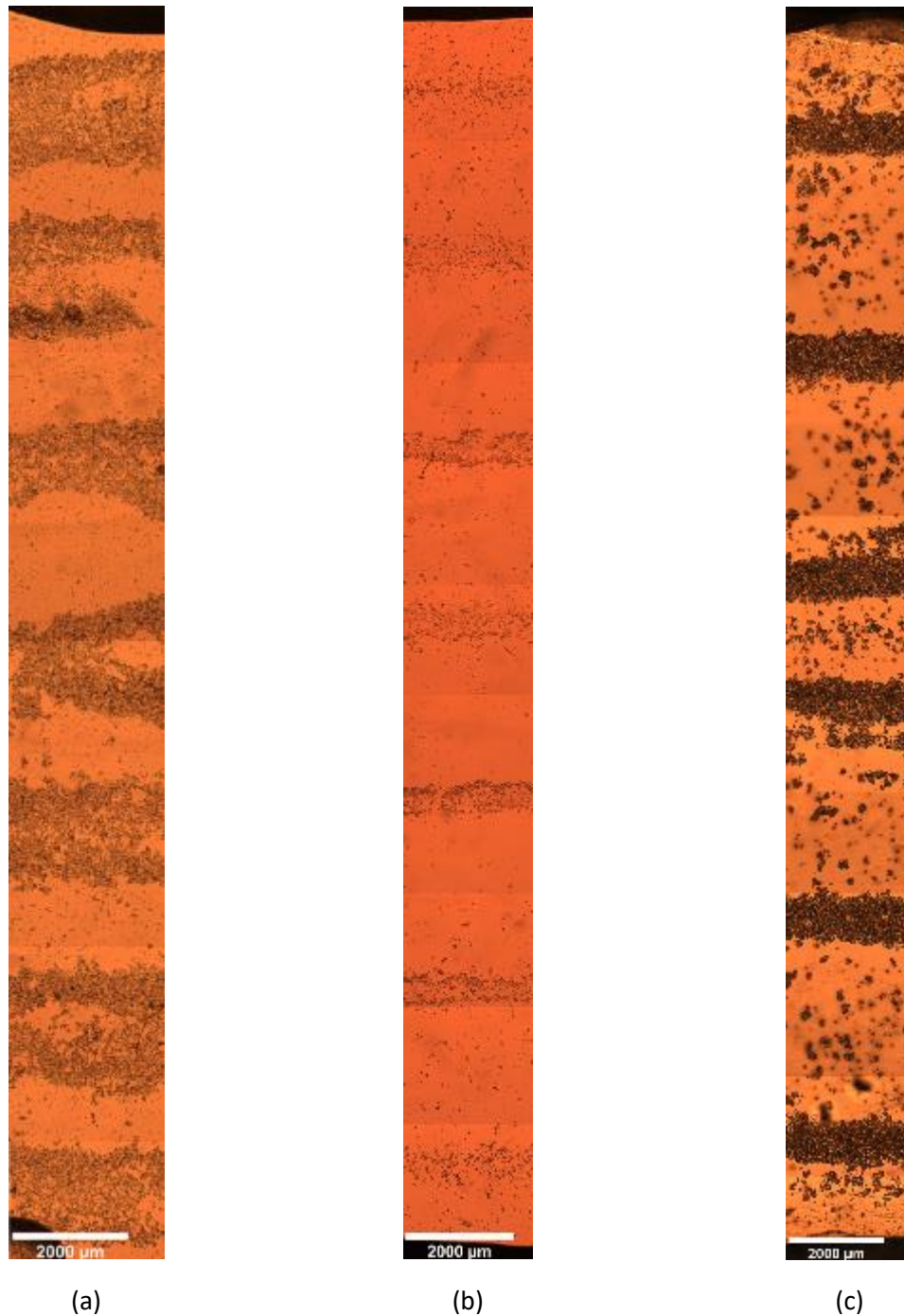


Figure 127 : Images de la répartition des lignes de cellules adhérentes observables entre les deux colonnes d'actionneurs. (a) expérience 1, (b) expérience 2 et (c) expérience 3.

Avec la Figure 125 et la Figure 126, on observe que la largeur des lignes obtenues est relativement uniforme sur la largeur de la plaque. La Figure 127 révèle que l'espacement entre les différentes lignes est constant dans le cas des expériences 1 et 2.

Etant donné que l'on ne peut observer qu'entre les deux colonnes d'actionneurs on ne distingue pas la totalité des lignes par microscopie inversée.

VI.4.4. Caractéristiques du patterning

Suite à ces expériences de patterning, les valeurs de longueurs de ligne, de largeur de ligne et d'espacement sont mesurées grâce au logiciel ImageJ.

Pour les expériences nommées 1, 2 et 3, les résultats du patterning sont présentés dans le Tableau 40. Les dimensions données sont moyennées sur l'ensemble des lignes observables.

Tableau 40: Comparaison des paramètres et résultats de trois expériences de patterning.

Expériences	1	2	3
Nombres de lignes visibles	7	7	6
Longueur de ligne (μm)	-	5700	21600
Largeur de ligne (μm)	1900 ± 102	642 ± 62	1006 ± 59
Espacement des lignes (μm)	1153 ± 162	2474 ± 131	3150 ± 576

D'après les résultats et comme attendu, le mode généré permet de modifier la position spatiale des lignes de cellules adhérentes et d'ainsi faire varier les espacements entre chaque ligne de cellules adhérentes.

Si l'on compare les résultats des expériences 1 et 2, on remarque que pour le même mode le nombre de cellules change les largeurs et l'espacement des lignes (Figure 127). Plus le nombre de cellules est important, plus la largeur des lignes est élevée et donc l'espacement entre les différentes lignes est réduit (Figure 127(a), Figure 127(b)). La périodicité des lignes correspondant à la valeur de la demi longueur d'onde est quant à elle conservée. Pour expliquer cela, on suppose que lors de la sédimentation des cellules, celles-ci s'étalent sur la plaque afin de pouvoir y adhérer. Pour ce mode 12 nœuds, l'espacement et la largeur pour chaque ligne sont répétables d'une ligne à l'autre. On observe une précision d'environ $100 \mu\text{m}$ pour la largeur et l'espacement (Tableau 40).

Les résultats de l'expérience 3 sont inattendus. Malgré une fréquence d'actionnement plus importante et la génération du mode de Lamb 16 nœuds, on observe entre les actionneurs seulement 6 lignes de cellules (Figure 127(c)). Etant donné le nombre de maximum d'amplitude de déplacement présent entre les deux colonnes d'actionneurs, on devrait obtenir 9 lignes de cellules adhérentes. De plus, contrairement au patterning obtenu par le mode de Lamb 12 nœuds, on n'observe pas de ligne au centre de la plaque ce qui remet en question l'actionnement du mode de Lamb 16 nœuds dans ce cas. La Figure 128 confirme les observations au microscope. On peut y distinguer les lignes de cellules (en blanc sur la photographie) adhérentes à la plaque sur la totalité de sa largeur. De plus, l'espacement entre chaque ligne est moins régulier que pour le mode 12 nœuds avec une variation allant jusqu'à $500 \mu\text{m}$. Dans l'état actuel il est difficile d'expliquer le résultat observé pour cette expérience, si ce n'est qu'il confirme que la fiabilisation des plaques de Lamb serait une perspective importante à ce travail.



Figure 128: Images de lignes de culture cellulaire obtenues par la génération d'ondes de Lamb se propageant dans le substrat d'adhésion des cellules. Les zones blanches sur la plaque de verre correspondent aux lignes de cellules (expérience 3).

Afin de compléter les expériences menées, nous avons étudié plus en détails l'influence du nombre de cellules sur le patterning généré pour le mode 12 nœuds. Pour cela nous réalisons des expériences de patterning avec un nombre de cellules dispensées allant de 20 000 à 500 000 et on observe les différences dans les dimensions des lignes de cellules formées (Tableau 41).

Tableau 41: Comparaison des résultats d'expériences de patterning du mode de Lamb 12 nœuds selon le nombre de cellules.

Mode actionné	12 nœuds	12 nœuds	12 nœuds	12 nœuds
Lignée cellulaire	NIH-3T3	NIH-3T3	NIH-3T3	PC3-GFP
Nombre de cellules	20k	120k	200k	500k
Nombres de lignes visibles	7	7	7	7
Largeur de ligne (μm)	286±14	593±128	642±62	1900±102
Espacement des lignes (μm)	2819±194	2194±244	2474±131	1153±162

D'après ces résultats, on observe une augmentation de la largeur des lignes formées de 286 à 1900 μm tout en concédant une diminution de l'espacement des lignes observées de 2819 à 1153 μm. Cela confirme que le nombre de cellules influence les dimensions du patterning tout en gardant la périodicité du motif imposé par la valeur de demi longueur d'onde.

Etant donné les résultats obtenus avec la plaque 16 nœuds, on décide de regarder le motif formé par l'actionnement du mode de Lamb 14 nœuds avec la plaque 12 nœuds. L'utilisation de ce mode n'est

pas optimale pour cette plaque mais les mesures au vibromètre laser ont montré que les performances de ce mode sont de l'ordre de grandeur de celles obtenus pour le mode 12 nœuds (Annexe 4). Pour réaliser cela, on actionne le mode 14 nœuds mesuré à 144,58 kHz pendant 1h avant de laisser les cellules adhérer à la surface sur une durée de 18h. On compare ensuite les dimensions obtenues avec ce mode et le mode de Lamb 12 nœuds (Tableau 42).

Tableau 42: Comparaison des dimensions des lignes de cellules adhérentes pour deux modes de Lamb 12 et 14 nœuds.

Mode actionné	12 nœuds	14 nœuds
Lignée cellulaire	NIH-3T3	PC3-GFP
Nombre de cellules	200k	300k
Nombres de lignes visibles	7	9
Largeur de ligne (μm)	642 \pm 62	1085 \pm 205
Espacement des lignes (μm)	2474 \pm 131	1534 \pm 156

Entre les deux colonnes d'actionneurs on observe respectivement 7 et 9 lignes de cellules adhérentes pour ces expériences.

Pour le mode 14 nœuds, la demi longueur d'onde observée par la répartition des cellules est d'environ 2650 μm ce qui est proche de la valeur théorique pour ce mode. Avec cette expérience, on vérifie que le changement d'harmonique du mode de Lamb permet de modifier la périodicité du motif généré et ainsi générer des cicatrices de différentes dimensions.

Avec ces preuves de concept réalisées pour différentes lignées cellulaires, pour différentes populations de cellules et différents harmoniques du mode de Lamb, on a montré qu'il est possible d'obtenir des motifs de cellules adhérentes de dimensions variées.

VI.5. CONCLUSION

Dans ce chapitre nous avons étudié le potentiel du système à ondes de Lamb pour des applications biologiques autour de l'étude de cellules adhérentes. Nous avons dans un premier temps étudié l'adhésion de cellules adhérentes sur le verre ainsi que sur les plaques instrumentées développées. Nous avons porté notre intérêt sur la formation de motifs de cellules adhérentes. Le décollement d'un tapis cellulaire par stimulation mécanique a également été abordé mais n'a pas donné entière satisfaction et finalement nous avons développé une méthode de déposition de culture de cellules adhérentes en motifs par la génération d'ondes acoustiques.

L'étude de l'adhésion des cellules sur les plaques de verre a montré la biocompatibilité de la plaque instrumentée à travers l'étude de l'adhésion de cellules de différentes lignées PC3 et NIH-3T3. Cela nous a également révélé une incompatibilité de la cavité fluide utilisée comme réceptacle des plaques avec actionneurs céramiques dû, d'après notre hypothèse, à la colle utilisée pour sa fabrication.

La stimulation mécanique d'un tapis cellulaire par vibration du système à ondes de Lamb a engendré un décollement partiel des cellules. L'étude a montré que malgré des performances en termes de force générée du même ordre de grandeur que la force d'adhésion des cellules sur du verre, la stimulation mécanique semble insuffisante pour effectuer un décollement complet pour les conditions expérimentées.

Les observations réalisées durant les tentatives de décollement, ont montré une organisation spatiale des cellules en suspension par le biais de la présence de forces acoustiques générées par l'actionnement du système. En combinant ces observations avec la possibilité de l'adhésion des cellules étudiées sur la plaque de verre instrumentée nous avons imaginé un protocole pour la formation de motifs de cellules adhérentes. Grâce aux longueurs d'ondes millimétriques, un grand nombre de cellules peuvent se répartir suivant des lignes de cellules adhérentes. Le changement des différents paramètres tels que le mode de Lamb généré ainsi que le nombre de cellules étudié, permettent de moduler l'espacement et les largeurs de lignes obtenues. L'apport majeur de cette technique est de permettre la création de cicatrices dans le tapis cellulaire sans aucun contact direct sur les cellules pouvant les impacter. L'avantage de cette méthode est le caractère adaptable des séparations que l'on peut proposer en termes d'espacement de lignes de cellules et de largeur de ligne.

Cette méthode de traitement pour l'adhésion en motifs de cellules a fait l'objet d'un brevet déposé pour un dispositif de localisation d'objets biologiques.

VI.6. PERSPECTIVES

Afin d'optimiser le système développé et d'obtenir une répétabilité plus importante pour les applications impliquant l'adhésion des cellules sur la surface de verre, nous avons mis en évidence le besoin de changer de cavité fluide afin de respecter la biocompatibilité de l'entièreté du système.

Les applications biologiques imaginées pour ce système à ondes de Lamb permettent d'ouvrir la porte à différentes études biologiques en lien avec la stimulation de cellules adhérentes ou en suspension. L'application de décollement mérite d'effectuer des expériences supplémentaires sur différentes lignées cellulaires, différents supports, différentes conditions d'actionnement et différents environnements biochimiques de la cellule.

L'une des applications les plus prometteuses pour le système développé semble être le patterning de surface de culture pour une population de cellules adhérentes. Les résultats obtenus représentent la première étape pour effectuer des études sur la migration cellulaire et notamment dans le but d'analyser la fermeture des cicatrices formées ce qui est particulièrement intéressante dans le cas des fibroblastes.

La méthode de patterning permet d'envisager différents modes de vibrations permettant d'obtenir des motifs plus complexes.

Afin de s'affranchir de la spécificité du mode privilégié par rapport au design de la plaque, l'utilisation de matériaux piézoélectriques en couches minces permettraient d'obtenir un seul système adapté à plusieurs modes de vibration. Un tel système pourrait alors générer différents motifs et ainsi de pouvoir contrôler les dimensions des cicatrices avec une seule plaque.

Conclusions et perspectives

Cette thèse a permis d'explorer le potentiel d'un système vibrant dans les domaines de la fluidique et de la biologie. Avec l'étude de l'état de l'art et des différents types de structures existantes nous avons retenu les ondes de Lamb comme ondes mécaniques avantageuses en milieu liquide. Cette étude a également permis de montrer qu'un système à basse fréquence et avec peu de pertes en milieu liquide a un potentiel dans la caractérisation de liquide. Dans le domaine de la biologie, les outils de stimulation mécanique et acoustique souffrent d'un manque de maîtrise de conception pour la génération de la vibration et afin d'obtenir des performances optimisées.

Grâce à l'étude analytique et par éléments finis des ondes de Lamb en milieu liquide, on a pu mettre en évidence leur faibles pertes acoustiques en milieu liquide, dans leur régime subsonique. Avec ce constat nous avons décidé d'étudier ces ondes selon plusieurs configurations chargée et immergée en milieu liquide. Nous avons pu alors définir un cahier des charges à respecter par notre système en termes de longueur d'ondes ($\gg 100 \mu\text{m}$), de fréquence de résonance ($\geq 100 \text{ kHz}$), d'amplitude de déplacement ($> 100 \text{ nm}$) et de facteur de qualité (> 100) en milieu liquide.

Pour développer ce système nous avons décidé d'associer une plaque de verre rectangulaire millimétrique avec un actionnement piézoélectrique à l'aide de céramiques en PZT. La stratégie du dimensionnement et du positionnement des actionneurs a été réalisé grâce à des études par éléments finis. Les avantages de ces choix sont de garantir un temps de cycle de fabrication court, pour un coût restreint, contrairement à un actionnement réalisé à base d'actionneurs déposés en couches minces, qui nécessite un procédé de fabrication plus long et complexe. L'actionnement piézoélectrique permet une double fonction du système en tant que capteur et actionneur. Ce design est particulièrement adapté pour des actions combinées de mesures en milieu liquide et de stimulation mécanique et acoustique assurant une utilisation variée. A l'aide d'une stratégie de conception des électrodes peu commune, la plaque instrumentée développée est adaptée à une utilisation en milieu liquide.

Les caractérisations du comportement vibratoire par des moyens optique et électrique ont mis en évidence les fréquences de résonance, amplitudes de déplacement et facteur de qualité des modes de Lamb antisymétriques générés. Les mesures sont en accord avec le cahier des charges et par les valeurs simulées par éléments finis.

Une première preuve de concept du système a été étudiée pour la mesure de la densité et de la viscosité de liquides. Grâce aux propriétés piézoélectriques des actionneurs, le système a montré un potentiel pour réaliser des mesures combinées de densité et de viscosité. Le système se démarque par sa capacité à fonctionner sur une importante plage de densités (de 997 à 1264 kg/m³) et de viscosités (de 1,22 à 985 mPa.s). Ces mesures ont montré un facteur de qualité au-delà de l'état de l'art dans le glycérol pur et évalué à 92. Ces mesures, associées à un modèle analytique de sphère oscillante, permettent, après calibration du système, de caractériser la plupart des liquides avec une pertinence d'autant plus importante pour les liquides fortement visqueux.

Nous avons également porté notre attention sur une application biologique autour de la formation de motifs de cellules adhérentes lors d'une culture cellulaire. Les premiers résultats ont montré que grâce aux forces acoustiques générées par notre système il est possible de réaliser des dessins de cellules adhérentes sur la plaque de verre. Cela permet la création de cicatrices dans un tapis cellulaire ce qui

correspond à la première étape pour l'étude du comportement migratoire de ces cellules. Les forces à distances sont préférables pour les applications cellulaires afin de s'assurer de ne pas dégrader les cellules. Les dimensions des motifs en lignes générés ont montré une dépendance à l'harmonique du mode de Lamb utilisé, ainsi qu'au nombre de cellules traitées.

Lors du processus de développement et d'étude de notre système nous avons pu également souligner ses limites actuelles. En effet, dans la réalisation du système des points restent à améliorer dans le contrôle du collage des céramiques sur le verre, pour optimiser le couplage mécanique entre les actionneurs et la plaque de verre. Ce dernier point peut expliquer le comportement vibratoire qui peut afficher une saturation en déplacement à hautes tensions. Le système a également présenté une limite de résolution dans son utilisation en capteur pour la caractérisation de liquide. Ceci est lié au manque de répétabilité de la dispense de liquide. Pour les applications biologique la limite majeure se situe dans le packaging fluide actuel qui semble n'être pas biocompatible et donc qu'il est nécessaire de remplacer.

Pour le système développé et présenté il est possible de penser à plusieurs perspectives d'amélioration.

Pour la compréhension analytique de la propagation des ondes de Lamb, il apparaît nécessaire d'étudier les cas particuliers de la configuration chargée et immergée pour différents volumes de liquide.

Concernant le design et conception du système, il est possible de proposer un nouveau système en utilisant des actionneurs piézoélectriques en couches minces. De ce fait, la propagation des ondes mécaniques dans la plaque ne sera pas affectée par la présence des céramiques qui la rigidifie localement, permettant alors un design multimodale optimisé pour plusieurs harmoniques d'ondes de Lamb dans la même structure. De plus, un actionnement en couches minces permettrait de diminuer les tensions d'actionnement et nécessiterait ainsi une puissance électrique moindre, adaptée pour une utilisation portable du système.

Une étude complémentaire de la mécanique de la plaque est également nécessaire afin de mieux comprendre le phénomène de saturation parfois observé à hautes tensions et l'apparition d'harmoniques différents de la fréquence de résonance visée.

Pour les applications en tant que capteur de ce système, dans l'état actuel malgré des performances très prometteuses, le système souffre d'un manque de répétabilité des mesures dû à la dispense du liquide sur la face supérieure de la plaque. Les perspectives d'améliorations pour cette application sont de permettre un meilleur contrôle de la répartition du liquide en ajoutant un cadre en silicone sur la surface supérieure afin d'éviter au maximum d'ajouter des contraintes mécaniques. La configuration immergée non utilisée pour cette application peut potentiellement résoudre également ce problème mais cela nécessite alors un plus grand volume de liquide à dispenser.

La mesure hors gamme de calibration effectuée ouvre la possibilité d'élargir la plage de mesure de densité à des valeurs à partir de 800 kg/m^3 . De plus les facteurs de qualité affichés dans le glycérol pur permettent également d'ouvrir la gamme de mesure de la viscosité à de plus grandes valeurs, a priori au-delà de 1 Pa.s . Une des perspectives d'application de ce capteur est de pouvoir travailler avec d'importants volumes de liquide, pourquoi pas dans des environnements sévères contenant des liquides visqueux. Une suite possible à ce travail serait de faire la preuve de concept de la mesure de la viscosité dans des cuves de pétroles lourds qui ont des densités comprises entre 800 et 1000 kg/m^3 et des viscosités entre 100 et 10000 mPa.s . Grâce aux importants facteurs de qualité observés dans le

glycérol, même à ces valeurs de viscosité, on peut s'attendre à obtenir des facteurs de qualité de l'ordre de 50 qui permettraient une mesure des propriétés physiques précise.

Dans son utilisation en tant qu'actionneur pour le domaine biologique et afin d'optimiser et d'obtenir une répétabilité plus importante pour les applications impliquant l'adhésion des cellules, nous avons mis en évidence le besoin de changer de cavité fluide afin de respecter la biocompatibilité de l'entièreté du système. Grâce aux résultats de ces premières expériences biologiques sur la stimulation de cellules, on peut envisager de réaliser des études biologiques en lien avec la stimulation de cellules adhérentes ou en suspension. Beaucoup de conditions expérimentales restent encore à tester afin de révéler le plein potentiel du système développé, que cela soit par des études sur différentes lignées cellulaires, différents supports, différentes conditions d'actionnement et différents environnements biochimiques de la cellule. L'application prometteuse de patterning représente la première étape pour effectuer des études sur la migration cellulaire et notamment dans le but d'analyser la fermeture des cicatrices formées, ce qui est particulièrement intéressante dans le cas des fibroblastes. La méthode de patterning permet d'envisager différents modes de vibration permettant d'obtenir des motifs plus complexes. Afin d'améliorer l'utilisation de ce système il est important d'ajouter une étape d'observation en incubateur. Pour cela, il est possible d'utiliser de la microscopie sans lentille qu'il est possible d'adapter à l'observation de notre cavité fluide.

Finalement les systèmes vibrants permettent de remplir un champ de fonctions très variés notamment dans les domaines fluidiques et biologiques et grâce aux développements actuels des systèmes de type Lab-on-chip, de nombreuses applications peuvent être proposées ce qui promet un avenir prometteur pour ce type de système dans le domaine biomédical.

Annexes

ANNEXE 1

Etat de l'art des résonateurs mécaniques pour la caractérisation de liquide

Dans le tableau suivant, on référence des exemples de résonateurs pour la caractérisation de la densité et viscosité de liquides. Ce tableau est basé sur un premier état de l'art proposé dans la thèse de Martin Heinisch [140] et complété par les publications récentes.

Tableau 43: Description et performances des résonateurs mécaniques pour la caractérisation de viscosité de liquides. (o-o-p : hors plan ; i-p : dans le plan ; LF : Force de Lorentz)

Système	Matériaux	Mode de vibration	f_{res} air (kHz)	f_{res} liquide (kHz)	Q air	Q liquide	Actionnement	Signal sortie	Viscosité (mPa.s)	Dimensions (μ m)	Année	Ref
Cantilever	Si / metal	o-o-p	206	93,4 (water)	900	17 (water)	L-F	Stress sensitive PMOS transistors	0,9	L 200 W 50...186 T 8,2	2007	Vancura [51]
	Si	o-o-p	-	5 (CL 2.) (water)	-	-	L-F	Piezores/optical	0,9...20	2810x100x20 1440x285x20 500x100x20	2012	Dufour [146]
	Si	o-o-p	17,31	5,39 (water)	55,5	2 (water)	Thermal	Thermal noise spectrum	0,3...2,5	397x29x2	2002	Boskovic [54]
	Si	6 modes	-	2...55	-	-	Photothermal	Optical	1...20	500x100x4	2013	Bircher [147]
	-	8 modes	6,23...988,83	1,08...283,83	16...455,2	1,5...21,4 (water)	None (noise)	Optical	0.9	519,6x47,1x1,17	2005	Maali [148]
	Si / Au	i-p	50...2200	-	4200	67	Thermal	Piezores	0.9	L 200...1000 W 45...90 T 12	2010	Beardslee [55]
	PZT	i-p	65,71	63,867	300	22	Piezo	Impedance	1,55...300	L 8000 W 2000 T 75	2010	Castille [61]

	PZT / glass	o-o-p	38,52	20,763	32,12	27,53 (water) 15,97 (20% glycerol)	Piezo	Impedance	1...2,4	L 2800 W 2600 T 160 (+127)	2007	Wilson [49]
	AIN / Si	o-o-p	-	23,34 (water)	-	3,39 (water)	Piezo	Impedance	0,3...55	L 197 W 29 T 2	2015	Ruiz [149]
	AIN/Si	i-p	361,75	330,83 (isopropanol)	3274	13,3 (isopropanol) 3,39 (N100)	Piezo	Impedance	1...238	L 400 W 50 T 20	2014	Kucera [150]
	PZT	i-p	68,855	66,145 (500 mPa.s)	353	19 (500 mPa.s)	Piezo	Impedance	1,5...500	L 8000 W 2000 T 100	2014	Dufour [65]
	SOI	-	292	271	397 (before active feedback)	11,74 (N35)	Piezo	Impedance	1...73	L 2017 W 1272 T 20	2018	Fischeneder, Kucera [151]
	AIN	o-o-p	-	3600	-	170 (5 mPa.s)	Piezo	Impedance	5...700	L 2524 W 1274 T 20	2019	Pfusterschmie d [143]
	AIN	o-o-p	-	408,437	-	11,98 (N100)	Piezo	Impedance	1...286	L 1511 W 1268 T 45	2018	Toledo [67]
	Al	o-o-p	443	142	172	5 (glycerol)	Piezo	Optical	0,23...1400	L 100000 W 25000 T 1000	2016	Sathiya, Vasuki [68]
Cantilever en U	Si with Au paths	o-o-p	8	3	-	-	L-F	Optical	05...400	1500x1100 W 100 T 15	2005	Agoston [152]
	Si with Au paths	o-o-p	20	12,5 (water)	-	25...30	L-F	Inductive (motion ind. Voltage)	1...1,3	1600x1600 W 200 T 70	2013	Rust [52]
Diapason	Quartz crystal	anti phase i-p	32,7	29,8 (heptanol) 28,25 (N35)	-	163,76 (Hep.) 14,75 (N35)	Piezo	Impedance spectroscopy	0,38...55,2	1000	2014	Toledo [153]
Pont	Si with Al paths	o-o-p	5,8...68,7	2,5...57	210...881	0,4...10	L-F	Inductive, optical	0,2...103,9	L 1500...5000 W 30,50 T 20	2007	Etchart [154]

	Si with Al paths	o-o-p	96,7	31 (toluene) 24 (octanol)	-	3,5 (tol) 1 (oct)	L-F	Optical	0,57...7,37	350x50x1,3	2007	Riesch [155]
Plaque suspendue	Si with Al paths	i-p	19,47	13,29 (water)	330	3,47 (water)	L-F	Piezores	0,89...81,5	L 100 W 100 T 20	2012	Cerimovic [53]
	Si	i-p	2616	2593	1630	490	Piezo	Optical	-	L 40 W 30 T 10	2014	Linden [31]
	AlN/Si	i-p	14040	14000	4920	200 (water)	Piezo	Impedance	1	L 300 W 90 T 10	2016	Ali [156]
		i-p	6000	5600	180	75	L-F	-	1...417	2mmx5-8mm T 100-500	2011	Lucklum [157]
	AlN	o-o-p	-	290,4	-	36 (7,3 mPa.s)	Piezo	Impedance	0,4...7.3	L 1000 W 750 T 20	2014	Manzaneque [50]
	Ni	i-p	5,42	52,3	200	61,7 (water) 16 (70% glycerol)	L-F	Electrical	1...18,5	L 4200 W 1500 T 100	2010	Reichel [63]
	AlN / Si	o-o-p	-	3800 (water) 3700 (N35)	-	101 (water) 20 (N35)	Piezo	Impedance	0,9...51	L 1000 W 125 T 20	2012	Manzaneque [60]
Mid-point supported plate	AlN (extensional)	i-p	3700	3700	3000	100 (water) 18 (51,15 mPa.s)	Piezo	Impedance spectroscopy	0,9...51,15	1000x125x1	2012	Manzaneque [60]
Symetric plate	Ag	i-p	-	5,3	-	16 (N14)	L-F	Electrical	3,3...71	L 8000 W 3000 T	2014	Abdallah [158]
Rotational disk	Si (rotational)	i-p	1770...8410	1770...8411	600...11700	50...304 (heptane)	Thermal	Impedance spectroscopy	0,38	D 100...200 T 5...20	2010	Rahafrooz [62]
semi circular disk	Si (parylene coated)	i-p	300...1000	585	1200, 5000	100 (water)	Thermal	Piezores	0,9	D 240...300 T 8	2008	Seo [56]

cylinder	PZT / steel	rotational	-	4033 (water) 4004 (glycerol)	-	710 (water) 63 (glycerol)	-	-	1...705	D 10000 L 50000	2018	Wang, Li [74]
SMR	SiN	o-o-p	143	130,4	-	10400 (ethanol)	external (piezo)	Optical	0,8...10	20x200 cross-sec : 4x3	2013	Khan [135]
Membrane	Parylene (on Si)	o-o-p	-	1200	-	-	L-F	Capacitive	glucose solutions	400x400	2009	Huang [159]
	PVDF	o-o-p	24,888	4,473	13,4	21,8 (R100)	Piezo	Impedance	19,88...1733	D 4-6-8 mm T 30	2017	Lu, Hou [71]
	PZT / Si	o-o-p	625,65	286,78		60 (water) 20 (80% glycerol)	Piezo	Impedance	1...180	D 200 T 22	2007	Ayela [69]

ANNEXE 2

Détermination de la relation de dispersion des ondes de Lamb en milieu liquide

On résout le système d'équation en décomposant la matrice M globale en 4 sous matrices.

$$M = \begin{pmatrix} M1 & M2 \\ M3 & M4 \end{pmatrix} \quad (117)$$

On utilise également l'écriture suivante :

$$\begin{cases} \tilde{k}_{Lz} = k_{Lz} h/2 \\ \tilde{k}_{Tz} = k_{Tz} h/2 \end{cases} \quad (118)$$

Les quatre matrices M1, M2, M3 et M4 s'écrivent ainsi :

$$M1 = \begin{pmatrix} 2jkk_{Lz} \sin(\tilde{k}_{Lz}) & (k_{Tz}^2 - k^2) \sin(\tilde{k}_{Tz}) & 0 & 0 \\ (k_{Tz}^2 - k^2) \cos(\tilde{k}_{Lz}) & 2jkk_{Tz} \cos(\tilde{k}_{Tz}) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 2jkk_{Lz} \cos(\tilde{k}_{Lz}) & (k_{Tz}^2 - k^2) \cos(\tilde{k}_{Tz}) \\ 0 & 0 & (k_{Tz}^2 - k^2) \sin(\tilde{k}_{Lz}) & 2jkk_{Tz} \sin(\tilde{k}_{Tz}) \end{pmatrix}$$

$$M2 = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 \\ \frac{\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} & \frac{\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} & \frac{\omega^2 \rho_{f2}}{2\mu} & \frac{\omega^2 \rho_{f2}}{2\mu} \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} & -\frac{\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} & \frac{\omega^2 \rho_{f2}}{2\mu} & \frac{\omega^2 \rho_{f2}}{2\mu} \end{pmatrix}$$

$$M3 = \begin{pmatrix} k_{Lz} \sin(\tilde{k}_{Lz}) & jk \sin(\tilde{k}_{Tz}) & k_{Lz} \cos(\tilde{k}_{Lz}) & jk \cos(\tilde{k}_{Tz}) \\ 0 & 0 & 0 & 0 \\ -k_{Lz} \sin(\tilde{k}_{Lz}) & -jk \sin(\tilde{k}_{Tz}) & k_{Lz} \cos(\tilde{k}_{Lz}) & jk \cos(\tilde{k}_{Tz}) \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

$$M4 = \begin{pmatrix} -jk_1 & jk_1 & 0 & 0 \\ e^{jk_1 h_{liqsup}} & e^{-jk_1 h_{liqsup}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -jk_2 & jk_2 \\ 0 & 0 & e^{-jk_2 h_{liqinf}} & -e^{jk_2 h_{liqinf}} \end{pmatrix}$$

Les solutions non triviales du système d'équation sont déterminées par l'annulation du déterminant de la matrice M.

$$D = \text{Det}(M) = e^{-jk_2 h_{liqinf}} D' + e^{jk_2 h_{liqinf}} D'' \quad (119)$$

Avec,

$$D' = \det \begin{pmatrix} M1_{1,1} & M1_{1,2} & M1_{1,3} & M1_{1,4} & 0 & 0 & 0 \\ M1_{2,1} & M1_{2,2} & M1_{2,3} & M1_{2,4} & \frac{\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} & \frac{\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} & \frac{\omega^2 \rho_{f2}}{2\mu} \\ M1_{3,1} & M1_{3,2} & M1_{3,3} & M1_{3,4} & 0 & 0 & 0 \\ M1_{4,1} & M1_{4,2} & M1_{4,3} & M1_{4,4} & \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} & \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} & \frac{\omega^2 \rho_{f2}}{2\mu} \\ k_{Lz} \sin(\tilde{k}_{Lz}) & jk \sin(\tilde{k}_{Tz}) & k_{Lz} \cos(\tilde{k}_{Lz}) & jk \cos(\tilde{k}_{Tz}) & -jk_1 & jk_1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & e^{jk_1 h_{liqsup}} & e^{-jk_1 h_{liqsup}} & 0 \\ -k_{Lz} \sin(\tilde{k}_{Lz}) & -jk \sin(\tilde{k}_{Tz}) & k_{Lz} \cos(\tilde{k}_{Lz}) & jk \cos(\tilde{k}_{Tz}) & 0 & 0 & jk_2 \end{pmatrix}$$

$$D'' = \det \begin{pmatrix} M1_{1,1} & M1_{1,2} & M1_{1,3} & M1_{1,4} & 0 & 0 & 0 \\ M1_{2,1} & M1_{2,2} & M1_{2,3} & M1_{2,4} & \frac{\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} & \frac{\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} & \frac{\omega^2 \rho_{f2}}{2\mu} \\ M1_{3,1} & M1_{3,2} & M1_{3,3} & M1_{3,4} & 0 & 0 & 0 \\ M1_{4,1} & M1_{4,2} & M1_{4,3} & M1_{4,4} & \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} & \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} & \frac{\omega^2 \rho_{f2}}{2\mu} \\ k_{Lz} \sin(\tilde{k}_{Lz}) & jk \sin(\tilde{k}_{Tz}) & k_{Lz} \cos(\tilde{k}_{Lz}) & jk \cos(\tilde{k}_{Tz}) & -jk_1 & jk_1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & e^{jk_1 h_{liqsup}} & e^{-jk_1 h_{liqsup}} & 0 \\ -k_{Lz} \sin(\tilde{k}_{Lz}) & -jk \sin(\tilde{k}_{Tz}) & k_{Lz} \cos(\tilde{k}_{Lz}) & jk \cos(\tilde{k}_{Tz}) & 0 & 0 & -jk_2 \end{pmatrix}$$

Les déterminants 7x7 de ces matrices peuvent s'écrire :

$$D' = \frac{-\omega^2 \rho_{f2}}{2\mu} (D'_1 + D'_2) + jk_2 D'_3 \quad (120)$$

$$D'' = \frac{-\omega^2 \rho_{f2}}{2\mu} (D'_1 + D'_2) - jk_2 D'_3 \quad (121)$$

Avec,

$$D'_1 = \det \begin{pmatrix} M1_{1,1} & M1_{1,2} & M1_{1,3} & M1_{1,4} & 0 & 0 \\ M1_{3,1} & M1_{3,2} & M1_{3,3} & M1_{3,4} & 0 & 0 \\ M1_{4,1} & M1_{4,2} & M1_{4,3} & M1_{4,4} & \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} & \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} \\ k_{Lz} \sin(\tilde{k}_{Lz}) & jk \sin(\tilde{k}_{Tz}) & k_{Lz} \cos(\tilde{k}_{Lz}) & jk \cos(\tilde{k}_{Tz}) & -jk_1 & jk_1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & e^{jk_1 h_{liqsup}} & e^{-jk_1 h_{liqsup}} \\ -k_{Lz} \sin(\tilde{k}_{Lz}) & -jk \sin(\tilde{k}_{Tz}) & k_{Lz} \cos(\tilde{k}_{Lz}) & jk \cos(\tilde{k}_{Tz}) & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

$$D'_2 = \det \begin{pmatrix} M1_{1,1} & M1_{1,2} & M1_{1,3} & M1_{1,4} & 0 & 0 \\ M1_{2,1} & M1_{2,2} & M1_{2,3} & M1_{2,4} & \frac{\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} & \frac{\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} \\ M1_{3,1} & M1_{3,2} & M1_{3,3} & M1_{3,4} & 0 & 0 \\ k_{Lz} \sin(\tilde{k}_{Lz}) & jk \sin(\tilde{k}_{Tz}) & k_{Lz} \cos(\tilde{k}_{Lz}) & jk \cos(\tilde{k}_{Tz}) & -jk_1 & jk_1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & e^{jk_1 h_{liqsup}} & e^{-jk_1 h_{liqsup}} \\ -k_{Lz} \sin(\tilde{k}_{Lz}) & -jk \sin(\tilde{k}_{Tz}) & k_{Lz} \cos(\tilde{k}_{Lz}) & jk \cos(\tilde{k}_{Tz}) & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

$$D'_3 = \det \begin{pmatrix} M1_{1,1} & M1_{1,2} & M1_{1,3} & M1_{1,4} & 0 & 0 \\ M1_{2,1} & M1_{2,2} & M1_{2,3} & M1_{2,4} & \frac{\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} & \frac{\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} \\ M1_{3,1} & M1_{3,2} & M1_{3,3} & M1_{3,4} & 0 & 0 \\ M1_{4,1} & M1_{4,2} & M1_{4,3} & M1_{4,4} & \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} & \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} \\ k_{Lz} \sin(\tilde{k}_{Lz}) & jk \sin(\tilde{k}_{Tz}) & k_{Lz} \cos(\tilde{k}_{Lz}) & jk \cos(\tilde{k}_{Tz}) & -jk_1 & jk_1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & e^{jk_1 h_{liqsup}} & e^{-jk_1 h_{liqsup}} \end{pmatrix}$$

On observe que la matrice correspondant au déterminant D'_3 représente l'expression matricielle du cas de la configuration chargée avec une hauteur de liquide h_{liqsup} .

- Calcul du déterminant D'_3

La relation de dispersion de la configuration chargée est donnée par l'annulation du déterminant de la matrice D'_3 .

$$D'_3 = e^{jk_1 h_{liqsup}} D'_{31} - e^{-jk_1 h_{liqsup}} D'_{32} \quad (122)$$

Avec,

$$D'_{31} = \det \begin{pmatrix} M1_{1,1} & M1_{1,2} & M1_{1,3} & M1_{1,4} & 0 \\ M1_{2,1} & M1_{2,2} & M1_{2,3} & M1_{2,4} & \frac{\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} \\ M1_{3,1} & M1_{3,2} & M1_{3,3} & M1_{3,4} & 0 \\ M1_{4,1} & M1_{4,2} & M1_{4,3} & M1_{4,4} & \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} \\ k_{Lz} \sin(\tilde{k}_{Lz}) & jk \sin(\tilde{k}_{Tz}) & k_{Lz} \cos(\tilde{k}_{Lz}) & jk \cos(\tilde{k}_{Tz}) & jk_1 \end{pmatrix}$$

$$D'_{32} = \det \begin{pmatrix} M1_{1,1} & M1_{1,2} & M1_{1,3} & M1_{1,4} & 0 \\ M1_{2,1} & M1_{2,2} & M1_{2,3} & M1_{2,4} & \frac{\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} \\ M1_{3,1} & M1_{3,2} & M1_{3,3} & M1_{3,4} & 0 \\ M1_{4,1} & M1_{4,2} & M1_{4,3} & M1_{4,4} & \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} \\ k_{Lz} \sin(\tilde{k}_{Lz}) & jk \sin(\tilde{k}_{Tz}) & k_{Lz} \cos(\tilde{k}_{Lz}) & jk \cos(\tilde{k}_{Tz}) & -jk_1 \end{pmatrix}$$

On décompose ensuite ces déterminants en somme de déterminant 4x4.

$$D'_{31} = \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} (D'_{311} - D'_{312}) + jk_1 D'_{313} \quad (123)$$

$$D'_{32} = \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} (D'_{311} - D'_{312}) - jk_1 D'_{313} \quad (124)$$

Avec,

$$D'_{311} = \det \begin{pmatrix} 2jkk_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \sin(\tilde{k}_{T_z}) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 2jkk_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \cos(\tilde{k}_{T_z}) \\ 0 & 0 & (k_{T_z}^2 - k^2) \sin(\tilde{k}_{L_z}) & 2jkk_{T_z} \sin(\tilde{k}_{T_z}) \\ k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) \end{pmatrix}$$

$$D'_{312} = \det \begin{pmatrix} 2jkk_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \sin(\tilde{k}_{T_z}) & 0 & 0 \\ (k_{T_z}^2 - k^2) \cos(\tilde{k}_{L_z}) & 2jkk_{T_z} \cos(\tilde{k}_{T_z}) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 2jkk_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \cos(\tilde{k}_{T_z}) \\ k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) \end{pmatrix}$$

$$D'_{313} = \det (M1) \\ = \det \begin{pmatrix} 2jkk_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \sin(\tilde{k}_{T_z}) & 0 & 0 \\ (k_{T_z}^2 - k^2) \cos(\tilde{k}_{L_z}) & 2jkk_{T_z} \cos(\tilde{k}_{T_z}) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 2jkk_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \cos(\tilde{k}_{T_z}) \\ 0 & 0 & (k_{T_z}^2 - k^2) \sin(\tilde{k}_{L_z}) & 2jkk_{T_z} \sin(\tilde{k}_{T_z}) \end{pmatrix}$$

La matrice M1 correspond au système matriciel d'équations de la propagation des ondes de Lamb dans le vide comprenant la propagation des ondes de Lamb symétriques et antisymétriques.

D'où :

$$D'_{313} = D_S D_A \quad (125)$$

Les matrices D'_{311} et D'_{312} sont des matrices par bloc ce qui permet de calculer leur déterminant :

$$D'_{311} = [-2k^2 k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) - k_{L_z} (k_{T_z}^2 - k^2) \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z})] D_A$$

$$D'_{312} = -k_{T_z}^2 k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) D_A \quad (126)$$

$$D'_{312} = D_S [-2k^2 k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) - k_{L_z} (k_{T_z}^2 - k^2) \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z})]$$

$$D'_{312} = -k_T^2 k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) D_S \quad (127)$$

Donc finalement on peut écrire :

$$\begin{aligned} D'_{31} &= \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} (D'_{311} - D'_{312}) + jk_1 D'_{313} \\ D'_{31} &= \frac{\omega^4 \rho_{f1}}{2\rho c_T^4} k_{L_z} [\sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) D_A - \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) D_S] \\ &\quad + jk_1 D_S D_A \end{aligned} \quad (128)$$

$$\begin{aligned} D'_{32} &= \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} (D'_{311} - D'_{312}) - jk_1 D'_{313} \\ D'_{32} &= \frac{\omega^4 \rho_{f1}}{2\rho c_T^4} k_{L_z} [\sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) D_A - \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) D_S] \\ &\quad - jk_1 D_S D_A \end{aligned} \quad (129)$$

Finalement pour la configuration chargée,

$$\begin{aligned} D'_3 &= e^{jk_1 h_{liqsup}} D'_{31} - e^{-jk_1 h_{liqsup}} D'_{32} \\ D'_3 &= \frac{\omega^4 \rho_{f1}}{\rho c_T^4} jk_{L_z} [\sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) D_A - \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) D_S] \sin(k_1 h_{liqsup}) \\ &\quad + 2jk_1 D_S D_A \cos(k_1 h_{liqsup}) \end{aligned} \quad (130)$$

Il s'agit de l'équation de dispersion correspondant à la configuration chargée.

- Calcul du déterminant D'_1

De la même manière, on calcule le déterminant D'_1 .

$$D'_1 = \det \begin{pmatrix} M_{1,1} & M_{1,2} & M_{1,3} & M_{1,4} & 0 & 0 \\ M_{1,3,1} & M_{1,3,2} & M_{1,3,3} & M_{1,3,4} & 0 & 0 \\ M_{1,4,1} & M_{1,4,2} & M_{1,4,3} & M_{1,4,4} & \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} & \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} \\ k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) & -jk_1 & jk_1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & e^{jk_1 h_{liqsup}} & e^{-jk_1 h_{liqsup}} \\ -k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & -jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

$$D'_1 = e^{jk_1 h_{iqsup}} D'_{11} - e^{-jk_1 h_{iqsup}} D'_{12} \quad (131)$$

$$D'_{11} = \det \begin{pmatrix} M1_{1,1} & M1_{1,2} & M1_{1,3} & M1_{1,4} & 0 \\ M1_{3,1} & M1_{3,2} & M1_{3,3} & M1_{3,4} & 0 \\ M1_{4,1} & M1_{4,2} & M1_{4,3} & M1_{4,4} & \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} \\ k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) & jk_1 \\ -k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & -jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) & 0 \end{pmatrix}$$

$$D'_{12} = \det \begin{pmatrix} M1_{1,1} & M1_{1,2} & M1_{1,3} & M1_{1,4} & 0 \\ M1_{3,1} & M1_{3,2} & M1_{3,3} & M1_{3,4} & 0 \\ M1_{4,1} & M1_{4,2} & M1_{4,3} & M1_{4,4} & \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} \\ k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) & -jk_1 \\ -k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & -jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) & 0 \end{pmatrix}$$

$$D'_{11} = \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} D'_{111} - jk_1 D'_{112} \quad (132)$$

$$D'_{111} = \det \begin{pmatrix} 2jkk_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \sin(\tilde{k}_{T_z}) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 2jkk_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \cos(\tilde{k}_{T_z}) \\ k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) \\ -k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & -jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) \end{pmatrix}$$

$$D'_{111} = \det \begin{pmatrix} 2jkk_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \sin(\tilde{k}_{T_z}) & 0 & 0 \\ 2k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & 2jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 2jkk_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \cos(\tilde{k}_{T_z}) \\ 0 & 0 & 2k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & 2jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) \end{pmatrix}$$

$$D'_{111} = 4[-2k^2 k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) - k_{L_z} (k_{T_z}^2 - k^2) \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z})][-2k^2 k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) - k_{L_z} (k_{T_z}^2 - k^2) \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z})]$$

$$D'_{111} = 4k_T^4 k_{L_z}^2 \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) \quad (133)$$

$$D'_{112} = \det \begin{pmatrix} 2jkk_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \sin(\tilde{k}_{T_z}) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 2jkk_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \cos(\tilde{k}_{T_z}) \\ 0 & 0 & (k_{T_z}^2 - k^2) \sin(\tilde{k}_{L_z}) & 2jkk_{T_z} \sin(\tilde{k}_{T_z}) \\ -k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & -jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) \end{pmatrix}$$

$$D'_{112} = -D'_{311} = k_T^2 k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) D_A \quad (134)$$

$$D'_{11} = \frac{-2\rho_{f1} \omega^6 k_{L_z}^2}{\rho c_T^6} \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) - jk_1 k_T^2 k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) D_A$$

$$D'_{11} = -\sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) \left[\frac{2\rho_{f1}\omega^6 k_{L_z}^2}{\rho c_T^6} \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) + jk_1 k_T^2 k_{L_z} D_A \right] \quad (135)$$

$$D'_{12} = \det \begin{pmatrix} M1_{1,1} & M1_{1,2} & M1_{1,3} & M1_{1,4} & 0 \\ M1_{3,1} & M1_{3,2} & M1_{3,3} & M1_{3,4} & 0 \\ M1_{4,1} & M1_{4,2} & M1_{4,3} & M1_{4,4} & \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} \\ k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) & -jk_1 \\ -k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & -jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) & 0 \end{pmatrix}$$

$$D'_{12} = \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} D'_{121} + jk_1 D'_{122} \quad (136)$$

$$D'_{121} = \det \begin{pmatrix} 2jkk_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \sin(\tilde{k}_{T_z}) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 2jkk_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \cos(\tilde{k}_{T_z}) \\ k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) \\ -k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & -jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) \end{pmatrix}$$

On remarque que $D'_{121} = D'_{111} = 4k_T^4 k_{L_z}^2 \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z})$

$$D'_{122} = \det \begin{pmatrix} 2jkk_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \sin(\tilde{k}_{T_z}) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 2jkk_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \cos(\tilde{k}_{T_z}) \\ 0 & 0 & (k_{T_z}^2 - k^2) \sin(\tilde{k}_{L_z}) & 2jkk_{T_z} \sin(\tilde{k}_{T_z}) \\ -k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & -jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) \end{pmatrix}$$

De même $D'_{122} = D'_{112} = k_T^2 k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) D_A$

$$D'_{12} = \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} D'_{121} + jk_1 D'_{122}$$

$$D'_{12} = \frac{-2\rho_{f1}\omega^6 k_{L_z}^2}{\rho c_T^6} \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) + jk_1 k_T^2 k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) D_A$$

$$D'_{12} = -\sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) \left[\frac{2\rho_{f1}\omega^6 k_{L_z}^2}{\rho c_T^6} \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) - jk_1 k_T^2 k_{L_z} D_A \right] \quad (137)$$

Donc finalement on obtient :

$$D'_1 = -j \frac{4\rho_{f1}\omega^6 k_{L_z}^2}{\rho c_T^6} \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) \sin(k_1 h_{liq_{sup}})$$

$$- 2jk_1 k_T^2 k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) D_A \cos(k_1 h_{liq_{sup}})$$

$$D'_1 = \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) \left[-j \frac{4\rho_{f1}\omega^6 k_{L_z}^2}{\rho c_T^6} \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) \sin(k_1 h_{liqsup}) - 2jk_1 k_T^2 k_{L_z} \cos(k_1 h_{liqsup}) D_A \right] \quad (138)$$

- Calcul du déterminant D'_2

De la même façon

$$D'_2 = \det \begin{pmatrix} M1_{1,1} & M1_{1,2} & M1_{1,3} & M1_{1,4} & 0 & 0 \\ M1_{2,1} & M1_{2,2} & M1_{2,3} & M1_{2,4} & \frac{\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} & \frac{\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} \\ M1_{3,1} & M1_{3,2} & M1_{3,3} & M1_{3,4} & 0 & 0 \\ k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) & -jk_1 & jk_1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & e^{jk_1 h_{liqsup}} & e^{-jk_1 h_{liqsup}} \\ -k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & -jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

$$D'_2 = e^{jk_1 h_{liqsup}} D'_{21} - e^{-jk_1 h_{liqsup}} D'_{22} \quad (139)$$

$$D'_{21} = \det \begin{pmatrix} M1_{1,1} & M1_{1,2} & M1_{1,3} & M1_{1,4} & 0 \\ M1_{2,1} & M1_{2,2} & M1_{2,3} & M1_{2,4} & \frac{\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} \\ M1_{3,1} & M1_{3,2} & M1_{3,3} & M1_{3,4} & 0 \\ k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) & jk_1 \\ -k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & -jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) & 0 \end{pmatrix}$$

$$D'_{22} = \det \begin{pmatrix} M1_{1,1} & M1_{1,2} & M1_{1,3} & M1_{1,4} & 0 \\ M1_{2,1} & M1_{2,2} & M1_{2,3} & M1_{2,4} & \frac{\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} \\ M1_{3,1} & M1_{3,2} & M1_{3,3} & M1_{3,4} & 0 \\ k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) & -jk_1 \\ -k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & -jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) & 0 \end{pmatrix}$$

$$D'_{21} = \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} D'_{211} - jk_1 D'_{212} \quad (140)$$

$$D'_{211} = \det \begin{pmatrix} 2jkk_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \sin(\tilde{k}_{T_z}) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 2jkk_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \cos(\tilde{k}_{T_z}) \\ k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) \\ -k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & -jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) \end{pmatrix}$$

$$D'_{211} = D'_{111}$$

$$D'_{212} = \det \begin{pmatrix} 2jkk_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \sin(\tilde{k}_{T_z}) & 0 & 0 \\ (k_{T_z}^2 - k^2) \cos(\tilde{k}_{L_z}) & 2jkk_{T_z} \cos(\tilde{k}_{T_z}) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 2jkk_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \cos(\tilde{k}_{T_z}) \\ -k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & -jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) \end{pmatrix}$$

$$D'_{212} = D'_{312}$$

$$D'_{21} = \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} D'_{211} - jk_1 D'_{212}$$

$$D'_{21} = -\frac{2\rho_{f1}\omega^6 k_{L_z}^2}{\rho c_T^6} \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) + jk_1 k_T^2 k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) D_S$$

$$D'_{21} = \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) \left[-\frac{2\rho_{f1}\omega^6 k_{L_z}^2}{\rho c_T^6} \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) + jk_1 k_T^2 k_{L_z} D_S \right] \quad (141)$$

$$D'_{22} = \det \begin{pmatrix} M_{1,1} & M_{1,2} & M_{1,3} & M_{1,4} & 0 \\ M_{2,1} & M_{2,2} & M_{2,3} & M_{2,4} & \frac{\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} \\ M_{3,1} & M_{3,2} & M_{3,3} & M_{3,4} & 0 \\ k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) & -jk_1 \\ -k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & -jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) & 0 \end{pmatrix}$$

$$D'_{22} = \frac{-\omega^2 \rho_{f1}}{2\mu} D'_{221} + jk_1 D'_{222} \quad (142)$$

$$D'_{221} = \det \begin{pmatrix} 2jkk_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \sin(\tilde{k}_{T_z}) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 2jkk_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \cos(\tilde{k}_{T_z}) \\ k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) \\ -k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & -jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) \end{pmatrix}$$

$$D'_{222} = \det \begin{pmatrix} 2jkk_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \sin(\tilde{k}_{T_z}) & 0 & 0 \\ (k_{T_z}^2 - k^2) \cos(\tilde{k}_{L_z}) & 2jkk_{T_z} \cos(\tilde{k}_{T_z}) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 2jkk_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & (k_{T_z}^2 - k^2) \cos(\tilde{k}_{T_z}) \\ -k_{L_z} \sin(\tilde{k}_{L_z}) & -jk \sin(\tilde{k}_{T_z}) & k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) & jk \cos(\tilde{k}_{T_z}) \end{pmatrix}$$

$$D'_{221} = D'_{211}$$

$$D'_{222} = D'_{212}$$

$$D'_{22} = -\frac{2\rho_{f1}\omega^6 k_{L_z}^2}{\rho c_T^6} \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) - jk_1 k_T^2 k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) D_S$$

$$D'_{22} = \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) \left[-\frac{2\rho_{f1}\omega^6 k_{L_z}^2}{\rho c_T^6} \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) - jk_1 k_T^2 k_{L_z} D_S \right] \quad (143)$$

Finalement on a,

$$\begin{aligned} D'_2 &= -j \frac{4\rho_{f1}\omega^6 k_{L_z}^2}{\rho c_T^6} \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) \sin(k_1 h_{liq_{sup}}) \\ &\quad + 2jk_1 k_T^2 k_{L_z} \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) D_S \cos(k_1 h_{liq_{sup}}) \\ D'_2 &= \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) \left[-j \frac{4\rho_{f1}\omega^6 k_{L_z}^2}{\rho c_T^6} \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) \sin(k_1 h_{liq_{sup}}) \right. \\ &\quad \left. + 2jk_1 k_T^2 k_{L_z} D_S \cos(k_1 h_{liq_{sup}}) \right] \end{aligned} \quad (144)$$

Finalement on peut calculer le déterminant global de la configuration immergée :

$$D = -\frac{\omega^2 \rho_{f2}}{\mu} (D'_1 + D'_2) \cos(k_2 h_{liq_{inf}}) + 2k_2 D'_3 \sin(k_2 h_{liq_{inf}}) \quad (145)$$

Avec,

$$\begin{aligned} D'_1 &= \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) \left[-j \frac{4\rho_{f1}\omega^6 k_{L_z}^2}{\rho c_T^6} \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) \sin(k_1 h_{liq_{sup}}) - 2jk_1 k_T^2 k_{L_z} \cos(k_1 h_{liq_{sup}}) D_A \right] \\ D'_2 &= \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) \left[-j \frac{4\rho_{f1}\omega^6 k_{L_z}^2}{\rho c_T^6} \sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) \sin(k_1 h_{liq_{sup}}) + 2jk_1 k_T^2 k_{L_z} D_S \cos(k_1 h_{liq_{sup}}) \right] \\ D'_3 &= \frac{\omega^4 \rho_{f1}}{\rho c_T^4} jk_{L_z} [\sin(\tilde{k}_{L_z}) \sin(\tilde{k}_{T_z}) D_A - \cos(\tilde{k}_{L_z}) \cos(\tilde{k}_{T_z}) D_S] \sin(k_1 h_{liq_{sup}}) + 2jk_1 D_S D_A \cos(k_1 h_{liq_{sup}}) \end{aligned}$$

ANNEXE 3

Etude FEM de différentes configurations d'électrodes

On s'intéresse à différentes conditions électriques appliquées aux électrodes afin de mieux comprendre le fonctionnement de l'actionneur avec deux électrodes supérieures.

- 1^{er} cas d'étude :

Conditions électriques aux électrodes :

- Top 1 : $V = 0$, il s'agit de la masse.
- Top 2 : $V = V_0 = 1$ V, on applique un potentiel non nul V_0 .
- Bot : $n \cdot D = 0$, la composante normale de l'induction électrique est nulle, il s'agit d'une condition d'isolation électrique.

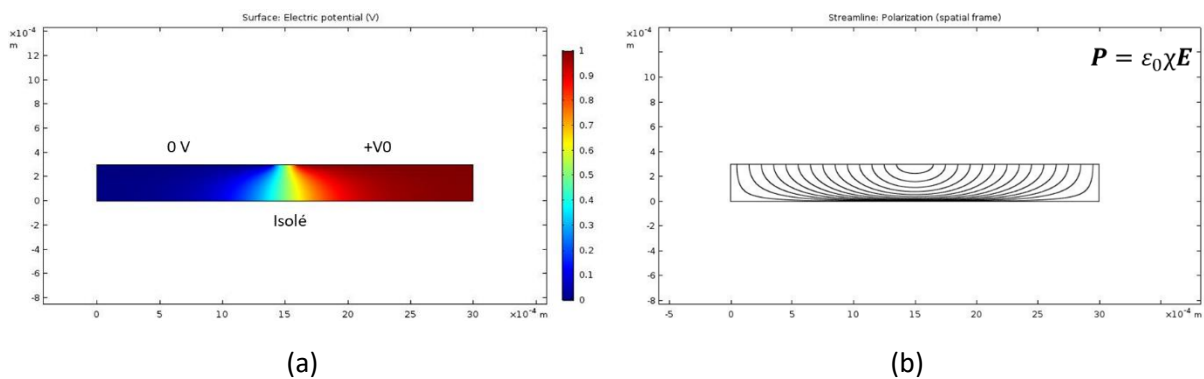


Figure A3-1129: (a) Répartition du potentiel électrique à l'intérieur de la céramique, (b) lignes de polarisation pour le 1^{er} cas d'étude.

Les résultats de simulations, présentés en figure A3-1, montrent un gradient du potentiel électrique principalement sur la largeur de la céramique allant de l'électrode supérieure 1 à l'électrode supérieure 2. Il s'agit d'un actionnement que l'on peut considérer comme « pseudo d_{33} ».

Néanmoins, dans cette configuration, l'électrode inférieure non utilisée reste conductrice et ne peut être considérée comme étant isolé mais plutôt en tant qu'électrode flottante. Nous ne nous tournerons donc pas vers cette solution.

- 2^{ème} cas d'étude :

Conditions électriques aux électrodes :

- Top 1 : $V = 0$
- Top 2 : $V = V_0 = 1$ V
- Bot : Potentiel flottant

La condition du potentiel flottant correspond à un potentiel constant (possiblement non nul) et à la non accumulation des charges à la surface de la céramique définie par : $\int \mathbf{D} \cdot \mathbf{n} dS = Q_0$, Q_0 étant la charge initiale.

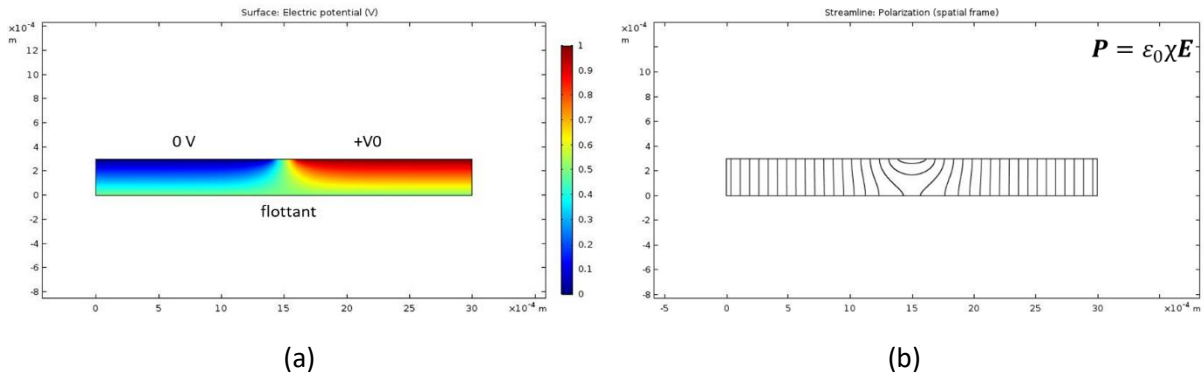


Figure A3-2: (a) Répartition du potentiel électrique à l'intérieur de la céramique, (b) lignes de polarisation pour le 2^{ème} cas d'étude.

Les résultats obtenus dans cette configuration (figure A3-2) montrent que les lignes de champ électrique sont principalement verticales (entre électrodes supérieures et inférieure) sauf à proximité de la zone de séparation des électrodes supérieures. La figure A3-2(a) représente la valeur du potentiel dans la céramique, on observe que la valeur au niveau de l'électrode inférieure est de 0,5 V correspondant à $V_0/2$. Etant donné ce potentiel sur l'électrode inférieure, cela impose des champs électriques opposés entre Bot - Top 1 et Bot - Top 2. Cela signifie que le fonctionnement de l'actionneur est opposé de part et d'autre de la séparation de l'électrode. En effet, on obtient un champ électrique de signe opposé au niveau des électrodes Top 1 et Top 2. C'est-à-dire, que la déformation de la céramique est également de sens opposé. On peut alors considérer que l'on obtient en réalité alors, 2 actionneurs côte à côte, fonctionnant à la moitié de ces capacités.

- 3^{ème} cas d'étude :

Pour mieux comprendre le potentiel lié à l'électrode flottante, on s'intéresse aux conditions suivantes.

Conditions électriques aux électrodes :

- Top 1 : $V = V_0 = 1$ V
- Top 2 : $V = V_0 = 1$ V
- Bot : Potentiel flottant

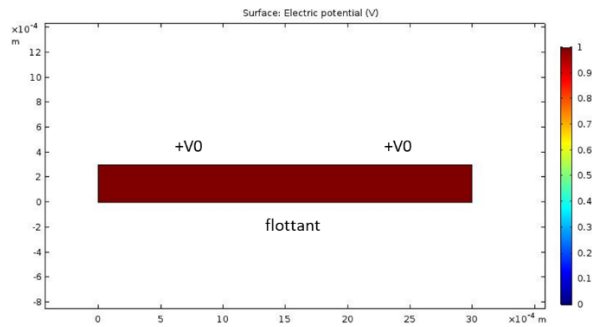


Figure A3-3130 : Répartition du potentiel électrique à l'intérieur de la céramique pour le 3^{ème} cas d'étude.

La figure A3-3 montre que le potentiel est identique à l'intérieur de la céramique et que l'électrode flottante a un potentiel également de V_0 . On comprend alors mieux, le fait que la valeur du potentiel flottant correspond à la moyenne des potentiels appliqués aux électrodes supérieures. Pour maximiser la déformation de la céramique, il faut donc réussir à appliquer la plus grande différence de potentiel entre les électrodes supérieures. Le meilleur moyen d'obtenir un champ aussi important est d'utiliser une alimentation asymétrique, ce qui nous amène à notre 4^{ème} cas d'étude.

- 4^{ème} cas d'étude :

Conditions aux électrodes :

- Top 1 : $V = -V_0 = -1$ V
- Top 2 : $V = V_0 = 1$ V
- Bot : Potentiel flottant

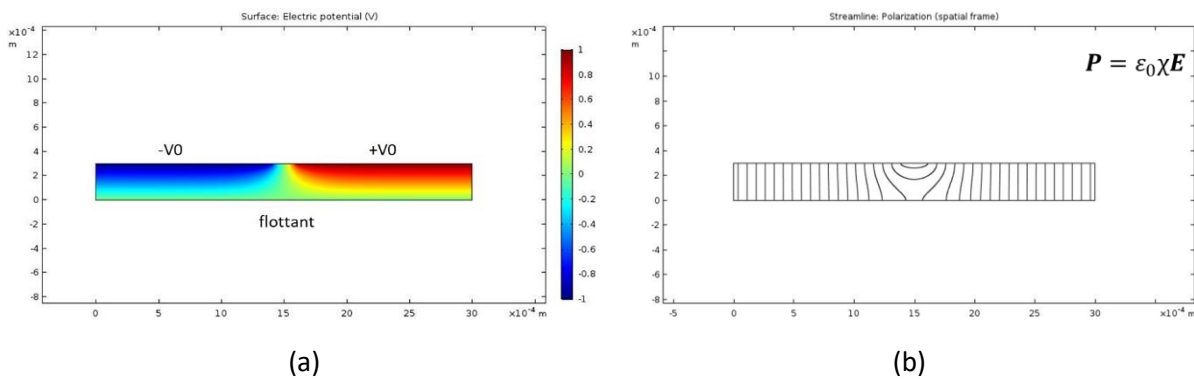


Figure A3-4 : (a) Répartition du potentiel électrique à l'intérieur de la céramique, (b) lignes de polarisation pour le 4^{ème} cas d'étude.

Les résultats de cette configuration en alimentation asymétrique, présentés en figure A3-4, montrent le même fonctionnement que pour le 2^{ème} cas d'étude tout en multipliant la valeur champ électrique dans l'actionneur d'un facteur 2. Le potentiel de l'électrode inférieure est de 0 V, ce qu'on peut considérer comme une masse pour notre système. Il s'agit de la configuration optimale qui nous considérons dans le manuscrit.

ANNEXE 4

Etude du déplacement à la résonance dans l'air pour la plaque 16 nœuds des autres modes de Lamb

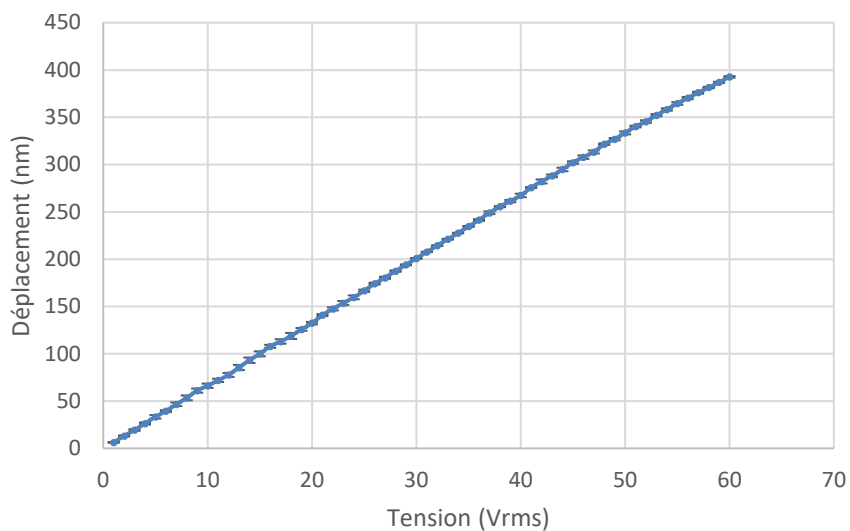


Figure A4-1: Déplacement à la résonance pour le mode 8 nœuds à 60330 Hz dans l'air pour la plaque 16N1.

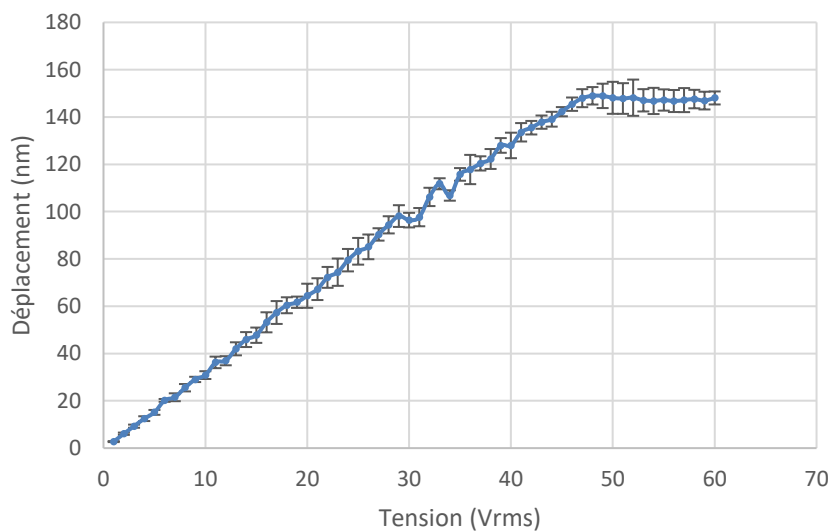


Figure A4-2131: Déplacement à la résonance pour le mode 12 noeuds à 135500 Hz dans l'air pour la plaque 16N1.

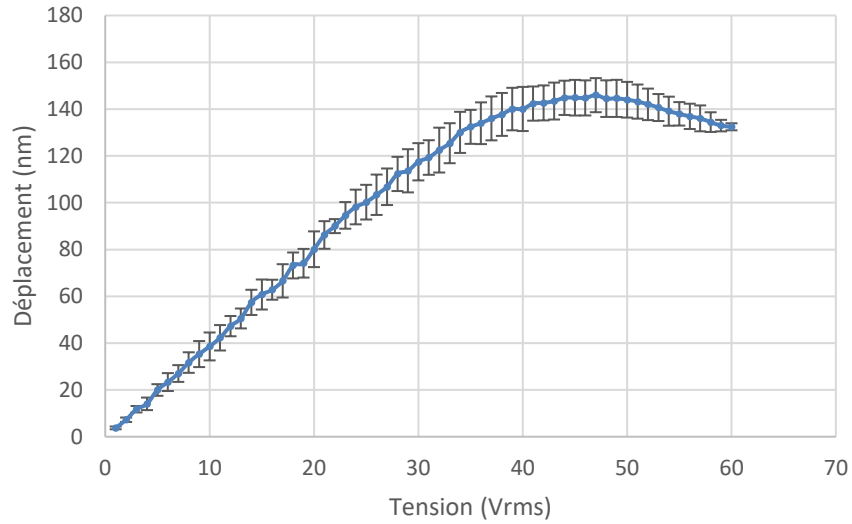
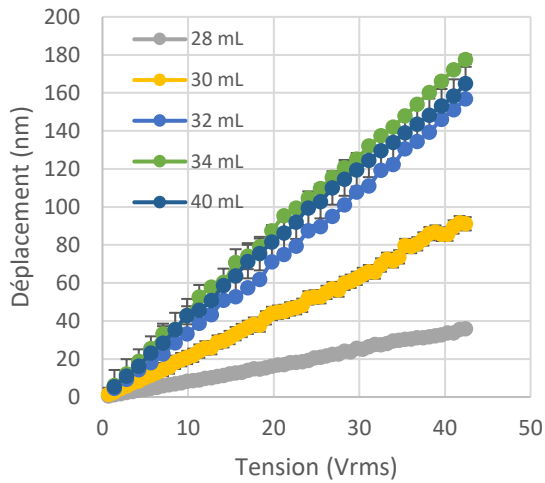


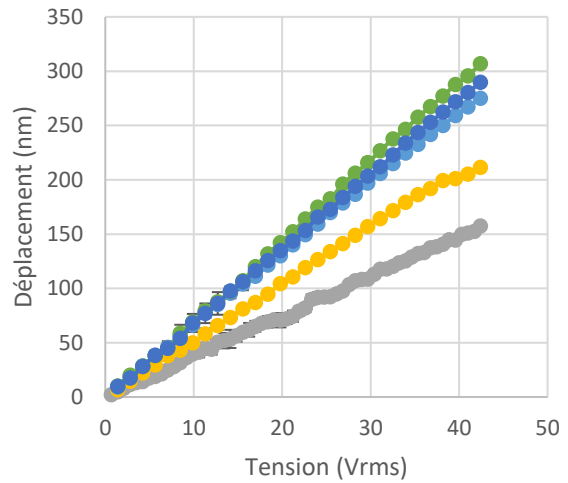
Figure A4-3: Déplacement à la résonance pour le mode 14 nœuds à 174400 Hz dans l'air pour la plaque 16N1.

Etude du déplacement à la résonance pour différents volumes de liquide dans la configuration immergée

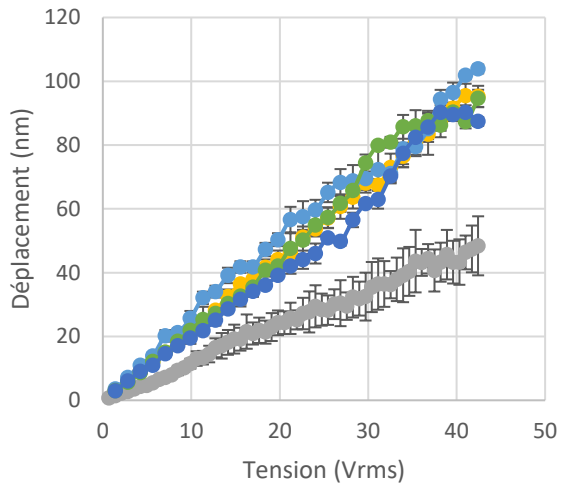
Pour chaque volume de liquide étudié, on étudie le déplacement généré pour chaque mode de Lamb sur une gamme de tension allant jusqu'à 30 Vrms (42,4 V) (A4-4).



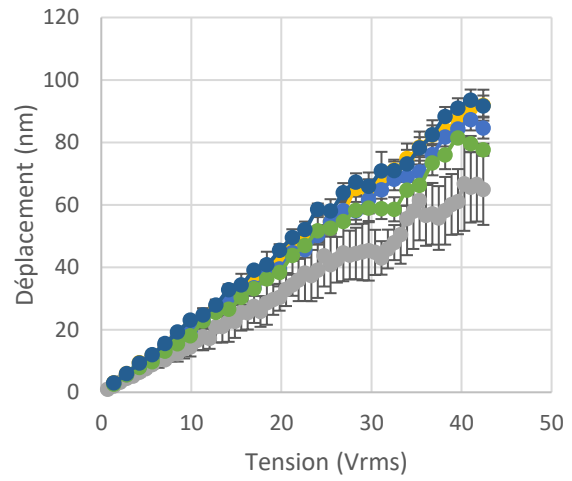
(a)



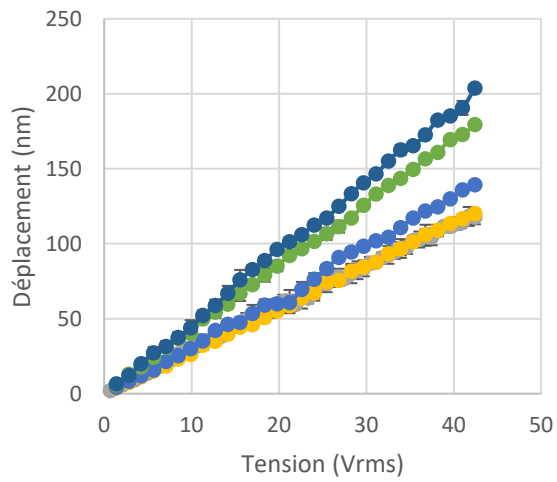
(b)



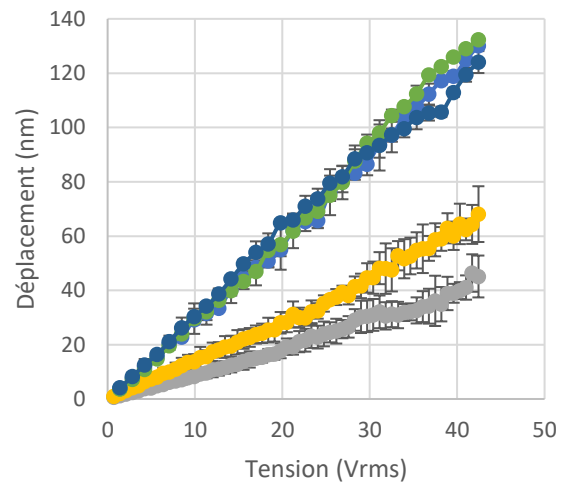
(c)



(d)



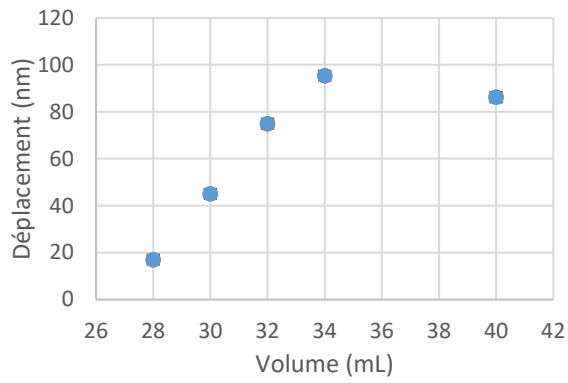
(e)



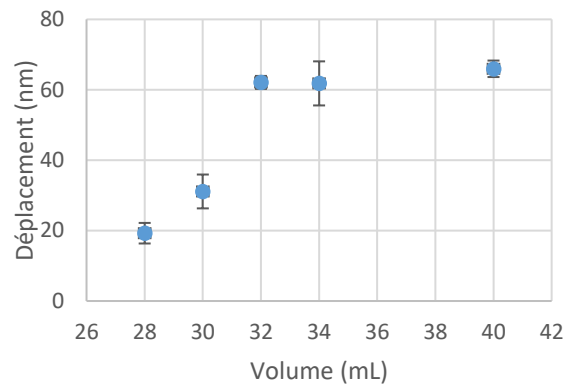
(f)

Figure A4-4132 : Déplacement à la résonance des différents modes de Lamb, (a) Lamb (6,0) ; (b) Lamb (8,0) ; (c) Lamb (10,0) ; (d) Lamb (12,0) ; (e) Lamb (14,0) ; (f) Lamb (16,0).

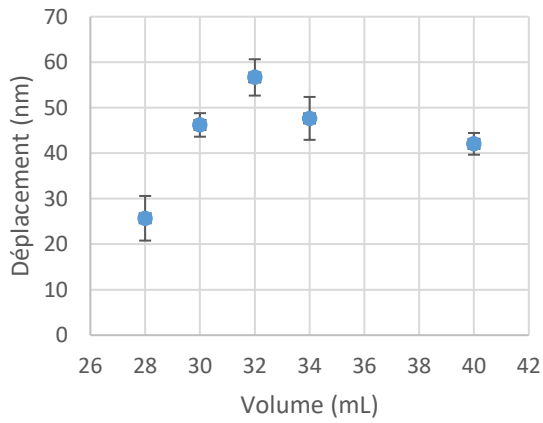
On trace également, le déplacement à la résonance des modes de Lamb à une tension de 15 Vrms (Figure A4-5).



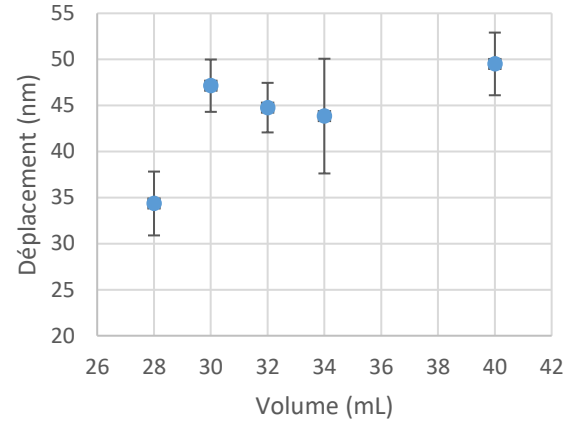
(a)



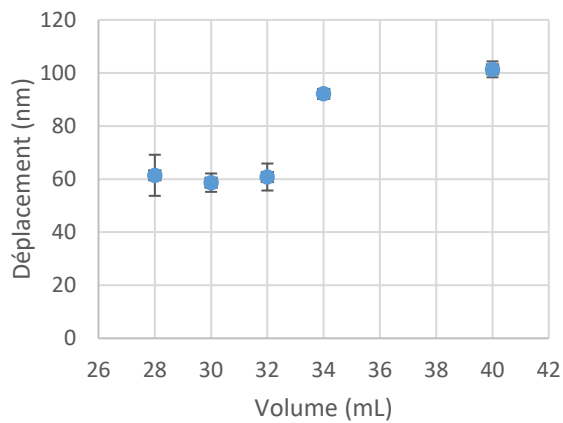
(b)



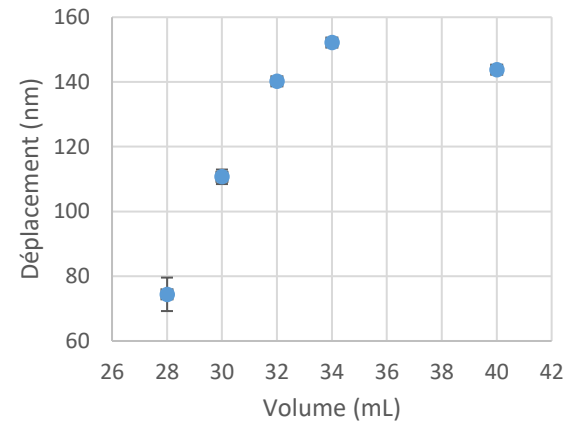
(c)



(d)



(e)



(f)

Figure A4-5133 : Déplacement à la résonance des différents modes de Lamb à 15 Vrms, (a) Lamb (6,0) ; (b) Lamb (8,0) ; (c) Lamb (10,0) ; (d) Lamb (12,0) ; (e) Lamb (14,0) ; (f) Lamb (16,0).

ANNEXE 5-1

Conditions de culture des cellules NIH-3T3 et PC3

Avant d'étudier la culture des cellules choisies dans le système à ondes de Lamb, on souhaite reproduire les conditions de culture standard à appliquer à nos cellules. Pour cela on va décrire, l'environnement et les contraintes à respecter pour la culture cellulaire.

Les fibroblastes NIH-3T3 et les cellules PC3 sont cultivés dans des conditions de culture standard avec des milieux de culture pour soutenir la croissance et la conservation des lignées cellulaires. Les NIH-3T3 sont cultivées dans du Dulbecco's modified Eagle's medium (DMEM + GlutaMAX) et les cellules de PC3 sont quant à elles mises dans du Roswell Park Memorial Institute medium (RPMI 1640). Ces milieux de culture sont riches en glucose, en vitamines, en sels, en acides aminés nécessaires au bon développement des cellules. Les milieux contiennent également du rouge de phénol permettant de contrôler le pH des milieux de culture. A ceci, on ajoute également 10% de sérum de veau fœtal et 1% de solutions d'antibiotiques, pénicilline et streptomycine, afin de préserver les cellules d'une contamination bactérienne. Dans le cas des cellules PC3-GFP il est également nécessaire d'ajouter au milieu de culture 50 µg/mL de généticine afin de permettre la sélection des cellules PC3 marquées à la GFP.

Ces lignées cellulaires nécessitent un environnement à 37°C avec un pH de 7 et une atmosphère contrôlée comprenant 5 % de CO₂. C'est pourquoi les cultures sont placées dans un incubateur. Pour le bon développement des cellules, l'incubateur permet de limiter l'évaporation du milieu de culture grâce à un contrôle de l'hygrométrie. De plus, les cellules et leurs milieux sont placés dans des flasques de culture cellulaire, autorisant les échanges gazeux avec l'extérieur.

Les cultures sont laissées en incubation pendant quelques jours, puis lorsque la confluence devient trop importante il est nécessaire d'effectuer un passage cellulaire afin de diviser le nombre de cellules en culture.

La méthode de passage des cultures des lignées cellulaires choisies se présente en quelques étapes sous poste de sécurité microbiologique (PSM) :

- Le milieu de culture est retiré des flasques de culture.
- La flasque est rincée par 5 mL de tampon phosphate salin (PBS).
- La flasque est ensuite remise dans l'incubateur en ajoutant 2 mL de trypsine (0,05 % trypsin-EDTA) pendant quelques minutes. La trypsine permet de détacher les cellules adhérentes des parois de la flasque.
- Une fois les cellules décollées, on introduit 8 mL de milieu de culture afin d'inhiber l'action de la trypsine sur les cellules.
- Le nombre de cellules en suspension est compté grâce à un Scepter (Millipore PHC000000), puis les cellules sont diluées dans une nouvelle flasque de culture.

Dans le cas des cellules PC3, le passage des cellules est nécessaire lorsque la culture atteint une confluence de 100 %. Le passage se fait alors au quart (1/4 des cellules sont remises dans la nouvelle flasque) tous les 3 jours.

Pour les NIH-3T3, lorsque celles-ci se trouvent en contact prolongé entre elles, elles présentent alors une inhibition de la division cellulaire appelée inhibition de contact. Ce changement de phénotype engendre un blocage des fonctions de division et de migration cellulaire. Afin de ne pas se retrouver dans ce cas de figure, le passage des cellules est nécessaire à une confluence d'environ 70 %. Le passage se fait généralement au dixième tous les 3-4 jours.

A partir de ces manipulations standards des cultures cellulaires, il apparaît alors nécessaire de respecter les conditions de culture telles que la mise du système dans un incubateur et l'utilisation d'un milieu de culture adapté dans la cavité fluide et sur la plaque de verre.

Afin de respecter les conditions stériles nécessaires pour limiter les contaminations des cultures, toutes les manipulations biologiques sont menées sous PSM. Les plaques et packaging sont stérilisées à l'aide d'au moins un bain d'une solution Anioxy-spray (ANIOS), qui est un désinfectant bactéricide, pendant quelques minutes, puis les différents éléments du système sont séchés avant chaque expérience.

ANNEXE 5-2

Décollement de tapis cellulaire

Dans cette partie, on va s'intéresser à une application de décollement de tapis cellulaire comme cela a été présenté dans le chapitre I.

Protocole

Pour réaliser des expériences de stimulation mécanique des cellules afin de les décoller de leur support, on laisse tout d'abord adhérer un tapis cellulaire avec un temps d'incubation au-delà du temps nécessaire pour l'adhésion, c'est-à-dire 12h dans notre cas, puis les cellules sont excitées mécaniquement grâce à la génération d'ondes de Lamb au travers du substrat de verre d'adhésion des cellules.

Le setup de la stimulation mécanique du tapis cellulaire est présenté en Figure A5-2-1. Pour alimenter les actionneurs piézoélectriques, on utilise un générateur basse fréquence avec deux sorties déphasées à 180°, reliés à deux amplificateurs x20 afin d'alimenter les céramiques à de hautes tensions. Pour connaître les fréquences de résonance des modes de Lamb, une mesure au préalable est effectuée à l'aide d'un analyseur d'impédance HIOKI IM3570. En effet, bien que les fréquences de résonance soient en principe déjà connu grâce au chapitre IV, selon les conditions expérimentales les modes de résonances peuvent légèrement se décaler par rapport aux valeurs attendues il est donc indispensable d'effectuer une mesure avant chaque manipulation.

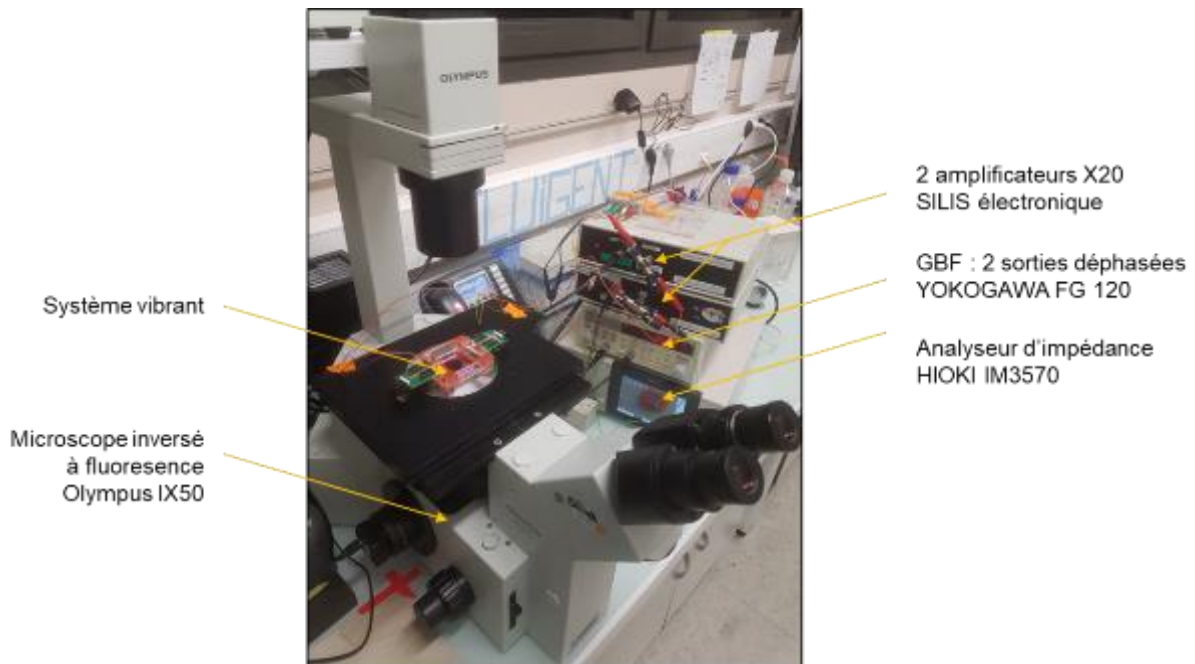


Figure A5-2-1 : Image du setup expérimentale pour le décollement de cellules adhérentes.

Pour stimuler le tapis cellulaire nous nous limitons à un temps d'excitation maximum de 30 minutes hors de l'incubateur. Au-delà de ce temps, le changement de température du milieu de culture et son évaporation notamment entre en jeu et les phénomènes observés ne peuvent alors plus être identifiés comme étant dû à la stimulation mécanique.

Stimulation mécanique de cellules adhérentes

Avant d'aborder les résultats des stimulations mécaniques des cultures cellulaires adhérentes, on observe premièrement que la génération d'onde de Lamb à hautes tensions (>50 V) dans la configuration chargée amène une déformation permanente de la surface du liquide comme le montre la Figure A5-2-2. La profondeur de pénétration des ondes de Lamb dans la configuration chargée est de plusieurs millimètres et est supérieure à la hauteur de liquide dans cette configuration. L'énergie de l'onde évanesccente est quasiment entièrement confinée dans cette couche de liquide permettant de déformer la surface supérieure de liquide dans le cas des modes 10 nœuds, 12 nœuds et 14 nœuds présenté dans la Figure A5-2-2.



Figure A5-2-2134: Images des déformations de la surface supérieure du liquide par la génération des ondes de Lamb 10 nœuds, 12 nœuds et 14 nœuds.

Pour les tests de décollement, on peut faire varier différents paramètres, la lignée cellulaire, le mode de Lamb actionné et la durée de stimulation.

Dans un premier temps, on laisse adhérer un tapis cellulaire sur une plaque puis nous actionnons les modes de Lamb 12 nœuds et 16 nœuds pour une tension appliquée de 100 V pendant 30 minutes, ce qui correspond à la durée maximale de stimulation que l'on s'autorise en dehors de l'incubateur. L'observation du tapis cellulaire ne permet pas de conclure sur un décollement évident des cellules (Figure A5-2-3 dans le cas d'un tapis cellulaire de cellules PC3-GFP). En effet, après un actionnement constant de 30 minutes appliqué aux cellules, moins de cellules semblent restées adhérentes et des cellules sont en suspensions dans le milieu de culture. L'absence de motif évident de décollement dans le tapis cellulaire ne permet d'affirmer que la stimulation mécanique est à l'origine de ce changement. Les modes de Lamb générés présentent des maximums de vibrations répartis en ligne selon la longueur de la plaque, ils correspondent aux zones de la plaque pour laquelle la stimulation mécanique est maximale et donc où la chance de décollement est la plus importante.

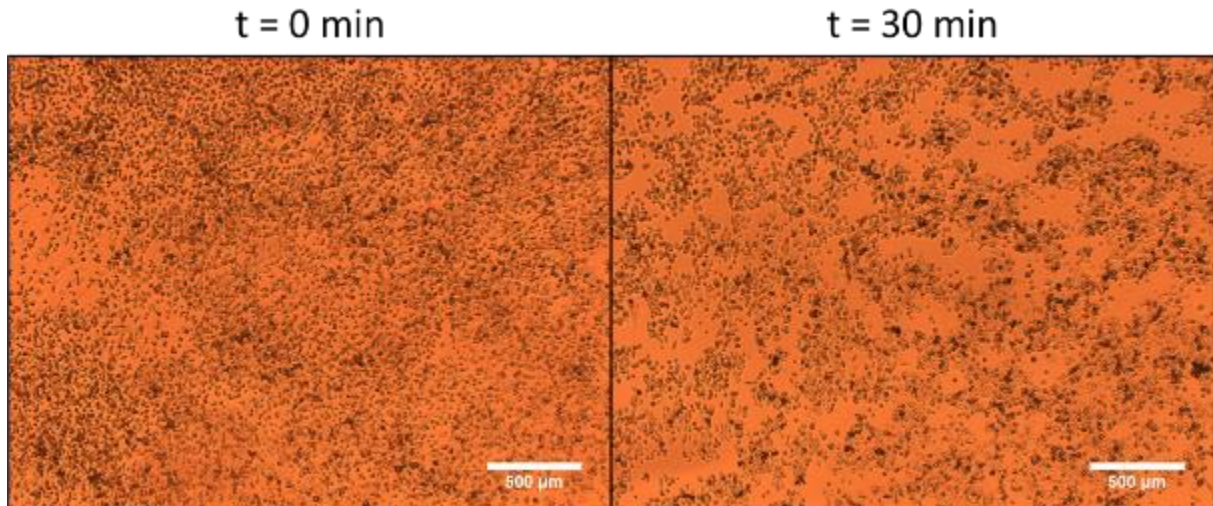


Figure A5-2-3135: Images du décollement partiel de cellules PC3-GFP avant et après 30 minutes de stimulation mécanique constante avec le mode de Lamb 12 nœuds.

Afin de s'affranchir de la limite de temps d'excitation des cellules, on décide d'actionner le système tout en maintenant l'incubation. L'incubateur utilisé permet en effet d'alimenter les actionneurs lorsque le système est en incubation. Cela permet de stimuler tout en gardant des conditions de température et d'hygrométrie favorable pour le développement des cellules. L'inconvénient de cette configuration est de ne plus pouvoir observer les cellules durant l'actionnement.

Après 2h d'actionnement pendant l'incubation sur des cellules initialement adhérentes, les résultats obtenus sont comparables avec l'actionnement de 30 min (Figure A5-2-4).

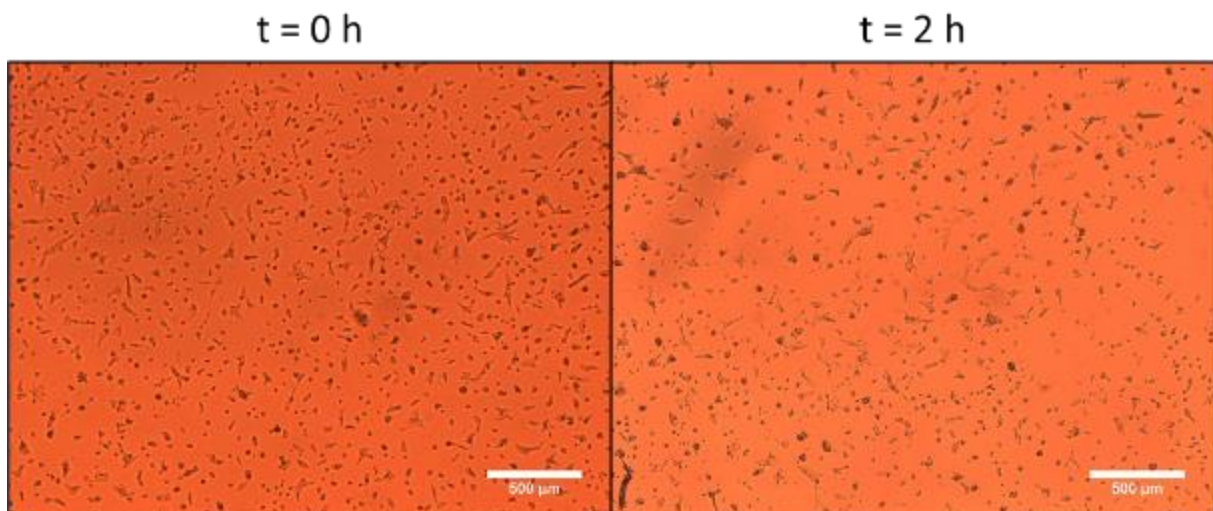


Figure A5-2-4136: Images du décollement partiel de cellules NIH-3T3 avant et après 2h de stimulation mécanique constante avec le mode de Lamb 16 nœuds.

Les résultats précédents montrent que la stimulation mécanique transmise ne permet que de provoquer un décollement partiel de certaines cellules du tapis cellulaire. Ce décollement partiel a été observé de façon très localisée sur des paquets de cellules adhérentes. En effet, le suivi vidéo permet

de mettre en évidence le décollement de certains paquets de cellules comme le montre la Figure A5-2-5.

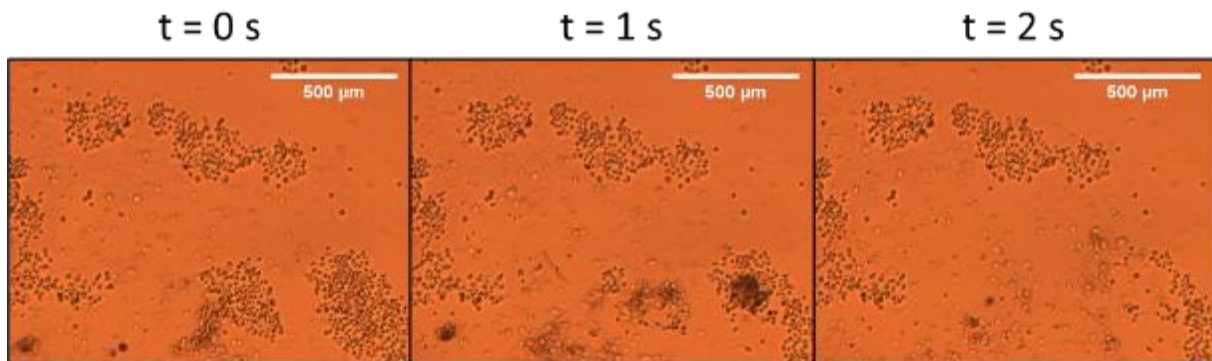


Figure A5-2-5137: Images du décollement partiel de cellules PC3-GFP par le mode de Lamb 12 nœuds.

Les images révèlent que les cellules semblent être « arracher » de leur surface d'adhésion par le mouvement de cellules déjà en suspension dans le milieu de culture. Les cellules en suspension subissent les forces acoustiques générées par le système et engendrent le décollement de certaines cellules adhérentes. Avec ceci, on met en évidence également que les cellules en suspension se concentrent au-dessus des maximums de vibrations de la plaque. Il s'agit du même phénomène observé pour la formation de figures de Chladni inverses décrit dans le chapitre I. Ce constat nous sera utile par la suite pour l'étude du patterning de surface de culture cellulaire.

Interprétations des résultats

La force d'adhésion des cellules à un substrat est généralement comprise entre 1 et 500 nN. Ces valeurs peuvent notamment varier en fonction de la température, du pH, de l'oxygène, de la composition du milieu de culture et de la surface d'adhésion.

La force délivrée par la vibration est évaluée comme étant une force de contact comme présenté dans le chapitre 1. Pour une sphère rigide en négligeant les forces volumiques, elle prend la forme suivante :

$$F_{contact} = m u_0 (2\pi)^2 f^2 \quad (146)$$

Le terme u_0 correspond à l'amplitude de déplacement, f à la fréquence de la vibration et m à la masse de l'objet mis en vibration donc dans notre cas une cellule.

Le Tableau A5-2-1 résume les performances des plaques adaptées pour les modes de Lamb 12 nœuds et 16 nœuds. La force de contact transmise par la vibration à une cellule est calculée en prenant en compte une masse de 1 ng pour une cellule eucaryote.

Tableau A5-2-1 : Performances et force transmise à une cellule adhérente dans le cas des plaques 12 nœuds et 16 nœuds.

Design de plaque	Plaque 12 nœuds	Plaque 16 nœuds
Amplitude (nm)	400	150
Fréquence (kHz)	105	190
Accélération (m/s ²)	17,4.10 ⁴	21,4.10 ⁴
Force (nN)	174	214

Il est également pertinent d'évaluer la force de cisaillement du liquide sur une cellule adhérente. Le taux de cisaillement peut être défini de la façon suivante [111] :

$$\tau = \eta \frac{\partial v_x}{\partial z} \quad (147)$$

Le taux de cisaillement τ dépend de la variation de la vitesse du liquide parallèle à la plaque v_x en fonction de la profondeur selon z . Compte tenu de la condition de non-glissement à l'interface solide-liquide et de la viscosité, le profil de vitesse diminue avec z . Afin d'évaluer l'ordre de grandeur du cisaillement appliqué aux cellules, nous calculons :

$$\tau \approx \eta \frac{u_0(2\pi f)}{\delta} \quad (148)$$

Le terme δ correspond à la profondeur de pénétration des ondes de cisaillement.

La surface d'une cellule subissant la force de cisaillement est estimée à environ 10 μm^2 . Les forces de cisaillement pour les ondes de Lamb générées sont estimées à 1-2 nN. Cette force est dans la plupart des cas bien inférieure à la force d'adhésion des cellules sur le verre. On peut donc décrire la stimulation des cellules comme étant principalement une force de contact.

D'après l'évaluation des forces, la stimulation mécanique appliquée est de l'ordre de grandeur de la force d'adhésion des cellules sur du verre. On peut émettre l'hypothèse que la force de contact transmise par la surface en vibration n'est pas suffisante pour obtenir un décollement marqué des cellules choisies. Néanmoins, il reste intéressant d'étudier cette application pour d'autres cellules moins adhérentes, de modifier la composition du milieu cellulaire, varier les temps d'adhésion des cellules, fonctionnaliser la plaque afin de réduire les forces d'adhésion...

Pour expliquer ce résultat on peut émettre l'hypothèse que pour des amplitudes de vibration de l'ordre de la centaine de nanomètre, la cellule ne peut être considérée dans ce cas comme une masse rigide au vu de la mécanique, alors la viscoélasticité de la cellule rentre en compte [14] et l'estimation des forces d'adhésion peuvent différer des valeurs attendues. L'avantage de ces amplitudes de déplacement est que la vibration déforme essentiellement les zones en contact avec la surface, c'est-à-dire notamment la membrane plasmique et les points focaux d'adhésion cellulaire, ce qui limite le risque de détérioration de la cellule.

Le décollement cellulaire correspond au maximum de contraintes mécaniques pouvant être transmises à la cellule. Néanmoins, les cellules sont sensibles à leur environnement et notamment à ces contraintes mécaniques. L'application d'une vibration calibrée ouvre un champ des possibles pour étudier la réponse des cellules adhérentes à une contrainte mécanique maîtrisée.

Références

- [1] F. Liu, Y. Li, X.-L. Su, M. F. Slavik, Y. Ying, et J. Wang, « QCM immunosensor with nanoparticle amplification for detection of Escherichia coli O157:H7 », *Sens. Instrum. Food Qual. Saf.*, vol. 1, n° 4, p. 161-168, déc. 2007, doi: 10.1007/s11694-007-9021-1.
- [2] X.-L. Su et Y. Li, « A QCM immunosensor for Salmonella detection with simultaneous measurements of resonant frequency and motional resistance », *Biosens. Bioelectron.*, vol. 21, n° 6, p. 840-848, 2005, doi: <https://doi.org/10.1016/j.bios.2005.01.021>.
- [3] J. Cai *et al.*, « Rapid parallelized and quantitative analysis of five pathogenic bacteria by ITS hybridization using QCM biosensor », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 155, n° 2, p. 500-504, 2011, doi: <https://doi.org/10.1016/j.snb.2010.12.053>.
- [4] A. J.-C. Eun, L. Huang, F.-T. Chew, S. F.-Y. Li, et S.-M. Wong, « Detection of two orchid viruses using quartz crystal microbalance (QCM) immunosensors », *J. Virol. Methods*, vol. 99, n° 1, p. 71-79, 2002, doi: [https://doi.org/10.1016/S0166-0934\(01\)00382-2](https://doi.org/10.1016/S0166-0934(01)00382-2).
- [5] S.-R. Hong, H.-D. Jeong, et S. Hong, « QCM DNA biosensor for the diagnosis of a fish pathogenic virus VHSV », *Talanta*, vol. 82, n° 3, p. 899-903, 2010, doi: <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2010.04.065>.
- [6] I. Mannelli, M. Minunni, S. Tombelli, et M. Mascini, « Quartz crystal microbalance (QCM) affinity biosensor for genetically modified organisms (GMOs) detection », *Biosens. Bioelectron.*, vol. 18, n° 2, p. 129-140, 2003, doi: [https://doi.org/10.1016/S0956-5663\(02\)00166-5](https://doi.org/10.1016/S0956-5663(02)00166-5).
- [7] T. T. N. Lien *et al.*, « Multi-wall carbon nanotubes (MWCNTs)-doped polypyrrole DNA biosensor for label-free detection of genetically modified organisms by QCM and EIS », *Talanta*, vol. 80, n° 3, p. 1164-1169, 2010, doi: <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2009.09.002>.
- [8] F. Darain, D.-S. Park, J.-S. Park, et Y.-B. Shim, « Development of an immunosensor for the detection of vitellogenin using impedance spectroscopy », *Biosens. Bioelectron.*, vol. 19, n° 10, p. 1245-1252, 2004, doi: <https://doi.org/10.1016/j.bios.2003.11.014>.
- [9] N. Madaboosi, F. Neumann, I. Hernández-Neuta, J. Salas, V. Mecea, et M. Nilsson, « Real-Time QCM Measurements of Rolling Circle Amplification Products », vol. 1, n° 4, p. 509, août 2017, doi: 10.3390/proceedings1040509.
- [10] F. N. Dultsev *et al.*, « Direct and Quantitative Detection of Bacteriophage by “Hearing” Surface Detachment Using a Quartz Crystal Microbalance », vol. 73, n° 16, p. 3935–3939, août 2001, doi: 10.1021/ac0100897.
- [11] V. P. Zhdanov, M. Edvardsson, F. Höök, et B. Kasemo, « Suppression of binding events via external perturbation with emphasis on QCM », *Chem. Phys. Lett.*, vol. 424, n° 1, p. 214-217, 2006, doi: <https://doi.org/10.1016/j.cplett.2006.04.030>.
- [12] M. Edvardsson, M. Rodahl, et F. Höök, « Investigation of binding event perturbations caused by elevated QCM-D oscillation amplitude », *Analyst*, vol. 131, n° 7, p. 822-828, 2006, doi: 10.1039/B601800A.
- [13] J. Tamayo, A. D. L. Humphris, A. M. Malloy, et M. J. Miles, « Chemical sensors and biosensors in liquid environment based on microcantilevers with amplified quality factor », *Ultramicroscopy*, vol. 86, n° 1, p. 167-173, 2001, doi: [https://doi.org/10.1016/S0304-3991\(00\)00082-6](https://doi.org/10.1016/S0304-3991(00)00082-6).
- [14] E. A. Corbin, O. O. Adeniba, R. H. Ewoldt, et R. Bashir, « Dynamic mechanical measurement of the viscoelasticity of single adherent cells », vol. 108, n° 9, p. 093701, févr. 2016, doi: 10.1063/1.4942364.
- [15] L. Nicu *et al.*, « Resonating piezoelectric membranes for microelectromechanically based bioassay: detection of streptavidin–gold nanoparticles interaction with biotinylated DNA », vol. 110, n° 1, p. 125–136, sept. 2005, doi: 10.1016/j.snb.2005.01.021.

- [16] M. Omid, M. Choolaei, F. Asjodi, F. Haghirsadat, et F. Yazdian, « Measurement of Prostate Specific Antigen Using Self-Sensing Nanomechanical Membrane », vol. 87, p. 660–663, 2014.
- [17] C. Ayela et L. Nicu, « Piezoelectric Micromembranes for the Fabrication of a Diagnostic Chip Based on the Real-Time Monitoring of Antigen-Antibody Interactions », in *TRANSDUCERS 2007 - 2007 International Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference*, juin 2007, p. 823–826, doi: 10.1109/SENSOR.2007.4300257.
- [18] C. Ayela, « Micromembranes résonantes à actionnement et détection piézoélectriques intégrés pour la détection de molécules biologiques en temps réel », Toulouse 3, 2007.
- [19] M. Hermouet, « Optomechanical silicon microdisk resonators for biosensing in liquid. »
- [20] K. Park *et al.*, « Measurement of adherent cell mass and growth », vol. 107, n° 48, p. 20691–20696, 2010.
- [21] S. Wang, J. Wang, Y. Zhu, J. Yang, et F. Yang, « A new device for liver cancer biomarker detection with high accuracy », vol. 4, p. 40–45, juin 2015, doi: 10.1016/j.sbsr.2014.10.002.
- [22] E. A. Corbin, B. R. Dorvel, L. J. Millet, W. P. King, et R. Bashir, « Micro-patterning of mammalian cells on suspended MEMS resonant sensors for long-term growth measurements », vol. 14, n° 8, p. 1401, 2014, doi: 10.1039/c3lc51217g.
- [23] N. E. Weckman et A. A. Seshia, « Reducing dissipation in piezoelectric flexural microplate resonators in liquid environments », vol. 267, p. 464–473, nov. 2017, doi: 10.1016/j.sna.2017.10.035.
- [24] Z. Wu et X. Ma, « Dynamic analysis of submerged microscale plates: The effects of acoustic radiation and viscous dissipation », *Proc. R. Soc. Math. Phys. Eng. Sci.*, vol. 472, p. 20150728, 2016, doi: 10.1098/rspa.2015.0728.
- [25] V. Ruiz-Díez, J. Hernando-García, A. Ababneh, H. Seidel, et J. L. Sánchez-Rojas, « In-liquid characterization of in-plane and high order out-of-plane modes of AlN-based square microplates », vol. 22, n° 7, p. 1701–1708, juill. 2016, doi: 10.1007/s00542-015-2800-4.
- [26] M.-S. Chae *et al.*, « Fabrication and characterization of piezoelectric driven microdiaphragm resonating sensor for a biosensing application », vol. 32, n° 4, p. 383–389, mai 2014, doi: 10.1007/s10832-014-9928-y.
- [27] A. Olkhovets, S. Evoy, D. W. Carr, J. M. Parpia, et H. G. Craighead, « Actuation and internal friction of torsional nanomechanical silicon resonators », *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanometer Struct. Process. Meas. Phenom.*, vol. 18, n° 6, p. 3549–3551, 2000, doi: 10.1116/1.1313571.
- [28] P. Peiker, S. Klingel, J. Menges, H.-J. Bart, et E. Oesterschulze, « A Partially Wettable Micromechanical Resonator for Chemical- and Biosensing in Solution », *Procedia Eng.*, vol. 168, p. 606–609, 2016, doi: <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2016.11.225>.
- [29] P. Peiker et E. Oesterschulze, « Geometrically tuned wettability of dynamic micromechanical sensors for an improved in-liquid operation », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 107, n° 10, p. 101903, sept. 2015, doi: 10.1063/1.4930173.
- [30] J. Linden et E. Oesterschulze, « Improving the quality factor of cantilevers in viscous fluids by the adaptation of their interface », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 100, n° 11, p. 113511, mars 2012, doi: 10.1063/1.3694264.
- [31] J. Linden, A. Thyssen, et E. Oesterschulze, « Suspended plate microresonators with high quality factor for the operation in liquids », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 104, n° 19, p. 191906, mai 2014, doi: 10.1063/1.4875910.
- [32] T. P. Burg *et al.*, « Weighing of biomolecules, single cells and single nanoparticles in fluid », vol. 446, n° 7139, p. 1066–1069, avr. 2007, doi: 10.1038/nature05741.
- [33] J. Lee *et al.*, « Weighing nanoparticles and viruses using suspended nanochannel resonators », in *Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), 2011 IEEE 24th International Conference on*, 2011, p. 992–994.
- [34] N. Cermak *et al.*, « High-throughput measurement of single-cell growth rates using serial microfluidic mass sensor arrays », vol. 34, n° 10, p. 1052–1059, sept. 2016, doi: 10.1038/nbt.3666.
- [35] M. M. Stevens *et al.*, « Drug sensitivity of single cancer cells is predicted by changes in mass accumulation rate », vol. 34, n° 11, p. 1161–1167, nov. 2016, doi: 10.1038/nbt.3697.

- [36] M. Osterhold, « Rheological methods for characterising modern paint systems », *Prog. Org. Coat.*, vol. 40, n° 1, p. 131-137, 2000, doi: [https://doi.org/10.1016/S0300-9440\(00\)00124-7](https://doi.org/10.1016/S0300-9440(00)00124-7).
- [37] J. Toledo *et al.*, « Piezoelectric MEMS resonators for monitoring grape must fermentation », *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 757, p. 012020, oct. 2016, doi: [10.1088/1742-6596/757/1/012020](https://doi.org/10.1088/1742-6596/757/1/012020).
- [38] L. G. Phillips, M. L. McGiff, D. M. Barbano, et H. T. Lawless, « The Influence of Fat on the Sensory Properties, Viscosity, and Color of Lowfat Milk1 », *J. Dairy Sci.*, vol. 78, n° 6, p. 1258-1266, 1995, doi: [https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(95\)76746-7](https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(95)76746-7).
- [39] O. O. Amund et A. G. Adebisi, « Effect of viscosity on the biodegradability of automotive lubricating oils », *Tribol. Int.*, vol. 24, n° 4, p. 235-237, 1991, doi: [https://doi.org/10.1016/0301-679X\(91\)90049-F](https://doi.org/10.1016/0301-679X(91)90049-F).
- [40] R. B. Haskell, J. Taku, J. Steichen, et B. Witham, « Calibration of In-line Acoustic Wave Viscosity Sensors for Measurement of Printing Inks », p. 6, 2013.
- [41] N. Wilkie-Chancellier, L. Martinez, S. Serfaty, et P. Griesmar, « Lamb wave sensor for viscous fluids characterization », *IEEE Sens. J.*, vol. 9, n° 9, p. 1142–1147, 2009, doi: [10.1109/JSEN.2009.2027411](https://doi.org/10.1109/JSEN.2009.2027411).
- [42] Yihe Hu, L. A. French, K. Radecsky, M. Pereira da Cunha, P. Millard, et J. F. Vetelino, « A lateral field excited liquid acoustic wave sensor », *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 51, n° 11, p. 1373-1380, nov. 2004, doi: [10.1109/TUFFC.2004.1367475](https://doi.org/10.1109/TUFFC.2004.1367475).
- [43] S. J. Martin, G. C. Frye, et K. O. Wessendorf, « Sensing liquid properties with thickness-shear mode resonators », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 44, n° 3, p. 209-218, 1994, doi: [https://doi.org/10.1016/0924-4247\(94\)00806-X](https://doi.org/10.1016/0924-4247(94)00806-X).
- [44] B. Jakoby et M. J. Vellekoop, « Viscosity sensing using a Love-wave device », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 68, n° 1, p. 275-281, 1998, doi: [https://doi.org/10.1016/S0924-4247\(98\)00017-X](https://doi.org/10.1016/S0924-4247(98)00017-X).
- [45] F. Herrmann, D. Hahn, et S. Büttgenbach, « Separate determination of liquid density and viscosity with sagittally corrugated Love-mode sensors », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 78, n° 2, p. 99-107, 1999, doi: [https://doi.org/10.1016/S0924-4247\(99\)00224-1](https://doi.org/10.1016/S0924-4247(99)00224-1).
- [46] M. J. Vellekoop, G. W. Lubking, P. M. Sarro, et A. Venema, « Evaluation of liquid properties using a silicon Lamb wave sensor », vol. 43, n° 1, p. 175–180, 1994.
- [47] T. Laurent, F. O. Bastien, J.-C. Pommier, A. Cachard, D. Remiens, et E. Cattan, « Lamb wave and plate mode in ZnO/silicon and AlN/silicon membrane: Application to sensors able to operate in contact with liquid », vol. 87, n° 1, p. 26–37, déc. 2000, doi: [10.1016/S0924-4247\(00\)00470-2](https://doi.org/10.1016/S0924-4247(00)00470-2).
- [48] T. Wang, X. Mu, P. Kropelnicki, A. B. Randles, et C. Lee, « Viscosity and density decoupling method using a higher order Lamb wave sensor », *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 24, n° 7, p. 075002, mai 2014, doi: [10.1088/0960-1317/24/7/075002](https://doi.org/10.1088/0960-1317/24/7/075002).
- [49] T. L. Wilson, G. A. Campbell, et R. Mutharasan, « Viscosity and density values from excitation level response of piezoelectric-excited cantilever sensors », vol. 138, n° 1, p. 44–51, 2007.
- [50] T. Manzanique *et al.*, « Piezoelectric MEMS resonator-based oscillator for density and viscosity sensing », vol. 220, p. 305–315, 2014.
- [51] C. Vančura, I. Dufour, S. M. Heinrich, F. Josse, et A. Hierlemann, « Analysis of resonating microcantilevers operating in a viscous liquid environment », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 141, n° 1, p. 43-51, janv. 2008, doi: [10.1016/j.sna.2007.07.010](https://doi.org/10.1016/j.sna.2007.07.010).
- [52] P. Rust, D. Cereghetti, et J. Dual, « A micro-liter viscosity and density sensor for the rheological characterization of DNA solutions in the kilo-hertz range », *Lab. Chip*, vol. 13, n° 24, p. 4794-4799, 2013, doi: [10.1039/C3LC50857A](https://doi.org/10.1039/C3LC50857A).
- [53] S. Cerimovic, R. Beigelbeck, H. Antlinger, J. Schalko, B. Jakoby, et F. Keplinger, « Sensing viscosity and density of glycerol–water mixtures utilizing a suspended plate MEMS resonator », *Microsyst. Technol.*, vol. 18, n° 7-8, p. 1045-1056, août 2012, doi: [10.1007/s00542-012-1437-9](https://doi.org/10.1007/s00542-012-1437-9).
- [54] S. Boskovic, J. W. M. Chon, P. Mulvaney, et J. E. Sader, « Rheological measurements using microcantilevers », *J. Rheol.*, vol. 46, n° 4, p. 891, 2002, doi: [10.1122/1.1475978](https://doi.org/10.1122/1.1475978).
- [55] L. Beardslee, A. Addous, S. Heinrich, F. Josse, I. Dufour, et O. Brand, « Thermal Excitation and Piezoresistive Detection of Cantilever In-Plane Resonance Modes for Sensing Applications », *Microelectromechanical Syst. J. Of*, vol. 19, p. 1015-1017, sept. 2010, doi: [10.1109/JMEMS.2010.2052093](https://doi.org/10.1109/JMEMS.2010.2052093).

- [56] J. H. Seo et O. Brand, « High Q -Factor In-Plane-Mode Resonant Microsensor Platform for Gaseous/Liquid Environment », *J. Microelectromechanical Syst.*, vol. 17, n° 2, p. 483-493, avr. 2008, doi: 10.1109/JMEMS.2008.916328.
- [57] B. Jakoby et M. Vellekoop, « Physical Sensors for Liquid Properties », *Sens. J. IEEE*, vol. 11, p. 1-1, 2011, doi: 10.1109/JSEN.2011.2167716.
- [58] M. M. Coleman, *Fundamentals of Polymer science: An introductory text*. Routledge, 2019.
- [59] Y. Roiter et S. Minko, « AFM Single Molecule Experiments at the Solid-Liquid Interface: In Situ Conformation of Adsorbed Flexible Polyelectrolyte Chains », *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 127, p. 15688-9, déc. 2005, doi: 10.1021/ja0558239.
- [60] T. Manzanque, V. Ruiz, J. Hernando-García, A. Ababneh, H. Seidel, et J. L. Sánchez-Rojas, « Characterization and simulation of the first extensional mode of rectangular micro-plates in liquid media », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 101, n° 15, p. 151904, 2012.
- [61] C. Castille, I. Dufour, et C. Lucat, « Longitudinal vibration mode of piezoelectric thick-film cantilever-based sensors in liquid media », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 96, n° 15, p. 154102, avr. 2010, doi: 10.1063/1.3387753.
- [62] A. Rahafruz et S. Pourkamali, « Rotational mode disk resonators for high-Q operation in liquid », in *SENSORS, 2010 IEEE*, nov. 2010, p. 1071-1074, doi: 10.1109/ICSENS.2010.5690808.
- [63] E. K. Reichel, C. Riesch, F. Keplinger, C. E. Kirschhock, et B. Jakoby, « Analysis and experimental verification of a metallic suspended plate resonator for viscosity sensing », vol. 162, n° 2, p. 418-424, 2010.
- [64] R. Cox, F. Josse, S. M. Heinrich, O. Brand, et I. Dufour, « Characteristics of laterally vibrating resonant microcantilevers in viscous liquid media », *J. Appl. Phys.*, vol. 111, n° 1, p. 014907, 2012, doi: 10.1063/1.3674278.
- [65] I. Dufour *et al.*, « Effect of hydrodynamic force on microcantilever vibrations: Applications to liquid-phase chemical sensing », vol. 192, p. 664-672, 2014.
- [66] C. A. Van Eysden et J. E. Sader, « Frequency response of cantilever beams immersed in viscous fluids with applications to the atomic force microscope: Arbitrary mode order », *J. Appl. Phys.*, vol. 101, n° 4, p. 044908, 2007, doi: 10.1063/1.2654274.
- [67] J. Toledo, V. Ruiz-Díez, G. Pfusterschmied, U. Schmid, et J. L. Sánchez-Rojas, « Calibration procedure for piezoelectric MEMS resonators to determine simultaneously density and viscosity of liquids », *Microsyst. Technol.*, vol. 24, n° 3, p. 1423-1431, 2018.
- [68] S. Sathiya et B. Vasuki, « A structural tailored piezo actuated cantilever shaped 2-DOF resonators for viscosity and density sensing in liquids », vol. 247, p. 277-288, août 2016, doi: 10.1016/j.sna.2016.05.052.
- [69] C. Ayela et L. Nicu, « Micromachined piezoelectric membranes with high nominal quality factors in newtonian liquid media: A Lamb's model validation at the microscale », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 123, n° 2, p. 860-868, mai 2007, doi: 10.1016/j.snb.2006.10.048.
- [70] H. Lamb, « On the Vibrations of an Elastic Plate in Contact with Water », vol. 98, n° 690, p. 205-216, nov. 1920, doi: 10.1098/rspa.1920.0064.
- [71] X. Lu, L. Hou, L. Zhang, Y. Tong, G. Zhao, et Z.-Y. Cheng, « Piezoelectric-excited membrane for liquids viscosity and mass density measurement », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 261, p. 196-201, 2017, doi: <https://doi.org/10.1016/j.sna.2017.05.014>.
- [72] T. Manzanque *et al.*, « Density-viscosity sensor based on piezoelectric MEMS resonator and oscillator circuit », in *SENSORS, 2014 IEEE*, 2014, p. 241-244.
- [73] G. Pfusterschmied *et al.*, « Roof tile-shaped modes in quasi free-free supported piezoelectric microplate resonators in high viscous fluids », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 237, p. 999-1006, 2016, doi: <https://doi.org/10.1016/j.snb.2016.02.029>.
- [74] G. Wang et F. Li, « An Online Viscosity Measurement Method Based on the Electromechanical Impedance of a Piezoelectric Torsional Transducer », vol. 18, n° 21, p. 8781-8788, nov. 2018, doi: 10.1109/JSEN.2018.2867102.
- [75] J. Wu, « Acoustic Streaming and Its Applications », *Fluids*, vol. 3, p. 108, 2018, doi: 10.3390/fluids3040108.

- [76] S. Liu *et al.*, « Investigation into the Effect of Acoustic Radiation Force and Acoustic Streaming on Particle Patterning in Acoustic Standing Wave Fields », *Sensors*, vol. 17, n° 7, p. 1664, juill. 2017, doi: 10.3390/s17071664.
- [77] W. Liang et G. Lindner, « Investigations of droplet movement excited by Lamb waves on a non-piezoelectric substrate », vol. 114, n° 4, p. 044501, juill. 2013, doi: 10.1063/1.4813080.
- [78] A. Doinikov, « Acoustic Radiation Pressure on a Compressible Sphere in a Viscous Fluid », *J. Fluid Mech.*, vol. 267, p. 1-21, mai 1994, doi: 10.1017/S0022112094001096.
- [79] R. Behlert, M. Gehring, H. Mehner, R. Wieland, et G. Schrag, « Design, Modeling, and Characterization of a Bionically Inspired Integrated Micro-Flapper for Cooling and Venting Applications », vol. 1, n° 4, p. 372, août 2017, doi: 10.3390/proceedings1040372.
- [80] S. Aggarwal, B. E. Paul, A. DasGupta, et D. Chatterjee, « Experimental characterization of piezoelectrically actuated micromachined silicon valveless micropump », vol. 21, n° 1, janv. 2017, doi: 10.1007/s10404-016-1837-8.
- [81] R. Zeggari, J. F. Manceau, E. N. Aybeke, R. Yahiaoui, E. Lesniewska, et W. Boireau, « Design and Fabrication of an Acoustic Micromixer for Biological Media Activation », vol. 87, p. 935–938, 2014, doi: 10.1016/j.proeng.2014.11.309.
- [82] A. Masuda, T. Yamakawa, et L. Zimin, « Micromanipulation system based on local vibration », in *2008 SICE Annual Conference*, août 2008, p. 1747–1750, doi: 10.1109/SICE.2008.4654946.
- [83] M. F. Schneider *et al.*, « An Acoustically Driven Microliter Flow Chamber on a Chip (μ FCC) for Cell–Cell and Cell–Surface Interaction Studies », vol. 9, n° 4, p. 641–645, mars 2008, doi: 10.1002/cphc.200700566.
- [84] E. K. Reichel, M. Heinisch, et B. Jakoby, « Droplet mixing and liquid property tracking using an electrodynamic plate resonator », in *SENSORS, 2013 IEEE*, 2013, p. 1–4.
- [85] E. K. Reichel, T. Voglhuber-Brunnmaier, et B. Jakoby, « Acoustic Streaming Actuator and Multifrequency Resonator Sensor », vol. 1, n° 4, p. 545, août 2017, doi: 10.3390/proceedings1040545.
- [86] R. M. Moroney, R. M. White, et R. T. Howe, « Ultrasonically induced microtransport », in *Micro Electro Mechanical Systems, 1991, MEMS'91, Proceedings. An Investigation of Micro Structures, Sensors, Actuators, Machines and Robots. IEEE*, 1991, p. 277–282.
- [87] A. R. Rezk, J. R. Friend, et L. Y. Yeo, « Simple, low cost MHz-order acoustomicrofluidics using aluminium foil electrodes », vol. 14, n° 11, p. 1802–1805, 2014, doi: 10.1039/C4LC00182F.
- [88] S. Alzuaga, J.-F. Manceau, et F. Bastien, « Motion of droplets on solid surface using acoustic radiation pressure », vol. 282, n° 1, p. 151–162, avr. 2005, doi: 10.1016/j.jsv.2004.02.020.
- [89] D. J. Collins, Z. Ma, J. Han, et Y. Ai, « Continuous micro-vortex-based nanoparticle manipulation via focused surface acoustic waves », vol. 17, n° 1, p. 91–103, 2017, doi: 10.1039/C6LC01142J.
- [90] H. Li, J. R. Friend, et L. Y. Yeo, « Surface acoustic wave concentration of particle and bioparticle suspensions », vol. 9, n° 5, p. 647–656, août 2007, doi: 10.1007/s10544-007-9058-2.
- [91] J. Shi, D. Ahmed, X. Mao, S.-C. S. Lin, A. Lawit, et T. J. Huang, « Acoustic tweezers: patterning cells and microparticles using standing surface acoustic waves (SSAW) », vol. 9, n° 20, p. 2890, 2009, doi: 10.1039/b910595f.
- [92] M. Wu *et al.*, « Isolation of exosomes from whole blood by integrating acoustics and microfluidics », vol. 114, n° 40, p. 10584–10589, oct. 2017, doi: 10.1073/pnas.1709210114.
- [93] E. F. F. Chladni, « Entdeckungen über die theorie des klanges ». The Hong Kong University of Science and Technology, doi: 10.14711/spcol/b495277.
- [94] M. Faraday, « On a Peculiar Class of Acoustical Figures; and on Certain Forms Assumed by Groups of Particles upon Vibrating Elastic Surfaces », *Philos. Trans. R. Soc. Lond.*, vol. 121, p. 299–340, 1831.
- [95] M. Dorrestijn *et al.*, « Chladni Figures Revisited Based on Nanomechanics », *Phys. Rev. Lett.*, vol. 98, n° 2, p. 026102, janv. 2007, doi: 10.1103/PhysRevLett.98.026102.
- [96] H. Jia, H. Tang, et P. X.-L. Feng, « Standard and inverse microscale Chladni figures in liquid for dynamic patterning of microparticles on chip », vol. 124, n° 16, p. 164901, oct. 2018, doi: 10.1063/1.5050025.

- [97] G. Vuillermet, P.-Y. Gires, F. Casset, et C. Poulain, « Chladni Patterns in a Liquid at Microscale », vol. 116, n° 18, p. 184501, 2016.
- [98] S. Shabaniverki, S. Thorud, et J. J. Juárez, « Vibrationally directed assembly of micro- and nanoparticle-polymer composites », vol. 192, p. 1209–1217, déc. 2018, doi: 10.1016/j.ces.2018.06.068.
- [99] S. Shabaniverki, S. Thorud, et J. J. Juárez, « Protocol for assembling micro- and nanoparticles in a viscous liquid above a vibrating plate », vol. 5, p. 1156–1165, 2018, doi: 10.1016/j.mex.2018.09.008.
- [100] J. Lei, « Formation of inverse Chladni patterns in liquids at microscale: roles of acoustic radiation and streaming-induced drag forces », vol. 21, n° 3, mars 2017, doi: 10.1007/s10404-017-1888-5.
- [101] V. Aubert, R. Wunenburger, T. Valier-Brasier, D. Rabaud, J.-P. Kleman, et C. Poulain, « A simple acoustofluidic chip for microscale manipulation using evanescent Scholte waves », vol. 16, n° 13, p. 2532–2539, 2016, doi: 10.1039/C6LC00534A.
- [102] V. Aubert, « Acousto-fluidique à ondes évanescentes, application à l'organisation de cultures de cellules adhérentes », PhD Thesis, 2017.
- [103] I. M. Bahadur et J. K. Mills, « Fluidic vacuum-based biological cell holding device with piezoelectrically induced vibration », in *Complex Medical Engineering (CME), 2011 IEEE/ICME International Conference on*, 2011, p. 85–90.
- [104] A. Khalili et M. Ahmad, « A Review of Cell Adhesion Studies for Biomedical and Biological Applications », vol. 16, n° 8, p. 18149–18184, août 2015, doi: 10.3390/ijms160818149.
- [105] A. Saez, M. Ghibaudo, B. Ladoux, A. Buguin, et P. Silberzan, « Les cellules vivantes répondent à la rigidité de leur substrat », p. 94–100, 2007.
- [106] F. H. Bieler *et al.*, « Biaxial cell stimulation: A mechanical validation », vol. 42, n° 11, p. 1692–1696, août 2009, doi: 10.1016/j.jbiomech.2009.04.013.
- [107] R. Fior, J. Kwok, F. Malfatti, O. Sbaizero, et R. Lal, « Biocompatible Optically Transparent MEMS for Micromechanical Stimulation and Multimodal Imaging of Living Cells », vol. 43, n° 8, p. 1841–1850, août 2015, doi: 10.1007/s10439-014-1229-8.
- [108] N. Scuor, P. Gallina, H. V. Panchawagh, R. L. Mahajan, O. Sbaizero, et V. Sergo, « Design of a novel MEMS platform for the biaxial stimulation of living cells », vol. 8, n° 3, p. 239–246, sept. 2006, doi: 10.1007/s10544-006-8268-3.
- [109] D. B. Serrell, T. L. Oreskovic, A. J. Slifka, R. L. Mahajan, et D. S. Finch, « A uniaxial bioMEMS device for quantitative force-displacement measurements », vol. 9, n° 2, p. 267–275, avr. 2007, doi: 10.1007/s10544-006-9032-4.
- [110] A. Hartmann *et al.*, « A novel tool for dynamic cell adhesion studies – the De-Adhesion Number Investigator DANI », vol. 14, n° 3, p. 542–546, 2014, doi: 10.1039/C3LC50916H.
- [111] A. Bussonnière *et al.*, « Cell detachment and label-free cell sorting using modulated surface acoustic waves (SAWs) in droplet-based microfluidics », vol. 14, n° 18, p. 3556, juill. 2014, doi: 10.1039/C4LC00625A.
- [112] D. Debavelaere-Callens, L. Peyre, P. Campistron, et H. F. Hildebrand, « On the use of ultrasounds to quantify the longitudinal threshold force to detach osteoblastic cells from a conditioned glass substrate », vol. 24, n° 5, p. 521–525, nov. 2007, doi: 10.1016/j.bioeng.2007.08.016.
- [113] N. Rosenberg, M. Levy, et M. Francis, « Experimental model for stimulation of cultured human osteoblast-like cells by high frequency vibration », vol. 39, n° 3, p. 125–130, 2002.
- [114] Y. Ito, T. Kimura, K. Nam, A. Katoh, T. Masuzawa, et A. Kishida, « Effects of vibration on differentiation of cultured PC12 cells », vol. 108, n° 3, p. 592–599, mars 2011, doi: 10.1002/bit.22961.
- [115] T. Kosawada, K. Ohnishi, H. Satoh, Z. Feng, et K. Goto, « Novel methods to apply micro dynamic stimulations on cultured adhesive cells and its application in constructing gel-embedded three-dimensional neuronal structures differentiated from human iPS cells », vol. 24, n° 1, p. 625–638, janv. 2018, doi: 10.1007/s00542-017-3399-4.

- [116] T. Mohammed, M. F. Murphy, F. Lilley, D. R. Burton, et F. Bezombes, « The effects of acoustic vibration on fibroblast cell migration », vol. 69, p. 1256–1262, 2016.
- [117] L. Tirkkonen *et al.*, « The effects of vibration loading on adipose stem cell number, viability and differentiation towards bone-forming cells », vol. 8, n° 65, p. 1736–1747, déc. 2011, doi: 10.1098/rsif.2011.0211.
- [118] Y. Yamada *et al.*, « Development of Cell Culture Microdevice Actuated by Piezoelectric Thin Films for Delivering Mechanical Vibratory Stimuli to Cells », vol. 352, p. 012027, mars 2012, doi: 10.1088/1742-6596/352/1/012027.
- [119] T. Kawashima *et al.*, « Development of Cell Culture Microdevice Integrated with Piezoelectric Thin Film Actuator for On-Chip Regulation of Cell Functions », vol. 51, p. 107201, oct. 2012, doi: 10.1143/JJAP.51.107201.
- [120] T. Kawashima, T. Shibata, M. Nagai, T. Masuzawa, T. Kimura, et A. Kishida, « FEASIBILITY STUDY OF CELL CULTURE MICRODEVICE ACTUATED BY PIEZOELECTRIC THIN FILM FOR ON-CHIP REGULATION OF CELL FUNCTIONS ».
- [121] J. G. Tseng, B. W. Huang, K. T. Yen, F. S. Wang, et P. R. Chen, « The Regeneration of the Bone Cells Under the Effect of Vibration Waves », vol. 11, n° 12, 2014.
- [122] P. G. Childs *et al.*, « Use of nanoscale mechanical stimulation for control and manipulation of cell behaviour », vol. 34, p. 159–168, avr. 2016, doi: 10.1016/j.actbio.2015.11.045.
- [123] A. S. G. Curtis *et al.*, « Cell Interactions at the Nanoscale: Piezoelectric Stimulation », vol. 12, n° 3, p. 247–254, sept. 2013, doi: 10.1109/TNB.2013.2257837.
- [124] S. M. Tanaka, J. Li, R. L. Duncan, H. Yokota, D. B. Burr, et C. H. Turner, « Effects of broad frequency vibration on cultured osteoblasts », vol. 36, n° 1, p. 73–80, 2003.
- [125] Z. Su, L. Ye, et Y. Lu, « Guided Lamb waves for identification of damage in composite structures: A review », *J. Sound Vib.*, vol. 295, n° 3-5, p. 753–780, 2006.
- [126] F. Casset *et al.*, « 4-inch transparent plates based on thin-film AlN actuators for haptic applications », *Mechatronics*, vol. 40, p. 264-269, déc. 2016, doi: 10.1016/j.mechatronics.2016.05.014.
- [127] I. E. Kuznetsova, B. D. Zaitsev, S. G. Joshi, et A. A. Teplykh, « Effect of a liquid on the characteristics of antisymmetric lamb waves in thin piezoelectric plates », *Acoust. Phys.*, vol. 53, n° 5, p. 557-563, doi: 10.1134/S1063771007050041.
- [128] L. Yu et Z. Tian, « Case study of guided wave propagation in a one-side water-immersed steel plate », *Case Stud. Nondestruct. Test. Eval.*, vol. 3, p. 1-8, avr. 2015, doi: 10.1016/j.csndt.2014.11.001.
- [129] Z. Zhu, J. Wu, J. Li, et W. Zhou, « A general dispersion relation for Lamb-wave sensors with liquid-layer loading », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 49, n° 1, p. 79-84, 1995, doi: [https://doi.org/10.1016/0924-4247\(95\)01020-2](https://doi.org/10.1016/0924-4247(95)01020-2).
- [130] E. Defay, *Integration of Ferroelectric and Piezoelectric Thin Films: Concepts and Applications for Microsystems*, ISTE Ltd and John Wiley&Sons. 2011.
- [131] M. Brissaud, *Matériaux piézoélectriques : caractérisation, modélisation et vibration*, Presses polytechniques et Universitaires romandes. Lyon, 2007.
- [132] Q. Q. Zhang, S. J. Gross, S. Tadigadapa, T. N. Jackson, F. T. Djuth, et S. Trolier-McKinstry, « Lead zirconate titanate films for d33 mode cantilever actuators », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 105, n° 1, p. 91-97, juin 2003, doi: 10.1016/S0924-4247(03)00068-2.
- [133] N. Chidambaram, A. Mazzalai, et P. Murali, « Measurement of effective piezoelectric coefficients of PZT thin films for energy harvesting application with interdigitated electrodes », *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 59, n° 8, p. 1624-1631, août 2012, doi: 10.1109/TUFFC.2012.2368.
- [134] N. Weckman et A. Seshia, « Micromachined Piezoelectric Acoustic Sensor with Multiple Addressable Flexural Modes Demonstrating Improved Q in Liquid », *Procedia Eng.*, vol. 120, p. 1003-1006, 2015, doi: 10.1016/j.proeng.2015.08.646.

- [135] M. F. Khan *et al.*, « Online measurement of mass density and viscosity of pL fluid samples with suspended microchannel resonator », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 185, p. 456-461, 2013, doi: <https://doi.org/10.1016/j.snb.2013.04.095>.
- [136] E. Guazzelli, *Rhéologie des fluides complexes*. France, 2001.
- [137] N.-S. Cheng, « Formula for the Viscosity of a Glycerol–Water Mixture », *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 47, n° 9, p. 3285-3288, mai 2008, doi: 10.1021/ie071349z.
- [138] A. Volk et C. J. Kähler, « Density model for aqueous glycerol solutions », *Exp. Fluids*, vol. 59, n° 5, p. 75, mai 2018, doi: 10.1007/s00348-018-2527-y.
- [139] J. E. Sader, « Frequency response of cantilever beams immersed in viscous fluids with applications to the atomic force microscope », vol. 84, n° 1, p. 64–76, 1998.
- [140] M. Heinisch, « Mechanical resonators for liquid viscosity and mass density sensing », Université de Bordeaux, 2015.
- [141] P.-H. Ducrot, I. Dufour, L. Nicu, F. Mathieu, et C. Ayela, « Full system for piezoelectric organic MEMS resonators operating in liquid media », in *Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (TRANSDUCERS), 2017 19th International Conference on*, 2017, p. 1372–1375.
- [142] M. Heinisch, T. Voglhuber-Brunnmaier, E. K. Reichel, I. Dufour, et B. Jakoby, « Reduced order models for resonant viscosity and mass density sensors », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 220, p. 76–84, 2014.
- [143] G. Pfusterschmied, F. Patocka, C. Weinmann, M. Schneider, D. Platz, et U. Schmid, « Responsivity and sensitivity of piezoelectric MEMS resonators at higher order modes in liquids », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 295, p. 84-92, 2019.
- [144] B. Neff, F. Casset, A. Millet, V. Agache, et M. Colin, « Piezoelectric Actuated Glass Plate for Liquid Density and Viscosity Measurement », *Micromachines*, vol. 11, n° 4, p. 348, mars 2020, doi: 10.3390/mi11040348.
- [145] M. Demori, M. Baù, S. Dalola, M. Ferrari, et V. Ferrari, « Piezoelectric Actuators for In-Liquid Particle Manipulation in Microfluidic Applications », vol. 1, n° 4, p. 392, août 2017, doi: 10.3390/proceedings1040392.
- [146] I. Dufour *et al.*, « The Microcantilever: A Versatile Tool for Measuring the Rheological Properties of Complex Fluids », *J. Sens.*, vol. 2012, p. 1-9, 2012, doi: 10.1155/2012/719898.
- [147] B. A. Bircher *et al.*, « Real-Time Viscosity and Mass Density Sensors Requiring Microliter Sample Volume Based on Nanomechanical Resonators », *Anal. Chem.*, vol. 85, n° 18, p. 8676-8683, sept. 2013, doi: 10.1021/ac4014918.
- [148] A. Maali, C. Hurth, R. Boisgard, C. Jai, T. Cohen-Bouhacina, et J.-P. Aimé, « Hydrodynamics of oscillating atomic force microscopy cantilevers in viscous fluids », *J. Appl. Phys.*, vol. 97, n° 7, p. 074907, mars 2005, doi: 10.1063/1.1873060.
- [149] V. Ruiz-Díez, J. Hernando-García, T. Manzanegue, M. Kucera, U. Schmid, et J. L. Sánchez-Rojas, « Modelling out-of-plane and in-plane resonant modes of microplates in liquid media », vol. 25, n° 7, p. 074005, juill. 2015, doi: 10.1088/0960-1317/25/7/074005.
- [150] M. Kucera *et al.*, « Design-dependent performance of self-actuated and self-sensing piezoelectric-AlN cantilevers in liquid media oscillating in the fundamental in-plane bending mode », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 200, p. 235-244, 2014, doi: <https://doi.org/10.1016/j.snb.2014.04.048>.
- [151] M. Fischeneder, M. Kucera, F. Hofbauer, G. Pfusterschmied, M. Schneider, et U. Schmid, « Q-factor enhancement of piezoelectric MEMS resonators in liquids with active feedback », vol. 260, p. 198–203, mai 2018, doi: 10.1016/j.snb.2018.01.001.
- [152] A. Agoston, F. Keplinger, et B. Jakoby, « Evaluation of a vibrating micromachined cantilever sensor for measuring the viscosity of complex organic liquids », *Eurosensors XVIII 2004*, vol. 123-124, p. 82-86, sept. 2005, doi: 10.1016/j.sna.2005.02.020.
- [153] J. Toledo *et al.*, « Application of Quartz Tuning Forks and Extensional Microresonators for Viscosity and Density Measurements in Oil/Fuel Mixtures », *Microsyst Technol*, vol. 20, n° 4–5, p. 945–953, avr. 2014, doi: 10.1007/s00542-014-2095-x.

- [154] I. Etchart *et al.*, « MEMS sensors for density–viscosity sensing in a low-flow microfluidic environment », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 141, n° 2, p. 266-275, févr. 2008, doi: 10.1016/j.sna.2007.08.007.
- [155] C. Riesch, A. Jachimowicz, F. Keplinger, E. K. Reichel, et B. Jakoby, « A Novel Sensor System for Liquid Properties Based on a Micromachined Beam and a Low-Cost Optical Readout », in *SENSORS, 2007 IEEE*, oct. 2007, p. 872-875, doi: 10.1109/ICSENS.2007.4388540.
- [156] A. Ali et J. E.-Y. Lee, « Fully-differential AlN-on-Si wine glass mode resonator for enhanced characterization in water », in *SENSORS, 2016 IEEE*, 2016, p. 1–3.
- [157] F. Lucklum, E. K. Reichel, et B. Jakoby, « Miniature density–viscosity measurement cell utilizing electrodynamic-acoustic resonator sensors », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 172, n° 1, p. 75–81, 2011.
- [158] A. Abdallah, E. K. Reichel, M. Heinisch, S. Clara, et B. Jakoby, « Symmetric plate resonators for viscosity and density measurement », vol. 87, p. 36–39, 2014.
- [159] Xian Huang, Siqi Li, J. Schultz, Qian Wang, et Qiao Lin, « A Capacitive MEMS Viscometric Sensor for Affinity Detection of Glucose », *J. Microelectromechanical Syst.*, vol. 18, n° 6, p. 1246-1254, déc. 2009, doi: 10.1109/JMEMS.2009.2034869.

Publications scientifiques

Proceedings

Development of a MEMS Plate Based on Thin-Film Piezoelectric AlN Actuators for Biological Applications [†]

Baptiste Neff ^{1,2,*}, Fabrice Casset ^{1,2}, Arnaud Millet ^{1,3}, Vincent Agache ^{1,2}, Nicolas Verplanck ^{1,2}, François Boizot ^{1,2} and Stéphane Fanget ^{1,2}

¹ University Grenoble Alpes, F-38000 Grenoble, France; fabrice.casset@cea.fr (F.C.); arnaud.millet@cea.fr (A.M.); vincent.agache@cea.fr (V.A.); nicolas.verplanck@cea.fr (N.V.); francois.boizot@cea.fr (F.B.); stephane.fanget@cea.fr (S.F.)

² CEA-LETI, MINATEC Campus, 38054 Grenoble, France

³ INSERM U1205 Team ATIP/Avenir Mechanobiology Innate Immunity and Cancer, 38054 Grenoble, France

* Correspondence: baptiste.neff@cea.fr; Tel.: +33-438-789-056

[†] Presented at the Eurosensors 2017 Conference, Paris, France, 3–6 September 2017.

Published: 9 August 2017

Abstract: This paper presents the development of a lab-on-chip system based on the use of local vibrations to mechanically stimulate biological materials. It reports on the development and characterization of a piezoelectric actuators driven system designed to operate in liquid media. The microfluidic packaging of the Micro Electro Mechanical System (MEMS) is first presented. Then, electromechanical measurements done to calibrate our system are compared with Finite Element Method (FEM) simulations. These results are the first steps for implementation of piezoelectric MEMS to study mechanical response of biological cells at the population level.

Keywords: MEMS; piezoelectric actuators; microfluidic; biological applications

1. Introduction

MEMS based sensors and microsystems offer significant potential for studying biological cells. Studies have already been done on single cell using MEMS to study how cells grow upon exposure of drugs [1,2] or cell fatigue [3]. MEMS devices with piezoelectric transducers can also be used for cell studies using acoustic waves [4]. These systems offer the possibility to study adhesive forces and cellular response to controlled mechanical stimuli. It has been recently recognized that cells do display differential mechanical behaviors according to their biological states. Our intended goal is the label free recognition of various cell types (e.g., cancerous cells) and their response to various drugs according to their mechanobiology. To achieve this, we developed a MEMS controlled mechanical waves generating system with submicronic displacements in liquid media [5,6] in order to study cells in cell culture setting [7].

2. Materials and Methods

2.1. Design

The vibrating MEMS was developed based on thin film piezoelectric Aluminum Nitride (AlN) actuators, manufactured out of standard 200 mm glass substrate (EAGLE XG[®]) with a standard thickness of 700 μm . The piezoelectric stack of the actuators consists of 2 μm thick AlN, in between 220 nm thick Molybdenum bottom and top electrodes [8]. A 300 nm thick silicon dioxide passivation layer is deposited and the connection of the electrodes is enable by a gold (Au) layer of 500 nm above a 20 nm thick Titanium (Ti) adhesive layer. The AlN is deposited using reactive sputtering from an

aluminum target under a nitrogen atmosphere. A reflective coating is added to perform optical measurements. Figure 1a gives a schematic view of the technological stack and a photography of a $40 \times 30 \text{ mm}^2$ plate diced from the glass substrate. The actuator is positioned at the center of the plate in order to fit the maximum out-of-plane vibration mode amplitude area as shown in Figure 1b. The second actuator column at the left of the plate is not used in this study.

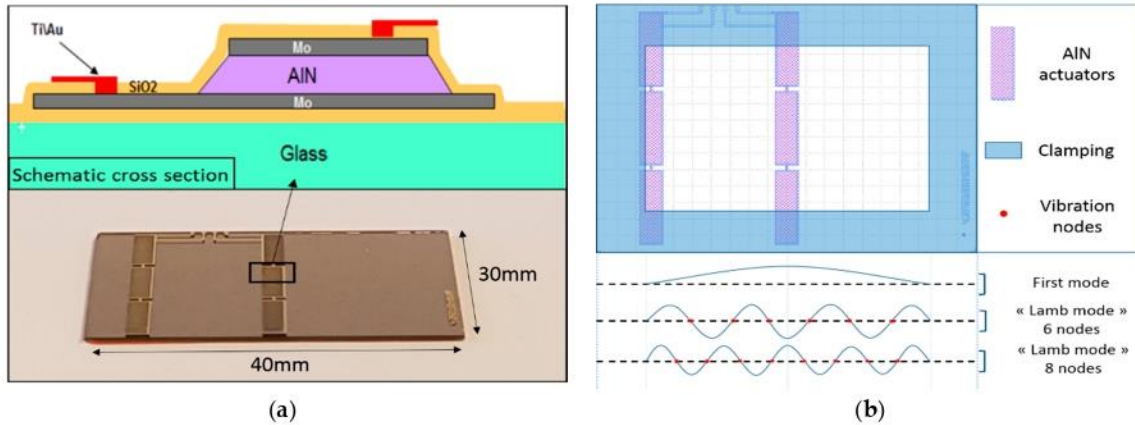


Figure 1. (a) AlN-on-glass schematic technological stack cross section and photography; (b) Design of the $40 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ glass plate and schematic cross section of resonant mode shapes.

2.2. Microfluidic Packaging

A microfluidic cavity is made out of etched Poly(methyl methacrylate) (PMMA) plate placed on the back side of the glass plate. The dimension of the cavity are $30 \text{ mm} \times 20 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$ and can be filled using Tygon tubing. In order to actuate the AlN actuator, the gold pad electrical contacts are connected by Pogo Pin. The whole packaging is clamped by screws. With this system the glass plate can be removed and changed easily in the perspective of testing different glass plates and actuation configurations. A schematic drawing of the microfluidic packaging is described in Figure 2a and a photography is presented in Figure 4b.

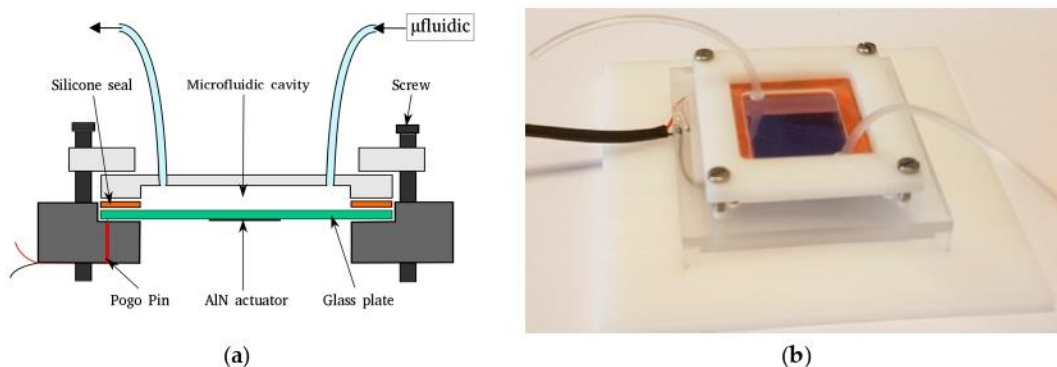


Figure 2. (a) Schematic drawing of the microfluidic packaging; (b) Photography of the microfluidic packaging.

2.3. Electromechanical Characterizations and FEM Simulations

The electromechanical characterization of the device is performed using a Polytec Laser Doppler Vibrometer (LDV) MSA400. The out-of-plane resonant modes are studied between 500 Hz and 150 kHz. An electrical signal of 1 V_{rms} is applied to actuate the AlN actuator with the focus on three modes of interest: 1st flexural mode, Lamb mode with 6 nodes and Lamb mode with 8 nodes as shown in Figure 1b. The measurements are performed in air and with the cavity filled with water (Figure 3). The velocity obtained by the LDV in liquid as to be corrected by the refractive index of the liquid to take into account the fact that the vibration is measured in liquid. The different modes are

identified in this two environments by several measurements on the whole plate. Displacement amplitudes are also measured for the focused resonant modes with different AC voltages up to 20 Vrms applied to the actuator.

Finite Element Method (FEM) simulations are carried out, using COMSOL Multiphysics, to model the behavior of the system under different environments and to study the impact of the clamping on the glass plate. 3D model was developed using the acoustic-structure interaction module to take into account the impact of the liquid media on the vibration modes.

3. Results

The three out-of-plane modes have been identified thanks to vibrometry measurements at the center of the plate (Figure 3). The results show an impact of the liquid media on the resonant frequencies of the interesting vibration modes. As predicted by FEM simulations, the presence of liquid in the microfluidic cavity induced a frequency shift towards lower values. As shown by Figure 3, unlike the first mode which has been importantly impacted by the filling of the cavity, the quality factors of Lamb resonant modes are only slightly affected by the presence of liquid. For example a quality factor calculated at -3 dB of 18 is observed for the Lamb 6 nodes mode in liquid compared to a value of 20 in air. These measurements make the different Lamb modes some good candidates for our further biological studies in liquid medium.

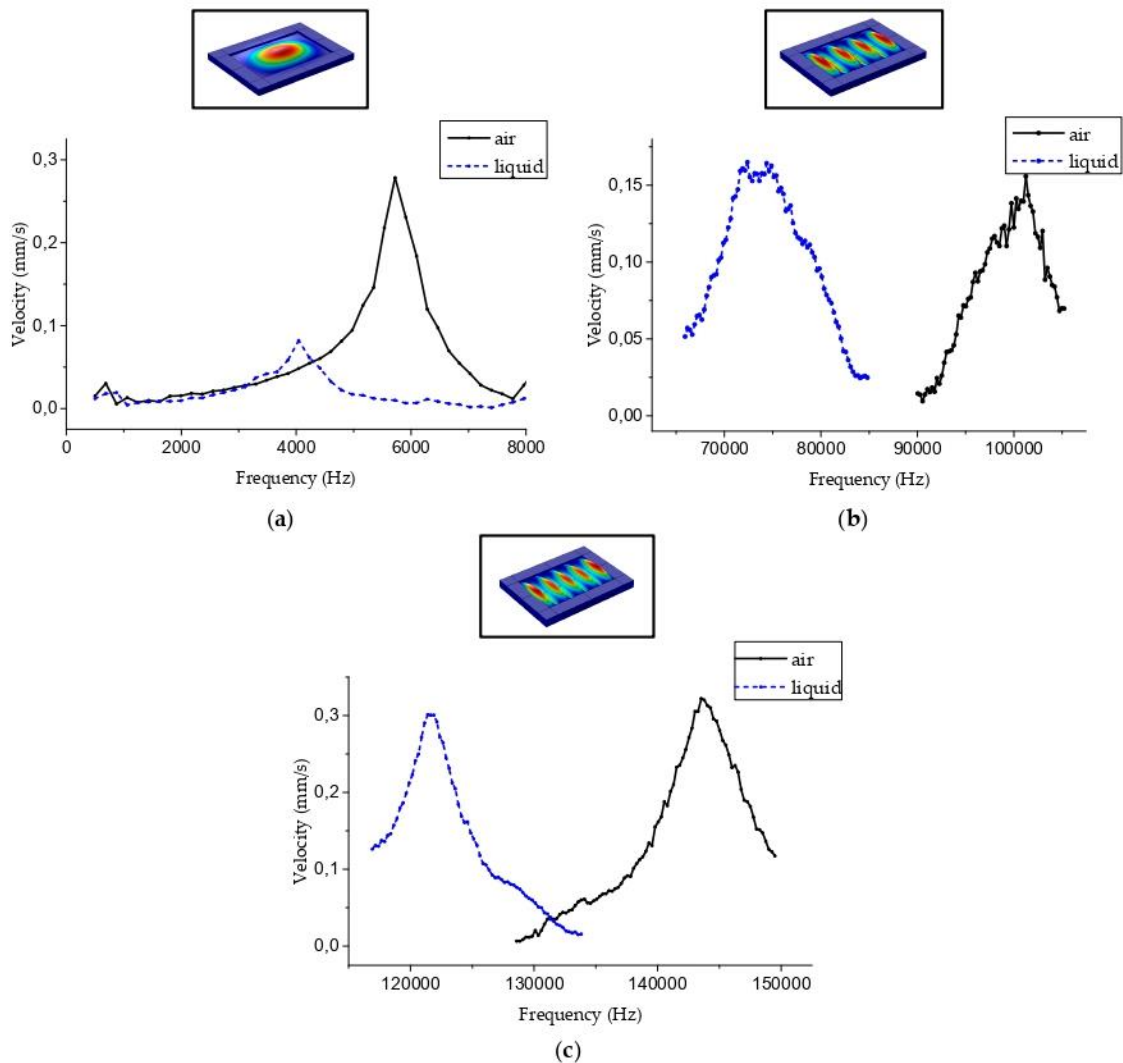


Figure 3. Spectrum of the different modes of interest and identification of the resonant modes from simulation in air and liquid. (a) 1st mode; (b) Lamb mode with 6 nodes; (c) Lamb mode with 8 nodes.

Now that the different resonant modes are identified, we are interested in the displacement amplitudes of these vibration modes in function of the applied voltage on the actuator for both environments. Figure 4 shows, as expected by Figure 3, that the first mode of resonance induced a higher displacement compared to Lamb mode but it is importantly influenced by the environment. At contrary, the displacement amplitudes of the Lamb modes stay relatively close to their value measured in air. For example, an interesting 5.4 nm is obtained for the Lamb mode with 8 nodes measured in liquid under only 20 Vrms for a reference value of 6.4 nm in air. It is a decrease of only 15% with displacement values sufficient to study the mechanical response of a population of biological cells under mechanical stimuli.

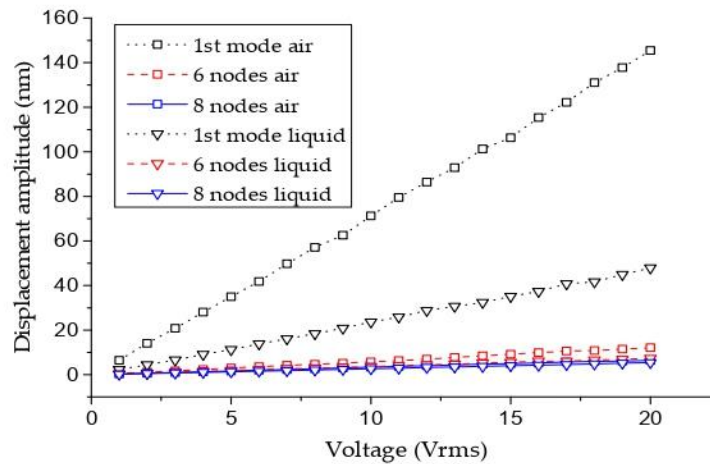


Figure 4. Maximum displacement amplitudes for different modes in function of applied voltage.

Table 1 sums up the results obtained by electromechanical characterization and FEM model. It is important to know that the resonant frequency of the first mode is mainly affected by the smaller dimension of the vibrating surface which corresponds to the larger side of the plate in our system. That is why the disagreement between simulation and measurement for the first mode (Table 1) is attributed to an imperfect clamping along the larger side of the plate in the packaging.

Table 1. Displacement amplitudes, quality factors and comparison of the resonant frequencies.

Environment	Air					Liquid					
	Method	Displacement amplitudes @20 Vrms	Quality factor	Experimental	FEM	Relative error	Displacement amplitudes @20 Vrms	Quality factor	Experimental	FEM	Relative error
1st mode		146 nm	22	5.47 kHz	6.9 kHz	20%	48 nm	13	3.75 kHz	5.5 kHz	31%
Lamb mode: 6 nodes		12 nm	20	98.92 kHz	99.5 kHz	0.6%	7.3 nm	18	76.50 kHz	80 kHz	4.4%
Lamb mode: 8 nodes		6.4 nm	30	144.7 kHz	145.7 kHz	0.7%	5.4 nm	33	121.4 kHz	121 kHz	0.3%

4. Conclusions

A lab on chip system based on a thin film AlN actuated vibrating plate was presented. Resonant modes, frequencies and displacement amplitudes of the packaged glass plate were studied under different conditions. This calibration step of our system paves the way for an easy to use system able to apply and control mechanical stimuli to biological cells.

Conflicts of Interest: The authors declare no conflict of interest.

References

1. Cermak, N.; Olcum, S.; Delgado, F.F.; Wasserman, S.C.; Payer, K.R.; Murakami, M.A.; Knudsen, S.M.; Kimmerling, R.J.; Stevens, M.M.; Kikuchi, Y.; et al. High-throughput measurement of single-cell growth rates using serial microfluidic mass sensor arrays. *Nat. Biotechnol.* **2016**, *34*, 1052–1059.
2. Park, K.; Millet, L.J.; Kim, N.; Li, H.; Jin, X.; Popescu, G.; Aluru, N.R.; Hsia, K.J.; Bashir, R. Measurement of adherent cell mass and growth. *Proc. Natl. Acad. Sci. USA* **2010**, *107*, 20691–20696.
3. Fukui, W.; Kaneko, M.; Sakuma, S.; Kawahara, T.; Arai, F. μ -cell fatigue test. In Proceedings of the 2012 IEEE International Conference on Robotics and Automation (ICRA), Saint Paul, MN, USA, 14–18 May 2012; pp. 4600–4605.
4. Wang, L.; Li, Y.-J.; Lin, A.; Choe, Y.; Gross, M.E.; Kim, E.S. A Self-Focusing Acoustic Transducer That Exploits Cytoskeletal Differences for Selective Cytolysis of Cancer Cells. *J. Microelectromech. Syst.* **2013**, *22*, 542–552.
5. Ruiz-Díez, V.; Hernando-García, J.; Ababneh, A.; Seidel, H.; Sánchez-Rojas, J.L. In-liquid characterization of in-plane and high order out-of-plane modes of AlN-based square microplates. *Microsyst. Technol.* **2016**, *22*, 1701–1708.
6. Ali, A.; Lee, J.E.-Y. Fully-differential AlN-on-Si wine glass mode resonator for enhanced characterization in water. In Proceedings of the 2016 IEEE SENSORS, Orlando, FL, USA, 30 October–3 November 2016; pp. 1–3.
7. Debavelaere-Callens, D.; Peyre, L.; Campistron, P.; Hildebrand, H.F. On the use of ultrasounds to quantify the longitudinal threshold force to detach osteoblastic cells from a conditioned glass substrate. *Biomol. Eng.* **2007**, *24*, 521–525.
8. Casset, F.; Danel, J.; Renaux, P.; Chappaz, C.; Bernard, F.; Sednaoui, T.; Basrouir, S.; Desloges, B.; Fanget, S. 4-inch transparent plates based on thin-film AlN actuators for haptic applications. *Mechatronics* **2016**, *40*, 264–269.



© 2017 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

Development and characterization of MEMS membranes based on thin-film PZT actuators for microfluidic applications

B.Neff¹, F. Casset¹, A. Millet², V. Agache¹, N. Verplanck¹, F. Boizot¹, S.Fanget¹

¹ Univ. Grenoble Alpes, CEA, LETI, 38000 Grenoble, France

² INSERM U1209 CNRS UMR 5309 Team Mechanobiology Innate Immunity and Cancer, 38054 Grenoble, France
fabrice.casset@cea.fr, +33-438-785-893

Abstract

Vibrating microsystems can offer a contactless and label-free manipulation of liquids. It has a large interest for a wide field of applications, especially in microfluidics and biological assays. One of the key points of these systems is the control of the vibrating behavior of the microsystem in liquid media.

This paper presents the development of a microfluidic system based on a Micro Electro Mechanical System (MEMS) to stimulate a liquid environment. It reports on the fabrication, characterization and modeling of thin-film piezoelectric driven vibrating circular membranes for actuation in liquid media. The vibrating behavior of the system is studied through the analysis of the initial deformation of the membrane and its dynamic electromechanical deformation. In parallel, a 2D axisymmetric Finite Element Method (FEM) model is developed and simulated results are compared to experimental measurements of resonant frequencies.

1. Introduction

Micro Electro Mechanical System (MEMS) can address a large range of applications in microfluidics and biology for sensing and actuation purposes [1].

In particular, vibrating MEMS can be used to stimulate a liquid media and suspended particles. These devices with piezoelectric transducers are used to generate acoustic waves, surface acoustic waves (SAW), bulk acoustic waves (BAW) or evanescent Scholte waves [2] for the study and stimulation of small objects from microbeads to biological cells.

Recently, SAW generated by a series of interdigital transducers (IDTs) have shown the ability to stimulate liquid droplets [3], [4] or microfluidic channels [5]–[7] in order to manipulate and sort particles by using radiation forces. Other existing vibrating systems are placed in direct contact with the liquid media. With this configuration, several applications were tested : mixing of a solution [8] or detachment of biological cells from a cell culture flask [9]. Studies have also shown the capacity to control the position of particles inside a microfluidic cavity by the generation of mechanical waves. The particles are forced to position into specific patterns. Vibrating structures allow to create positions of stability called vibration or acoustic nodes where flowing particles tend to stay. These positions create some patterns, characteristic of the vibration mode, called Chladni figures. With this technique it is also possible to form inverse Chladni figures [10], [11].

This offers outstanding interest concerning manipulation of a large variety of particles from beads to living cells. Arranging specific particles into desired patterns can be a critical step for many biological studies.

To well define the mechanical stimulation and acoustic forces applied to particles inside a microfluidic cavity, accurate analysis of the resonating behavior of vibrating structures in liquid is a key step to fully understand and control this phenomenon.

In the following study, we report the development of a vibrating structure placed inside a microfluidic cavity. We analyzed the behavior of our resonating system immersed in liquid. Then, we compare electromechanical measurements to FEM modelling. It is a key step to calibrate this system designed to operate in liquid media for microfluidic applications.

2. Technology and fabrication

A vibrating MEMS was developed based on thin-film piezoelectric lead zirconate titanate (PZT). Devices are manufactured out of 200 mm standard silicon wafer. The piezoelectric stack consists of 540 nm thick PZT deposited using sol-gel process in between 100 nm thick Platinum bottom electrode and 100 nm thick Ruthenium top electrode. Figure 1 is a schematic view of the technological stack.

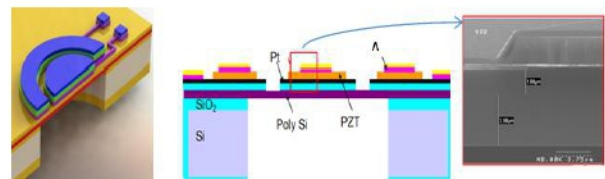


Figure 1: Schematic cross section of the technological stack and SEM cross section of the PZT actuator

Membranes were then released by back side etching of the substrate. The total thickness of the membranes is approximately 7 μm . Finally the substrate is diced into small chips containing membranes with different radius from 1500 μm to 4000 μm . Figure 2 is an optical micrograph of a single chip showing the cavities created by the back side etching.



Figure 2: Optical micrograph of a chip containing different membrane sizes. Top view of the wafer (left) and back side of the wafer with cavity (right)

The different membranes feature an internal and external piezoelectric actuator ring as depicted in Figure 3. For the following study, the actuation will be only generated by the internal actuator.

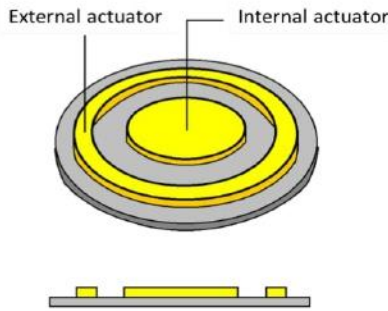


Figure 3: Thin-film PZT actuated membrane schematic view

For microfluidic operation, the MEMS is integrated into a microfluidic packaging which isolates electrical pads from liquid media and creates an open microfluidic cavity. Figure 4 gives a view of the whole system. This system allows to have a 3 mm deep cavity at the back side of the chip formed by a transparent PMMA frame.

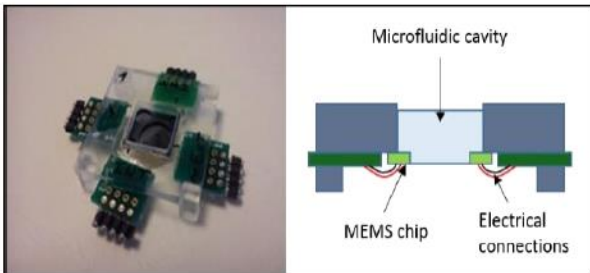


Figure 4: Photography of the microfluidic packaging built around the MEMS chip (left), schematic view of the packaging (right)

3. Electromechanical characterizations

The electromechanical characterization of the membranes is performed using a Polytech Laser Doppler Vibrometer (LDV) MSA400. The out-of-plane velocity is measured at the center of the membranes between 500 Hz and 60 kHz. An electrical signal of 1 V_{rms}ac + 5 Vdc is applied to the PZT actuators in order

to polarize and actuate the piezoelectric material. These measurements are performed in air and with the cavity filled with water (Figure 5). To extract accurately the out-of-plane velocity of the membrane with the presence of the liquid, measurements in liquid have to be corrected to account for the liquid media refractive index. From the range of frequencies studied, we can detect 4 different out-of-plane resonant mechanical modes in air, respectively the (0,0), (1,0), (2,0) and (0,1) modes. Their frequency in air are 15.9, 29.19, 39.09 and 46.05 kHz. We also observe their frequency shift in liquid as their frequencies become 2.57, 6.04, 10.53 and 13.08 kHz. As expected, LDV measurements reveal the mass loading impact of the water, in terms of downward frequency shift, on the mechanical modes. The different resonant frequencies measured are presented in Table 1. As expected, we can note that the lowest frequency modes are more impacted by the presence of liquid in terms of frequency shift.

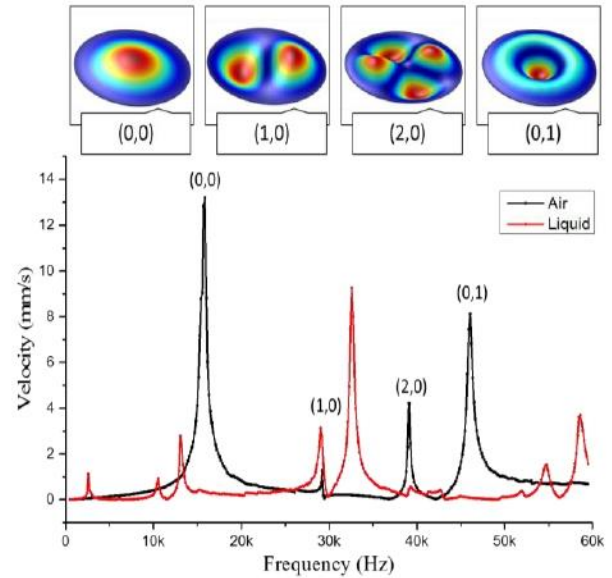


Figure 5: Harmonic spectrum from 500 Hz to 60 kHz at 1000 mVrms. Identification of the resonating modes in air and liquid for a 1500 μm radius membrane

Finally, proof of concept is done to show the specific pattern of the liquid induced by the generation of mechanical vibration mode of the membranes (Figure 6). These results are promising for future manipulation of particles by the actuation of piezoelectric driven membranes. For further experiments first tests will be made by using microbeads.

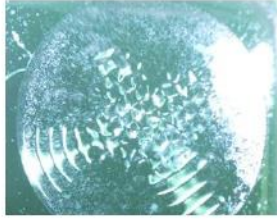


Figure 6: Photography of controlled flow in liquid induced by vibrating membrane

3. Post simulations

To post simulate the behavior of our system a 2D axisymmetric FEM model is developed using COMSOL Multiphysics. The acoustic structure interaction module is used to couple the Solid Mechanics vibrations of the silicon membrane and the Pressure Acoustics in the liquid inside the cavity. In this model, the solution of the Helmholtz equation provides the acoustic pressure that causes a load on the mechanical plate and the solution of the linear elastic equations of the vibrating structure is used to excite the liquid. Eigenfrequency studies are carried out to identify the first out-of-plane mechanical modes and to model the frequency shift occurring when the vibrating membrane is in contact with liquid.

To accurately model the vibrating membranes, we have to take into account the initial deformations of the membranes due to fabrication process because it induces a shift in resonant frequencies as compared to analytical model. Parasitic residual stresses in the technological stack, responsible for these deformations, are extracted from interferometry measurements and then implemented back into the FEM model.

To study the static deformation of the membranes without actuation, the profile of each membrane is measured using a WYKO3 optical interferometer. Residual stresses extracted from these measurements are introduced into the FEM model. The 2 profiles obtained by measurements and FEM are compared in Figure 7.

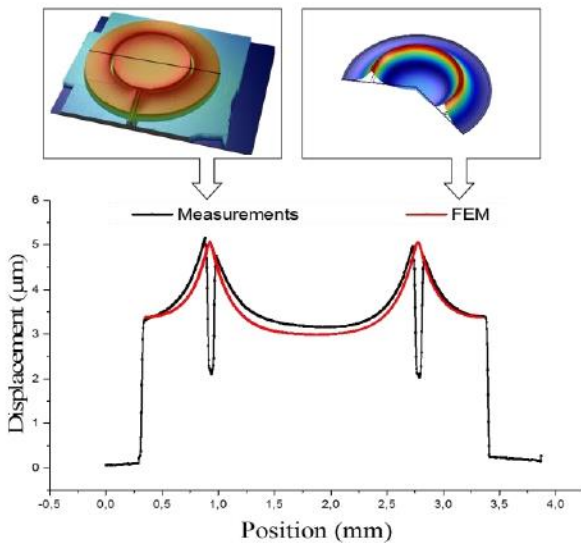


Figure 7: Initial deformation of a 1500 μm radius membrane measured by interferometry and compared with FEM results

The simulated resonant frequencies in air and liquid are presented in Table 1. The simulations results show a good agreement with electromechanical characterizations with a relative error lower than 5 %.

Environment	Vibration modes	Experimental (kHz)	FEM (kHz)	Error
Air	(0,0)	15.90	16.56	4.1 %
	(1,0)	29.19	Not modelisable in 2D	
	(2,0)	39.09	Not modelisable in 2D	
	(0,1)	46.05	45.67	0.8 %
Liquid	(0,0)	2.570	2.573	0.1 %
	(1,0)	6.040	Not modelisable in 2D	
	(2,0)	10.53	Not modelisable in 2D	
	(0,1)	13.08	12.47	4.7 %

Table 1: Comparison of the resonant frequencies obtained for a 1500 μm radius membrane

4. Theoretical model

We can compare the previous results with the analytical model of Lamb [12], [13] for a clamped circular membrane with one face immersed in liquid. The resonance frequencies of the different (m,n) mechanical modes are given by the following formula :

$$f_{m,n}^{load} = \frac{f_{m,n}^{unload}}{\sqrt{1 + \Gamma_{m,n} \frac{\rho_l a}{\rho_s h}}}$$

In this formula, $f_{m,n}^{load}$ is the resonant frequency in liquid, $f_{m,n}^{unload}$ is the resonant frequency in vacuum (taken in air for this case), ρ_l is the liquid density, ρ_s the membrane density, a is the radius of the membrane, h the thickness of the membrane and $\Gamma_{m,n}$ is the NAVMI factor which depends on the geometry and the resonant mode. Calculation performed for a 1500 μm radius membrane in its first out-of-plane mode (0, 0) is presented in Table 2 and is compared with experimental and simulated frequency. For this case, the NAVMI factor taken for a clamped circular plate calculated with a Poisson coefficient of 0.3 is 0.65381 [13].

Experimental (kHz)	FEM (kHz)	Analytical model (kHz)
2.570	2.573	2.764

Table 2: Comparison of the different resonant frequency obtained for the (0, 0) mode in liquid for a 1500 μm radius membrane

One can note the good agreement between measurement, FEM and analytic calculation of the resonant frequency with a discrepancy lower than 10%. As already shown in the literature, the analytical formula does not take into account the volume of liquid and its viscosity. Ayela and Nicu showed that this analytical formula is valid for liquid viscosity lower than 10 cP [14]. In our case we used water at room temperature which correspond to a viscosity of 1 cP. For this study we are not impacted by liquid viscosity.

To verify if the infinite fluid volume hypothesis used for the analytical model is valid in our case we can compare the electromechanical characterization and calculation results obtained for different size of membranes. In Table 3, the values obtained for the (0,0) mechanical mode on 3 different membranes sizes: 1500 μm , 2500 μm and 4000 μm radius membranes; are presented. In this study, the liquid volume is constant.

Membrane radius (μm)	Experimental (Hz)	Analytical model (Hz)	Relative error
1500	2570	2764	7.6%
2500	1128	1038	8%
4000	664	581	12.5%

Table 3: Comparison of the resonant frequency obtained for the (0,0) mode in liquid for 3 membrane sizes

For the different size of 1500 μm , 2500 μm and 4000 μm the relative error calculated is respectively 7.6%, 8% and 12.5%. The discrepancy increases with the size of the membrane which means the infinite liquid volume condition is no longer respected. Our system cannot be considered with an infinite volume of water and this explains the slight difference between the frequencies. This point reveal that for further microfluidic experiments, we will have to control precisely the volume of water in our cavity.

5. Conclusions

A microfluidic system based on thin-film PZT actuated vibrating membranes is presented. The vibrating behavior of this system is studied in air and liquid. Resonant frequencies of four out-of-plane mechanical modes are measured by optical vibrometry. A 2D FEM model is developed and resonant frequencies are post-simulated with the addition of residual stresses extracted from the measured initial deformation of the membranes. Measurement, simulated and analytical values are compared in the case of a 1500 μm radius membrane. The results show a good agreement between

these different methods (error less than 10% for the resonant frequency measured in water). First proof of concept of our system was demonstrated to show the specific patterns in the liquid motion induced by the generation of mechanical waves. The study of our vibrating system in liquid media is the first step to fully develop and understand the potential of thin-film piezoelectric actuator for microfluidic applications

References

- [1] N. Cermak *et al.*, "High-throughput measurement of single-cell growth rates using serial microfluidic mass sensor arrays," *Nat. Biotechnol.*, vol. 34, no. 10, pp. 1052–1059, Sep. 2016.
- [2] V. Aubert, R. Wunenburger, T. Valier-Brasier, D. Rabaud, J.-P. Kleman, and C. Poulain, "A simple acoustofluidic chip for microscale manipulation using evanescent Scholte waves," *Lab. Chip*, vol. 16, no. 13, pp. 2532–2539, 2016.
- [3] A. Bussomnière *et al.*, "Cell detachment and label-free cell sorting using modulated surface acoustic waves (SAWs) in droplet-based microfluidics," *Lab. Chip*, vol. 14, no. 18, p. 3556, Jul. 2014.
- [4] E. K. Reichel, T. Voglhuber-Brunnmaier, and B. Jakoby, "Acoustic Streaming Actuator and Multifrequency Resonator Sensor," *Proceedings*, vol. 1, no. 4, p. 545, Aug. 2017.
- [5] X. Ding *et al.*, "On-chip manipulation of single microparticles, cells, and organisms using surface acoustic waves," *Proc. Natl. Acad. Sci.*, vol. 109, no. 28, pp. 11105–11109, 2012.
- [6] J. Shi, D. Ahmed, X. Mao, S.-C. S. Lin, A. Lawit, and T. J. Huang, "Acoustic tweezers: patterning cells and microparticles using standing surface acoustic waves (SSAW)," *Lab. Chip*, vol. 9, no. 20, p. 2890, 2009.
- [7] M. Wu *et al.*, "Isolation of exosomes from whole blood by integrating acoustics and microfluidics," *Proc. Natl. Acad. Sci.*, vol. 114, no. 40, pp. 10584–10589, Oct. 2017.
- [8] R. Zeggari, J. F. Manceau, E. N. Aybeke, R. Yahiaoui, E. Lesniewska, and W. Boireau, "Design and Fabrication of an Acoustic Micromixer for Biological Media Activation," *Procedia Eng.*, vol. 87, pp. 935–938, 2014.
- [9] D. Debavelaere-Callens, L. Peyre, P. Campistron, and H. F. Hildebrand, "On the use of ultrasounds to quantify the longitudinal threshold force to detach osteoblastic cells from a conditioned glass substrate," *Biomol. Eng.*, vol. 24, no. 5, pp. 521–525, Nov. 2007.
- [10] G. Vuillermet, P.-Y. Gires, F. Casset, and C. Poulain, "Chladni Patterns in a Liquid at Microscale," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 116, no. 18, p. 184501, 2016.
- [11] J. Lei, "Formation of inverse Chladni patterns in liquids at microscale: roles of acoustic radiation

and streaming-induced drag forces,” *Microfluid. Nanofluidics*, vol. 21, no. 3, Mar. 2017.

- [12] H. Lamb, “On the Vibrations of an Elastic Plate in Contact with Water,” *Proc. R. Soc. Lond. Math. Phys. Eng. Sci.*, vol. 98, no. 690, pp. 205–216, Nov. 1920.
- [13] M. Amabili and M. K. Kwak, “Free vibrations of circular plates coupled with liquids: revising the Lamb problem,” *J. Fluids Struct.*, vol. 10, no. 7, pp. 743–761, 1996.
- [14] C. Ayela and L. Nicu, “Micromachined piezoelectric membranes with high nominal quality factors in newtonian liquid media: A Lamb’s model validation at the microscale,” *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 123, no. 2, pp. 860–868, May 2007.

Article

Piezoelectric Actuated Glass Plate for Liquid Density and Viscosity Measurement

Baptiste Neff ^{1,*} , Fabrice Casset ^{1,*}, Arnaud Millet ^{2,3,4}, Vincent Agache ¹ and Mikael Colin ¹

¹ CEA LETI, Univ. Grenoble Alpes, 38000 Grenoble, France; vincent.agache@cea.fr (V.A.); mikael.colin@cea.fr (M.C.)

² Team ATIP/Avenir Mechanobiology Immunity and Cancer, Institute for Advanced Biosciences INSERM U1209 CNRS UMR 5309, 38054 Grenoble, France; arnaud.millet@inserm.fr

³ Grenoble Alpes University, 38000 Grenoble, France

⁴ Department of Research, University Hospital of Grenoble Alpes, 38700 Grenoble, France

* Correspondence: baptiste.neffl@gmail.com (B.N.); fabrice.casset@cea.fr (F.C.)

Received: 17 February 2020; Accepted: 26 March 2020; Published: 27 March 2020



Abstract: This paper reports on a new system for liquid density and viscosity measurement based on a freely suspended rectangular vibrating plate actuated by piezoelectric ceramic (PZT) actuators. The Lamb mode used for these measurements allows us to infer both the density and viscosity in a larger range as compared to the existing gold-standard techniques of MEMS resonators. The combination of the measured resonance frequency and quality factor enables extraction of density and viscosity of the surrounding liquid. The system is calibrated while performing measurements in water glycerol solutions with a density range from 997 to 1264 kg/m³ and viscosity from 1.22 to 985 mPa·s, which is a larger dynamic range compared to existing mechanical resonators showing an upper limit of 700 mPa·s. The out-of-plane vibrating mode exhibits quality factor of 169, obtained in deionized water (1.22 mPa·s viscosity), and 93 for pure glycerol with a viscosity of 985 mPa·s. This Lamb wave resonating sensor can achieve measurement in fairly large viscosity media while keeping a quality factor superior to 90. Measurements performed on oil validate the use of the Lamb system. Oil density is evaluated at 939 kg/m³ and dynamic viscosity at 43 mPa·s which corresponds to our expected values. This shows the possibility of using the sensor outside of the calibration range.

Keywords: Lamb waves; piezoelectric ceramics; viscosity measurement

1. Introduction

Micromachined vibrating systems are widely used as mass sensors for various applications. These systems could also be used in liquid, in order to measure physical properties like mass density and the viscosity of fluids. Measuring liquid properties is of great interest for the metrology of various kind of liquids like oil, ink, wine or milk [1–4]. It appears that mechanical resonating systems are well adapted to address this need as they obtain information on liquid properties thanks to vibrating parameters. Indeed, the damping arising from the vibration in a liquid medium depends directly on the liquid density and viscosity. It is well known that resonant frequencies and quality factors are the key parameters to characterize liquid damping. The damping in liquid results in two contributions: the first is the frequency shift due to the mass loading and the second is the quality factor decrease due to the viscous damping [5]. To investigate this field, mechanical resonators operating in a low kHz range have proven to feature a wider field of applications as compared to higher frequency resonators in the MHz range. The greater penetration depth in the millimeter range obtained in the low frequency regime can be leveraged to perform measurements in non-Newtonian fluids [6,7]. For liquids like polymer chains or surfactants, high frequency resonators might not be suitable because of

their submicron penetration depth range [8,9]. The challenge is to decrease the resonance frequency while ensuring a relatively high quality factor, especially with high viscous loading.

Piezoelectric actuation authorizes to design complex resonators that will give the opportunity to generate specific modes of vibration. Cantilevers, micro-disks, circular membranes and rectangular plates are the most commonly used mechanical vibrating structures [10–13]. In order to optimize the measurement accuracy, we need mechanical resonators to exhibit the highest quality factor, higher than our reference criteria value of 100 in liquid evaluated from previous resonating sensors [14–17]. Previous studies have shown that in-plane and out-of-plane vibration microstructures can exhibit, respectively, a high quality factor of 300 in air or 100 in water. However, these values decrease drastically to 20 or 18 in commercial viscosity standard solutions with viscosity ranging up to 300 mPa·s [17,18]. Despite a better quality factor, in the case of in-plane vibrating structures, the frequency response is a function of the density and dynamic viscosity product. This dependence is problematic when the purpose is to determine these two parameters independently [19,20]. In comparison, flexural vibration modes seem to be more suitable for the determination of liquid properties, as vibrating parameters exhibit distinctive responses to density and dynamic viscosity density product [21]. Thus, for out-of-plane resonating sensor (like cantilevers), the viscosity of the surrounding liquid might be inferred from both determination of resonance frequency and quality factor. The main drawback of these modes is the important damping in liquid media due to a high-energy dissipation arising from inertial effect, acoustic radiation and viscous losses. Energy loss is even more important when resonant sensors are immersed in high viscous fluid, i.e., superior to 300 mPa·s, which affects the detection limit of this type of sensors. The resolution drops drastically as liquid viscosity increases, and as the measurement signal level decreases. To enhance the signal and increase the quality factor, the readout signal can be compensated with a static signal [22], while the quality factor can be improved by adding a Q-control unit [23]. To reduce the damping generated by the liquid, partial wetting might be also explored [24–26]. The idea is to limit the liquid-resonator interface in order to reduce the liquid damping. Recently, other out-of-plane modes have been studied and proved to be less impacted by viscous damping as opposed to cantilevers operating in flexural mode at moderate frequency [19,27].

It has been shown that Lamb waves are advantageous for stationary mechanical waves generated in liquid media and especially for sensing applications [28,29]. Antisymmetric Lamb waves exhibit a relatively high quality factor in liquid compared to other out-of-plane flexural modes of vibration due to a lower damping in liquid at low frequency [30]. At low frequency, the phase velocity of antisymmetric Lamb waves is subsonic which limits the acoustic radiation into the fluid [30,31]. The highest viscosity measurement obtained by this kind of mechanical resonator is at 700 mPa·s for a quality factor lower than 10 at a relatively low density of 871 kg/m³ [29].

In order to perform density and viscosity measurements of liquids in a larger range and in a cost-effective device, we devised a low-cost macroscopic sensor based on the generation of Lamb waves. Thus, we designed a freely suspended rectangular glass plate generating out-of-plane vibration with a high quality factor in liquid.

2. Materials and Methods

Our system is composed of a rectangular glass plate diced from a 200 mm glass wafer. Glass has the advantage of being a standard material used in common laboratories, with a lower cost as compared to silicon. Moreover, the Young modulus of glass is twice as low as the Young modulus for silicon, which allows us to decrease the resonance frequency for a given wavelength. The glass plate has a length of $L = 40$ mm and a width of $W = 30$ mm for a total thickness of $T = 700$ μm . To generate high order Lamb waves within the glass, 4 piezoelectric ceramics (APC International, Mackeyville, PA, USA) are used to actuate the plate. The actuators are made of 300 μm thick bulk PZT with silver electrodes (10 μm thick) patterned on both sides of the ceramics. The dimensions of the ceramics are 13 mm \times 3 mm \times 300 μm . Top electrodes of the actuators have been cut and separated in two distinct electrodes to facilitate the integration of the ceramics. The poling of the piezoelectric ceramics is

perpendicular to the glass plate. Since the bottom electrode remains at a floating potential, the electric field applied to the 2 top electrodes creates an electric field in the same direction as the polarization of the piezoelectric material, resulting in a nodal line confined at the center of the ceramics. Actuators are arranged in two columns at specific locations corresponding to nodal lines of vibrations for the desired Lamb mode at each side of the plate to respect the symmetry of the Lamb wave and improve the propagation of the mechanical wave. The vibrating mode studied is the antisymmetric Lamb mode A_0 with 12 nodal lines along the length of the glass plate (Figure 1c). The design rule to actuate this mode is to use actuators with a width smaller than half the wavelength $\lambda/2 \approx 3.5$ mm in order to obtain optimal performances of the system.

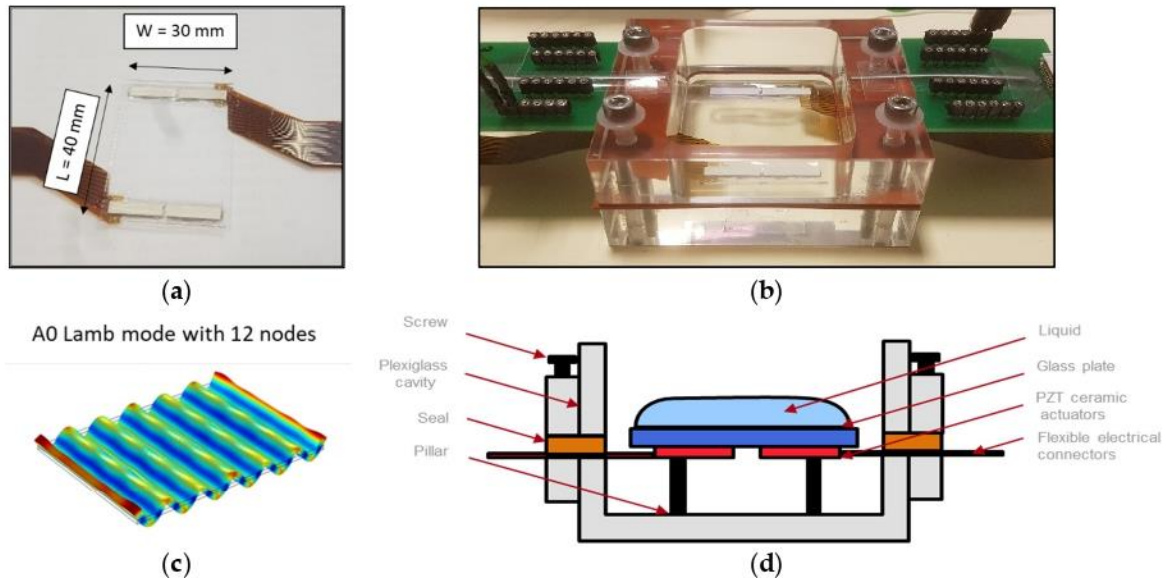


Figure 1. (a) Front view of the rectangular glass plate with the four ceramic actuators, (b) Photography of the vibrating plate inside the fluidic packaging with electrical connections, (c) 3D image obtained by finite element method (FEM) of the antisymmetric Lamb mode with 12 nodes, (d) Schematic cross section of the glass actuated plate inside a fluidic cavity.

Piezoelectric ceramics are placed using a plastic mold and then are glued to the plate using hard epoxy glue (UV15X-2, MasterBond, Hackensack, NJ, USA). The two actuators of each column are connected to each other with wedge bonding. In order to apply electric potential to the actuators flexible electrical connectors are used. To protect these electrical connections from the outside environment, the actuators are covered with silicone (MED 6010, NuSil, Carpinteria, CA, USA). The actuated glass plate is presented in Figure 1a. The plate is maintained using adhesive tape on top of small pillar at nodal points of the plate vibration mode. This method has been proven to not impact the wave pattern of the free plate [13]. Therefore, we can consider the rectangular structure to be freely suspended.

A housing fluidic cavity is micromachined out of a plexiglass plate (Figure 1b). The dimensions of the housing cavity are larger than the size of the glass plate to avoid any contact with the plate. The plate is placed upside down with the piezoelectric actuators facing the bottom of the cavity (Figure 1d).

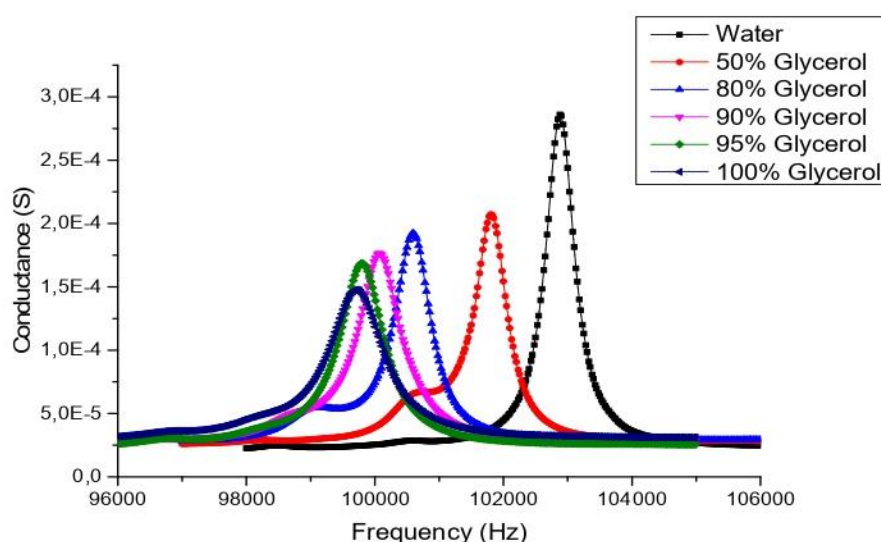
3. Results

Density and viscosity measurements are performed for different water/glycerol ratios, from pure water to pure glycerol. To calibrate the prepared mixtures, viscosities are measured using a rheometer (Kinexus Pro, Malvern Panalytical, Orsay, France). All the measurements are performed at room temperature. The estimated density and dynamic viscosity of the tested liquids are presented in Table 1.

Table 1. Density and measured dynamic viscosity of tested liquids (Rheometry).

Tested Liquids	Calculated Density (kg/m ³)	Measured Dynamic Viscosity (mPa·s)
Water	997.1	1.22
50% Glycerol	1143	8.5
80% Glycerol	1219	85.3
90% Glycerol	1242	236
95% Glycerol	1254	383
100% Glycerol	1264	985

The response of the system in presence of liquid is measured using an impedance analyzer (IM3570, HIOKI, Nagano, Japan) with 500 mV applied to the electrodes. The actuators are both used for actuation and sensing by measuring the actuators impedance. To take advantage of the partial wetting of the resonator, 2 mL of liquid is dispensed on the top surface of the glass plate in order to cover completely the vibrating surface (Figure 1d). Actuation is performed on the four actuators to enhance mechanical Lamb wave propagation. After calibration of the impedance analyzer, impedance modulus and phase are measured for each liquid. The density of the tested liquids is ranging up from 997 kg/m³ to 1264 kg/m³ and the dynamic viscosity from 1.22 mPa·s to 985 mPa·s. Figure 2 shows the electric conductance spectrum for the Lamb mode with 12 nodal lines for different ratios of water/glycerol solutions.

**Figure 2.** Conductance of the four piezoelectric actuators for different water/glycerol ratios obtained at 500 mV.

From these measurements, and using the modified Butterworth–Van Dyke electromechanical equivalent model in liquid, we can extract the resonance frequency and the quality factor.

In the lumped parameter model from Figure 3a [14], R_0 represents the dielectric loss of the actuators, C_0 is the piezoelectric capacitance, R the connection resistance, C_m , L_m and R_m are related to the electromechanical transduction in vacuum. The other parameters R_v and L_v are related to the viscous fluid loading on the plate which correspond respectively to the added damping and the added mass.

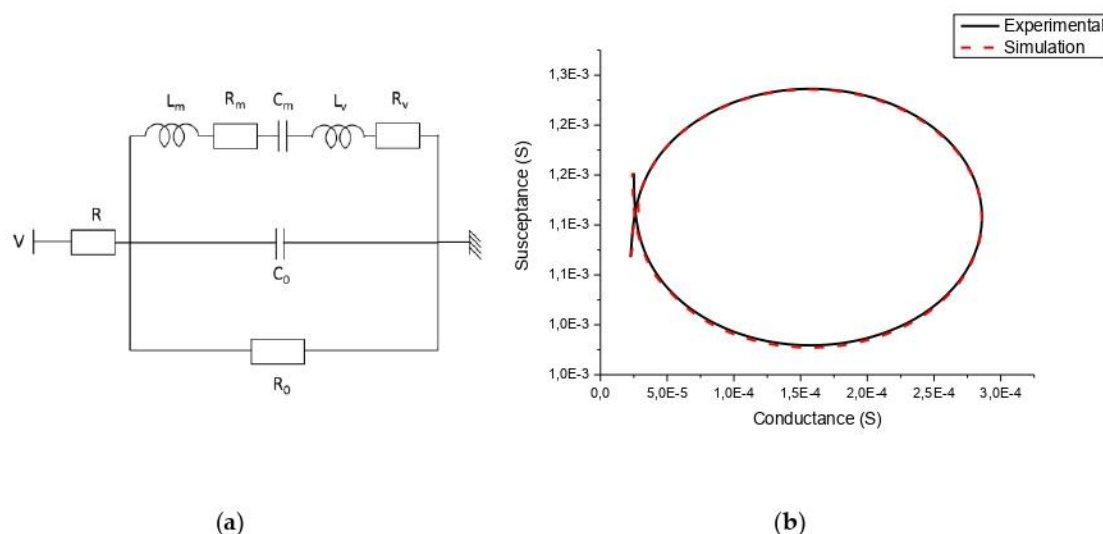


Figure 3. (a) Modified Butterworth–Van Dyke equivalent circuit in liquid [14]; (b) Nyquist representation of the impedance around the mechanical resonance in deionized water, experimental measurement and lumped model representation.

From Nyquist representation of the measured impedance in Figure 3b, we can determine the quadrantal frequencies of the resonance peak and thus extract the quality factor of the resonance from Equation (1) [32].

$$Q = \sqrt{\frac{f_{q1}f_{q2}}{(f_{q1} - f_{q2})^2}} \tag{1}$$

where f_{q1} and f_{q2} are the two quadrantal frequencies. Extracted resonance frequencies and quality factors are presented in Table 2. The highest quality factor of 163 is obtained in deionized water and it slightly decreases to 93 for a dynamic viscosity of 985 mPa·s. These obtained quality factors are unprecedented at such viscosity levels even compared to torsional PZT tube in pure glycerol which exhibits a quality factor of 63 [14]. Thus, we can expect to increase the calibration range to measure higher viscosity liquids.

Table 2. Extracted resonance frequencies and quality factors for each tested liquid.

Tested Liquids	Resonance Frequency (Hz)	Quality Factor
Water	103,376 ± 485	163 ± 31
50% Glycerol	101,833 ± 25	139 ± 19
80% Glycerol	100,610 ± 75	131 ± 10
90% Glycerol	100,140 ± 79	113 ± 6
95% Glycerol	99,825 ± 43	111 ± 8
100% Glycerol	99,763 ± 86	93 ± 2

4. Discussion

To evaluate the liquid properties of a fluid of unknown properties, we calibrate our vibrating system assuming the model of an oscillating sphere which has been proven to work with different resonator geometries and vibrations operated in liquid [33–35]. In this generalized model, the resonance frequency and the quality factor are related to the additional damping and added mass due to the presence of liquid. The additional damping and the added mass are linked to g_1 and g_2 expressions,

respectively. These parameters can be recapitulated in the expressions describing the mechanical behavior of the vibrating plate, as followed:

$$f_n = \frac{1}{2\pi \sqrt{g_2}} \tag{2}$$

$$Q = \frac{\sqrt{g_2}}{g_1} \tag{3}$$

where, f_n is the resonance frequency of the vibrating plate and Q its quality factor for the corresponding Lamb mode. g_1 and g_2 are frequency-dependent functions depending on the liquid density and viscosity and on six arbitrary coefficients C_0, C_1, C_2, C_3, C_4 and C_5 .

$$g_1 = C_0 + C_1 \sqrt{f_n} \sqrt{\rho\eta} + C_2\eta \tag{4}$$

$$g_2 = C_3\rho + C_4 \sqrt{\rho\eta} / \sqrt{f_n} + C_5 \tag{5}$$

These coefficients are obtained by measurements on calibrated liquids and after least squares optimization performed on MATLAB. The optimal values are found: $C_0 = 9.19 \times 10^{-9} s$, $C_1 = 2.52 \times 10^{-14} \frac{m^2 s^2}{kg}$, $C_2 = -1.39 \times 10^{-12} \frac{m s^2}{kg}$, $C_3 = 5.75 \times 10^{-16} \frac{m^3 s^2}{kg}$, $C_4 = 9.17 \times 10^{-15} \frac{m^2 s^2}{kg}$, $C_5 = 1.79 \times 10^{-12} s^2$.

From the values obtained for the calibration coefficients, it appears that in our range of density and viscosity tested, the second term of g_2 expression (related to the constant C_4) is negligible. The same conclusion can be drawn in the third term in g_1 expression, as it is also negligible. The resonance frequency and quality factors are plotted in Figure 4a,b and are compared with the analytical model presented in Equations (2) and (3). It shows a good fitting between experimental values and analytical model. As shown in Figure 4a, resonance frequency decreases linearly with liquid density. For density range from 997 kg/m^3 to 1264 kg/m^3 , resonance frequency decreases from $103,376.7 \text{ Hz}$ to $99,763 \text{ Hz}$. Values of $1/Q$ appear to be almost linearly proportional with the square root of the density viscosity product (Figure 4b). These dependences confirm that the generalized analytical model of the oscillating sphere comprising six calibration terms can be reduced to four terms in the case of an out-of-plane vibrating plate. Error bars for experimental values shown in Figure 4a,b are determined by repeating the measurement five times on the same tested liquid after the cleaning of the plate.

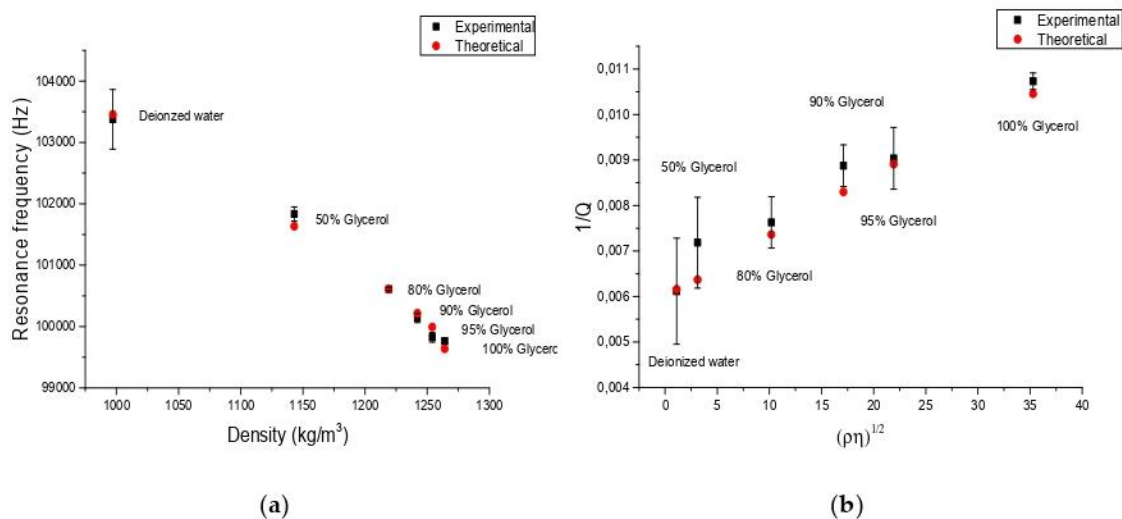


Figure 4. (a) Evolution of the resonance frequency obtained with the tested liquids in function of liquid density, (b) evolution of the quality factor in function of the density viscosity product, experimental and theoretical.

The model given in Equations (2) and (3) can be inverted to infer the density and viscosity as a function of the resonance frequency and the quality factor. The Lamb resonator results are compared with values obtained by rheometry and binary mixture model in Figure 5 [33]. The calibrated system is tested on oil with a known measured viscosity of 52 mPa·s and expected density of $925 \pm 15 \text{ kg/m}^3$. The extracted density is $939 \pm 9 \text{ kg/m}^3$ and dynamic viscosity is $43 \pm 12 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ which confirm the use of Lamb resonator beyond calibration range to be able to measure all kind of liquid with density lower than 997 kg/m^3 . Figure 5 also shows the data collected from oil outside of the calibration curve. Measurements at higher viscosity seem also to be achievable thanks to the high quality factor of 93 obtained at the upper viscosity limit of our calibration.

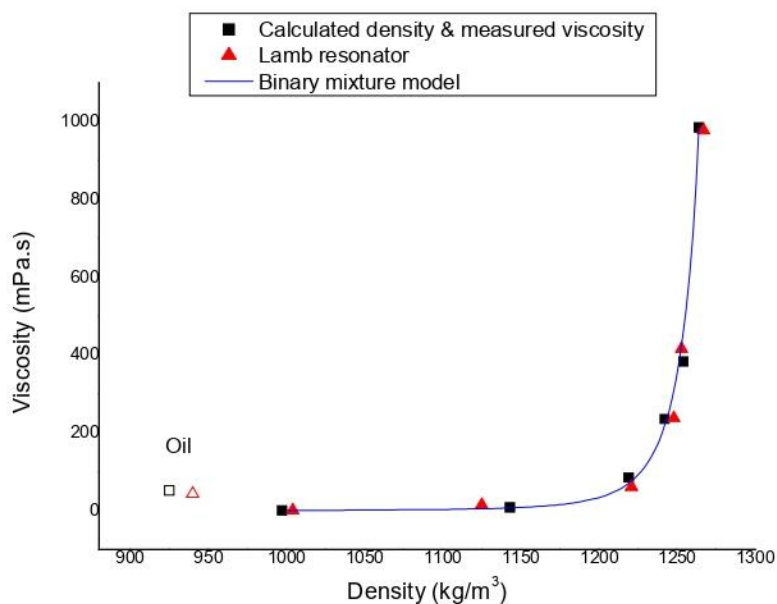


Figure 5. Comparison between density and dynamic viscosity measured by the Lamb resonator, rheometer results and binary mixture model for different water–glycerol mixtures and data extracted from oil outside of the calibration curve.

5. Conclusions

In conclusion, we presented a sensor based on a vibrating glass plate in order to enable the measurement of viscosity and density of liquids with high precision, and over a large dynamic range (997 kg/m^3 to 1264 kg/m^3 in density and $1.22 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ to $985 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ in viscosity). The parameters are inferred from the frequency response of the plate actuated by a piezoelectrical transduction. The extracted resonant frequencies and quality factor results were compared with estimated results from an analytical model of an oscillating sphere in liquid. It shows that resonant frequency is mainly dependent on the density of the liquid, whereas the quality factor depends on the density–viscosity product.

From results obtained in water to pure glycerol, resonance frequency decreases from $103,376.7 \text{ Hz}$ down to $99,763 \text{ Hz}$ and the quality factor decreases from 163 to 93 on a large scale of density. For high viscosity, the quality factor remains at relatively high level. After calibration, the first measurement is completed on oil, which validates Lamb resonant sensors for viscosity and density evaluation on a larger range than our calibration. From the trend presented by Figure 4b and the calibration of the oscillating sphere model, for a viscosity standard S600 ($\rho = 867 \text{ kg/m}^3$; $\eta = 2063 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ at 20°C) we expect to obtain a quality factor of about 87 in this more viscous fluid which is promising for further measurements at higher viscosity.

Author Contributions: Conceptualization, B.N., F.C., A.M. and V.A.; methodology, B.N., F.C., A.M. and V.A.; software, B.N.; validation, F.C., A.M. and V.A.; formal analysis, B.N.; investigation, B.N.; resources, F.C., A.M. and V.A.; data curation, B.N.; writing—original draft preparation, B.N.; writing—review and editing, B.N., F.C., A.M.,

V.A. and M.C.; visualization, B.N.; supervision, V.A. and M.C.; project administration, V.A. and M.C.; funding acquisition, M.C. All authors have read and agreed to the published version of the manuscript.

Funding: This research received no external funding.

Acknowledgments: The authors would like to thank Nicolas Verplanck, François Boizot and Christian Kevorkian for their expertise and technical support.

Conflicts of Interest: The authors declare no conflict of interest.

References

1. Toledo, J.; Jiménez-Márquez, F.; Úbeda, J.; Ruiz-Díez, V.; Pfusterschmied, G.; Schmid, U.; Sánchez-Rojas, J.L. Piezoelectric MEMS resonators for monitoring grape must fermentation. *J. Phys. Conf. Ser.* **2016**, *757*, 012020. [[CrossRef](#)]
2. Phillips, L.G.; McGiff, M.L.; Barbano, D.M.; Lawless, H.T. The Influence of Fat on the Sensory Properties, Viscosity, and Color of Lowfat Milk1. *J. Dairy Sci.* **1995**, *78*, 1258–1266. [[CrossRef](#)]
3. Osterhold, M. Rheological methods for characterising modern paint systems. *Prog. Org. Coat.* **2000**, *40*, 131–137. [[CrossRef](#)]
4. Amund, O.O.; Adebisi, A.G. Effect of viscosity on the biodegradability of automotive lubricating oils. *Tribol. Int.* **1991**, *24*, 235–237. [[CrossRef](#)]
5. Wu, Z.; Ma, X. Dynamic analysis of submerged microscale plates: The effects of acoustic radiation and viscous dissipation. *Proc. R. Soc. A Math. Phys. Eng. Sci.* **2016**, *472*, 20150728. [[CrossRef](#)]
6. Jakoby, B.; Vellekoop, M.J. Physical Sensors for Liquid Properties. *IEEE Sens. J.* **2011**, *11*, 3076–3085. [[CrossRef](#)]
7. Lu, X.; Hou, L.; Zhang, L.; Tong, Y.; Zhao, G.; Cheng, Z.-Y. Piezoelectric-excited membrane for liquids viscosity and mass density measurement. *Sens. Actuators A Phys.* **2017**, *261*, 196–201. [[CrossRef](#)]
8. Coleman, M.M. *Fundamentals of Polymer Science: An introductory Text*; Routledge: Abingdon-on-Thames, UK, 2019; ISBN 1-351-44639-8.
9. Roiter, Y.; Minko, S. AFM Single Molecule Experiments at the Solid–Liquid Interface: In Situ Conformation of Adsorbed Flexible Polyelectrolyte Chains. *J. Am. Chem. Soc.* **2005**, *127*, 15688–15689. [[CrossRef](#)]
10. Hadji, C.; Viot, L.; Picard, C.; Baléras, F.; Agache, V. MEMS with an embedded fluidic microchannel for sensitive weighing of liquid samples. In Proceedings of the 2017 IEEE 30th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), Las Vegas, NV, USA, 22–26 January 2017; IEEE: Piscataway, NJ, USA, 2017; pp. 1001–1004.
11. Khan, M.F.; Schmid, S.; Larsen, P.E.; Davis, Z.J.; Yan, W.; Stenby, E.H.; Boisen, A. Online measurement of mass density and viscosity of pL fluid samples with suspended microchannel resonator. *Sens. Actuators B Chem.* **2013**, *185*, 456–461. [[CrossRef](#)]
12. Lee, I.; Lee, J. Quality factor and vibration amplitude based viscosity measurements using suspended microchannel resonators. In Proceedings of the IEEE Sensors, Taipei, Taiwan, 28–31 October 2012; pp. 1–4.
13. Casset, F.; Danel, J.S.; Chappaz, C.; Civet, Y.; Amberg, M.; Gorisse, M.; Dieppedale, C.; Le Rhun, G.; Basrour, S.; Renaux, P.; et al. Low voltage actuated plate for haptic applications with PZT thin-film. In Proceedings of the 2013 Transducers & Eurosensors XXVII: The 17th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (TRANSDUCERS & EUROSensors XXVII), Barcelona, Spain, 16–20 June 2013; pp. 2733–2736.
14. Wang, G.; Li, F. An Online Viscosity Measurement Method Based on the Electromechanical Impedance of a Piezoelectric Torsional Transducer. *IEEE Sens. J.* **2018**, *18*, 8781–8788. [[CrossRef](#)]
15. Lucklum, F.; Reichel, E.K.; Jakoby, B. Miniature density–viscosity measurement cell utilizing electrodynamic-acoustic resonator sensors. *Sens. Actuators A Phys.* **2011**, *172*, 75–81. [[CrossRef](#)]
16. Ayela, C.; Nicu, L. Micromachined piezoelectric membranes with high nominal quality factors in newtonian liquid media: A Lamb’s model validation at the microscale. *Sens. Actuators B Chem.* **2007**, *123*, 860–868. [[CrossRef](#)]
17. Manzaneque, T.; Ruiz, V.; Hernando-García, J.; Ababneh, A.; Seidel, H.; Sánchez-Rojas, J.L. Characterization and simulation of the first extensional mode of rectangular micro-plates in liquid media. *Appl. Phys. Lett.* **2012**, *101*, 151904. [[CrossRef](#)]
18. Castille, C.; Dufour, I.; Lucat, C. Longitudinal vibration mode of piezoelectric thick-film cantilever-based sensors in liquid media. *Appl. Phys. Lett.* **2010**, *96*, 154102. [[CrossRef](#)]

19. Manzanque, T.; Ruiz-Díez, V.; Hernando-García, J.; Wistrela, E.; Kucera, M.; Schmid, U.; Sánchez-Rojas, J.L. Density-viscosity sensor based on piezoelectric MEMS resonator and oscillator circuit. In Proceedings of the IEEE Sensors 2014, Valencia, Spain, 2–5 November 2014; pp. 241–244.
20. Cox, R.; Josse, F.; Heinrich, S.M.; Brand, O.; Dufour, I. Characteristics of laterally vibrating resonant microcantilevers in viscous liquid media. *J. Appl. Phys.* **2012**, *111*, 014907. [[CrossRef](#)]
21. McLoughlin, N.; Lee, S.L.; Hähner, G. Simultaneous determination of density and viscosity of liquids based on resonance curves of uncalibrated microcantilevers. *Appl. Phys. Lett.* **2006**, *89*, 184106. [[CrossRef](#)]
22. Ducrot, P.-H.; Dufour, I.; Nicu, L.; Mathieu, F.; Ayela, C. Full system for piezoelectric organic MEMS resonators operating in liquid media. In Proceedings of the Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (TRANSDUCERS), 2017 19th International Conference on IEEE, Kaohsiung, Taiwan, 18–22 June 2017; pp. 1372–1375.
23. Tamayo, J.; Humphris, A.D.L.; Malloy, A.M.; Miles, M.J. Chemical sensors and biosensors in liquid environment based on microcantilevers with amplified quality factor. *Ultramicroscopy* **2001**, *86*, 167–173. [[CrossRef](#)]
24. Peiker, P.; Klingel, S.; Menges, J.; Bart, H.-J.; Oesterschulze, E. A Partially Wettable Micromechanical Resonator for Chemical- and Biosensing in Solution. *Procedia Eng.* **2016**, *168*, 606–609. [[CrossRef](#)]
25. Linden, J.; Thyssen, A.; Oesterschulze, E. Suspended plate microresonators with high quality factor for the operation in liquids. *Appl. Phys. Lett.* **2014**, *104*, 191906. [[CrossRef](#)]
26. Linden, J.; Oesterschulze, E. Improving the quality factor of cantilevers in viscous fluids by the adaptation of their interface. *Appl. Phys. Lett.* **2012**, *100*, 113511. [[CrossRef](#)]
27. Kucera, M.; Wistrela, E.; Pfusterschmied, G.; Ruiz-Díez, V.; Manzanque, T.; Hernando-García, J.; Sánchez-Rojas, J.L.; Jachimowicz, A.; Schalko, J.; Bittner, A.; et al. Design-dependent performance of self-actuated and self-sensing piezoelectric-AlN cantilevers in liquid media oscillating in the fundamental in-plane bending mode. *Sens. Actuators B Chem.* **2014**, *200*, 235–244. [[CrossRef](#)]
28. Wilkie-Chancellier, N.; Martinez, L.; Serfaty, S.; Griesmar, P. Lamb wave sensor for viscous fluids characterization. *IEEE Sens. J.* **2009**, *9*, 1142–1147. [[CrossRef](#)]
29. Pfusterschmied, G.; Kucera, M.; Steindl, W.; Manzanque, T.; Díez, V.R.; Bittner, A.; Schneider, M.; Sánchez-Rojas, J.L.; Schmid, U. Roof tile-shaped modes in quasi free-free supported piezoelectric microplate resonators in high viscous fluids. *Sens. Actuators B Chem.* **2016**, *237*, 999–1006. [[CrossRef](#)]
30. Yu, L.; Tian, Z. Case study of guided wave propagation in a one-side water-immersed steel plate. *Case Stud. Nondestruct. Test. Eval.* **2015**, *3*, 1–8. [[CrossRef](#)]
31. Zhu, Z.; Wu, J.; Li, J.; Zhou, W. A general dispersion relation for Lamb-wave sensors with liquid-layer loading. *Sens. Actuators A Phys.* **1995**, *49*, 79–84. [[CrossRef](#)]
32. Brissaud, M. *Matériaux Piézoélectriques: Caractérisation, Modélisation et Vibration*; Sciences Appliquées INSA Lyon; Presses Polytechniques et Universitaires Romandes: Lyon, France, 2007; ISBN 978-2-88074-692-6.
33. Heinisch, M. Mechanical Resonators for Liquid Viscosity and Mass Density Sensing. Ph.D. Thesis, Université de Bordeaux, Bordeaux, France, 2015.
34. Heinisch, M.; Voglhuber-Brunnmaier, T.; Reichel, E.K.; Dufour, I.; Jakoby, B. Reduced order models for resonant viscosity and mass density sensors. *Sens. Actuators A Phys.* **2014**, *220*, 76–84. [[CrossRef](#)]
35. Toledo, J.; Ruiz-Díez, V.; Pfusterschmied, G.; Schmid, U.; Sánchez-Rojas, J.L. Calibration procedure for piezoelectric MEMS resonators to determine simultaneously density and viscosity of liquids. *Microsyst. Technol.* **2018**, *24*, 1423–1431. [[CrossRef](#)]



Résumé :

Les systèmes vibrants proposent de manière grandissante des dispositifs en lien avec un environnement liquide pour des applications en tant que capteur et actionneur. Le fait d'immerger ces systèmes dans un milieu liquide entraîne une forte atténuation des performances comparée à une utilisation dans l'air ou dans le vide. Dans notre approche et grâce à l'utilisation d'actionneurs piézoélectriques placés sur une structure de verre, des ondes de Lamb antisymétriques sont générées. Dans leur régime subsonique, ces ondes ne rayonnent pas dans le milieu liquide ce qui leur permet de ne pas être atténuées et d'ainsi avoir un comportement sans pertes. Les caractérisations électromécaniques réalisées selon différentes configurations en milieu liquide ont permis de mesurer les performances du système en termes de fréquences de résonance, de facteurs de qualité et d'amplitudes de déplacement générées. Deux preuves de concept sont présentées. La première consiste à l'utilisation des ondes de Lamb pour réaliser des mesures simultanées de densité et de viscosité. Le capteur ainsi développé s'est montré adapté à la mesure d'importantes viscosités grâce à ses faibles pertes et ses forts facteurs de qualité en environnement hautement visqueux. La seconde preuve de concept est réalisée en milieu biologique autour de la formation de motifs de cellules adhérentes lors d'une culture cellulaire. Grâce aux forces acoustiques produites par la mise en vibration du système il est possible de créer des cicatrices millimétriques de cellules adhérentes à un support de verre. Les dimensions de ces zones d'exclusion peuvent varier selon plusieurs paramètres étudiés dont l'harmonique du mode de vibration généré. La méthode décrite permet une manipulation sans contact des cellules pour notamment des études sur la migration cellulaire. De par sa versatilité d'utilisation en tant que capteur et actionneur, le système présenté dans ces travaux a démontré la pertinence des ondes de Lamb pour des applications fluidiques et biologiques.

Mots clés : microsystème, actionneur piézoélectrique, capteur, applications biologiques.

Abstract : Study and development of MEMS components for biological applications

Vibrating systems offer more and more applications with liquid environment both as sensors and actuators. Immersed systems suffer from high damping compared to a use in vacuum or air. In our approach, thanks to the use of piezoelectric actuators placed on a glass structure, antisymmetric Lamb waves are generated within the glass. In their subsonic regime of propagation, Lamb waves do not radiate in liquid and thus are not damped and exhibit a lossless behavior. Electromechanical characterizations are performed in different liquid configurations to determine the resonance frequencies, quality factors and displacements generated by the Lamb waves. Two proofs of concept are presented. The first one is to use Lamb waves as a sensor to determine simultaneously density and viscosity of liquid. The developed sensor as shown to be adapted to measure density and high viscosity thanks to its low losses and high quality factors in highly viscous environment. The second proof of concept demonstrated in a biological environment is the creation of patterns on a population of adherent living cells in culture. Thanks to acoustic forces in liquid generated by vibration it is possible to create millimetric lines of exclusion for adherent cells on the glass substrate. Dimensions of the established patterns depends on various studied parameters including Lamb wave order. The described method allows a contactless manipulation of living cells for studies about cell migration. This work shows a new approach of the use of Lamb waves used as sensor or actuator for applications in a fluidic or biological environment.

Key words : MEMS, piezoelectric actuator, sensing, biological applications.