



HAL
open science

Conception et caractérisation de microdispositifs en technologie titane pour implants médicaux

Gwenaël Bécan

► **To cite this version:**

Gwenaël Bécan. Conception et caractérisation de microdispositifs en technologie titane pour implants médicaux. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Paris-Saclay, 2021. Français. NNT : 2021UPAST049 . tel-03261959

HAL Id: tel-03261959

<https://theses.hal.science/tel-03261959v1>

Submitted on 16 Jun 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.

Conception et caractérisation de
microdispositifs en technologie titane pour
implants médicaux

*Conception and characterization of titanium-
based microsystems for medical implants*

Thèse de doctorat de l'université Paris-Saclay

École doctorale n°575, Physique et ingénierie : électrons, photons,
sciences du vivant (EOBE)

Spécialité de doctorat : électronique et optoélectronique, nano- et
microtechnologies

Unité de recherche : Université Paris-Saclay, CNRS, Centre de Nanosciences et de
Nanotechnologie, 91120 Palaiseau, France

Référent : Faculté des sciences d'Orsay

**Thèse présentée et soutenue à Paris-Saclay,
le 05/05/2021, par**

Gwenaël BÉCAN

Composition du Jury

Rémi DUSSART Professeur, Université d'Orléans	Président
France LE BIHAN Professeure, Université de Rennes 1	Rapporteuse et examinatrice
Gaëlle LISSORGUES Professeure, ESIEE Paris	Rapporteuse et examinatrice
Guillaume AGNUS Maître de conférences, Université Paris-Saclay	Examineur

Direction de la thèse

Elie LEFEUVRE Professeur, Université Paris-Saclay	Directeur de thèse
Marion WOYASIK Maîtresse de conférences, Université Paris-Saclay	Co-Encadrante et examinatrice
Bertrand BOUTAUD Président, MISTIC SAS	Invité

« Ose devenir ce que tu es.
Ne te tiens pas quitte à bon compte.
Il y a d'admirables possibilités dans chaque être.
Persuade-toi de ta force et de ta jeunesse.
Sache te redire sans cesse : "Il ne tient qu'à moi." »

André Gide

Remerciements

J'aimerais tout d'abord remercier mes deux rapporteuses France Le Bihan et Gaëlle Lissorgues pour leur lecture approfondie de mon manuscrit, qui je l'espère, vous a intéressé par la singularité de son approche. Je tiens également à remercier Guillaume Agnus et Rémi Dussart d'avoir accepté d'examiner mon travail.

Ce travail de thèse a été rendu possible grâce à un certain nombre de personnes, qui ont contribué directement ou indirectement à son aboutissement. Je désire ici leur témoigner ma reconnaissance à travers ces quelques lignes, qui ne sont que le pâle reflet de l'impact réel qu'ils ont eu sur mon travail et sur cette tranche de vie qu'est la thèse.

Je tiens tout d'abord à souligner la qualité de l'encadrement et les conseils avisés d'Elie Lefevre, de Marion Woytasik et de Bertrand Boutaud. Vous m'avez fait confiance et m'avez accueilli. Grâce à vous, j'ai pu grandir humainement et techniquement au cours de ces trois années. Pour tout cela, je vous dois un grand MERCI.

Je veux remercier toute l'équipe MISTIC passée et présente pour tous nos échanges et ce travail effectué ensemble dans la bonne humeur : Edouard, Hadrien, Jodie, Rim. Merci également pour toutes les chouquettes et autres pâtisseries marocaines sur lesquelles j'ai craqué pendant nos réunions. L'aventure continuera ensemble !

J'aimerais remercier tout le personnel de la salle blanche C2N tout particulièrement Nathalie Isac pour sa gentillesse, sa générosité et sa contribution conséquente sur les parties polissages et étapes d'assemblage. Je remercie David Bouville pour son assistance répétée en lithographie et sa bonne volonté. J'aimerais remercier également Abdou, Fabien Bayle, Samson Edmond, Cédric Villebasse, Téo Baptiste, Antoine Martin, Jean-René Coudevylle et Etienne Herth pour leurs aides diverses au cours de ce projet. Cela a été un vrai plaisir de travailler avec une équipe aussi bienveillante et j'espère que cela continuera encore un bon moment.

J'aimerais remercier l'équipe de la salle blanche de l'ESIEE Paris Frédéric Marty, Nicolas Pavy, Magdalena Couty, Lionel Rousseau et Alexandre Bongrain pour leur accueil.

Je remercie Alexis et Abdel de l'atelier du C2N pour leur proactivité et leurs précieux conseils dans l'élaboration de plans mécaniques.

Je remercie chaleureusement les chercheurs du C2N pour m'avoir donné les clés pour pouvoir avancer sereinement sur ce projet. Vous avez su créer un écosystème dans lequel il était très agréable d'évoluer que cela soit au travers d'échanges techniques ou de conversations plus légères autour d'un café. Je remercie ici Alain Bosseboeuf pour

ses remarques toujours pertinentes sur mon projet, Fabien Parrain pour sa conception du banc de fatigue et sa bonne humeur, Philippe Coste pour ses conseils en programmation et en interférométrie, Emile Martincik son soutien sur ANSYS et Mehdi Ammar son aide sur les essais de vieillissements. Je remercie également Johan Moulin et Pierre-Yves Joubert.

Merci aux anciens alternants avec lesquels j'ai eu la chance de travailler : Baptiste Rousset pour m'avoir transmis l'art du pull test et Jérémmy Machado pour son aide sur le développement d'une recette BCB.

Je remercie également mes collègues et amis rencontrés au C2N au cours de cette thèse, Bogdan, Alexis, les Lucas B., Lucas Depreux, Alexiane, Giulia, Clément, Sylvie, Olivier, Etienne, Imran et Sylvain avec lesquels des liens durables se sont tissés bien au-delà du cercle professionnel, des pauses déjeuner et de nos parties de tarot.

J'adresse un remerciement spécial à Clara pour ses encouragements continus et son soutien indéfectible pendant une très grande partie de cette thèse.

J'ai eu la chance d'être bien entouré au cours de cette thèse. A tous mes amis bretons et non bretons (Joliot & Co ou d'ailleurs), d'école d'ingénieur, merci pour votre fidélité !

Enfin, merci à ma famille proche, tout particulièrement à mes parents Pascale et Loïc, mon frère Sébastien, ma sœur Claire, mes nièces Nina et Julia et ma grand-mère Marie-Louise, d'avoir été tout simplement présente pour moi tout au long de mon parcours.

Table des matières

Remerciements.....	i
Introduction générale	1
Environnement de travail	1
Présentation générale du sujet	1
Chapitre 1 : Contexte et état de l'art	5
1.1 Introduction	5
1.2 L'industrie des MEMS	5
1.2.1 Généralités	5
1.3 Terminologie des implants médicaux.....	6
1.4 La mesure de pression dans le corps humain	8
1.4.1 Introduction.....	8
1.4.2 La pression intracrânienne	9
1.4.3 La pression intraoculaire	10
1.4.4 La pression au sein de la vessie.....	12
1.4.5 La pression sanguine.....	13
1.4.6 Conclusion.....	14
1.5 Les capteurs de pression implantables : quels besoins ?	16
1.5.1 La consommation énergétique.....	16
1.5.2 La télémétrie.....	17
1.5.3 Le vieillissement et la dérive temporelle.....	17
1.5.4 La biocompatibilité	18
1.5.5 Considération sur le packaging.....	21
1.6 Etat de l'art des différentes méthodes de transduction des capteurs de pression implantables	22
1.6.1 Introduction.....	22
1.6.2 Capteurs à membrane	22
1.6.3 Autres types de transduction	28
1.6.4 Les capteurs de pression implantables biodégradables	30
1.6.5 Conclusion.....	32
1.7 Les propriétés du titane massif.....	32
1.7.1 Introduction.....	32
1.7.2 Les grades du Ti et ses alliages	33

1.7.3	Ses propriétés physiques et chimiques	34
1.8	Etat de l'art des MEMS en titane massif	36
1.9	Conclusion	40
Chapitre 2	: Microfabrication à base de titane massif.....	42
2.1	Introduction	42
2.2	Les procédés de fabrication	43
2.2.1	Introduction	43
2.2.2	Fabrication de membranes en titane	43
2.2.3	Fabrication de traversées en titane.....	44
2.3	Assemblage de substrats	45
2.3.1	Introduction.....	45
2.3.2	Vue d'ensemble des solutions d'assemblage.....	45
2.3.3	Vue d'ensemble des solutions d'assemblage du titane	49
2.3.4	Choix des substrats de verre pour ce projet.....	50
2.4	Développement d'un procédé de scellement provisoire de substrats.....	51
2.4.1	Développement d'une recette d'assemblage avec « dry film ».....	54
2.5	Développement d'un procédé d'assemblage par thermocompression	62
2.5.1	Introduction	62
2.5.2	Méthode de test en traction.....	63
2.5.3	Assemblage à l'échelle de la puce.....	63
2.5.4	Essai sur substrat 4 pouces.	67
2.5.5	Essai d'assemblage à l'échelle de la puce avec cordons	69
2.5.6	Essai sur puces polies.....	73
2.5.7	Conclusion.....	77
2.6	Conclusion	77
Chapitre 3	: Modélisation et conception.....	78
3.1	Introduction	78
3.2	Propositions de design	79
3.3	La fabrication envisagée.....	80
3.3.1	L'obtention de membranes en titane.....	80
3.3.2	La traversée en Ti.....	81
3.3.3	Le scellement de la cavité : le bonding.....	82
3.4	Modélisation.....	83

3.4.1	Modèles mécaniques analytiques des membranes	83
3.4.2	Cas des grandes déflexions	86
3.5	Modélisation analytique du comportement électrique du capteur	87
3.5.1	La formule de la capacité.....	87
3.5.2	Cas de la membrane embossée	88
3.5.3	Cas de la membrane sans pilier.....	89
3.6	Discussion sur les hypothèses de travail	90
3.6.1	Compression hydraulique	90
3.6.2	Effet de la gravité.....	90
3.6.3	Effets de bords.....	91
3.6.4	Impact de la pression électrostatique.....	92
3.6.5	Dimensionnement des membranes embossées par simulation par éléments finis	94
3.6.6	Comparaison des deux systèmes capacitifs.....	97
3.7	Conclusion.....	99
Chapitre 4	: Caractérisation mécanique de la membrane du capteur.....	101
4.1	Introduction	101
4.2	Les membranes en titane réalisées	101
4.2.1	Les masques utilisés	101
4.3	Inspections au MEB.....	102
4.4	Estimation de l'épaisseur d'une membrane titane	103
4.4.1	Introduction.....	103
4.4.2	Estimation de l'épaisseur minimale d'une membrane avec pilier.....	103
4.4.3	Comparaison avec l'interférométrie grand champ.....	104
4.4.4	Estimation de l'épaisseur minimale d'une membrane sans pilier	106
4.5	Caractérisation du profil du fond de gravure	106
4.5.1	Observation en coupe après enrobage et polissage.....	106
4.5.2	Mesure d'épaisseur par profilométrie mécanique.....	108
4.5.3	Prise en compte du profil de fond de gravure dans le modèle.....	110
4.6	Caractérisation mécanique.....	114
4.6.1	Introduction.....	114
4.6.2	Caractérisation statique.....	115
4.6.3	Comparaison mécanique des membranes avec pilier et sans pilier	136

4.6.4	Caractérisation des modes de vibration des membranes	137
4.7	Conclusion.....	143
Chapitre 5 : Réalisation de preuves de concept.....		145
5.1	Introduction	145
5.2	Différents prototypes	145
5.2.1	Introduction.....	145
5.2.2	Proposition d'un premier prototype de capteur de pression Ti/verre	145
5.2.3	Proposition d'un second prototype de capteur de pression Ti/verre	148
5.2.4	Prototype Ti/Ti assemblé par film de résine sec	153
5.2.5	Modèle électrique	154
5.2.6	Discussion sur le choix du prototype	155
5.3	Méthode de caractérisation électrique.....	155
5.3.1	Test par gonflement en configuration de mesure électrique.....	155
5.3.2	Design d'un circuit d'acquisition.....	156
5.3.3	Prototypage du capteur de pression par assemblage sur PCB	158
5.4	Résultats.....	160
5.4.1	Caractérisation des puces Ti/Ti.....	160
5.4.2	Mesure de pression au niveau de la carotide	163
5.5	Conclusion.....	163
Conclusion générale et perspectives.....		165
Conclusion.....		165
Perspectives		166
Etude de fiabilité du capteur		166
Optimisation de l'assemblage		168
Améliorations du design.....		169
Exploration pour d'autres domaines		170
Références.....		171

Introduction générale

Environnement de travail

Cette thèse CIFRE a été effectuée entre deux établissements d'accueil le Centre de Nanosciences et de Nanotechnologies (C2N) et la jeune entreprise MISTIC SAS.

Les activités menées au sein du C2N rejoignent la thématique générale de la thèse qui est le biomédical. La thèse a été menée au sein du département microsystemes et nanobiofluidique, dont les thématiques de recherche vont de l'étude physique à l'ingénierie de ces microsystemes. Les équipes s'intéressent ainsi aux différentes phases de développement d'un microsysteme. Les recherches portent ainsi sur la conception et le dimensionnement de tels systèmes mais également sur le développement de nouveaux procédés de microfabrication.

L'équipe « Microsystemes pour le médical » se focalise sur l'étude de dispositifs portable ou implantable orientés sur la santé comme les dispositifs de récupération d'énergie pour les implants cardiaques ou la création de capteurs de pression capacitifs à l'aide de matériau viscoélastique pour l'étude de la marche.

L'entreprise MISTIC SAS a été fondée en 2016 et dispose d'une ligne de fabrication pilote basée à l'ESIEE Paris. La société vise à designer, développer et commercialiser des microsystemes (MEMS) en titane.

Les différents partenaires du projet collaborent sur la création d'une filière MEMS titane depuis 2014. Certains développements technologiques sont ainsi antérieurs aux travaux présentés dans cette thèse, comme l'approvisionnement de wafers de titane ou les résultats d'essais de gravure. Ces développements ont donc constitué des jalons importants et un prérequis nécessaire au bon déroulement de cette thèse.

Présentation générale du sujet

La pression au sein d'un organe est l'un des indicateurs-clés de l'état de santé d'un être humain. Chaque organe (œil, cerveau, vessie ou abdomen...) dispose de sa propre signature en pression. Il n'existe ainsi pas une, mais des pressions. La pression est notamment une grandeur physique, qui avec le débit, permet de rendre compte de la bonne circulation d'un fluide et de ses mécanismes de régulation, de sa production à son élimination. Dans le corps humain, différents fluides sont concernés comme le sang, le liquide cébrospinal ou l'urine. La tension artérielle est par exemple un paramètre physiologique incontournable dans le diagnostic de nombreuses pathologies cardiaques. Cette tension est la conséquence directe de la pression qu'exerce le sang sur les parois d'une artère. Les parois de l'artère se tendent sous l'effet de la pression appliquée par le fluide. L'unité de la tension est ainsi identique à

Introduction générale

celle de la pression et les termes de tension et de pression artérielles sont interchangeables.

Sans utiliser de capteurs sophistiqués, il est possible de sentir différentes pressions de notre corps à l'aide de nos sens, en mobilisant par exemple le toucher par des techniques de palpation. Lors d'une prise de pouls, l'onde de pression générée par le cœur est perçue par les récepteurs situés à l'extrémité des doigts. Il est alors possible de compter le nombre de battements cardiaques se déroulant pendant une fenêtre de temps fixée. Ce type de méthode permet d'effectuer des diagnostics simples sur l'état d'une personne ou d'un patient, mais souffre d'un manque de précision et d'une grande subjectivité de l'utilisateur. D'autres méthodes quantitatives ont ainsi vu le jour pour mesurer la pression avec plus de précision et augmenter en ce sens la quantité d'informations recueillies. Un exemple de ce type de mesure est le tensiomètre. Le tensiomètre se présente généralement sous la forme d'un brassard gonflable, qui va venir s'enrouler autour du bras d'un individu. Ce dispositif muni d'un capteur de pression permet de mesurer de façon non-invasive l'onde de pression au niveau d'une artère périphérique, l'artère brachiale. Cette mesure est non-invasive mais offre davantage de renseignements quant aux différentes phases de contraction ou de relâchement du cœur, ce qui en fait un outil de diagnostic largement employé. Cependant, le fait d'effectuer une mesure *ex situ*, et par conséquent éloignée de la zone d'étude le cœur détériore sa précision et peut se révéler insuffisante pour le diagnostic ou le suivi de certaines maladies.

Lorsqu'une mesure de pression précise s'impose, comme c'est le cas pour diverses pathologies comme le glaucome, l'hypertension artérielle ou l'hydrocéphalie, une mesure invasive est utilisée : la cathétérisation. Cette technique consiste à introduire un cathéter à travers un trou naturel ou artificiel dans le corps humain. Bien que cette technique constitue le standard de la mesure de pression invasive, elle ne permet que d'obtenir qu'une image fixe de la pression pendant une durée limitée de l'ordre de la minute à quelques jours. Au-delà, la cathétérisation se heurte à des problématiques d'infection ou d'immobilisation du patient à l'hôpital pendant la mesure. Pour de nombreuses pathologies chroniques, cette méthode se révèle donc insuffisante.

La mesure de pression long-terme représente malgré tout un enjeu majeur en médecine, car suivre l'évolution de la pression revient à saisir une dynamique et renseigne sur l'évolution d'une maladie. Ce genre de données peut donc se montrer capital à la suite d'une intervention chirurgicale ou d'un traitement médicamenteux.

Pour de nombreuses maladies chroniques comme l'insuffisance cardiaque ou l'incontinence, une alternative consiste à obtenir une mesure de pression à l'aide d'un implant qui comporte un capteur de pression. Ce capteur de pression permet alors d'effectuer une mesure chronique long-terme *in situ*. Cette démarche permet alors de

Introduction générale

mieux traiter et de suivre ces maladies en limitant les risques d'infection pouvant causer la mort du patient.

Différents capteurs de pressions ont pour cela vu le jour. Une des nécessités du domaine est d'employer des matériaux biocompatibles pour empêcher les réponses immunitaires du corps à l'introduction d'un élément étranger. Jusqu'à maintenant, la plupart des capteurs de pressions implantables indiquent de très faibles taux de réussites technologiques et cliniques à cause des nombreuses contraintes de biocompatibilité long-terme de leur transducteur. Parmi ces matériaux, une très grande majorité de développement se concentre sur la création de capteurs basés sur des encapsulations à base de polymères. Cependant, ce type de matériau est non hermétique et souffre généralement d'un manque de recul concernant leur biocompatibilité sur des périodes pouvant s'étaler jusqu'à la dizaine d'années, durée de vie standard des stimulateurs cardiaques et autres implants actifs. Parmi les meilleurs matériaux biocompatibles, le titane offre d'excellentes caractéristiques mécaniques et de résistance à la corrosion. Il se prête donc très bien à des applications implantables. C'est la raison pour laquelle, il est largement utilisé pour les coques passives d'implants à long-terme comme les défibrillateurs cardiaques.

Ce projet de thèse vise à concevoir un microcapteur de pression implantable destiné à des implantations à long-terme. L'originalité de l'approche réside dans l'emploi de titane massif comme matériau de base et l'utilisation de technologies de microfabrication dédiées. Pour parvenir aux dimensions attendues pour un tel capteur, la résolution des techniques classiques de micro-usinage du titane n'est pas suffisante. De telles dimensions peuvent en revanche être obtenues par des techniques de microfabrication analogues à celles développées pour le silicium dans l'industrie des MEMS. Une transposition des procédés de fabrication pour le silicium vers le titane massif est indispensable pour réaliser un tel dispositif.

Au-delà de la réalisation technique d'un prototype fonctionnel du capteur de pression implantable, ce projet de thèse revêt différents aspects multidisciplinaires et a pour ambition :

- d'améliorer la compréhension du matériau titane en tant que transducteur,
- de démontrer l'atout que représente l'utilisation du titane dans la création de dispositifs destinés au domaine de l'implantable,
- de développer de nouvelles briques technologiques basées sur le matériau titane,
- de proposer une approche alternative de capteur de pression implantable basée sur un biomatériau prometteur.

Introduction générale

Ce manuscrit de thèse est organisé de la façon suivante :

Le chapitre 1 propose une vue synthétique du domaine des implants médicaux et plus particulièrement des enjeux liés à la mesure de pression au sein de différents organes. A la lumière d'un état de l'art des principales techniques de transduction des capteurs de pression implantable, le choix d'une approche titane est présenté et discuté. Après une introduction aux propriétés du matériau titane, les principales techniques existant dans le domaine de la microfabrication sur substrat de titane massif sont exposées.

Le chapitre 2 présente les différentes techniques de microfabrication utilisées au cours de projet pour réaliser un capteur de pression en titane. Différentes approches d'assemblage 3D polymère et permanent développées au cours de cette thèse, et nécessaires à la réalisation du capteur de pression seront décrites.

Dans le chapitre 3, le principe de fonctionnement complet du capteur est explicité. Les comportements mécanique et électrique du transducteur et du capteur complet sont modélisés analytiquement et par la méthode des éléments finis. Ces études visent à dimensionner le capteur afin de répondre aux exigences des applications visées.

Le chapitre 4 présente une synthèse des principaux résultats de tests mécaniques réalisés sur la partie sensible des transducteurs. Ces résultats sont confrontés aux modèles proposés dans le chapitre 3. Le comportement des transducteurs est en particulier analysé à différents niveaux de pression afin de maîtriser complètement le comportement mécanique du capteur.

Le chapitre 5 étudie plusieurs solutions d'assemblage du capteur de pression et analyse les caractérisations électriques du capteur assemblé. Les performances obtenues sont alors comparées à celles exigées dans le domaine.

Enfin, ce manuscrit s'achève sur une discussion concernant les résultats de ce projet, les approfondissements à mener et les perspectives d'études et de développement qui s'inscrivent dans le prolongement de cette thèse.

Chapitre 1 : Contexte et état de l'art

1.1 Introduction

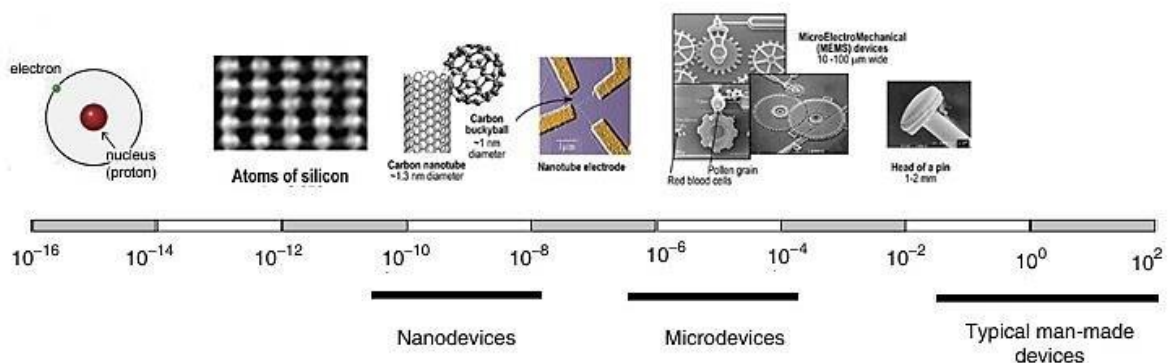
Ce chapitre a pour but de positionner le travail de thèse dans un contexte le plus général possible, permettant de saisir les tenants et aboutissants de ce projet au travers des différents besoins et enjeux du domaine des implants médicaux.

L'application principale retenue ici est la mesure de pression dans le corps humain. Dans un premier temps, les différents enjeux médicaux des mesures de pression *in vivo* seront détaillés. Après avoir présenté une partie des besoins du domaine de l'implantable, un état de l'art des différentes solutions de transduction sera donné. Pour finir, la nouvelle approche proposée, impliquant des microsystèmes en titane, sera introduite.

1.2 L'industrie des MEMS

1.2.1 Généralités

Les MEMS (Micro Electro Mechanical Systems) sont des dispositifs faisant intervenir des phénomènes mécaniques et électriques, dont les dimensions se situent typiquement dans la gamme de 1 à 1000 μm . Conceptualisés dans les années 60, ils ont commencé à être commercialisés dans les années 80. Leur particularité réside dans les techniques de fabrication utilisées, qui font intervenir les savoir-faire de l'industrie des semiconducteurs. Les MEMS sont donc des objets allant de la taille des cellules vivantes jusqu'aux dimensions du visible par l'œil humain et sont pour la plupart plus petits que la tête d'une épingle, comme illustré en Figure 1-1.



Les applications couvertes par le domaine des MEMS sont variées allant du champ des capteurs comme les accéléromètres des téléphones portables, jusqu'au domaine des actionneurs comme les microvalves en fluide.

Les marchés sont variés et touchent tous les pans de l'économie allant du domaine

industriel et des transports jusqu'au domaine médical en passant par les applications grand public. Les accéléromètres et les capteurs de pression représentent à eux-seuls près d'un tiers des revenus engendrés par l'industrie des MEMS comme illustré sur la Figure 1-2. En 2015, le marché des MEMS a représenté 9,61 milliards de dollars de chiffre d'affaires et il est estimé à 19,28 milliards de dollars pour 2021 [2].

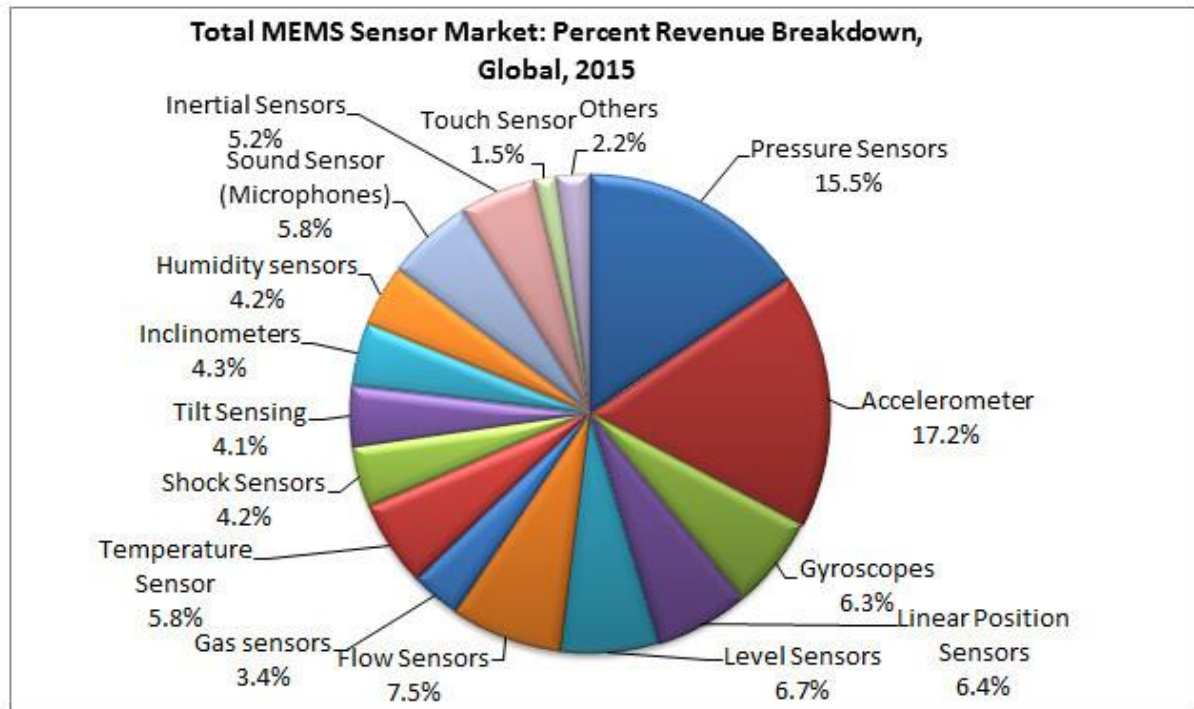


Figure 1-2 : les différents types de MEMS [2].

Les capteurs de pression sont des appareils permettant de mesurer la pression au sein d'un fluide ou d'un gaz. Ces capteurs sont généralement catégorisés par leur mécanisme de transduction, qui reposent notamment sur les principes capacitif, piézorésistif, optique ou piézoélectrique [3].

Il existe différentes sortes de capteurs :

- Les capteurs de pression absolue mesurent la pression par rapport à une pression de référence faible « proche » du vide.
- Les capteurs de pression relative sont utilisés pour mesurer la pression par rapport à la pression atmosphérique.
- Les capteurs de pression différentielle mesurent la différence entre deux pressions, celles de deux fluides par exemple.
- Les capteurs de pression manométriques étanches, qui compare la pression à une pression fixe plutôt qu'à une pression atmosphérique [4].

1.3 Terminologie des implants médicaux

Un dispositif médical est défini par une directive de 1993. Il s'agit d'un instrument, appareil, logiciel, matériau qui peut être utilisé pour le diagnostic, la prévention, le suivi,

le traitement ou l'allégement d'une maladie, d'une blessure ou d'un handicap, pour investiguer, remplacer ou modifier l'anatomie ou un processus physiologique [5].

D'après le système de classification de l'organisme américain de régulation des appareils médicaux, la Food & Drug Administration (FDA), les dispositifs médicaux sont partagés en trois catégories. Les dispositifs de classe I sont des dispositifs ne présentant qu'un risque léger pour le patient comme les instruments chirurgicaux manuels. Les dispositifs de classe II incluent des dispositifs de mesure de suivi ou impliquant des rayons X. Les dispositifs de classe III sont des dispositifs soumis à plus de contrôles. Ces dispositifs permettent de maintenir la vie humaine ou sont des dispositifs dont les mécanismes de fonctionnement n'ont pas été suffisamment évalués lors d'études antérieures sur des dispositifs analogues.

Un implant médical est un dispositif médical conçu pour remplacer ou soutenir une structure biologique manquante, défailante ou endommagée et en augmenter les caractéristiques physiologiques [6]. La notion d'implant sous-entend l'introduction d'un corps étranger autonome dans le corps. Les implants médicaux allant du stent aux stimulateurs cardiaques en passant par les implants neuronaux entrent généralement dans les classes II et III du système de classification FDA des dispositifs médicaux.

Les implants médicaux actifs sont des implants, qui, pour fonctionner, intègrent une source d'énergie généralement électrique comme une pile sans exploiter de l'énergie générée par le corps humain ou par l'intermédiaire de la gravité [6]. Différents types d'implants actifs et passifs sont illustrés en Figure 1-3.

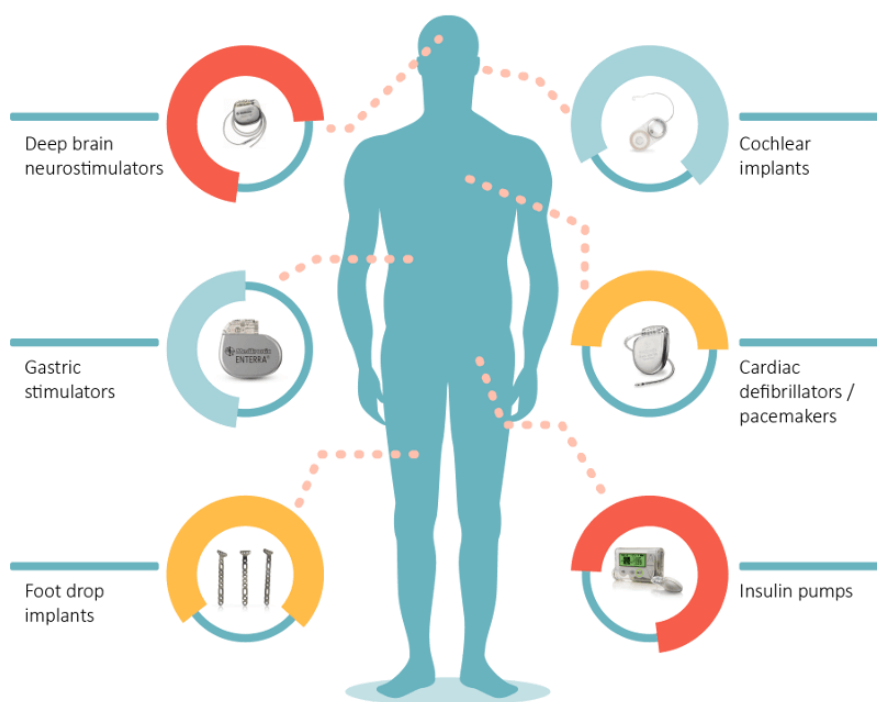


Figure 1-3 : différents types d'implants médicaux [7].

1.4 La mesure de pression dans le corps humain

1.4.1 Introduction

La pression est une grandeur physique qui rend compte des échanges cinétiques des particules constitutives d'un système thermodynamique. Dans son premier mémoire sur la pression des artères et ses variations physiologiques paru en 1819, Poiseuille parvient à relever ses valeurs et leur limites normales à l'aide d'un manomètre de mercure relié à une artère qu'il appellera hémodynamomètre [8].

La pression est l'un des paramètres physiologiques clés permettant de suivre l'état de santé d'un patient. Chaque organe ou fluide corporel dispose en effet de sa propre signature en pression. Pour certaines pathologies comme le glaucome, l'hydrocéphalie ou l'insuffisance cardiaque [9], [10], il s'agit de l'un des seuls paramètres physiques connus permettant de suivre l'évolution de l'état de santé du patient. Des variations de pression autour d'une valeur de référence peuvent ainsi être la cause ou un révélateur d'un dysfonctionnement dans la physiologie du patient.

Aujourd'hui, la mesure ponctuelle de pression reste largement prédominante dans le domaine médical. L'usage de techniques non invasives est largement employé mais se heurte à des limites de précision et à des risques du fait de l'utilisation d'ondes à hautes énergie (lumière, rayons X...) [9]. L'usage de techniques invasives est alors requis. La voie standard consiste à utiliser des cathéters afin de mesurer la pression localement. La méthode par cathétérisation constitue ainsi le moyen de diagnostic standard pour de nombreuses pathologies de façon précise et localisée.

Les besoins de mesure de pression varient cependant en fonction du but à atteindre. Quel que soit l'organe visé, il est possible de ségréguer les différentes solutions par la durée de la mesure. Pour des applications de dépistage de routine ou de contrôle, des mesures ponctuelles sont aujourd'hui accessibles généralement à l'aide d'un cathéter muni d'un capteur de pression ou par des mesures de pression *ex vivo*, qui peuvent être également accessibles pour le grand public. Dans le cas de pathologies plus complexes, une étude sur une plage de temps plus longue peut s'imposer comme lors d'une surveillance après une opération chirurgicale. La mesure long-terme *in vivo* permet de suivre chez un patient les mécanismes dynamiques de régulation au sein du corps humain. Ce type de mesure est pour le moment privilégié pour des pathologies lourdes, mais ouvre la voie vers des mécanismes de mesures continues et d'adaptation de traitement en temps réel, où des processus de rétroaction diagnostic/traitement pourront intervenir.

Pour ces mesures de pression intracorporelle, les spécificités et spécifications à atteindre vont dépendre des différentes régions du corps considérées. Un tour d'horizon des principales zones du corps où la mesure de pression chronique s'avèrerait pertinente va ainsi être présenté.

1.4.2 La pression intracrânienne

Une des pathologies qui bénéficierait le plus d'une mesure de pression chronique est l'hydrocéphalie chronique. Il s'agit d'une perturbation dans la régulation du liquide cébrospinal : un déséquilibre apparaît entre la fonction de production du liquide, la moelle osseuse et la fonction de drain. Ces deux fonctions ne sont plus balancées, ce qui se traduit par une augmentation ou une diminution de la pression intracrânienne [11]. Le patient peut alors contracter des troubles de la marche et de l'équilibre, des troubles sphinctériens et/ou de troubles cognitifs affectant la mémoire ou l'attention [12]. La pathologie est diagnosticable par scanner et est caractérisée par un élargissement des ventricules comme illustré en Figure 1-4. Une ponction lombaire est ensuite nécessaire pour confirmer le diagnostic [12].

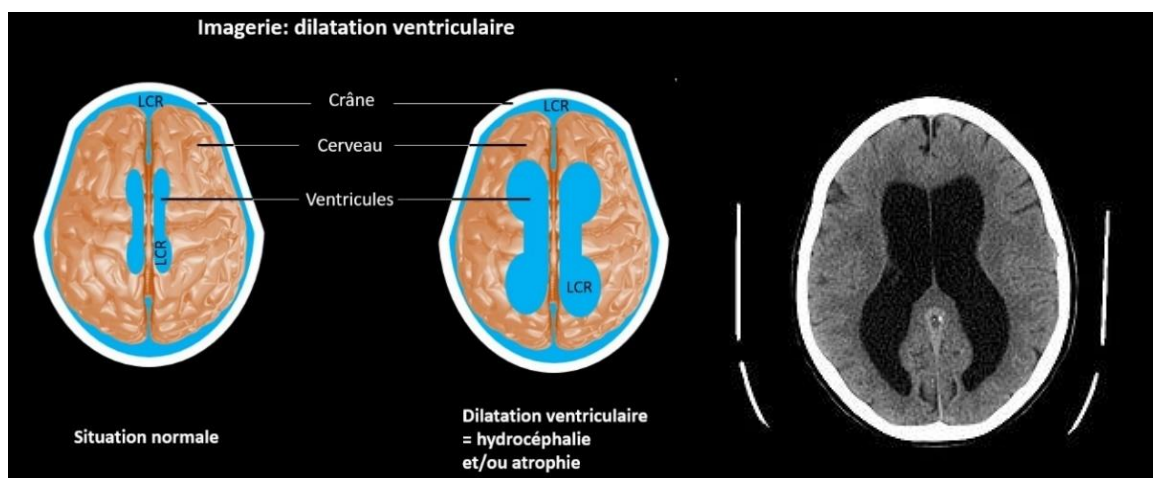


Figure 1-4 : à gauche, schéma de principe de la dilatation ventriculaire [12]. À droite, image scanner d'un patient atteint d'hydrocéphalie [12].

Il peut alors être proposé de traiter la maladie en posant un drain de dérivation sous anesthésie générale. Celui-ci permet de réguler l'hypertension en drainant l'excès de liquide le plus souvent vers l'abdomen à l'aide d'un cathéter [9]. Les risques d'infection et d'hémorragies sont les complications les plus significatives.

Une mesure de pression intracrânienne peut également se révéler pertinente pour suivre l'état de santé d'un patient atteint d'autres troubles, comme un traumatisme crânien, un anévrisme, des tumeurs au cerveau, une attaque cérébrale ou une méningite [9].

Des méthodes de détection non invasives existent : l'ultrasonographie Doppler, l'IRM, le scanner, le suivi du déplacement de la membrane du tympan, l'ophtalmoscope ou la mesure du diamètre de la gaine du nerf optique [13]. Elles présentent pour avantage d'être peu chères et d'éviter des complications opératoires au patient, mais souffrent d'un grand manque de précision et ne sont pas toujours applicables pour un très grand nombre de patients [13]. Aussi, la méthode de mesure standard consiste à poser un drain de dérivation partant d'un ventricule vers un dispositif extérieur au cerveau et à

mesurer la pression [11], [13]. Une alternative consiste à utiliser un cathéter couplé à un capteur de pression, ce qui présente l'avantage de diminuer le risque d'infection. Cependant, ce risque d'infection est d'autant plus élevé que la mesure dure longtemps [9].

Trois des principales techniques historiques pour mesurer la pression intracrânienne sont invasives et sont illustrées dans la Figure 1-5. La solution de type intraventriculaire est la méthode standard pour drainer le fluide en surpression et mesurer la pression en même temps mais se couple à un risque d'infection. Les sondes industrielles Camino (Integra LifeSciences Corporation) et Codman Microsensor ICP (Codman & Shurtleff Inc.) sont parmi les plus classiques [9], [14]. La sonde optique Camino permet de pénétrer dans le ventricule ou parfois au niveau du parenchyme. Cette sonde permet une mesure régulière qui peut atteindre 5 jours [15]. La sonde Codman est une sonde de type piézorésistive permettant également d'effectuer une mesure régulière pendant plusieurs jours et est placée dans le parenchyme [16], [17].

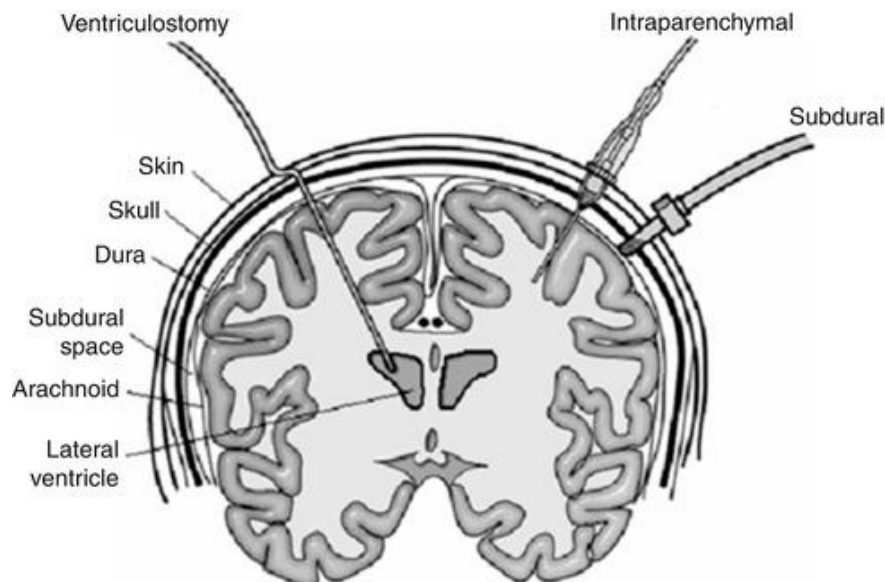


Figure 1-5 : les mesures de pression intracrânienne [18].

1.4.3 La pression intraoculaire

La pression intraoculaire est l'un des paramètres principaux pour saisir les phénomènes de régulation de l'humeur aqueuse et vitrée au sein de l'œil. Cette pression peut être affectée par l'activité physique, le régime alimentaire et d'autres facteurs encore non compris [19]. Une pression de 10 à 21 mmHg est généralement considérée comme normale [14], [19]. Cette pression dépend de l'individu et peut être différente pour chaque œil, avec une différence inférieure à 3 mmHg [19]. La mesure de pression est la plus pertinente dans le cas d'une maladie appelée glaucome [9]. Cette maladie peut entraîner une diminution progressive de la vue pouvant conduire à la cécité. Un glaucome se traduit par une destruction du nerf optique avec une perte de cellules ganglionnaires de la rétine et une hypertension oculaire. Le trabéculum, le tissu de fibres collagènes qui assure le drain de l'humeur aqueuse en dehors de l'œil vers le

canal de Schlemm, dysfonctionne, cela entraîne une augmentation de la pression. Les zones de l'œil où sont présentes les humeurs vitreuses et aqueuses sont données en Figure 1-6.

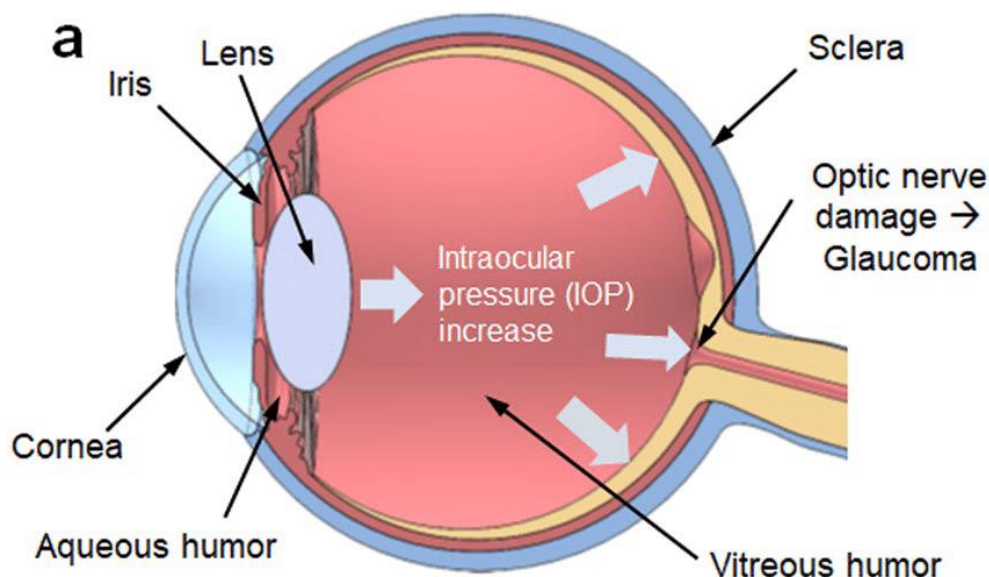


Figure 1-6 : anatomie de l'œil [19].

La méthode de mesure la plus utilisée est la tonométrie d'aplanissement de Goldmann basée sur la loi d'Imbert-Fick. Cette loi se place dans le cas de figure suivant : une pression interne d'une sphère parfaite est distribuée de façon uniforme et une force extérieure est appliquée sur la sphère pour l'aplanir localement et arriver à un équilibre des forces au niveau de la surface d'application [20]. En pratique, la force est exercée par un stylet. Il s'agit de la mesure *ex vivo* la plus courante. Bien qu'elle soit très précise, elle nécessite d'anesthésier l'œil mais la mesure est altérée par l'épaisseur de la cornée, qui constitue une variation individuelle. Il existe également d'autres techniques, notamment le tonomètre à jet d'air billes, qui permettent d'aplanir localement l'œil. Cette méthode moins précise permet de s'affranchir de certaines difficultés de la méthode Goldmann comme la nécessité d'anesthésier l'œil et est plutôt utilisée à des fins de dépistage [20]. Une photographie montrant un tonomètre dynamique de contour est donnée en Figure 1-7, gauche.

D'autres solutions de type lentilles de contact ont été développées. Une lentille de contact (Sensimed) a été approuvée par la FDA et a obtenu un marquage CE en 2018. Elle peut être alimentée sans fil mais nécessite le port d'un aimant sur le visage et peut effectuer une mesure pendant 24 heures en continu mais sans garantie de précision absolue de la mesure [21]. Quelques limitations sont à noter : sa mesure se base sur la déformation de la cornée, qui est variable entre individus et seule une mesure continue sur une journée est possible [22]. Un autre dispositif commercial l'Argos-IO de Implantsdata Ophthalmic products GmbH propose une solution de type lentille, dont une photographie est donnée en Figure 1-7, droite. Le circuit de lecture alimente le capteur, collecte la donnée et l'envoie à un autre circuit de lecture pour interprétation. Il n'y a

cependant pas de système corrigeant la dérive temporelle et des recalibrations fréquentes sont nécessaires [22], [23].



Figure 1-7 : à gauche tonomètre dynamique de contour. A droite, la lentille de contact Sensimed [21].

1.4.4 La pression au sein de la vessie

Mesurer la pression au sein de la vessie permet de rendre compte du niveau de fonctionnalité de la vessie en étudiant son remplissage ou le niveau d'urine résiduel après miction. Cette mesure s'avère notamment pertinente dans le cas de problèmes d'incontinence urinaire. Cette maladie est source d'inconfort chez un patient mais peut également conduire à une insuffisance rénale, à des infections et parfois même à la mort [14], [24]. Les causes sont multiples et peuvent être liées à une consommation excessive d'alcool, une grossesse, un accouchement, une tumeur, un cancer ou encore de problèmes de prostate.

Des méthodes non invasives comme la méthode par ultrasons permettent d'estimer le volume d'urine au sein de la vessie. La méthode souffre cependant d'un manque de précision et ne permet pas de saisir les aspects dynamiques du fonctionnement de la vessie [14]. Enfin, l'utilisation d'ondes à haute énergie s'avère néfaste à long terme pour le patient [24]. Une autre méthode de mesure la plus classique consiste à utiliser un cathéter et à le faire passer par l'urètre afin d'effectuer une mesure *in situ* [24]. Cette méthode est invasive et analogue aux mesures par cathéter présentées dans les cas précédents. Cette méthode appelée cystoscopie est illustrée en Figure 1-8. L'utilisation d'un cathéter présente également l'inconvénient d'introduire un biais dans la mesure causé par les perturbations au sein du cathéter [24]. De nouvelles thérapies à base de stimulations électriques au niveau des nerfs contrôlant la vessie, appelées techniques de neuromodulation, bénéficieraient de l'introduction de ces capteurs de pression implantables [9].

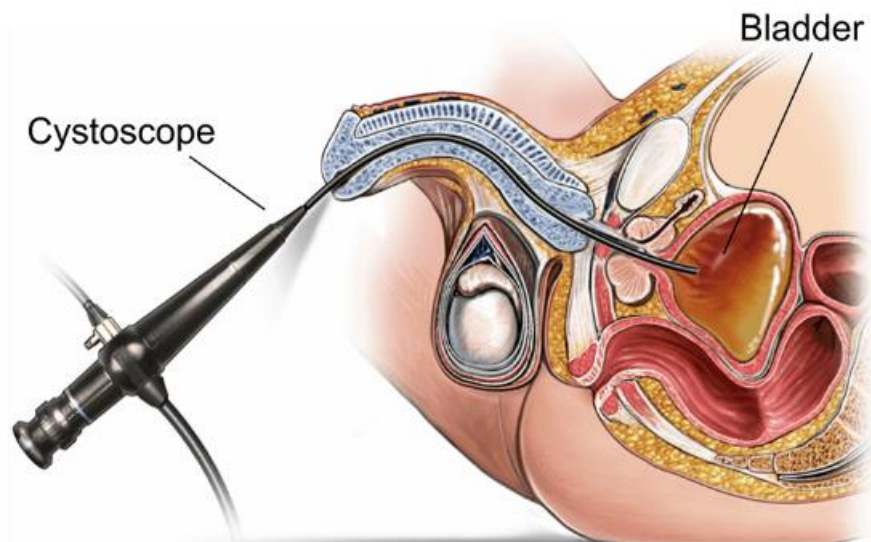


Figure 1-8 : procédure de cystoscopie impliquant un cathéter [25].

1.4.5 La pression sanguine

La pression du sang est l'une des mesures physiologiques les plus importantes du corps humain. Elle permet d'assurer le contrôle du débit sanguin et est par conséquent associée au transport de l'oxygène et des nutriments au sein de l'organisme. La mesure cardiaque invasive est utilisée depuis 1959 et de nombreuses études ont montré qu'il y avait une forte corrélation entre la pression sanguine et les risques de maladie cardiovasculaires [26], [27]. De plus, une pression sanguine élevée s'accompagne souvent d'un plus grand taux d'attaque cardiaque, d'infarctus du myocarde ou d'insuffisance cardiaque et également de mortalité [26].

L'étude COMPASS menée aux Etats-Unis avait pour but de déterminer si les systèmes implantables de suivi de l'insuffisance cardiaque étaient utiles d'un point épidémiologique ou non. L'étude a montré que cela permettait de retarder la première hospitalisation [28]. La variable hémodynamique la plus pertinente à évaluer est la pression au sein de l'artère pulmonaire et est celle qui se corrèle le plus avec ce type d'événements. L'étude CHAMPION (CardioMEMS Heart Sensor Allows Monitoring of Pressure to Improve Outcomes in NYHA) est la plus significative et a montré que sur 550 patients, le taux d'admission à l'hôpital pour insuffisance cardiaque par rapport à un groupe de contrôle avait été réduit de 48 % grâce à l'implantation du système de mesure de pression commercial CardioMEMS d'Abbott, qui sera décrit par la suite [28].

La pression sanguine est un terme générique qui englobe plusieurs mesures de pression intéressantes qui dépendent de la zone d'intérêt. Il peut ainsi s'agir d'une mesure de pression au sein du ventricule droit, de l'oreillette gauche, de la pression capillaire, celle de l'artère pulmonaire ou au niveau de la veine cave [14]. Une illustration de la complexité des différents signaux de pression cardiaque selon les différentes zones d'intérêt est donnée grâce au diagramme de Wiggers montré en Figure 1-9.

Pour autant, le standard reste encore la mesure externe à l'aide du brassard ou

l'utilisation de systèmes de cathéter pénétrant dans les artères. Ce dernier système présente des risques d'infections. Ces mesures sont également affectées par l'effet blouse blanche qui peut entraîner de mauvais diagnostics à cause d'effets psychologiques [9]. Enfin, ces types de mesures entraînent des problèmes de confort, de mesures intermittentes et peut entraîner des occlusions du flux sanguin. Les mesures non invasives sont généralement moins précises et moins stables.

La plupart des maladies vasculaires sont causées par des blocages vasculaires, comme la maladie coronarienne. L'artériographie est un examen de routine qu'utilisent les soignants pour diagnostiquer la maladie coronarienne ou les problèmes d'hypertension [3].

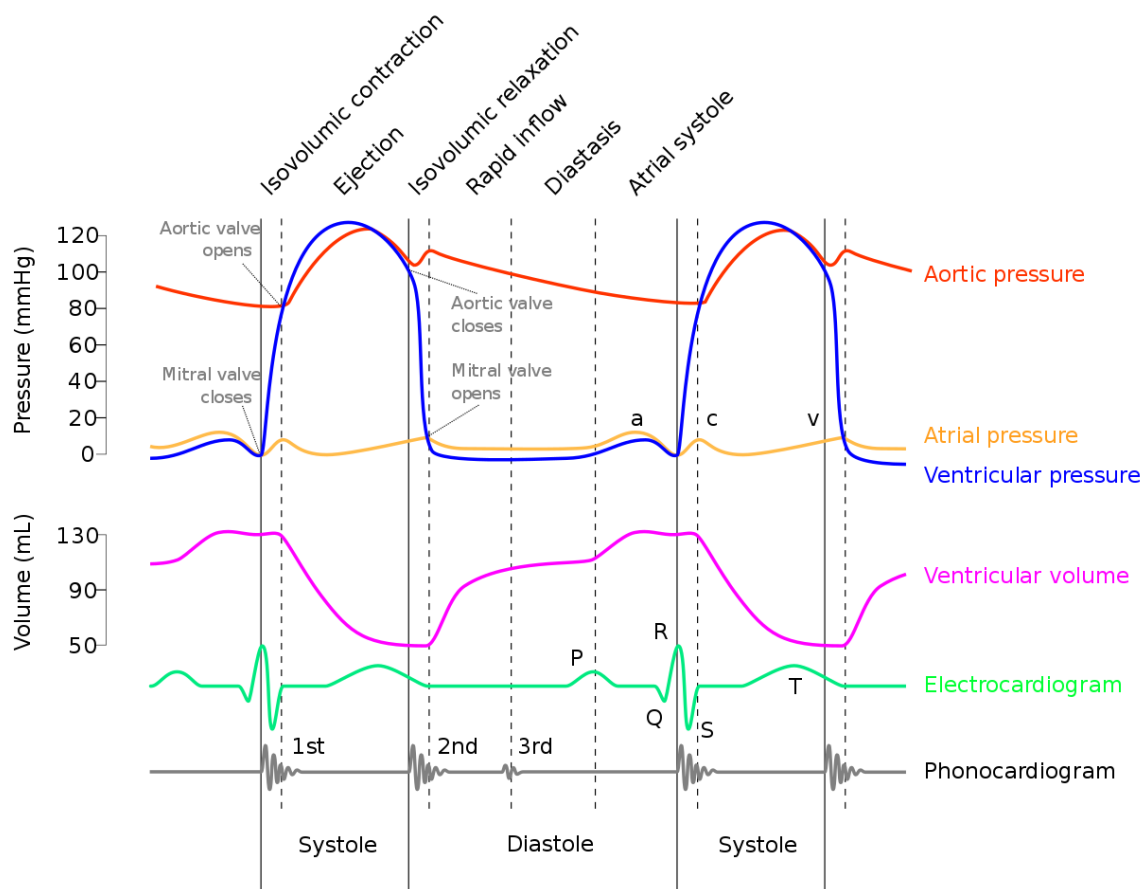


Figure 1-9 : diagramme de Wiggers.

1.4.6 Conclusion

Les principaux endroits du corps où une mesure de pression implantable seraient la plus pertinente ont été décrits. Poeggel et al. ont synthétisé ces régions par le schéma de la Figure 1-10 [10]. Il est possible de voir qu'il existe également d'autres endroits du corps que ceux précédemment mentionnés, comme la mesure de pression au sein de l'appareil respiratoire, du foie, des reins, de l'estomac, du colon, dans les muscles ou les os.

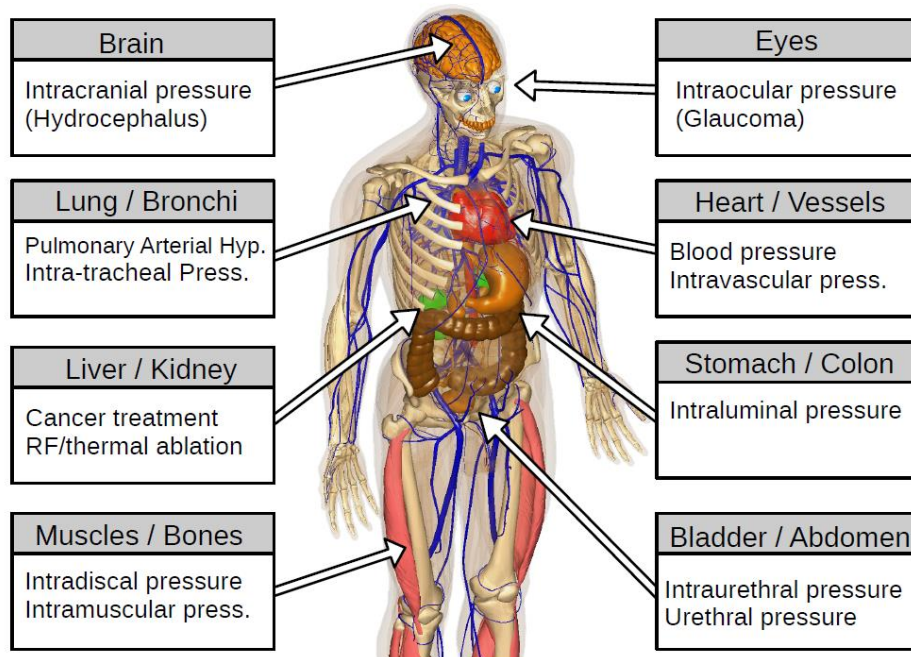


Figure 1-10 : zones du corps humain qui pourrait bénéficier de l'apport d'une mesure de pression en continue in vivo [10].

Yu et al. ont cherché à synthétiser les caractéristiques à atteindre pour réaliser un capteur de pression implantable en fonction du signal physiologique d'intérêt [9]. Ces données sont reportées dans le Tableau 1-1. Il est ainsi possible de voir que la pression sanguine est la pression avec la plus grande amplitude de pression, elle-même majorée par la plage dynamique de la pression ventriculaire. Les résolutions à atteindre pour toutes ces applications sont de l'ordre de 1 mmHg. Les fréquences d'échantillonnage peuvent être très faibles car les signaux en pression sont à extrêmement basse fréquence. La bande passante est donc permissive pour toutes les applications, sauf pour le cas de la pression sanguine pour laquelle de nouvelles études montrent que la forme du signal peut s'avérer intéressante pour évaluer la présence de certaines pathologies. Enfin, en fonction de la localisation dans le corps, différentes considérations concernant le packaging ou l'intégration à un packaging sont à prévoir. Il faut prévoir dans ces différents cas une pose du capteur via un système de cathéter. Cela peut également se faire en intégrant le capteur au shunt de dérivation pour le cas du traitement de l'hydrocéphalie ou par des lentilles de contact pour l'œil, ou encore pour le traitement des sténoses directement sur le stent.

Ainsi, pour concevoir un capteur de pression versatile, il faut que ce capteur permette une mesure de pression dans une gamme assez large, de l'ordre de 0 – 300 mmHg avec une résolution de l'ordre de 1 mmHg. Ce sont ces caractéristiques qui seront visées pour le capteur de pression étudié dans cette thèse.

Tableau 1-1 : Paramètres pertinents pour le développement de capteurs de pression implantables [9].

Application	Echelle de pression en mmHg	Résolution en mmHg	Bande passante en Hz	Considérations concernant le packaging
Crâne	-10 à 50	1	0-30	Intégration au shunt de dérivation ou à un cathéter
Œil	12-22, > 22 anormale	2	0-30	Injection à l'aide d'aiguilles, lentilles de contact
Sang	50-180	1	0-200	Cathéters, stents
Vessie	10-70, jusqu'à 150 pendant le vidage de la vessie	1	3-5	Cathéter intra-urètre
Abdomen	0,2-16.2	--	0-15	

1.5 Les capteurs de pression implantables : quels besoins ?

Le secteur de l'implantable biomédical requiert des capteurs fiables, robustes avec des critères d'implantation extrêmement normés. Il faut notamment tenir compte d'un ensemble de paramètres tels que la consommation énergétique, la biocompatibilité, la dérive temporelle du capteur, la transmission des informations à travers le corps ou encore la compatibilité avec l'imagerie par résonance magnétique. Enfin, il faut également prendre en considération l'endroit de pose du capteur. Le milieu humain est humide, parfois salin et le capteur est en contact avec des fluides visqueux contenant de la matière biologique. Dans cette partie, les principales considérations concernant le design d'un capteur de pression pertinent pour le milieu de l'implantable sont mentionnées.

1.5.1 La consommation énergétique

Dans les systèmes médicaux implantables actifs, la source d'énergie est assurée par une pile lithium-Ion. Pour les pacemakers et défibrillateurs cardiaques, cette pile a une

durée de vie de 10 ans. En fin de vie, il faudra alors changer le boîtier. Il est donc impératif de minimiser la consommation pour éviter au patient de se faire opérer chirurgicalement et à avoir à renouveler cette pile trop souvent. Cette minimisation est d'autant plus importante qu'il existe par ailleurs un risque d'endommagement des tissus environnants par échauffement ou risques électriques [29]. La pile occupe actuellement la majorité de l'espace au sein d'un pacemaker. La consommation d'un stimulateur cardiaque moderne est comprise entre 20 et 50 μW dépendant de ses réglages [30].

Cette réflexion autour de la consommation énergétique a également poussé des solutions de mesure de pression, pour lesquelles la consommation est absente, à l'instar du capteur de pression totalement passif CardioMEMS de chez Abbott.

Enfin, ces dernières années ont vu l'essor du domaine de la récupération d'énergie, qui vise à exploiter des phénomènes physiologiques et physiques afin de produire localement tout ou partie de l'énergie électrique consommée par l'implant permettant ainsi de réduire la taille de la pile [31].

1.5.2 La télémétrie

Afin d'assurer un suivi correct du patient, l'implant doit communiquer avec l'extérieur pour indiquer s'il fonctionne toujours correctement et transmettre un ensemble de données.

Deux cas de figure sont les plus fréquemment exploités [9], [29]. Le premier s'appelle la télémétrie active et fonctionne grâce à une communication sans fil. Elle consiste à disposer d'un implant avec une source d'énergie et d'un instrument externe disposant également de sa source d'énergie. Les deux nœuds communiquent sans fil. La force de cette solution est que le système de communication est performant, il y a une grande bande passante de partage de données autorisant des distances de communication allant de 20 cm à 10 m. La faiblesse réside dans le fait que ce type de communication impose l'emploi d'une batterie à durée de vie limitée et que le volume occupé par les sources d'énergie est très important comparé au volume de l'implant.

Le deuxième est la télémétrie passive pour lequel l'implant n'a pas besoin d'énergie et est interrogé par un système externe. C'est le cas par exemple de la mesure de pics de résonance de circuit LC [9].

Dans ces deux cas de figure, la communication se fait généralement au travers de transmission utilisant des antennes RF ou des couplages inductifs [9].

1.5.3 Le vieillissement et la dérive temporelle

La dérive temporelle est un problème qui survient notamment pour les implantations longues. Elle peut affecter la précision de la mesure au cours du temps [29]. La dérive temporelle se traduit soit par une dérive de la sensibilité ou par une dérive de l'offset

[9]. Elle correspond à une évolution temporelle des caractéristiques du capteur causée par des effets de vieillissement, par des changements physiologiques au sein du corps ou par une réaction du capteur à son environnement [29]. Ce premier cas peut être causé par un vieillissement général du capteur et par des phénomènes de fatigue mécanique [29]. A cela s'ajoute une dérive causée par l'environnement ambiant comme le système d'attache au tissu humain, par l'absorption de substances par le capteur, par des variations locales de pression ou des changements de la composition dans le corps. Toutes ces causes peuvent mener à des phénomènes de dérives [9]. L'encrassement biologique (biofouling en anglais) est un exemple de contribution à la dérive. Pour les capteurs de type membranaire, il arrive que l'adsorption de cellules à la surface viennent affecter la réponse mécanique des membranes. La plupart des polymères absorbent l'humidité, ce qui va venir affecter leur performance [22].

Par ailleurs, une grande partie des capteurs réalise une mesure absolue et nécessite une calibration avant l'implantation pour étalonner la mesure réalisée par rapport à une mesure de référence. En effet, l'utilisation d'une pression de référence implique qu'un changement de caractéristiques est possible en fonction de divers paramètres comme la température [9].

1.5.4 La biocompatibilité

Le terme « biocompatible » est un mot-valise qui englobe un certain nombre de mécanismes. Le sens *stricto sensu* du mot désigne une harmonie avec le corps, mais la notion même du mot a évolué au cours du temps. La biocompatibilité était synonyme de sûr et inerte : non toxique, non irritant, non allergisant, non cancérigène [32]..

Cette définition se révèle cependant insuffisante pour plusieurs raisons.

Tout d'abord, aucun matériau est totalement inerte, il ne suffit pas que le matériau ne se dégrade pas à l'échelle microscopique. Il s'agit le plus souvent d'impuretés qui sont relâchés dans cet environnement. Par ailleurs, les problématiques liées aux surfaces et aux réactions aux interfaces notamment l'adsorption de protéines est un point à examiner pour un très grand nombre de matériaux [32].

Les matériaux biodégradables ne sont pas, d'après cette définition, biocompatibles, puisqu'ils ne sont pas inertes, ce qui paraît contre-intuitif. Enfin, si le matériau est réellement inerte alors il ne s'intégrera pas totalement dans le corps humain, c'est notamment le cas pour les prothèses [32].

Le terme biocompatible a donc été redéfini il y a quelques années par « la capacité à effectuer une réponse appropriée par l'hôte dans une situation spécifique » [32]. La biocompatibilité doit ainsi être plutôt vue comme un critère de performance dans une situation donnée et s'ancrer dans un contexte d'étude, plutôt qu'une simple caractéristique du matériau. La biocompatibilité est donc une échelle de performance évaluant l'intégration d'un matériau au sein d'un corps dans un cas donné, à l'instar d'une figure de mérite en ingénierie. Les matériaux biocompatibles sont aussi désignés par le terme « biomatériaux ».

Le développement des biomatériaux a vu différentes générations de dispositifs se succéder. La première génération visait à minimiser la toxicité des matériaux. La seconde génération cherchait à ajuster la fonctionnalité des matériaux sur les plans mécanique et moléculaire notamment, pour améliorer l'intégration du matériau dans son environnement. La troisième génération rajoute la notion de régénération des tissus environnants en emploi conjugué avec des matériaux bioactifs. Le but pour certaines applications est que le matériau s'intègre dans son environnement [32].

La biocompatibilité revêt ainsi différentes notions ou besoins :

- La biotolérance.
- La bioadhésion encore appelée intégration osseuse.
- La biofonctionnalité ou bioactivité.

Les biomatériaux sont majoritairement des métaux, des céramiques, des polymères synthétiques ou des matériaux composites [32]. Les principaux matériaux métalliques biocompatibles utilisés dans le domaine de l'industrie implantable sont composés des éléments Ti, Fe, Co, Cr, Ni, V, Al et Ta pour certains sous leur forme pure ou plus généralement sous la forme d'alliage. Certains métaux nobles comme l'Au, l'Ag ou le Pt sont également biocompatibles.

La biocompatibilité de ces matériaux métalliques est largement basée sur leur propriété intrinsèque à former une fine couche d'oxyde protectrice à leur surface. Cet oxyde se forme lorsque le matériau est exposé à de l'oxygène et peut se reformer après avoir été endommagé.

Chaque métal a son propre intérêt dépendant de l'application visée. Les principaux utilisés dans l'industrie de l'implantable sont l'acier inoxydable 316 L (SS316L), le titane et ses alliages (Ti6Al4V et Nitinol) et le Co-Cr [32].

Le SS316L (66 % Fe, 19 % Cr, 9 % Ni, 3 % Mo et 2 % Mn avec du Si et du C) est un matériau résistant utilisé pour de petits points de fixation mécaniques pour les prothèses (hanche et genou). Son utilisation est en déclin car des alliages plus légers lui sont préférés. Son oxyde est composé principalement de Fe_2O_3 et de Cr_2O_3 . Son utilisation peut présenter des risques de corrosion et de corrosion par piqûres, ce qui constitue sa première cause de rupture. Des ions Ni peuvent alors être relâchés dans le corps et peuvent avoir tendance à s'accumuler dans les organes résultant en une augmentation de la toxicité [32].

Le Co-Cr sous forme d'alliage avec du W, Mo ou d'autres métaux peut être utilisé pour des applications en lien avec le support de poids. Il s'agit d'un matériau léger présent dans les prothèses de hanche et de genou. Cependant les problèmes d'usure et de

fatigue sont assez fréquents avec ce matériau. Ce qui implique qu'il est très peu employé en contact d'autres métaux. On préfère alors le mettre en contact avec des polymères ou certaines parties d'un implant. Il est ainsi utilisé pour les implants de type stent artériel. Des interrogations quant à l'usure hypothétique du matériau qui entraînerait une augmentation de la toxicité en ions Cr ont conduit à une diminution de son utilisation [32].

Le Ti et ses alliages sont les matériaux métalliques les plus communs et les alliages de titane dominant actuellement le marché.

L'alliage Ti6Al4V est utilisé dans les prothèses de hanche, de genoux et de vertèbres. Il s'agit d'un matériau léger avec un module d'Young très propice à une utilisation dans le corps humain. Son oxyde de surface est constitué de TiO_2 et de Al_2O_3 à des taux similaires aux concentrations volumiques. Le TiO_2 est extrêmement stable et inerte dans les conditions physiologiques et électrochimiques. Le Ti6Al4V montre une légère toxicité causée par la présence de V en surface mais il peut alors être remplacé par du Ta ou du Nb [32].

Le nitinol est un alliage à mémoire de forme utilisé pour les stents et en orthodontie constitué pour moitié de Ni et pour moitié de Ti. La surface de l'alliage est considérée comme étant du TiO_2 . Il est utilisé lorsque l'intégration du matériau avec les tissus environnants n'est pas critique et pas désirée comme dans le cas des stents. Ses caractéristiques mécaniques sont intéressantes [32].

Les céramiques sont des matériaux utilisés pour leur dureté et leur résistance à l'usure [33]. Selon le matériau, ils peuvent être inertes, bioactifs ou biodégradables. Quelques exemples : l'alumine (Al_2O_3) et le zircon (ZrO_2) et le carbone pyrolytique sont inertes biologiquement. Les céramiques ne supportent généralement pas des charges lourdes.

L'alumine est notamment utilisée en orthopédie et en odontologie. Le carbone pyrolytique est employé dans les valves de cœur artificielles. Le SiO_2 et le CaO possèdent des propriétés bioactives et sont capables de créer des liaisons avec des tissus de l'hôte et peuvent ainsi être idéal comme revêtement [33]. Le tricalcium phosphate de formule $Ca_3(PO_4)_2$ est utilisé pour la fabrication de nouveaux os [33].

Les polymères sont flexibles et ont des caractéristiques mécaniques très variables. Leur comportement mécanique évolue dans le temps et sont viscoélastiques. Ils sont utilisés pour diverses applications comme pour les membranes des pompes dans les cœurs artificiels [33]. Le polytetrafluoroéthylène (PTFE) est utilisé dans certains cathéters permettant la pose de stents [33].

Enfin, certains matériaux composites sont également biocompatibles. Il s'agit de

mélanges des trois catégories précédentes dans le but de bénéficier des propriétés de chacune de ces catégories [33] ; Céramique et polymère pour combler les défauts dans les os. L'introduction de ce type de matériau est récente et devrait se renforcer dans le futur.

1.5.5 Considération sur le packaging

Dans le choix d'un transducteur adapté intervient également la problématique de la durée d'implantation. Il faut par exemple mettre en œuvre un boîtier suffisamment hermétique et étanche pour éviter que des éléments toxiques utilisés en électronique comme le silicium soient relâchés dans le corps et pour éviter que l'humidité ou les milieux salins et corrosifs du corps humain n'affectent l'électronique [9].

Ainsi, la sélection du matériau pour le packaging est également conditionnée à sa perméabilité à l'eau, ce qui va limiter grandement le choix pour une application long-terme *in vivo*. Les polymères se révèlent ainsi perméables à l'eau et ont des caractéristiques mécaniques variant dans le temps qui les rendent peu propices à une utilisation pour les implants à long terme, comme l'illustre la Figure 1-11. Les métaux, cristaux, céramiques et verres semblent alors plus adaptés pour réaliser l'interface avec le milieu humain. L'étape d'encapsulation est donc une étape primordiale qui devra également tenir compte des étapes de stérilisation [9].

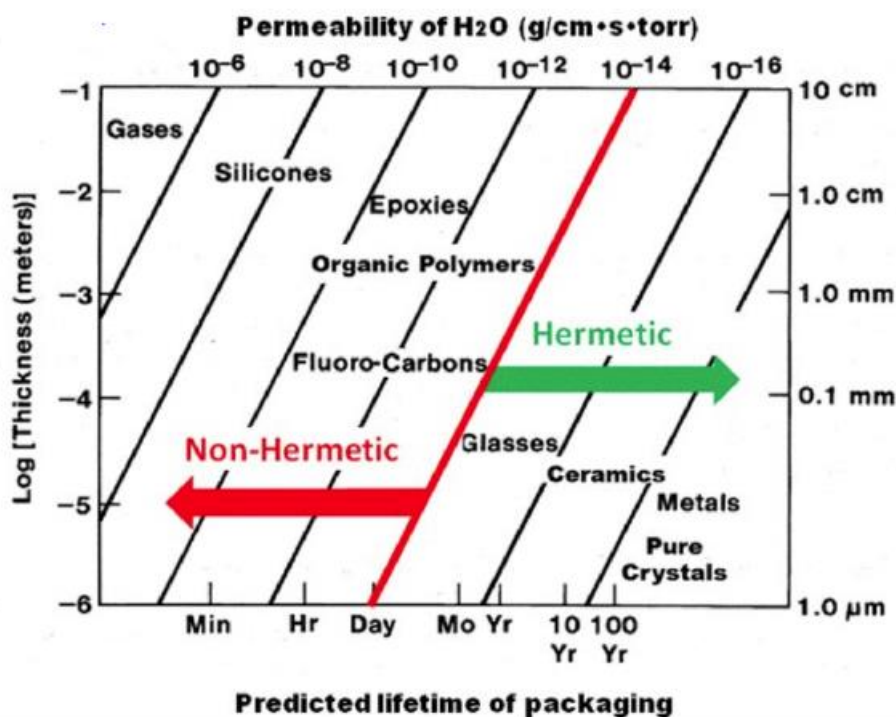


Figure 1-11 : perméabilité à la vapeur d'eau de divers matériaux [34].

Lorsque l'utilisation d'un matériau non-biocompatible est nécessaire, un coffrage biocompatible étanche est généralement nécessaire. En général, une seconde étape d'encapsulation à l'aide d'un revêtement polymère (parylène ou en caoutchouc de silicone) serait censé augmenter l'étanchéité et la biocompatibilité de l'implant [9].

En plus des considérations concernant le matériau, les dimensions du packaging doivent être adaptées à l'endroit où l'implant sera posé et la taille doit être minimisée au vue de réduire les risques pour le patient [29]. Les angles aigus doivent être limités afin de faciliter l'implantation [9].

1.6 Etat de l'art des différentes méthodes de transduction des capteurs de pression implantables

1.6.1 Introduction

Après avoir étudié les besoins liés au développement d'un capteur implantable, une vue d'ensemble des capteurs de pression créés pour ces quatre régions du corps est donnée.

1.6.2 Capteurs à membrane

L'utilisation de membranes déformables est l'approche la plus répandue pour réaliser des capteurs de pression implantables [9]. De par sa simplicité et ses degrés de liberté en terme de géométrie et de matériau, cette approche a permis de développer une très vaste variété de designs [35]–[47]. L'un de ses points forts réside dans la possibilité d'obtenir un capteur extrêmement compact, propriété particulièrement intéressante pour ce type d'application [9].

Les approches de transduction les plus classiques sont les approches piézorésistives, capacitives et utilisant des circuits RLC, dont des descriptions de fonctionnement schématiques sont données en Figure 1-12. D'autres modes de transduction par membrane seront également présentés ci-après.

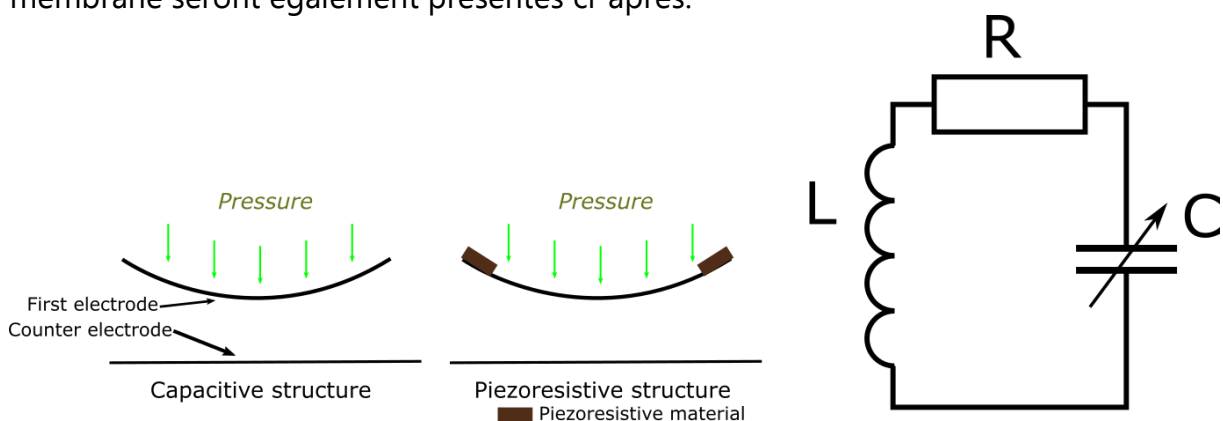


Figure 1-12 : les trois modes de transduction les plus répandus pour les capteurs de pression implantables. A gauche, le mode transduction de type capacitif. Au milieu, le mode de transduction de type piézorésistif. A droite, le mode de transduction de type circuit RLC.

1.6.2.1 Exemples de circuit de type capacitif

La méthode capacitive exploite l'utilisation d'une membrane qui sous l'effet de la pression va se déformer, comme illustré en Figure 1-12. Cette membrane peut être métallique ou avoir un revêtement métallique qui permet de réaliser une première électrode. Sous l'effet de la pression, la membrane va se déformer et se rapprocher

d'une contre-électrode située à proximité. Cet effet va donc induire un changement de capacité entre les deux électrodes. Le système réagit donc comme une capacité variable sensible à la pression et sa sensibilité s'exprimera généralement en fF/mmHg. Ce mode de transduction permet d'obtenir des capteurs très sensibles, mais elle nécessite cependant une très grande proximité du circuit d'acquisition, car les capacités sont généralement faibles [9].

Pour la mesure de pression sanguine, Chau et al. ont développé un capteur capacitif avec une sensibilité de 1,39 fF/mmHg à 500 mmHg [48]. Ils ont amélioré leur capteur pour atteindre une sensibilité de 3 fF/mmHg [49]. Enfin, un design micro capacitif à intégrer dans un implant de type brassard, qui peut s'enrouler autour d'un nerf a été réalisé [50]. Le capteur est composé d'électrodes en or déposées sur un film PDMS. Les sensibilités obtenues vont de 7,3 fF/mmHg à 10,8 fF/mmHg avec des capacités nominales de 65,8 pF à 69,3 pF. L'utilisation de réseaux de capteurs permet également d'augmenter la sensibilité [9]. Coosemans et al. ont choisi un capteur de pression absolue commercial permettant de mesurer 0,41 fF/Pa (B012FA, VTI Technologies) pour mesurer la pression au sein de la vessie [51].

1.6.2.2 Exemple de circuit de type piézorésistif

La méthode piézorésistive exploite le phénomène de piézorésistivité de certains matériaux. Ce phénomène se traduit par un changement de résistivité au sein du matériau sous l'effet d'une déformation mécanique comme illustré en Figure 1-12. Ce type de transduction est généralement moins sensible que la transduction de type capacitive et a tendance à dériver en température et au cours du temps. Le montage électrique en pont de Wheatstone permet de s'affranchir en partie de ces effets [10]. A l'aide de ce circuit, il est alors possible de convertir l'information utile de variation de résistance en variation de tension. La sensibilité de ce type de circuit s'exprime généralement en $\mu\text{V/V/mmHg}$, car le minimum de résolution du circuit dépend de la polarisation imposée à l'entrée du circuit. Un capteur piézorésistif en silicium de dimensions $100 \times 150 \times 1300 \mu\text{m}$ avec une membrane en polysilicium piézorésistif de $103 \mu\text{m} \times 103 \mu\text{m}$ a été fabriqué pour un cathéter [52]. Il démontre une sensibilité de $2 \mu\text{V/V/mmHg}$ qui permet de mesurer la pression sanguine avec une précision de 2 mmHg. De nombreux implants sont basés sur cette technologie [53]–[62]. Cette méthode est plutôt adaptée à la mesure par cathéter afin d'effectuer une mesure aiguë pour laquelle la dérive temporelle est négligeable. De plus, elle permet de déposer l'électronique à l'extérieur du corps et de minimiser la taille du cathéter.

1.6.2.3 Exemples de circuit de type RLC

La méthode de type circuit LC ou RLC consiste à coupler une capacité variable à une bobine réalisant ainsi un circuit résonant. La mesure est effectuée en interrogeant le circuit à distance à l'aide d'une bobine située généralement à l'extérieur du corps. La mesure consiste alors à localiser le pic de résonance qui selon la pression change de

fréquence comme illustré en Figure 1-12, droite. Cette méthode permet d'obtenir facilement une mesure sans contact, comparé à des stratégies sans fils de type piézorésistif [9].

En 1961, Jacobson utilise déjà un résonateur LC de type Hartley pour des applications de mesure de pression gastrique [35]. En 1967, Collins est le premier à utiliser ce type de circuit pour la mesure de pression intraoculaire en plaçant deux bobines en vis-à-vis sur des diaphragmes [63]. Pour les mesures de pression intraoculaires, cette solution sera de nombreuses fois implémentée que ce soit pour des lentilles ou pour des implants. Ce type de capteurs a été largement utilisé par la suite pour la mesure intraoculaire [64]–[68], comme pour l'implant ARGOS présenté en Figure 1-13.

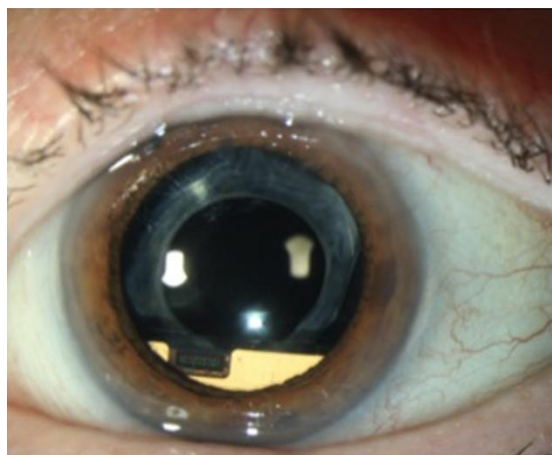


Figure 1-13 : implant ARGOS après un an d'implantation [64].

Dans le domaine vasculaire, un circuit LC encapsulé dans un polymère (SU-8) est collé à l'aide d'une colle époxy biodégradable à un stent métallique biocompatible ou en polymère (polycaprolactone) obtenu par impression 3D [69]. Une photographie est donnée en Figure 1-14, gauche. La biocompatibilité a été examinée à l'aide de cellules cardiaques issues de rats [69]. La gamme de pression dynamique est de 0 à 230 mmHg pour une sensibilité de 0.043 MHz/mmHg. Les auteurs ne présentent pas dans cet article ce qui se passe lorsque le stent est complètement dégradé par le corps humain.

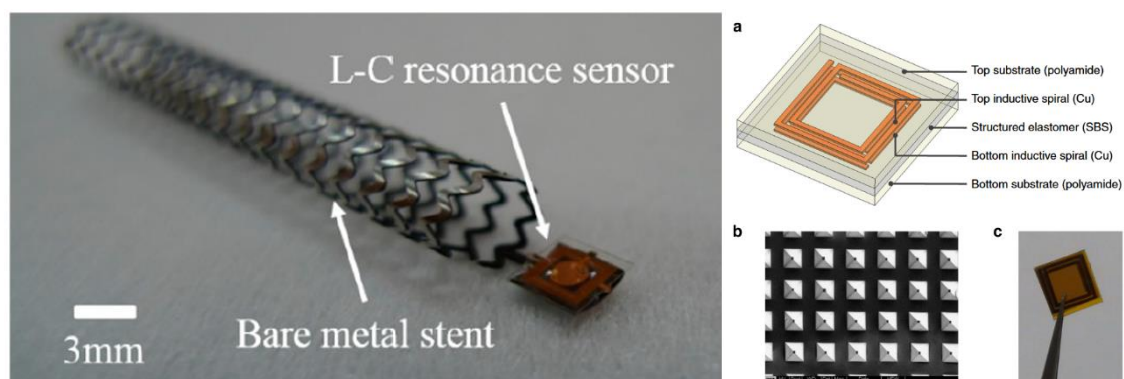


Figure 1-14 : à gauche, circuit LC collé à un stent métallique [69]. À droite, capteur RLC composé de deux microbobines [70].

Un capteur de pression de type RLC d'un volume de $0,1 \text{ mm}^3$ a été réalisé [70]. Un schéma d'explication, ainsi que des images du capteur sont donnés en Figure 1-14, droite. Le capteur est constitué de deux bobines de cuivre en vis-à-vis, protégées du corps par un film de polyamide. Un espaceur de type élastomère microstructuré est placé entre les deux bobines. Lorsqu'une pression est appliquée, les deux bobines se rapprochent, augmentant le couplage inductif entre les deux bobines. En même temps, l'élastomère se déforme, ce qui augmente le couplage capacitif entre les deux bobines.

Pour finir, l'un des dispositifs dont le développement a été le plus remarqué est le dispositif commercial CardioMEMS du fabricant Abbott, développé pour effectuer un suivi de patients atteints d'insuffisance cardiaque, avec une implantation au niveau de l'artère pulmonaire (CardioMEMS HF system) [28]. Le système comprend un capteur de pression et une bobine encapsulée dans de la silice. Il s'agit du premier capteur de pression totalement passif approuvé par la FDA. Le dispositif est plutôt dur mais possède une surface plutôt large et n'est pas applicable en l'état pour d'autres organes. Un oreiller spécial avec une large antenne permet la mesure journalière de ce dispositif [22]. Le système est représenté en Figure 1-15 et mesure $3,4 \text{ mm} \times 15 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ sans le système d'accroche (la partie en verre) et une surface de $10 \text{ mm} \times 4,5 \text{ cm}$ avec le système d'accroche déployé.

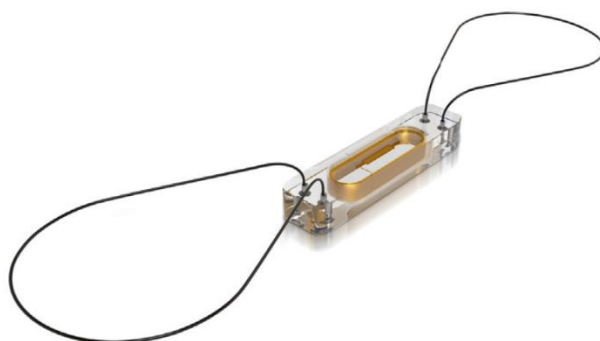


Figure 1-15 : le dispositif CardioMEMS [28].

1.6.2.4 Transduction de type acoustique

Quelques cas de mesure par ondes acoustiques de surface ont également été étudiés [71]–[74]. La technique exploite la propagation d'une onde acoustique à la surface d'un matériau piézoélectrique. En 2013, Murphy et al. développent un implant visible en Figure 1-16 de $15 \times 4,2 \times 4,5 \text{ mm}^3$ pour la mesure chronique de la pression sanguine dans le ventricule gauche [73]. Le transducteur est constitué d'électrodes interdigitées en Al déposées sur un diaphragme en quartz. Lorsque le diaphragme se déforme la fréquence de résonance de cette cavité acoustique résonante varie proportionnellement à la différence de pression appliquée. Les mesures sont alors transmises par RF à un circuit extérieur. Entre 0 et 200 mmHg, la sensibilité *in vitro* peut être évaluée à environ 1,38 kHz/mmHg. Quelques années plus tard, Zou et al. réexploitent ce design et y intègrent une nouvelle antenne afin de transmettre des données et obtiennent une sensibilité de 200 Hz/mmHg et une précision de 1 mmHg

in vivo [74]. La création d'une cavité scellée permet d'assurer la biocompatibilité du système [74]. Liang et al. rapportent une sensibilité de 1,75 kHz/mmHg pour un dispositif de 1,9 cm³ mais observent une dérive en température causée par l'encapsulation dans du silicone de leur dispositif [72]. Une étude portant sur la consommation des capteurs réalisés permettrait de rendre compte de la compatibilité de ce mode de transduction avec le domaine implantable.

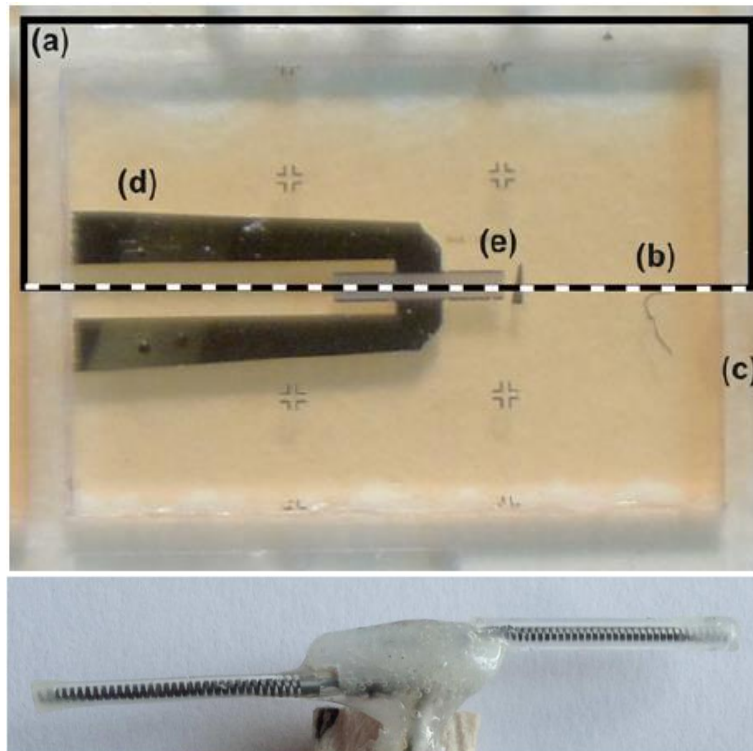


Figure 1-16 : en haut, un capteur de pression de type acoustique [73]. En bas, l'antenne développée pour transmettre les données [74].

1.6.2.5 Transduction de type piézoélectrique

La méthode piézoélectrique est plutôt privilégiée pour des capteurs de force ou des accéléromètres, par exemple pour des implants cochléaires [75]. Elle utilise la propriété de certains matériaux à se polariser lorsqu'ils sont soumis à une contrainte mécanique. Quelques cas de mesures de pression exploitant la piézoélectricité sont néanmoins recensés dans la littérature. Un copolymère piézoélectrique PVDF-TrFE a été utilisé pour réaliser un capteur de pression implantable dont la gamme de mesure atteint 260 mmHg [76]. Un capteur de pression sanguine à base d'un film piézoélectrique de PVDF polarisé a été mis en sandwich entre deux électrodes d'aluminium le tout étant encapsulé par du gel en silicone [77]. Ce capteur utilise le principe d'enroulement autour de l'aorte afin de mesurer la dilatation de l'aorte. Une sensibilité de 14,32 mV/mmHg a été obtenue. Au sein du PVDF-TrFE, la piézoélectricité s'explique par un changement de conformation. Cependant, aucune étude de biocompatibilité ou de fiabilité long-terme n'a été menée par les auteurs pour démontrer la viabilité de ce capteur dans un environnement proche de celui du corps humain.

1.6.2.6 Transduction de type triboélectrique

Récemment, un développement d'un capteur de pression utilisant l'effet triboélectrique à base d'un film PTFE nanostructuré a permis de mesurer la pression sanguine intraventriculaire avec une sensibilité de 1,195 mV/mmHg pour un cycle de 0 à 350 mmHg. Sa taille est de 1 x 1,5 x 0,1 cm³ et il présente une très bonne linéarité [78]. L'équipe avait précédemment réussi à obtenir une sensibilité de 17,8 mV/mmHg mais avec un faible niveau de corrélation ($R^2 = 0,78$) [79]. La méthode de transduction consiste à créer une mise en contact entre le film PTFE nanostructuré et un film d'aluminium. Un transfert de charges a alors lieu causé par les frottements et les deux surfaces se retrouvent alors chargées. Après écartement, les surfaces en regard restent chargées et une différence de potentiel devient mesurable. Cette différence est proportionnelle à l'espacement entre les deux films. Deux photographies sont données en Figure 1-17. Ce type de dispositif a été testé en fatigue à l'aide d'un pot vibrant sur 100 millions de cycles et semble fiable sur le plan mécanique [78]. La variation de sensibilité lors de ces cycles n'a cependant pas été renseignée et interroge sur la précision du circuit en environnement réel sur une longue durée.

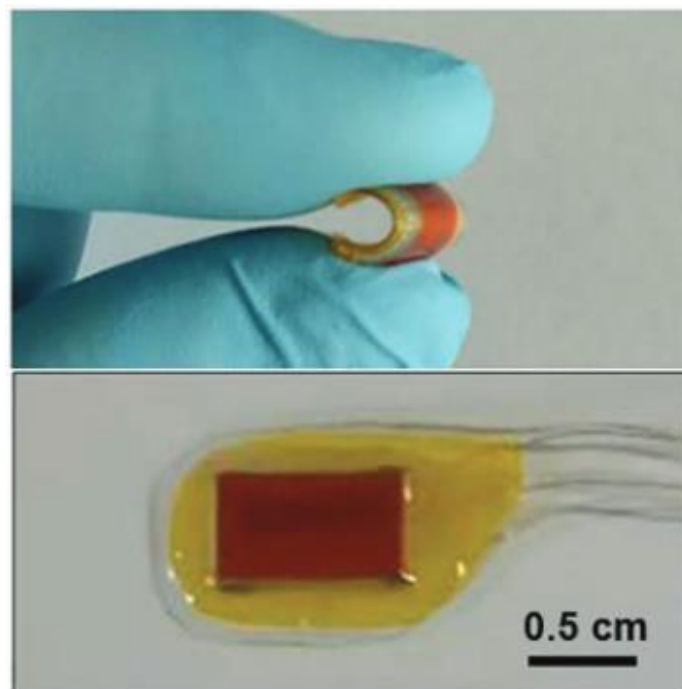


Figure 1-17 : Capteur triboélectrique [78].

1.6.2.7 Transduction de type optique

Cette méthode de transduction a essentiellement été employée pour les applications de type cathéters, mais elle s'est également développée pour les mesures intraoculaires. Ces applications bénéficient ainsi du champ optique libre de l'œil.

Un capteur utilisant une surface de type « black silicon » nanostructurée a ainsi été réalisé, permettant une mesure précise de la pression intraoculaire pendant 9 mois. L'étude relate une précision ± 2 mmHg sur 4,5 mois [80]. Le principe de transduction

consiste à faire varier la distance entre une matrice de nanoboîtes et un miroir, créant ainsi un interféromètre en lumière proche infrarouge. Lorsque la membrane déformable en SiN se rapproche du miroir en Si placé en vis-à-vis, la distance de marche est modifiée. Un mauvais alignement peut conduire à une imprécision : ± 10 degrés d'erreur entraînerait une erreur supplémentaire de ± 2 mmHg [81]. L'implant est petit et nécessite un système d'ancrage et une source laser adaptée. La distance de lecture peut aller jusqu'à 10 cm. L'étendue de mesure couvre une plage de 0-40 mmHg. Une photographie du capteur, ainsi qu'un schéma sont donnés en Figure 1-18.

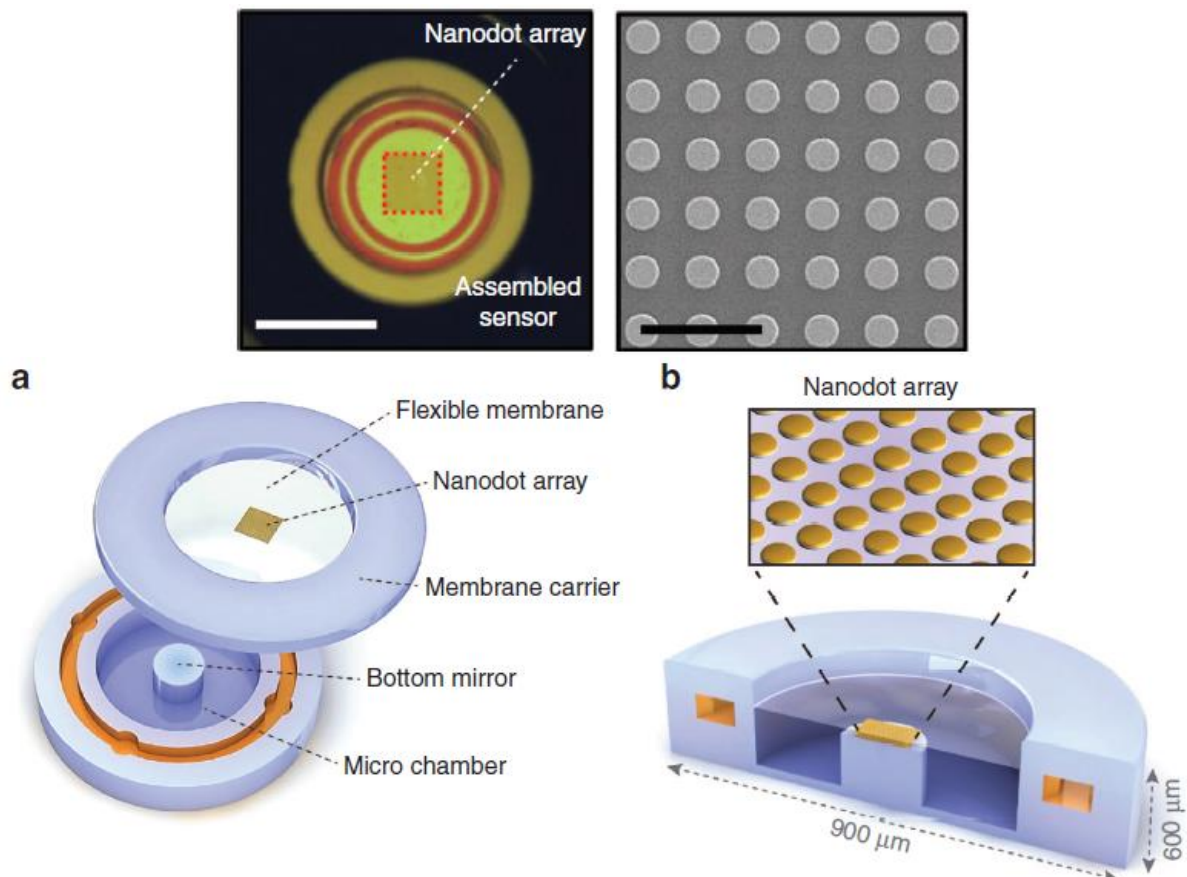


Figure 1-18 : en haut, photographie du capteur de pression optique [80]. En bas, schéma montrant l'assemblage du capteur [80].

1.6.3 Autres types de transduction

Le groupe de E. Meng a travaillé sur des modes de transduction alternatifs pour des capteurs de pression implantables.

Un transducteur en Parylene C utilisant des microbulles a été réalisé et est illustré en Figure 1-19, haut [82]. Les étapes de transduction sont les suivantes. Un électrolyte du PBS est encapsulé. Tout d'abord, une microbulle est générée grâce à un champ électrique DC au sein de l'électrolyte. Ensuite, un champ alternatif est alors utilisé pour créer des microbulles à sa périphérie et effectuer une mesure d'impédance électrochimique. La chambre en parylène sous l'action d'un changement de pression va se déformer et l'impédance va ainsi varier au cours du temps. Cette déformation va

se transmettre instantanément à la microbulle encapsulée. La bulle formée a une durée de vie d'une vingtaine de minutes et finit par se redissoudre. Les auteurs suggèrent d'utiliser d'autres solutions comme l'éthylène glycol ou d'autres alcools pour des mesures à long terme.

En cas de rupture de l'encapsulation, la formation d'un gaz au sein du corps humain pourrait s'avérer néfaste pour certaines applications comme l'application cardiaque pour laquelle il est possible de créer une embolie gazeuse. Cette technique de mesure manque également de connaissances sur le long-terme, notamment sur le risque de dérive. Ce point n'est pas discuté dans l'article.

Un manomètre à tube de bourdon a été réalisé et une photographie est donnée en Figure 1-19, bas [83]. Un tube creux est réalisé en parylène C à partir d'un wafer de Si microstructuré. Ce tube va se déformer grâce à la différence de pression entre l'intérieur du tube et celle de référence à l'extérieur du tube. Cela va induire un moment de flexion linéaire par rapport à la différence de pression. La pression peut ainsi être relevée visuellement (Figure 1-19). Une sensibilité de $0,47^\circ/\text{mmHg}$ est rapportée pour le design de gauche et de $11,23 \mu\text{m}/\text{mmHg}$ pour le design de droite. Une résolution moyenne d'environ $3,56 \text{ mmHg}$ a été obtenue. Un autre design de tube appliqué à la mesure intraoculaire utilisant une inspection visuelle et le déplacement d'un colorant a été étudié [84].

Un dispositif permettant une interrogation par rayons X a été développé [85], ainsi que des capteurs de forces de types biomimétiques à base de carbone [86], [87].

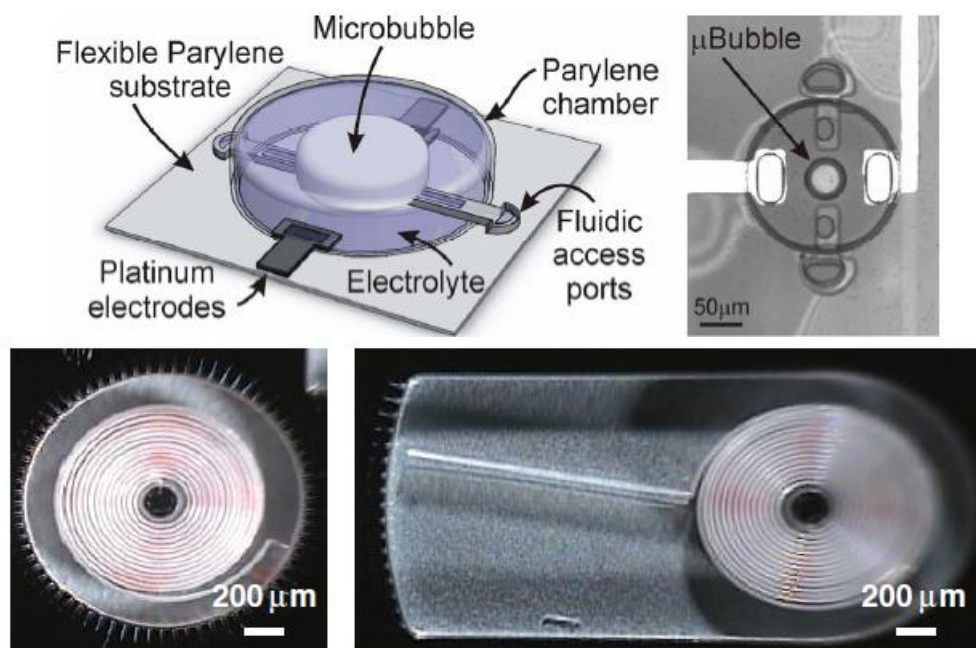


Figure 1-19 : en haut, mesure électrolytique basée sur une microbulle [82]. En bas, manomètre à tube de bourdon [83].

1.6.4 Les capteurs de pression implantables biodégradables

Ce type de capteur a été pensé afin de rester dans le corps humain pendant une durée limitée. La dégradation de ce capteur permet d'éviter une opération afin de retirer le capteur. Cette approche répond à un besoin spécifique lié à une étude à court terme, comme pour un suivi post-opératoire par exemple. Ce type de capteur est généralement fabriqué à l'aide de polymères comme le poly(l-lactide) PLLA ou le polycaprolactone PCL utilisé comme substrat ou comme packaging et de matériaux conducteurs absorbables par l'organisme comme le Mg ou le Fe ou leurs alliages [14]. Il n'existe a priori pas de polymères biocompatibles conducteurs mais les polymères mélangés à des nanoparticules de polypyrrole peuvent l'être [88]. Par le passé, des implants neuronaux [89], [90], des batteries [91], de l'électronique imprimés [92] et de délivrance de médicaments [93] ont été réalisés à l'aide de matériaux biodégradables [94]. Une batterie a par exemple été réalisée en trioxyde de molybdène (Mg-MoO₃), avec une densité de puissance 6,5 mW.h.cm⁻² capable de charger un appareil émettant un signal lumineux pendant 13 jours [95].

En 2014, Lu et al. proposent le premier capteur de pression biodégradable [96]. Le capteur est constitué de bicouches de zinc et de fer et de PLA et PCL comme couche diélectrique. En 2015, Boutry et al. fabriquent un capteur de pression complètement biodégradable avec des films de PGS [97].

Kang et al. développent un capteur électronique biodégradable à base de silicium en 2016 [98] qui a permis d'effectuer des mesures de pressions entre 0 et 70 mmHg. Il finit par se résorber naturellement par hydrolyse.

Curry et al. utilisent en 2018 un polymère piézoélectrique de type PLLA approuvé par la FDA combiné avec des électrodes en molybdène encapsulées par des couches d'acide polylactique (PLA) et scellé dans du PLLA [99].

Boutry et al. développent un capteur de pression biodégradable sensible à la déformation pour surveiller les efforts appliquées sur les tendons après une intervention chirurgicale [100]. Cette équipe développe un an plus tard un capteur de pression par une mesure par effets de bords qui cible une surveillance l'anastomose de vaisseaux sanguins, une opération qui vise à établir une connexion entre deux vaisseaux sanguin en les suturant l'un sur l'autre [94]. Un schéma d'explication est donné en Figure 1-20. Le capteur vient s'enrouler autour d'une artère et mesure la dilatation de l'artère par le passage d'un fluide. Ce capteur se compose d'une couche de 10 µm de poly(octamethylene maleate (anhydride) citrate (PoMac), d'une couche de 10-µm de PHB/PHV et d'un espaceur de 50 µm de PLLA. Le PoMac est en contact avec l'artère pour rendre le capteur plus sensible à l'expansion de l'artère qu'à la respiration. Le PGS est un composé approuvé par la FDA et le PoMac a vu sa biocompatibilité comparée à du silicone sur 8 semaines. La transduction se fait grâce un ensemble de pyramides

microstructurées.

Pour pallier les risques de micro ou nanofractures pour des matériaux d'encapsulation comme le PLA, les auteurs de [101] suggèrent de rajouter une couche de protection de SiO₂ pour protéger de la réaction d'hydrolyse.

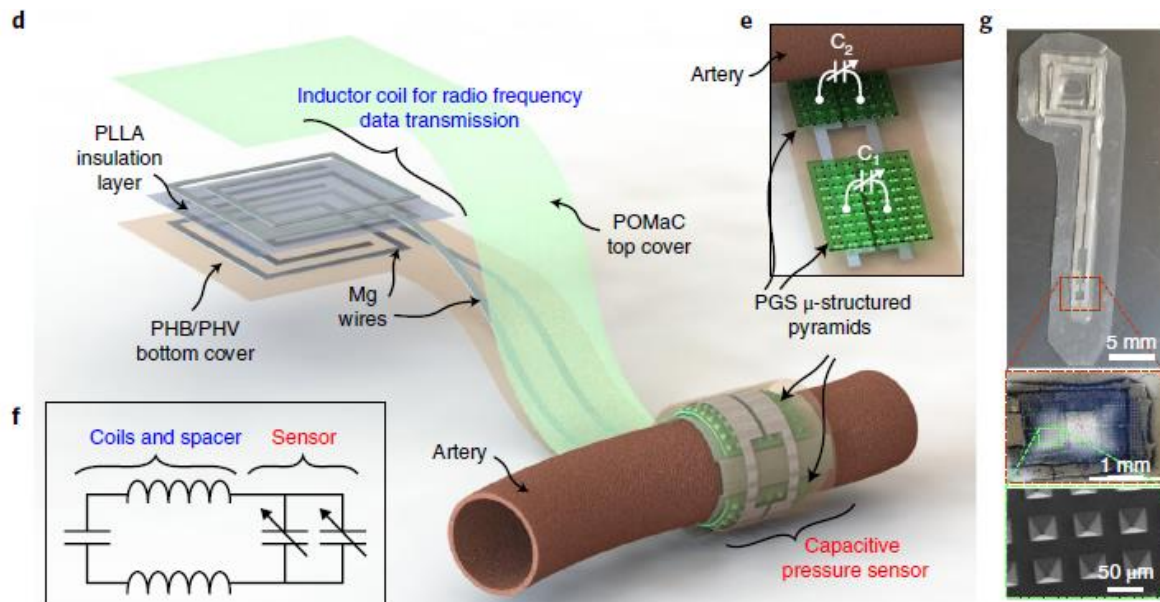


Figure 1-20 : capteur de pression biodégradable [94].

L'utilisation de matériaux biodégradables semble une stratégie prometteuse et une alternative intéressante aux stratégies de designs classiques. Cependant, l'effet des charges mécaniques causé par des mouvements du corps humain peuvent entraîner une dégradation sur le long terme des performances de ce type de capteur [94]. Même si la dégradation de ces matériaux due à leur solubilité de l'eau conduit à des produits biocompatibles. La distribution des matériaux dissous dans le sang constitue un risque majeur et pourrait entraîner une réponse immunitaire ou provoquer des effets néfastes pour le sang [94]. Ce type de solution paraît donc viable pour des utilisations à très court terme et nécessitera davantage d'investigation sur le plan de la toxicité à l'avenir.

1.6.4.1 Positionnement du capteur

Différentes stratégies concernant le positionnement du capteur ont également été étudiées dans la littérature et vont influencer sur le signal en pression à mesurer.

Pour la mesure de pression de la vessie, deux stratégies sont possibles : l'implant peut flotter librement à l'intérieur de la vessie ou peut être implanté sous la muqueuse. Dans le premier cas, l'implant peut être inséré pendant une opération minimalement invasive. Ce qui permet un diagnostic ambulatoire. L'implant risque d'être éjecté au bout d'un certain temps (< 1 mois) [14]. Dans l'autre cas, le dispositif est implanté sous la muqueuse et n'entre pas en contact avec l'urine, cependant la muqueuse a alors tendance à se dégrader et l'implant finit par être expulsé.

Pour les mesures artérielles, des approches permettent de mesurer en dehors de l'artère avec une mesure de type brassard qui va venir encercler l'artère, l'autre stratégie est plus invasive et implique de placer l'implant au sein de l'artère ou de la veine et nécessite un système d'accroche.

Pour l'œil, différents sites de fixation du capteur sont envisageables comme la cornée, la sclère ou d'autres localisations mais la chambre antérieure est à privilégier car la précision n'est pas affectée par la surface oculaire, la rigidité de la cornée ou par des opérations qui pourraient venir affecter l'œil [102].

1.6.5 Conclusion

La majorité des approches décrites sont liées à des innovations concernant le choix des matériaux ou des procédés de fabrication. De très nombreuses solutions sont basées sur des polymères ou sur une technologie silicium avec un revêtement polymère, mais les études présentées sont d'une durée relativement limitée dans le temps, de l'ordre de quelques mois. Trop peu d'études sont effectuées sur le long terme ou dans des conditions réelles *in vivo*.

Le titane s'avère ici être un candidat sérieux, car il a un long historique d'utilisation dans le domaine de l'implantable long terme. Il peut s'intégrer facilement à des dispositifs en titane déjà existant et a d'excellentes propriétés mécaniques en résistance et en fatigue. Jusqu'à maintenant, le titane était utilisé dans l'industrie de l'implantable le plus souvent comme une coque passive ou une couche de revêtement. L'ambition de ce projet est de parvenir à créer un capteur de pression en titane pour démontrer l'intérêt de ce matériau comme transducteur.

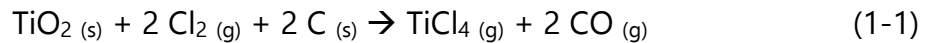
1.7 Les propriétés du titane massif

1.7.1 Introduction

Le titane est un métal présent en grande abondance sur terre et est également présent au sein des étoiles. Il s'agit du 4^{ème} métal le plus abondant et il représente 0,6 % de la croûte terrestre. L'aluminium, le fer et le magnésium sont les trois métaux les plus abondants avant lui. Sa forme ionique fait qu'il peut être facilement remplacé par d'autres éléments ou métaux [103]. Il est cependant assez rare de le trouver en grande concentration, ce qui ne facilite pas son extraction. Les minéraux d'ilménite FeTiO_3 et titanomagnétite Fe_2TiO_4 sont les minéraux les plus souvent exploités pour synthétiser le titane. Les principaux sites miniers européens se situent en Norvège, en Suisse, en Finlande et aux niveaux des monts Illmen en Russie [103].

Découvert en 1791 par le révérend William Gregor en analysant des sables d'une rivière en Cornouailles, le titane doit son nom à Martin Heinrich Klaproth, qui fit sa découverte de façon indépendante 4 années plus tard [103]. Son nom lui est donné par référence aux titans de la mythologie grecque.

Il sera pour la première fois isolé en 1825 par Berzelius. Berzélius parvint à isoler le titane en réduisant des sels de type K_2TiF_6 par du potassium [104]. La fabrication industrielle fait intervenir du $TiCl_4$ par le procédé de carbochloration sous vide ou en atmosphère inerte à 800-1000°C, condensé sous forme liquide puis purifié par distillation [103]. L'équation réactionnelle est donnée par :



Au cours du XIX^{ème} siècle, seules des formes de titane nitrurées ou oxydées étaient obtenues [103]. Ce ne sera qu'en 1910 que le chercheur américain Matthew Albert Hunter, de la société General Electric, parviendra à le purifier à un taux de 99,9 % grâce à une réduction au sodium, dont l'équation chimique est :



En 1925, Van Arhel trouve une nouvelle méthode de synthèse augmentant ainsi l'intérêt porté sur le titane. Ce ne sera qu'en 1940 avec la méthode de réduction de Kroll que l'industrialisation du titane commencera. La méthode exploite la réduction du $TiCl_4$ par le magnésium développé en 1882 par Seubert et Schmidt. L'intérêt pour le titane explosera après la deuxième guerre mondiale en 1948 [103]. L'équation chimique de la méthode de Kroll est :



La forme oxydée du titane est très compliquée à réduire, ce qui explique le temps qui a été nécessaire afin d'obtenir sa purification. Le titane est capable d'absorber une grande quantité d'oxygène en solution solide et il faut donc apporter énormément d'énergie pour le réduire [103].

Le titane obtenu sous la forme d'éponge est alors purifié par distillation chauffée sous vide ou par lavage acide. Le titane peut alors être transformé en lingots grâce des fusions sous vide successives puis transformé par laminage extrusion ou usinage [105].

1.7.2 Les grades du Ti et ses alliages

Le titane présente différents degrés de pureté et divers alliages, dont les utilisations vont dépendre des applications. Un tableau recensant les quatre premiers grades du titane est donné dans le Tableau 1-2. La présence de fer dans les compositions s'explique par le fait que dans le procédé de synthèse du titane à partir des minéraux ferreux, le fer a tendance à très haute température à remplacer les sites du Ti [103].

Tableau 1-2 : compositions maximales du titane commercial et propriétés mécaniques minimales (à 25°C) [105], [106].

Propriétés	Ti Grade 1	Ti Grade 2	Ti Grade 3	Ti Grade 4
O (%)	0,180	0,250	0,350	0,400
N (%)	0,030	0,030	0,050	0,050
C (%)	0,080	0,080	0,080	0,080
H (%)	0,015	0,015	0,015	0,015
Fe (%)	0,200	0,300	0,300	0,500
Limite d'élasticité (MPa)	170	275	380	485
Résistance à la traction (MPa)	240	345	450	550
Dureté Vickers (HV)	115	160-200	180-220	250
Module d'élasticité (GPa)	103	103	103	104

Le titane commercialement pur, correspondant à ces 4 premiers grades de titane est utilisé par de multiples industries comme [33] :

- Les applications médicales,
- L'industrie optique,
- Les applications en pétrochimie,
- L'industrie du papier,
- Les applications offshores,
- L'architecture,
- La bijouterie.

Les alliages de titane et ses composites sont utilisés dans [33] :

- Le domaine spatial,
- L'automobile,
- Les applications militaires,
- Les applications offshores,
- Les applications médicales,
- L'industrie des moteurs,
- Les applications sous-marines,
- Les équipements de sport.

1.7.3 Ses propriétés physiques et chimiques

Le titane est un métal de transition qui appartient au groupe 4 du tableau périodique. Sa masse volumique vaut 60 % de l'acier. Il a une résistance à la corrosion exceptionnelle, qui permet une utilisation au sein de l'eau de mer ou dans l'organisme humain. Le titane se dilate thermiquement environ 3 fois plus que le silicium et moitié moins que le cuivre [107]. Il a un module d'Young (105 GPa) deux fois plus faible que l'acier inoxydable (220 GPa).

Le titane a une transformation allotropique de type martensitique au voisinage de 882 °C. A moins de 882 °C, sa structure cristalline est hexagonale pseudo-compacte ($a=0,295$ nm, $c= 0,468$ nm, $c/a = 1,587$) appelée Ti α comme illustré en Figure 1-21, gauche. Au-delà de 882 °C, il adopte une structure cubique centrée ($a = 0.332$ nm) et est alors appelé Ti β , comme illustrée en Figure 1-21, droite [106].

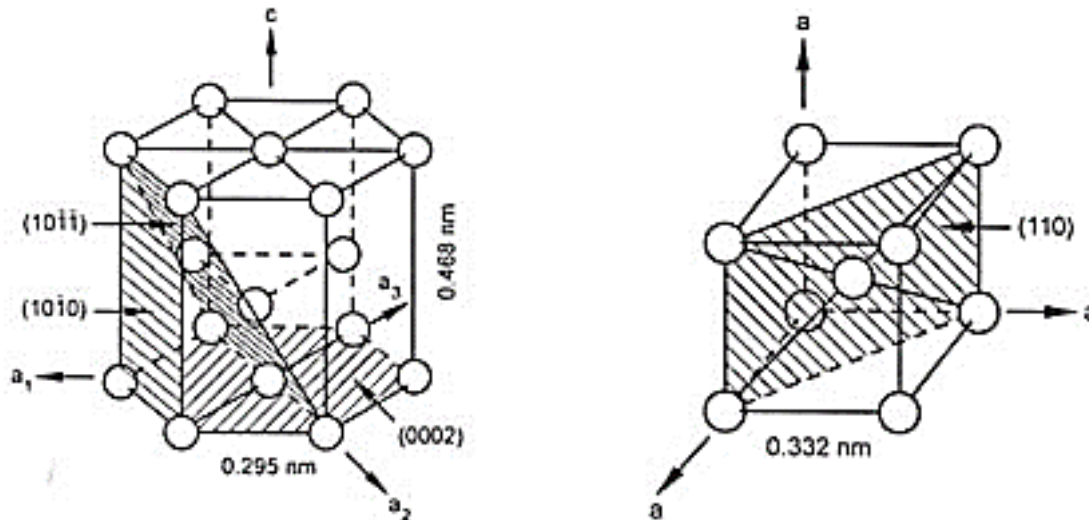


Figure 1-21 : Représentations des structures cristallologiques du titane. A gauche, structure hexagonale du Ti α . A droite, structure cubique centrée du Ti β .

Le titane a par ailleurs en surface une couche d'oxyde native qui se régénère en quelques millisecondes quand elle est détériorée. Son épaisseur peut atteindre 2 à 6 nm [108], [109], ce qui est plus épais que l'oxyde du silicium et lui confère sa biocompatibilité.

L'oxyde de titane est généralement sous la forme de TiO_2 . Il est possible de trouver son oxyde sous différents degrés d'oxydation comme le TiO (I), le Ti_2O_3 (III), le TiO_2 (IV) et le TiO_3 [105]. Le TiO_2 possède trois formes allotropiques différentes : l'anatase, le rutile et le brookite.

Les principales propriétés physiques et chimiques du titane sont données dans le Tableau 1-3. C'est enfin un mauvais conducteur thermique, sa conductivité thermique est 6 à 13 fois inférieure à celle du silicium [106].

Tableau 1-3 : propriétés physiques et mécaniques du titane [105]–[107].

Propriété	Valeur et descriptif
Numéro atomique	22
Masse molaire atomique	47,90 g.mol ⁻¹
Rayon de covalence	0.132 nm
Potentiel d'ionisation	6,8282 V
Masse volumique	4,507 kg.m ⁻³
Température de fusion	1668 ± 10 °C
Température d'ébullition	3260 °C
Conductivité thermique	11- 22 W.m ⁻¹ .K ⁻¹
Dureté Rockwell B	70 – 74 HRB
Résistance à la traction minimale Ti grade 1 Ti grade 2	240 MPa 340 MPa
Module d'Young	120 GPa
Résistance à la rupture	50 MPa.m ^{-1/2}
Coefficient de Poisson	0,361
Coefficient de friction	0,68 - 0,80
Dilatation thermique linéaire (CTE)	8,6 ppm.K ⁻¹
Résistivité électrique à 20 °C	420 nΩ.m
Electronégativité	1,54 Pauling
Susceptibilité magnétique	1,8.10 ⁻⁴

1.8 Etat de l'art des MEMS en titane massif

De premières études ont déjà été réalisées par le passé grâce à des méthodes de dépôt conventionnelles. Une membrane en Ti en 1993 a ainsi pu être étudiée grâce à un test par gonflement pour créer une valve [110] et des poutres en titane obtenues par pulvérisation cathodique de 10 à 40 µm de large pour une longueur de 50 à 500 µm pour réaliser un switch RF [111].

La création des premiers procédés de microfabrication en titane massif commence en 2001. Nick Pornsin-sirirak et al. fabriquent des ailes de chauves-souris pour des applications militaires [112]. Pour cela, ils laminent un film de résine sec sur les deux côtés d'un substrat de Ti-6Al-4V de 250 µm d'épaisseur. Ce film est alors structuré par photolithographie et va ensuite servir comme masque pour une gravure humide avec un mélange de HF 5% et de HNO₃ 2%. Après retrait du film sec, un dépôt de parylène

C est alors effectué sur le titane. L'armature des ailes est donc constituée d'un alliage de titane et la surface des ailes en parylène C bénéficiant de l'excellent compromis qu'offre le titane en termes de densité et de caractéristiques mécaniques (Figure 1-22 (i)).

En 2004, le procédé MARIO (Metal anisotropic reactive Ion etching with Oxidation) est créé [113]. Il permet de graver de façon analogue au procédé Bosch alternances de gravure Cl_2/Ar et de plasmas d'oxydation (O_2 pur). Ce procédé est notamment utilisé lors de la fabrication d'un micromiroir hybride Ti/Si, dont le miroir est en titane et les électrodes en Si à l'aide d'une feuille de 10 μm en titane. Une étape de thermocompression à l'or est également utilisée [114], [115] (Figure 1-22 (ii)).

Le procédé TIDE (Titanium ICP Deep Etch process) est un procédé de gravure utilisant du Cl_2/Ar [116], [117]. L'étape d'oxydation ne se révèle finalement pas nécessaire [116]. Ce procédé de gravure a été appliqué pour la fabrication de microaiguilles en titane pour l'injection de médicaments à travers la peau [118], [119], de microélectrodes neuronales (Figure 1-22, iv) pour effectuer des mesures électriques dans le cortex cérébral [120], [121] et d'un switch RF [122] (Figure 1-23, i).

La fabrication des microaiguilles a également fait intervenir un dépôt de TiO_2 par pulvérisation pleine plaque, qui a ensuite été gravé par voie physique en CHF_3 . Enfin une étape de scellement entre deux feuilles Ti par thermocompression a été réalisée. Pour cela, de l'or d'épaisseur 500 nm a été déposé par évaporation ou pulvérisation cathodique sur les feuillettes de titane et ont été assemblés par flip chip. La fabrication des microélectrodes a fait intervenir un dépôt d'oxyde SiO_x par PECVD sur titane. L'équipe combinera ces techniques de dépôt PECVD et de bonding développés pour réaliser le switch RF, une structure avec deux pièces en titane [122] et réalisera un scellement par thermocompression Ti/Ti avec un espaceur isolant de SiO_2 obtenu par PECVD (Figure 1-22 (iii)).

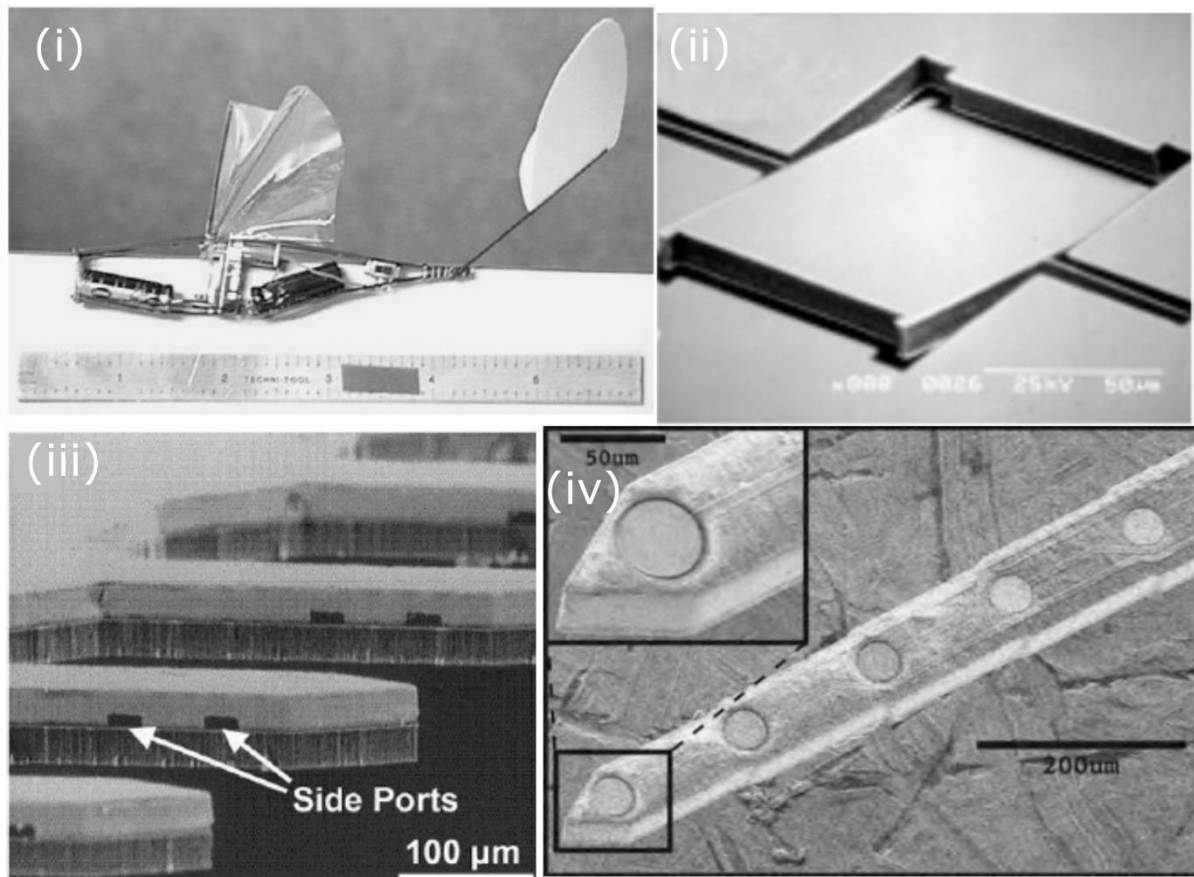


Figure 1-22 : (i), ailes de chauves-souris avec armature en Ti [112]. (ii), micro-miroirs en titane [115]. (iii), micro-aiguilles pour dispenser des médicaments [119]. (iv), microélectrodes neuronales [120].

En 2009, une gravure profonde anisotrope du Ti en chimie Cl_2/Ar avec un masque de résine SU8 est développée [123]–[125]. Cette gravure a été utilisée afin d'obtenir des motifs en méso avec des profondeurs de $200\ \mu\text{m}$ [123], [124]. Ce nouveau procédé de gravure a permis la fabrication d'une structure suspendue dans le plan à l'échelle du wafer, alors que les essais précédents travaillaient à l'échelle de la puce [125]. La même équipe diminuera la taille du système en 2013 [126]. Ils utiliseront pour cela une recette de scellement à base de SU-8 d'une épaisseur de $15\ \mu\text{m}$ entre un wafer de Ti poli et un verre de type soda lime et une gravure humide du titane avec un mélange de $\text{HF}/\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}$ (1:1:15) pour amincir l'empilement. Cette équipe s'est également servie de cette recette afin de fabriquer un micro-ressort dans le plan [126] et des microaiguilles [127].

En 2013, le GREMI en collaboration avec SORIN CRM brevète le procédé APETi (Alternated Process for the deep Etching of Titanium) [128], [129]. Cette méthode utilise un masque de Ni collé sur substrat Si et emploie une alternance de plasma Cl_2/Ar et de plasma de type SF_6 . Le procédé APETi a permis de graver le Ti en profondeur et d'obtenir des surfaces lisses avec des vitesses allant jusqu'à $2,9\ \mu\text{m}:\text{min}$ et des sélectivités du masque Ni allant jusqu'à 35:1 [105].

En 2015, une équipe japonaise développe le procédé TRIE qui permet une gravure du titane en plasma SF₆ avec une cathode chauffée [130]. Ce procédé permet le développement de structures de 40 µm de hauteur et a été utilisé pour réaliser des microaiguilles en titane.

En 2015, l'équipe californienne développe un nouveau procédé de gravure Ti DRIE (Titanium Deep Reactive Ion etching) dérivé de MARIO et TIDE. Cette technique permet de graver des réseaux de tranchées de 150 nm de largeur sur une profondeur de 50 µm. A l'aide de ce procédé, les auteurs réalisent des stents (Figure 1-23, ii) et des microaiguilles en titane pour l'injection de traitement médicaux dans les yeux [131], [132]. Cette équipe réalisera également une étape de bonding anodique entre du titane et du verre (N-BK7) à l'échelle d'un wafer 4 pouces avec un wafer de titane de 500 µm d'épais et de N-BK7 pour créer un circuit microfluidique utilisable pour des applications de photocatalyse [133] (Figure 1-23, iv).

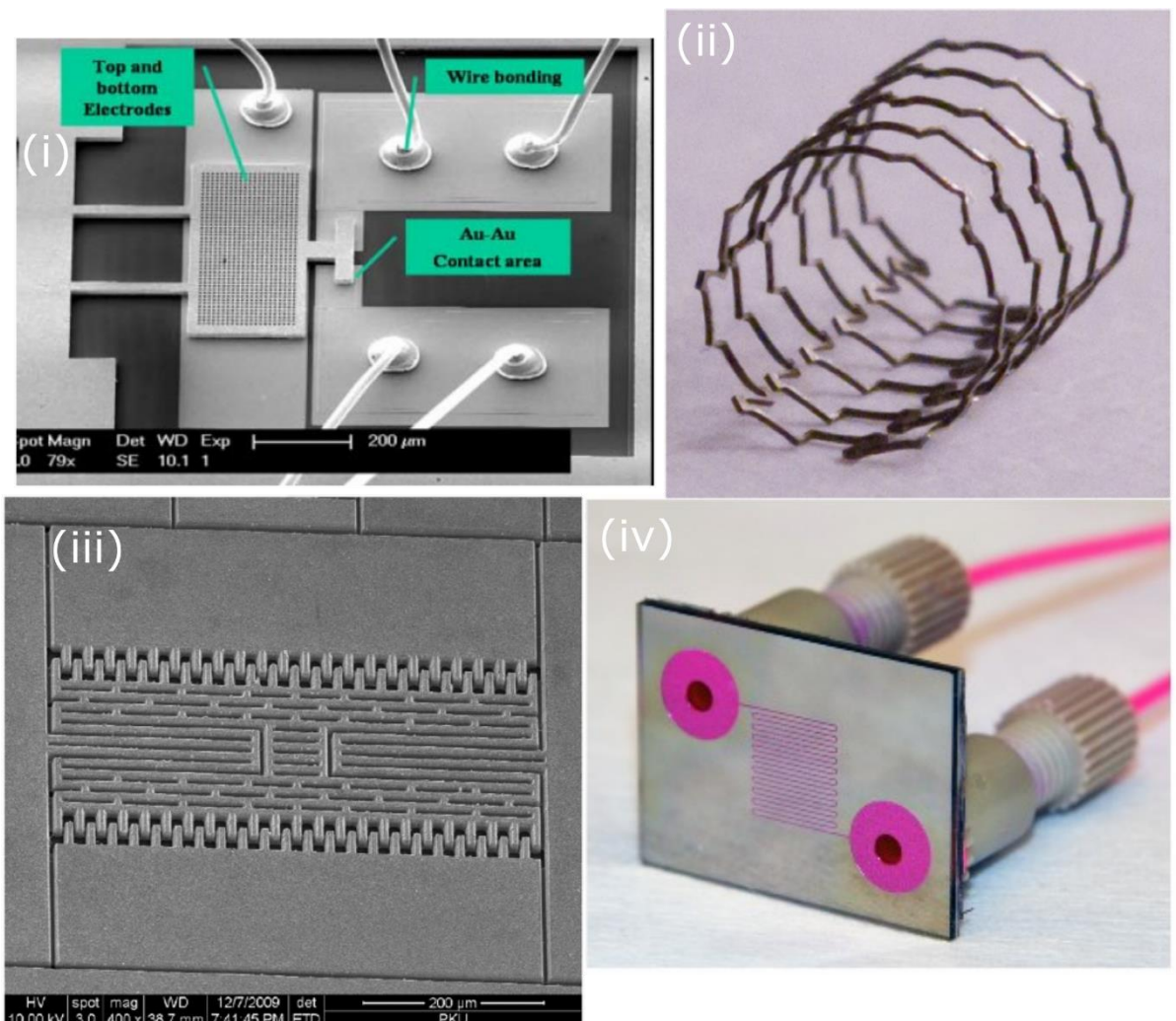


Figure 1-23 : (i) RF switch en titane [122]. (ii) stent en titane [131]. (iii) structure suspendue en titane [126]. (iv) circuit microfluidique verre/titane pour la photocatalyse [133].

En 2015, l'équipe américaine utilise un masque de 2 à 3 μm de SiO_2 déposé par PECVD sur une feuille de 50 μm de titane pour graver ses microaiguilles [132].

En 2018, le GREMI, le C2N et la société MISTIC présentent la fabrication d'un via en titane [134]. Le via est obtenu grâce à plusieurs étapes de microfabrication, un wafer de titane est oxydé de façon thermique. L'oxyde est alors ouvert sur une des faces, la face avant et complètement enlevé sur l'autre face, la face arrière. Une gravure profonde du titane est alors effectuée grâce à un masque de nickel sur la face arrière. Une étape de micromoulage d'or est utilisée pour assurer une bonne connectique sur la face avant. Ensuite, une gravure humide est utilisée pour obtenir l'isolation électrique. Enfin, une étape optionnelle de remplissage des cavités. Une partie de ces étapes seront détaillées dans le chapitre 2 de fabrication.

L'ensemble des techniques de microfabrication recensées dans la littérature pour fabriquer des MEMS en titane sont donc :

1. Diverses recettes de lithographie à l'aide résine liquide et à l'aide film de résine sec.
2. Dépôt PECVD SiO_2 .
3. Dépôt d'or Ti/Au par pulvérisation cathodique ou par évaporation.
4. Oxydation thermique du titane.
5. Micromoulage de Ni et d'or.
6. Micromoulage de Cu [33].
7. Gravure physique de Ti avec masques de SiO_2 , TiO_2 , Su-8 et Ni.
8. Gravure de TiO_2 en CHF_3 .
9. Diverses gravures humides du titane.
10. Scellement à l'échelle du wafer en anodic bonding.
11. Flip chip thermocompression à l'or.

L'ensemble des techniques utilisées au cours de cette thèse sera précisé dans le chapitre 2 qui traite de la microfabrication.

1.9 Conclusion

Les besoins du domaine des capteurs implantables ont été décrits. Le titane massif est l'un des biomatériaux les plus utilisés dans le domaine de l'implantable et apparaît grâce à de récents développements en microfabrication comme un candidat prometteur pour réaliser des microcapteurs biocompatibles à long terme.

Dans ce chapitre, les différents besoins du domaine des capteurs implantables ont été décrits. Un état de l'art des différentes méthodes de transduction utilisées au sein de capteurs de pression a été présenté. Les différentes solutions les plus communes intègrent une transduction de type piézorésistive, capacitive ou circuit LC. Les solutions

de types piézorésistives se heurtent à des problèmes de dérive qui les rendent difficilement compatibles avec des solutions de mesures chroniques à long-terme.

Toutes les solutions actuelles de transduction, à quelques exceptions près, emploient des matériaux dont la biocompatibilité n'est pas avérée sur la plage de temps de l'ordre de la dizaine d'années pertinente pour les implantations de longues durées.

Le capteur de pression envisagé est de type capacitif, permettant ainsi de s'affranchir des dérives temporelles identifiées dans le cas d'autres modes de transduction tels que l'effet piézorésistif. Le design est versatile et pourrait, moyennant des modifications, être compatible avec des évolutions futures de type circuit LC. Le titane a été choisi pour constituer le transducteur. Il s'agit d'un matériau reconnu dans le domaine des implants pour sa biocompatibilité long-terme, ce qui lui vaut son utilisation dans les prothèses et comme matériau d'encapsulation pour les implants actifs. Plusieurs développements concernant les techniques de microfabrication dédiées au titane massif ont déjà été proposés dans la littérature.

L'utilisation de ces techniques permettrait d'utiliser un matériau stable, dont la biocompatibilité est attestée. Enfin, la simplicité d'intégration par soudure du capteur dans une coque en titane permet de réduire la taille globale du dispositif et de rendre l'implant moins invasif.

Basées sur des données recensées dans la littérature, les principales spécifications visées pour le capteur étudié sont listées dans le Tableau 1-4.

Tableau 1-4 : cahier des charges d'un capteur de pression long-terme.

Propriété	Spécification
Encombrement limité	3 x 3 x 0.6 mm ³
Biocompatibilité	Implantabilité long terme (> 1 an)
Résolution	1 mmHg
Plage visé	-30 à 300 mmHg
Tenue de la membrane à la rupture	2 bar
Fatigue	400 Millions de cycles
Possibilité de soudure sur un boîtier Ti	Soudure laser
Compatible avec une sortie de connectiques	Wirebonding ou plastic bonding
Test de fines fuites	Oui

Chapitre 2 : Microfabrication à base de titane massif

2.1 Introduction

Dans ce chapitre, les éléments concernant la fabrication des microsystèmes en titane étudiés seront discutés. Le protocole utilisé pour réaliser des membranes en titane sera présenté et une attention particulière sera donnée au problème de scellement de substrats titane-titane et titane-verre.

Pour des raisons de confidentialité industrielle, certains des procédés utilisés ne seront pas décrits de façon exhaustive.

Pour développer ce capteur, le mode de transduction capacitif a été choisi. Une des motivations données dans le chapitre 1 est notamment que cela permet de s'affranchir d'une dérive temporelle inhérente à l'utilisation d'une solution de transduction de type piézorésistive. Ainsi, le design proposé illustré en Figure 2-1, gauche exploite la déformation élastique d'une membrane en titane sous l'action de la pression. Du fait de cette déformation, une électrode mobile se rapproche d'une contre-électrode située en vis-à-vis, ce qui induit une variation de la capacité du condensateur formé par ces deux électrodes. La contre-électrode est isolée électriquement des autres éléments grâce à un anneau d'isolation réalisé dans le volume.

Deux designs sont proposés. Le premier design se compose de deux substrats de titane assemblés entre eux. Un premier substrat est au préalable micro-usiné afin de définir la partie déformable du transducteur, qui est une membrane circulaire avec un pilier central, comme illustré en Figure 2-1, gauche. Un second substrat est utilisé pour réaliser une contre-électrode sous la forme d'un via isolé du reste du substrat par un anneau de TiO_2 . Enfin, les deux substrats sont assemblés grâce à une étape de scellement. Le second design de capteur diffère du premier par la forme de sa membrane sans pilier central (Figure 2-1, droite). Les étapes de microfabrication sont identiques aux précédentes. Trois étapes de fabrication sont ainsi nécessaires : une étape de fabrication de membrane, une étape de création de la contre-électrode isolée et enfin une étape d'assemblage.

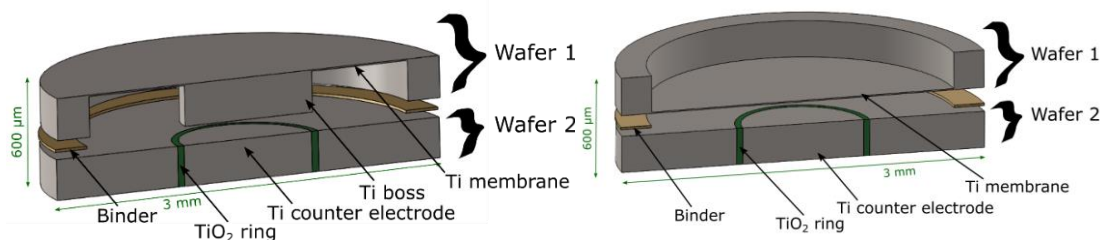


Figure 2-1 : proposition de deux designs de capteurs de pression [135]. A gauche, une version du capteur

capacitif avec pilier. A droite, une version du capteur capacitif sans pilier [136].

2.2 Les procédés de fabrication

2.2.1 Introduction

Le projet MISTIC prend racine dans la recherche d'un procédé technologique permettant de graver le titane. Ce procédé de gravure a été utilisée au cours de cette thèse afin de réaliser des membranes de titane à partir de substrats de titane massif.

Deux types de substrats ont été utilisés au cours de cette thèse, des substrats non polis dont les caractéristiques sont données dans le Tableau 2-1 et des substrats polis avec des caractéristiques semblables à ceux obtenues pour les substrats de silicium. Pour des raisons de confidentialité, certaines caractéristiques et informations relatives aux substrats ne peuvent pas être données dans ce manuscrit.

Tableau 2-1 : propriétés des substrats de Ti non polis.

Propriétés	Valeurs
Matériau	Ti grade 1
Taille	4 pouces (100 de diamètre)
Epaisseur	300 μm
Rugosité	$R_{p2p} \approx 3 - 4 \mu\text{m}$, $R_a \approx 100 \text{ nm}$
Planéité	$< 30 \mu\text{m}$
Total Thickness Variation (TTV)	$\sim 1 \mu\text{m}$

2.2.2 Fabrication de membranes en titane

Pour obtenir des membranes en titane, il faut parvenir à graver le titane massif de façon très contrôlée. Le niveau de contrôle requis est obtenu à l'aide d'une étape de gravure ionique réactive profonde. Les étapes du procédé de gravure sont décrites en Figure 2-2.

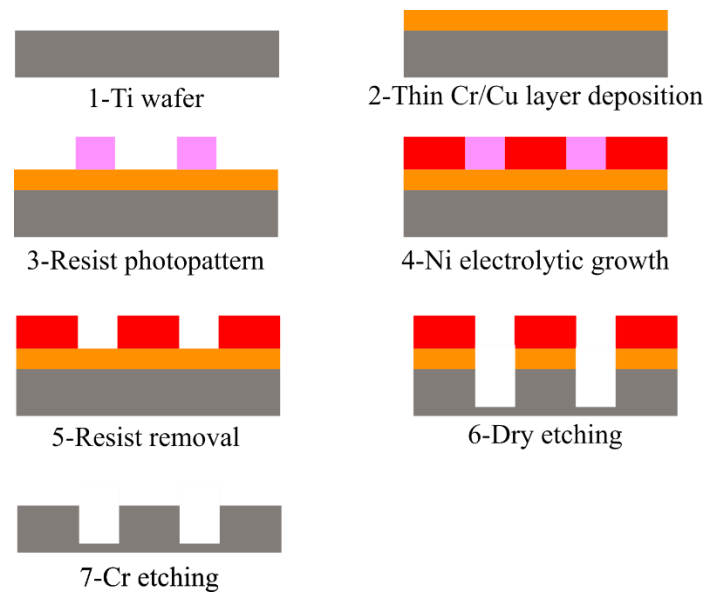


Figure 2-2 : procédé de gravure utilisé pour obtenir des membranes en titane.

A partir d'un substrat de titane, un procédé de micromoulage est utilisé afin de créer un masque dur de Ni sur le substrat. Il va ainsi permettre de graver le titane localement de façon profonde.

Pour effectuer un micromoulage de nickel sur un substrat de titane, il faut tout d'abord déposer une fine couche de Cr/Cu sur l'ensemble du substrat. Le moule en résine est ensuite réalisé par un procédé de photolithographie en lumière ultraviolette. Ce moule de résine va permettre de faire croître du nickel localement par une méthode de dépôt électrolytique.

Une fois le masque de nickel obtenu, la résine est retirée et une gravure ionique réactive profonde est réalisée avec une combinaison optimisée de gaz de type $\text{Cl}_2/\text{Ar}/\text{SF}_6$ ou $\text{Cl}_2/\text{SF}_6/\text{O}_2$ à l'aide d'un bâti de gravure dédié. Lorsque les profondeurs attendues sont atteintes, la gravure est arrêtée. Le substrat voit ensuite une étape de gravure humide qui va permettre de retirer le masque de nickel ainsi que la couche mince de Cr/Cu précédemment déposée pour la croissance électrolytique.

Les puces sont alors individualisées à l'aide d'une scie à substrats.

Afin de réaliser la cavité hermétique du capteur de pression, une étape de scellement de substrat s'avère indispensable. L'assemblage de substrats permet également d'ajuster l'espace nécessaire entre les deux électrodes du capteur capacitif.

2.2.3 Fabrication de traversées en titane

Des traversées en titane ont été réalisées avant le début de cette thèse et peuvent faire office de contre-électrodes. Le procédé suit les étapes décrites dans la Figure 2-3.

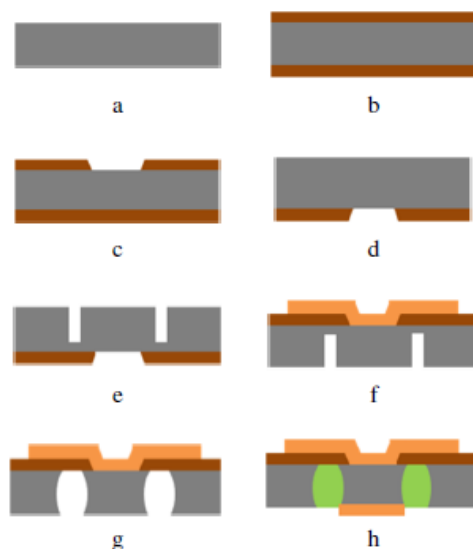


Figure 2-3 : procédé technologique utilisé afin de réaliser une traversée Ti [134].

Le substrat de titane est tout d'abord oxydé dans un four d'oxydation. Puis une ouverture est créée au sein de l'oxyde à l'aide d'une gravure plasma. L'oxyde est ensuite retiré sur la face opposé grâce à une gravure pleine plaque. Le titane est alors gravé en profondeur en chimie $\text{Cl}_2/\text{Ar}/\text{SF}_6$. Un micromoulage d'or est effectué pour obtenir une prise de contact sur l'une des faces de la traversée. Une gravure humide permet de retirer le titane restant en fond de gravure, de manière à garantir l'isolation électrique de la traversée. La dernière étape consiste en un remplissage de la cavité par un polymère. Un second micromoulage d'or est réalisé pour créer un contact de l'autre côté du pilier.

2.3 Assemblage de substrats

2.3.1 Introduction

L'assemblage de substrats est une étape technologique clé dans la création de MEMS ou de substrats hétérogènes. Elle est également utilisée pour l'encapsulation ou pour l'intégration de composants sur des supports rigides ou flexibles.

2.3.2 Vue d'ensemble des solutions d'assemblage

La technique de scellement de substrat initiée dans l'industrie du Si est utilisée pour de multiples applications telles que la création de substrat SOI (silicon-on-insulator), pour créer des MEMS avec des attaches hermétiques ou non hermétiques, des systèmes fluidiques pour la thermique ou les dispositifs médicaux, traiter des substrats fins ou puces fines lors de process technologiques [137] ou encore pour créer des structures 3D comportant une cavité. Différentes méthodes ont été développées pour le Si et le Tableau 2-2 récapitule les principales méthodes d'assemblage du Si.

Tableau 2-2 : les différentes techniques d'assemblage [138].

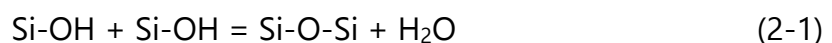
Techniques	Matériaux de soudure	Températures et conditions	Avantages	Inconvénients
Directe	Aucun ou couche mince d'oxyde ou nitrure	Traitement conventionnel : 600-1200°C Traitement plasma et radicaux : 200-400°C Nettoyage source d'ions : 25-200°C	Adhérence forte Hermétique Résistant hautes températures	Faible rugosité et forte planéité des substrats à souder
Soudure intermédiaire	SiO ₂ ou Si ₃ N ₄ Sol-gel Verre frité	60-450°C	Hermétique Adhérence forte	
Anodique	Aucun	200-500°C 200-1500V Pas de pression	Adhérence forte Hermétique Résistants hautes températures	Application d'une tension électrique Contaminations au sodium Contraintes résiduelles
Fusion	Métallique	150-450°C Faible pression	Adhérence forte Hermétique	Fluage Soudure conductrice
Eutectique	Au-Si, Al-Si, Au-In	160-500°C Pression faible à modérée	Adhérence forte Hermétique	Sensible aux oxydes
Thermocompression	Au-Au, Cu-Cu...	250-600°C Pression forte 100-800 MPa	Hermétique	Force à appliquer Faible rugosité et forte planéité des substrats à souder
Adhésif	Parylène	Tambiante – 400°C Faible à modérée	Adhérence forte Température de soudure faible Versatilité	Non-hermétique Stabilité thermique

Ces méthodes se basent toutes sur la création de liaisons entre les différents matériaux. La nature des liaisons en jeu peut varier suivant la méthode choisie et influe sur la qualité du scellement (Tableau 2-3).

Tableau 2-3 : énergies de liaison pour différents types d'interactions [139].

Type de liaison	Energie de liaison (kJ.mol ⁻¹)
Liaisons chimiques	
Ionique	400-1000
Covalente	60-700
Métallique	110-350
Liaisons intermoléculaires (Van der Waals)	
Liaisons hydrogène	<50
Dipôle-dipôle ou forces de Keesom	<20
Dipôle-dipôle induit ou forces de Debye	<2
Dispersion ou forces de London	<40

La soudure directe du silicium est possible pour des surfaces très lisses et propres. L'assemblage hydrophile du Si se fait à de très hautes températures, pouvant aller jusqu'à plus de 1000°C, et joue sur la création de groupes silanol (Si-OH) à la surface de Si oxydé. Lors de la mise en contact des deux substrats, un « pont » se forme entre les deux surfaces grâce à des interactions intermoléculaires de type hydrogènes [140]. L'augmentation de la température permet alors de créer une liaison oxygène entre les deux wafers grâce à la réaction suivante :



Si de l'eau entre en contact avec le Si alors une réaction apparaît, qui peut dans certains cas créer des cavités de gaz au sein de l'assemblage.



Si les surfaces sont hydrophobes, une soudure à des températures comprises entre 300°C et 700°C peuvent être réalisées. Les surfaces doivent être hydrogénées ou fluorées grâce à une gravure à l'acide fluorhydrique. Les surfaces sont alors placées en contact et chauffées. La réaction chimique suivante a alors lieu :



La méthode de soudure anodique a été découverte par hasard par Wallis et Pomerantz fin des années 60 [141]. Le premier brevet a été déposé en 1968. L'utilisation de la soudure anodique a explosé dans les années 80 notamment avec l'essor des capteurs

de pression et des accéléromètres [142]. La technique est généralement employée pour effectuer un scellement entre un wafer de Si et du Pyrex. Le procédé consiste à imposer une pression faible pour mettre les deux substrats en contact (<5 MPa), puis à appliquer une température de 300°C à 500°C, pour qu'à cette température le Pyrex devienne conducteur tout en restant en dessous de sa température de transition vitreuse (~600°C), pour ne pas qu'il devienne liquide [142]. Ensuite, un fort champ électrique est appliqué afin de faire migrer les espèces salines présentes dans le verre vers le substrat d'intérêt. Une tension allant de 100 V à 1500 V est généralement appliquée. Une rugosité RMS de 0,02 µm est généralement acceptée et une rugosité jusqu'à 0,05 µm peut être tolérée [142]. Une illustration du processus de migration des ions Na^+ est donnée en Figure 2-4. Les ions oxygènes vont quant à eux se diriger vers l'interface verre-silicium pour former une couche de SiO_2 [138].

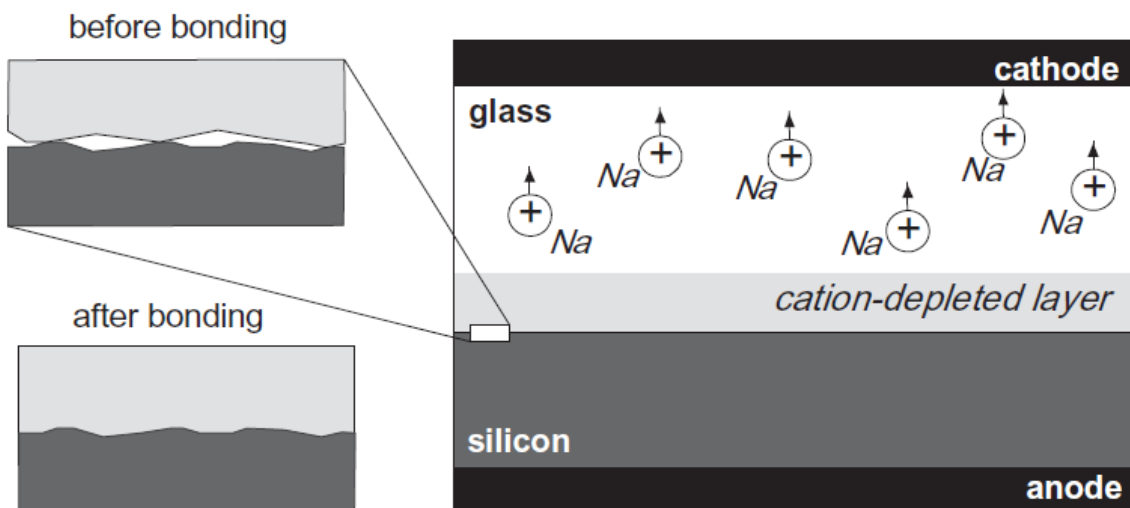


Figure 2-4 : mécanisme d'assemblage Si-verre par voie anodique [137].

Lors d'une soudure par fusion, des couches métalliques ou d'alliages sont déposées par pulvérisation, évaporation ou par voie électrolytique. Ces couches sont alors portées à leur température de fusion permettant un passage en phase liquide et d'effectuer ainsi le scellement [138].

Dans une soudure eutectique, le procédé est analogue à la soudure par fusion mais le phénomène sous-jacent exploite en plus la formation d'une phase eutectique d'un alliage permettant de réduire la température de fusion. Les principales combinaisons eutectiques sont : In-Sn, Ag-In, Au-Sn, Au-Si, Al-Ge et Al-Si [138].

La soudure par thermocompression est une technique de soudure exploitant l'interdiffusion d'un intermétallique, où les combinaisons Cu-Cu, Au-Au, Al-Al ou Ti-Ti sont les plus classiques [137], [138]. Les deux surfaces à assembler ont reçu un dépôt métallique et sont placées en contact. Une pression importante est alors appliquée, typiquement entre 30 et 120 MPa pour une thermocompression Au-Au [143]. Les

pièces sont chauffées à des températures allant de 260 à 300°C pour une durée allant de 2 à 90 minutes [143]. Le procédé peut être assez tolérant sur la topographie des surfaces, dans la mesure où le matériau de scellement est présent aux points les plus hauts des surfaces et que la planéité est correcte.

La soudure adhésive, comme son nom le suggère, emploie une couche intermédiaire adhésive pour former des assemblages avec différents matériaux comme le parylène ou le BCB.

La soudure par frittage de verre peut être obtenue à des températures inférieures à 450°C. Les surfaces n'ont pas à être nettoyées pour éviter toute corrosion des métaux. Le verre est une couche intermédiaire. Lorsque la température va atteindre la température de transition vitreuse, le verre va fluer et se conformer aux infractuosités des substrats. L'inconvénient de cette technique est que le dépôt de ce type de verre ne se fait pas par des méthodes conventionnelles par pulvérisation ou évaporation [137].

2.3.3 Vue d'ensemble des solutions d'assemblage du titane

De nombreux essais ont été transposés pour le cas de scellement de type titane.

L'assemblage direct des substrats Si exploitant des couches Ti/Ti déposés par pulvérisation a déjà été utilisé [144]. Les films de Ti avaient une épaisseur de 30 à 40 nm et une rugosité quadratique de 0,3 nm. Les paramètres du procédé étaient les suivants : 400°C, 10 kN, 2h, sous vide et une pression équivalente de 0,32 MPa.

Une technique de type frittage de verre a été appliquée sur du titane grade 5 et un verre borosilicate (B270 de chez Schott) [145]. Les auteurs recommandent de chauffer le verre à une température comprise entre 705 et 785 °C avec une pression de 1 à 7 MPa pendant 15 s. Ce type de soudure a permis d'obtenir une étanchéité correcte.

La première soudure anodique effectuée avec du titane date de 1969 avec Wallis et Pomerantz [141]. Shu et al. rapportent différents essais de scellement anodique dans la littérature. Les paramètres typiques, qu'ils reportent, sont les suivants : une température de 300°C à 500°C, une tension de 500 V à 1000 V avec un palier de 5 min typiquement. Trois scellements avec trois verres différents (D263T de CTE : 7,2 ppm/K, Pyrex 7740 : 3,25 ppm/K, soda lime : 9 ppm/K) ont été testés à l'échelle de la puce avec pour jeu de paramètres. Les auteurs ont utilisé la formule de Stoney pour estimer les contraintes induites. Ils sont alors parvenus à assembler deux substrats de titane et de verre de type soda lime avec 60 % de la surface soudée. Les paramètres de soudure utilisés sont les suivants : une température de 450°C, une tension de 800 V, une force de 1000 N et un palier de 30 minutes [146].

Un substrat de verre borosilicate (N-BK7 de CTE 8,3 ppm/K) a été assemblé avec succès

avec un substrat de Ti grade 1 avec une rugosité quadratique de 0.6 nm et une épaisseur de 500 µm d'épaisseur [133]. Le verre avait quant à lui une rugosité quadratique de 2 nm. Les conditions optimales de scellement étaient atteintes pour 300°C, une tension de 300 V sous vide et une pression de 225 mbar pendant 3 minutes. Une puce de Ti structurée a été scellée à une puce en verre donnant des résultats satisfaisants [147]. Une contrainte de 0,5 MPa a été appliquée pour la mise en contact des deux puces. Puis les deux puces ont été chauffées à 500°C pendant 2700 s avec une tension de 350 V sous atmosphère argon.

Une équipe californienne a travaillé sur une recette de thermocompression. Elle a été utilisée entre deux éléments de titane de 400 µm d'épaisseur [122]. Les paramètres utilisés sont de 350°C et une contrainte de pression d'environ 7 MPa [115]. De l'or d'une épaisseur de 500 nm a été déposé sur des puces carrées de 2,5 cm de côté avec 1 bar de pression, 350°C en température sous vide pendant 30 min [119]. La rugosité quadratique du Ti était de 25 nm.

2.3.4 Choix des substrats de verre pour ce projet

Différents substrats de verre ont été sélectionnés pour cette étude. L'attention a été portée sur les coefficients de dilatation thermique, en cherchant à approcher celui du titane, de manière à minimiser les contraintes mécaniques. Un borosilicate (Borofloat 33), un second borosilicate (B270) et un aluminosilicate (Xensation) ont été retenus. Les valeurs des différents coefficients de dilatation thermique (CTE) sont données dans le Tableau 2-4.

Tableau 2-4 : Coefficients de dilatation thermiques des différents substrats considérés.

Matériau	Titane	Borofloat 33	B270	Xensation
CTE (ppm/K)	8,6	3,25	9,4	8,8

Le borosilicate B270 paraît approprié car son coefficient de dilatation thermique (9,4 ppm/K entre 20 et 300°C) est proche de celui du titane (8,6 ppm/K). De plus, ce matériau a déjà fait ses preuves dans certains essais de scellement [145]. Sa composition approximative est donnée dans le Tableau 2-5. Un verre d'épaisseur standard de 1,1 mm a été retenu.

Tableau 2-5 : composition du verre B270 [145].

Composé	SiO ₂	B ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	BaO	Al ₂ O ₃
%	69,1	10,8	10,4	6,2	3,1	0,4

L'aluminosilicate Xensation d'épaisseur 550 µm présente un coefficient de dilatation thermique plus proche de celui du titane que le borosilicate B270. Sa composition est

donnée dans Tableau 2-6.

Tableau 2-6 : composition du verre Xensation.

Composé	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	Autres
%	55 - 65	15 - 20	10 - 15	5 - 15

Ces deux verres sont compatibles avec les autres étapes technologiques. Il faut toutefois noter que la présence d'alumine au sein du verre ne facilite pas sa gravure par voie plasma. En effet, l'alumine est généralement utilisée comme masque de gravure plasma. Dans notre cas, sa présence peut provoquer du micromasquage. Ce problème n'apparaît pas dans le cas d'une gravure humide en solution de HF/HCl. L'ajout de HCl permet d'éliminer le dépôt d'alumine en fond de gravure en [148]. La gravure du verre sera discutée dans le chapitre V.

2.4 Développement d'un procédé de scellement provisoire de substrats

Le but de cette section est de définir un procédé d'assemblage titane-verre provisoire pour valider le principe retenu pour le capteur de pression, ainsi que les modèles présentés au chapitre 3. Le scellement doit permettre de définir l'espace inter-électrodes entre la membrane en titane et la contre-électrode déposée sur le substrat de verre.

La solution étudiée repose sur l'utilisation d'un polymère comme matériau adhésif. Le collage est obtenu par chauffage du polymère qui passe d'un état solide à un état viscoélastique [137].

Ce type d'assemblage est utilisé dans la littérature pour diverses applications, comme lors de la fabrication de circuits imprimés, l'intégration de MEMS sur circuits imprimés, l'intégration de PZT [137]...

La tenue de l'assemblage est assurée par le polymère qui va ainsi créer des liaisons avec les deux surfaces. Différentes énergies de liaison d'origine électrostatiques peuvent être mises en œuvre : des liaisons covalentes, des liaisons ioniques, des interactions dipolaires (comme des liaisons hydrogènes) et des interactions de van der Waals [137].

Différents types de polymères sont disponibles pour effectuer l'étape d'assemblage. Les principaux sont recensés dans le Tableau 2-7.

Tableau 2-7 : Matériaux polymères utilisés pour les étapes d'assemblage [137].

Type de polymères	Propriétés
Epoxy	Matériaux thermodurcissables Traitement thermique ou bicomposants Liaison chimique forte et stable
Epoxy UV (SU8 par exemple)	Matériaux thermodurcissables Traitement UV avec un des substrats transparents aux UVs Liaison chimique forte et stable Microstructuration du film possible
Résines nano-imprint	Versions thermodurcissables voire par traitement UV Versions thermoplastiques Optimisé pour un bon reflux autour des surfaces des structures et sont applicables pour l'assemblage
Résine photosensible positive	Matériaux thermoplastiques Thermofusible Présence de vide aux interfaces en général, force de liaison faible
Résine photosensible négative	Matériaux durcissants Traitement thermique ou par UV Force de liaison faible
BCB	Matériaux thermodurcissants Traitement thermique Fort rendement à l'échelle du substrat Liaison très forte, chimiquement et thermiquement stable Microstructuration possible
PMMA	Matériaux thermoplastiques Thermofusible
Polydimethylsiloxane (PDMS)	Matériaux élastomères Traitement thermique Scellement applicable par activation plasma Biocompatible
Polymères fluorés (Téflon par exemple)	Matériaux thermoplastiques et thermodurcissables Traitement thermique ou thermodurcissable Liaison chimique très stable Scellement avec des films microstructurés
Polyimides (thermodurcissable)	Matériaux thermodurcissables Traitement thermique Pour de nombreux polyimides, formation de zone de vide à cause du procédé chimique impliqué Microstructuration du film possible

Type de polymères	Propriétés
	Procédé à l'échelle de la puce
Polyimides (thermoplastique)	Matériaux thermoplastiques Thermofusible Stabilité à haute température Assemblages temporaires
Polyetheretherketone (PEEK)	Matériaux thermoplastiques Thermofusible
Copolyesters thermodurcissables	Matériaux thermodurcissables Traitement thermique
Parylène	Matériaux thermodurcissables Thermofusible
Polymère à cristaux liquides	Matériaux thermoplastiques Thermofusible Bonne barrière contre la moisissure Généralement non disponible comme précurseur de polymère liquide
Cires	Matériaux thermoplastiques Thermofusible Faible stabilité thermique Essentiellement pour des assemblages temporaires

Comme l'illustre la Figure 2-5, le choix du polymère dépend de différents choix économiques, mécaniques et en fonction de la compatibilité avec les équipements et les procédés technologiques accessibles. Deux approches de scellement temporaire ont été étudiées dans le cadre de ce projet. Une première technique d'assemblage à base de film de résine sec, qui bénéficie d'une très grande versatilité et de dimensions fixes, a été expérimentée. Une autre technique à base de BCB a également été explorée.

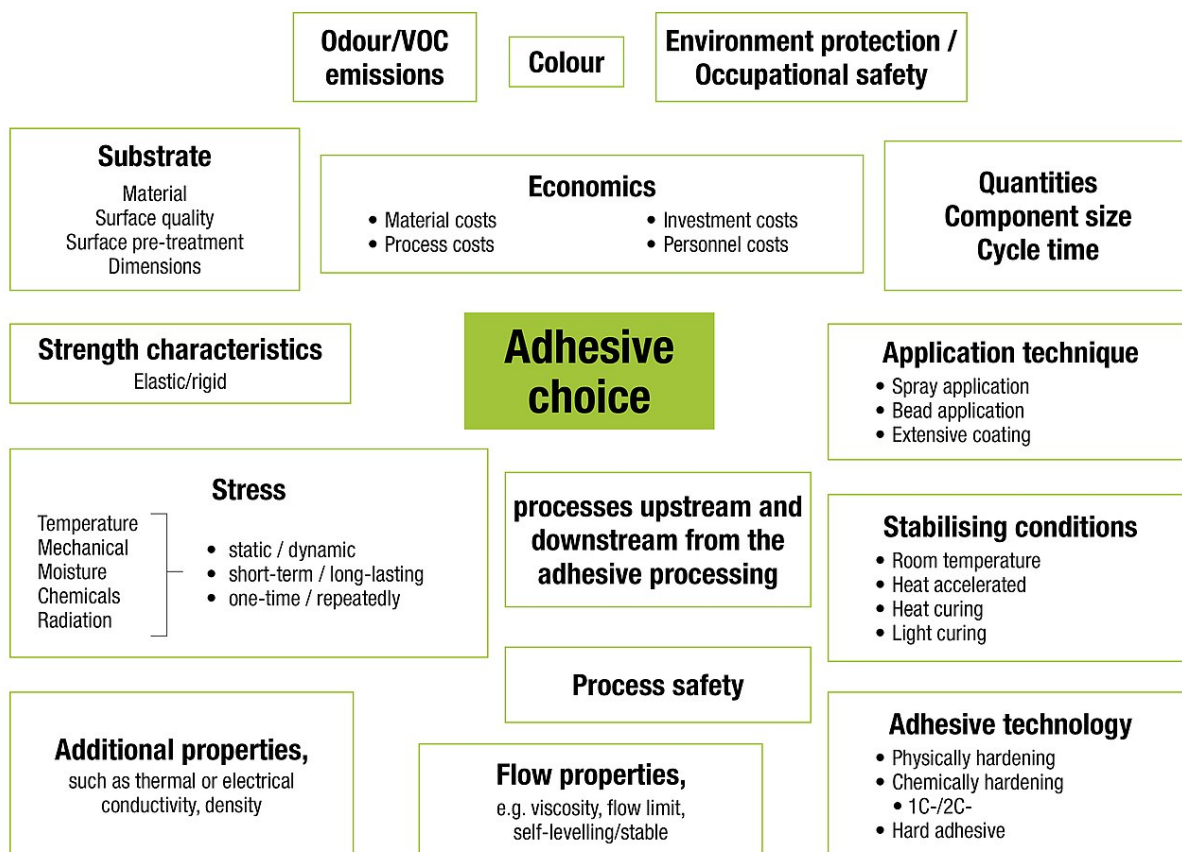


Figure 2-5 : ensemble de paramètres à considérer pour créer une solution d'assemblage adhésive. By Feicanews - Own work, CC BY-SA 4.0, <https://commons.wikimedia.org/w/index.php?curid=78819152>

2.4.1 Développement d'une recette d'assemblage avec « dry film »

La technique d'assemblage par film sec (encore appelé dry film) a été utilisée pour la première fois en 2005 [149]. Le film de résine sec Ordyl Sy300 a été utilisé pour créer un système microfluidique entre deux substrats de verre [150]. Il a également été utilisé sur du verre nu, ou avec une couche intermédiaire avec les paramètres d'assemblage suivant au sein d'un équipement d'assemblage de substrats : 650 kPa, $T = 70^{\circ}\text{C}$ [151]. D'autres paramètres ont également été testés : 100°C , 60 N/cm^2 , 30 min (bonder) [152] ou sur verre 95°C , 30 min, $P = 60 \text{ N/cm}^2$ [150]. D'autres moyens de chauffage ont également été investigués comme à 200°C pendant 1 heure dans un four [153], par un système de collage par puce [154] ou à l'échelle de la puce sur une plaque chauffante à 100°C [155].

Pour cette étude, deux substrats ont été utilisés un substrat de borosilicate de type Borofloat 33 et un substrat de Ti non poli. Le film de résine sec est un candidat idéal, car il est versatile et permet de définir précisément un espace inter-électrode connu fixé à l'avance avec un faible temps de développement. Le film sec utilisé, d'une épaisseur de $20 \mu\text{m}$, est une résine négative et souffre donc d'un faible niveau d'adhésion car il aura moins tendance à durcir que d'autres solutions polymères [137].

Dans le cadre de cette thèse, un procédé a été développé sur substrat de verre. Après un nettoyage du verre avec une solution Piranha (H_2SO_4/H_2O_2 1:3) de 10 minutes, puis un décapage par plasma O_2 , le film est laminé à $105^\circ C$ sur le substrat de verre, puis microstructuré par photolithographie. Enfin, les deux substrats sont superposés et placés dans un bâti d'assemblage de type « wafer bonder ». Le procédé a été développé afin d'obtenir la hauteur de $20\ \mu m$ attendue et une épaisseur uniforme sur l'ensemble du joint pour assurer un contact égal sur l'ensemble du joint. Des précisions sur les différentes étapes sont donnée dans le Tableau 2-8.

Si la dose est inférieure à $594\ mJ/cm^2$, la résine n'est pas uniforme en haut des motifs. Avec cette dose, la largeur en haut des motifs est proche de $200\ \mu m$ pour une ouverture de $194\ \mu m$. Des traces résiduelles d'environ $50\ \mu m$ en bas des motifs peuvent être observées, elles sont vraisemblablement causées par des réflexions à l'interface verre/film de résine sec.

Tableau 2-8 : paramètres utilisés pour l'assemblage par film de résine sec.

Etapes	Valeurs
Nettoyage Piranha (H_2SO_4/H_2O_2 1:3)	30 minutes
Recuit	10 min @ $120^\circ C$
Décapage plasma O_2	5 min 90 W 120 V de bias
Laminage	$105^\circ C$
Lithographie	$385\ mJ/cm^2$ pendant 70 s Développement de 5 minutes
Repos	10 minutes
Recuit	$95^\circ C$ pendant 10 min
Repos	10 minutes
Développement Ordyl XF	5 min + 1 min 30
Rinçage	Eau
Assemblage	10 minutes de rampe de montée Pallier de 30 min à $90^\circ C$ 10 minutes de rampe en descente Force de 668 N Sous pression atmosphérique

Une photographie des deux substrats assemblés est donnée en Figure 2-6, haut. Des images des cordons observés par microscopie sont données en Figure 2-6, bas. Il est possible de voir par transparence que certains cordons n'ont pas été collés correctement. Dans ces régions, les interférences observées indiquent un espace entre

deux des interfaces.

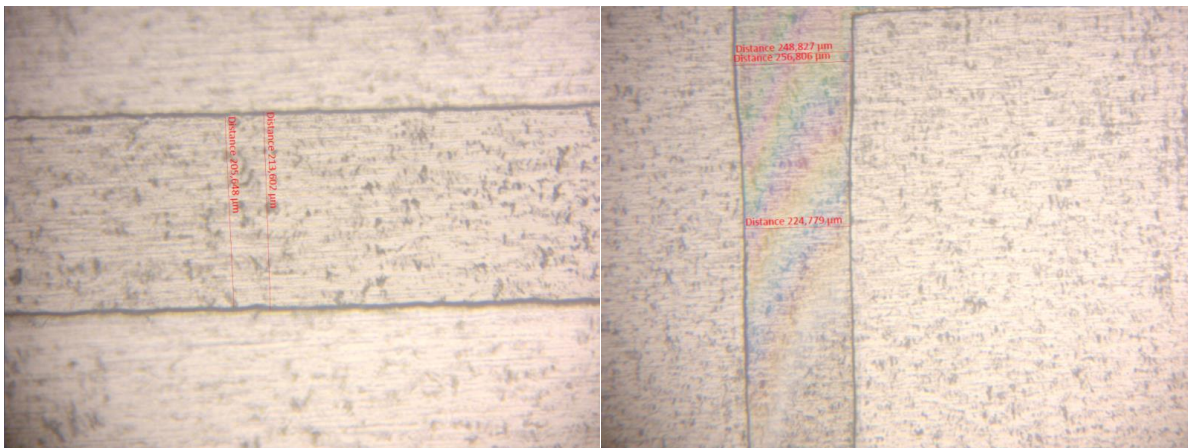
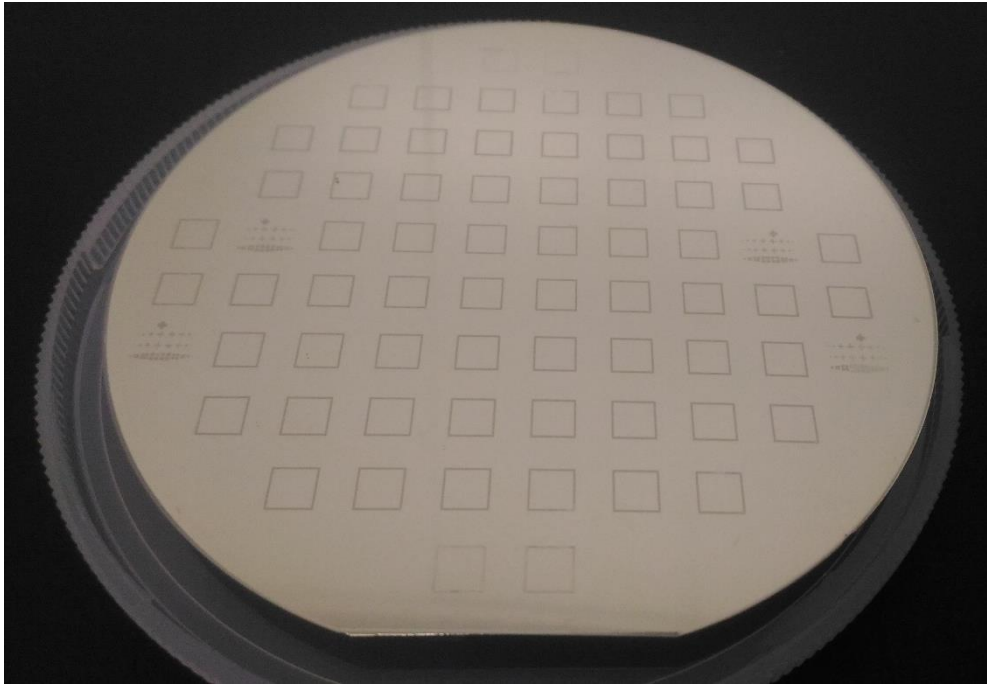


Figure 2-6 : en haut, photographie des deux substrats assemblés. En bas à gauche, cordon de soudure visible à travers le verre. En bas à droite, cordon de soudure partiellement collé visible à travers le verre.

L'insertion d'une lame de rasoir entre les deux substrats suffit à les décoller. Les substrats ne tiennent pas une découpe : la simple mise en place et le jet d'eau de la scie sont suffisants pour parvenir à les décoller. Par la suite, il est possible d'observer un report des motifs du substrat de verre vers le substrat de titane. Après inspection du substrat de verre, l'intégralité des cordons situés sur le verre a disparu et est visible sur les substrats de titane. Il y a donc un transfert intégral des motifs du verre vers le titane. La défaillance d'adhérence a donc lieu à l'interface verre/dry film.

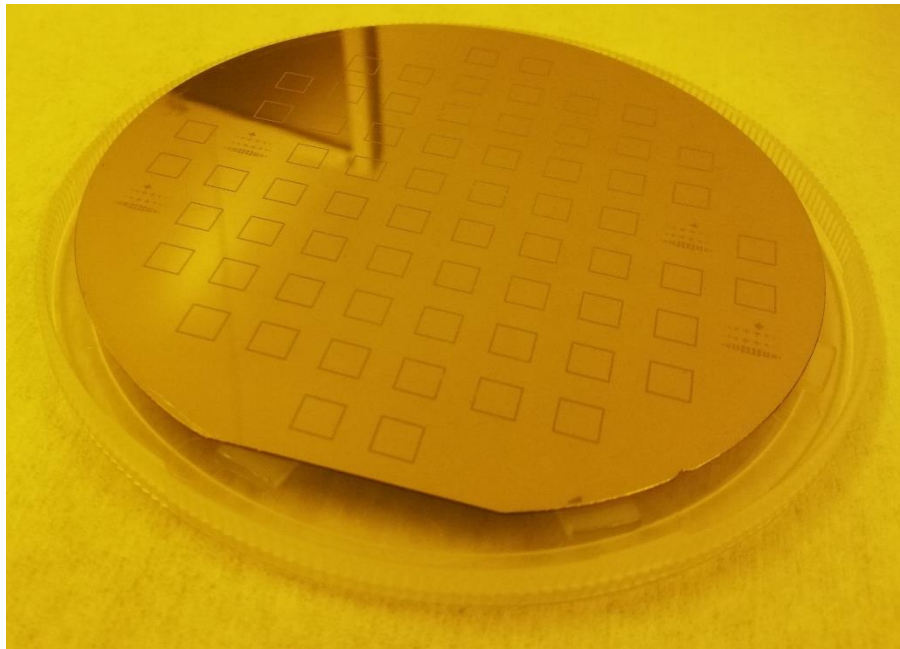


Figure 2-7 : report des cordons de soudure sur le substrat de titane.

2.4.1.1 Hypothèses sur l'origine de la défaillance d'adhérence

Différentes origines peuvent être avancées. Les principaux points de vigilance concernant l'assemblage polymère applicables dans ce cas d'étude sont les suivants :

- Le type de polymère, de ses solvants et de la température.
- Lorsque les substrats ne sont pas perméables, le dégazage des polymères peut créer des vides aux interfaces.
- La mouillabilité correcte du film sur les substrats.
- Le profil de température doit être ajusté de façon adéquate. Un temps de palier doit notamment être suffisamment long pour permettre la réticulation.
- L'uniformité de la pression appliquée.
- Les différences de coefficients de dilatation thermique entre les matériaux augmentent le niveau de contrainte que doit supporter le joint polymère.

Le fait que le mode de défaillance ait lieu à l'interface suggère un problème d'adhérence du film de résine sec sur le substrat de verre. Par ailleurs, comme discuté dans l'introduction aux méthodes d'assemblage adhésif, les résines négatives ne permettent pas d'obtenir des solutions de scellement très efficaces.

Pour mieux comprendre la cause de la défaillance d'un bonding Ti/verre, la mouillabilité des deux substrats a été étudiée. Cette étude s'est appuyée sur la technique de mesure de l'angle contact, qui permet d'appréhender la nature des interactions intermoléculaires pouvant avoir lieu sur le substrat. Une photographie de l'appareil utilisé est donnée en Figure 2-8. La technique consiste à déposer une goutte d'un liquide de référence sur le substrat et à mesurer l'angle formé au point de concours des trois phases solide, liquide et gazeuse de la goutte à l'aide d'une caméra. Un schéma est donné en Figure 2-9.

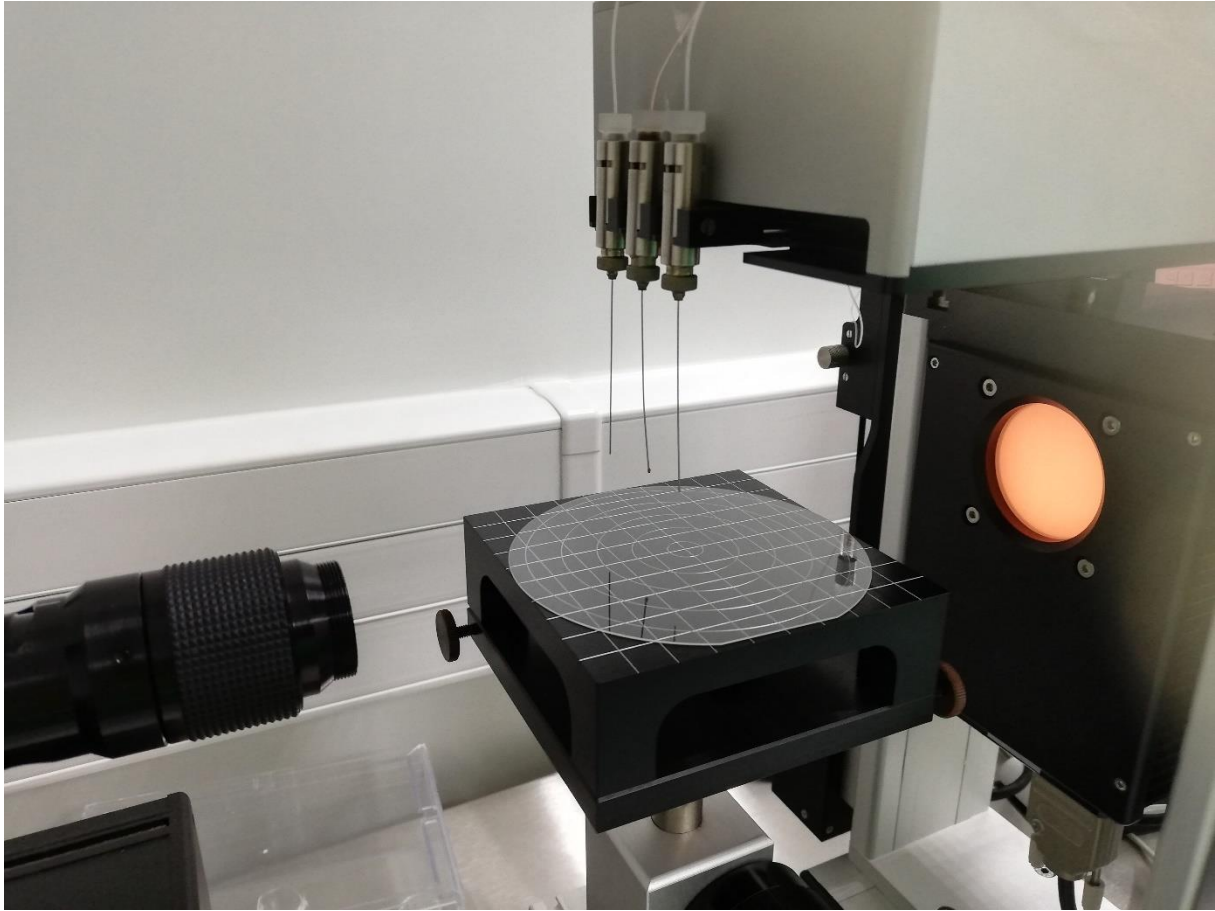


Figure 2-8 : Appareil de mesure d'angle de contact.

La plupart des phénomènes interfaciaux apparaissent lorsque trois phases se rencontrent. Lorsque les trois phases solide, liquide et gazeuse coexistent, il y a apparition d'une ligne de contact entre les trois phases. Quand le système est dans un régime quasi-statique les trois phases sont sans mouvement car il y a équilibre entre les forces tangentielles causées par les tensions de surface et aux interfaces [156].

Dans le cas d'un liquide en contact avec un solide et un gaz, l'angle de contact θ_c formé au point faisant l'intersection des trois phases. L'énergie de surface du solide σ_s agit le long du solide. L'énergie d'interface solide-liquide σ_{sL} agit dans la direction opposée et la tension surface σ_L du liquide est tangente à la surface de la goutte [156]. Une illustration de la situation est donnée en Figure 2-9. L'équation d'Young permet alors de relier ces paramètres :

$$\sigma_L \cos \theta_c = \sigma_s - \sigma_{sL} \quad (2-4)$$

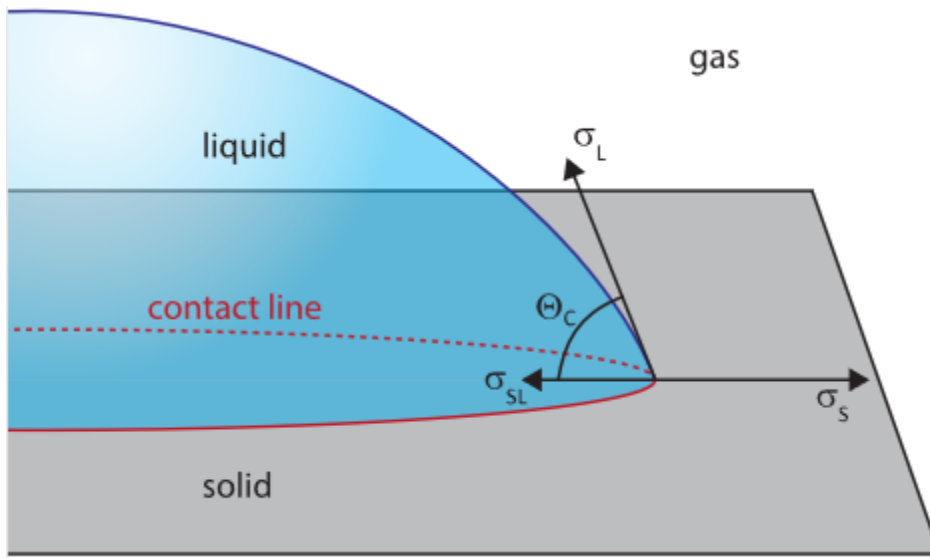


Figure 2-9 : schéma d'explication de la mesure de l'angle de contact [156].

Selon la théorie d'Owens, Wendt, Rabel et Kaelble, une énergie de surface peut se décomposer en deux composantes permettant de saisir les interactions intermoléculaires de la surface. Une première composante est la composante polaire σ^p reflétant les interactions de type coulombiennes entre différents dipôles telles que les liaisons hydrogènes, les interactions dipôle permanent/dipôle permanent (les forces de Keesom) et dipôle permanent/dipôle induit (les forces de Debye). L'autre composante σ^d est la composante dite dispersive qui tient compte des forces de London [156].

Il est alors possible de retomber sur les propriétés de surface des matériaux, à l'aide de l'équation du modèle d'Owens, Wendt, Rabel et Kaelble :

$$\frac{\sigma_L(1 + \cos\theta)}{2\sqrt{\sigma_L^d}} = \sqrt{\sigma_S^p} \sqrt{\frac{\sigma_L^p}{\sigma_L^d}} + \sqrt{\sigma_S^d} \quad (2-5)$$

Où les σ_L sont connues et sont les tensions de surface du liquide de référence.

A l'aide de deux références, cette équation permet de relier les angles de contacts à l'énergie de surface de la phase solide. La régression linéaire permet alors de retomber sur l'énergie de surface du substrat connaissant les énergies de tension des liquides de référence.

Des images des gouttes obtenues pour les différents substrats sont données en Figure 2-10. La goutte d'eau distillée fortement polaire est d'allure sphérique sur le substrat de titane indiquant que ce substrat est non polaire. La goutte de diiodométhane fortement apolaire a tendance à s'étaler sur le substrat de titane.

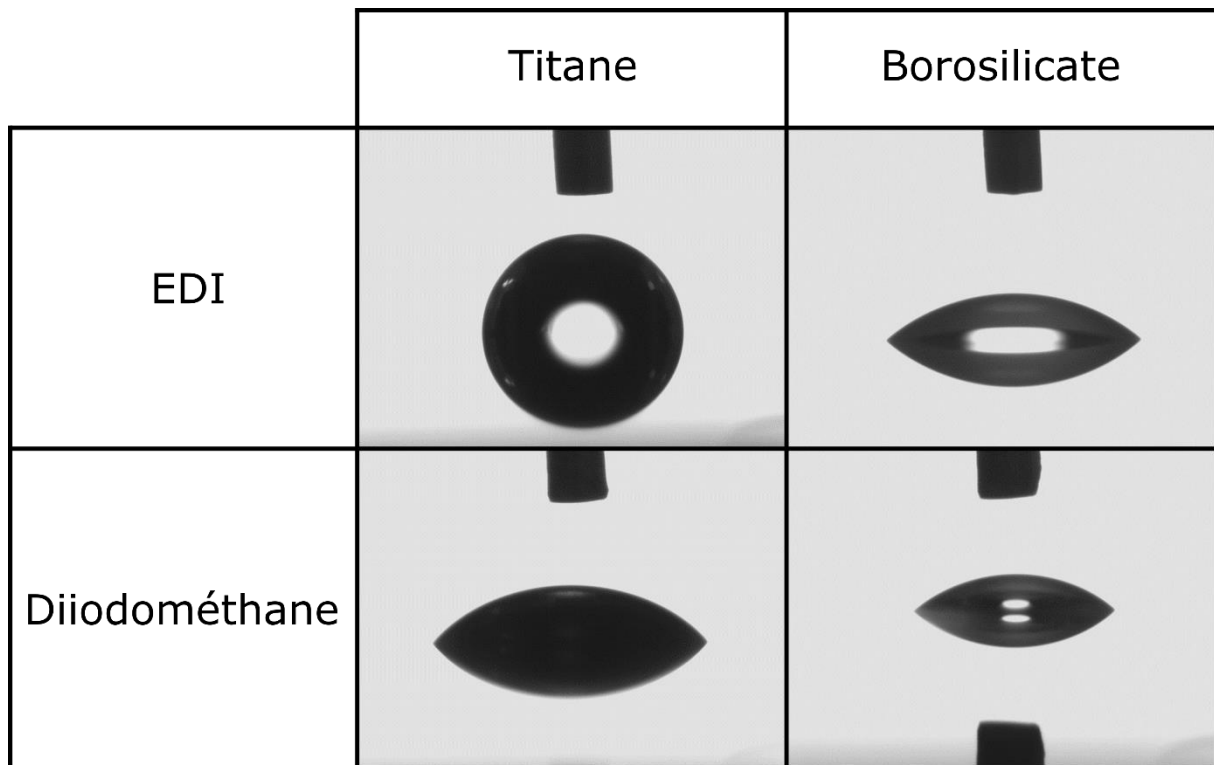


Figure 2-10 : Gouttes de liquide obtenus pour les deux substrats de titane non poli et de borosilicate.

Les mesures confirment les observations effectuées. La composante polaire du titane est très faible comparée au verre et la composante dispersive est également différente pour ces deux substrats.

La régression linéaire pour le titane a été effectuée pour 8 mesures. Son énergie de surface a été évaluée à 33,99 mN/m, dont 31,96 mN/m pour la composante dispersive et 2,03 mN/m pour la composante polaire. La régression linéaire pour le verre a été effectuée pour 8 mesures. Son énergie de surface a été évaluée à 56,12 mN/m, dont 20,53 mN/m pour la composante dispersive et 35,59 mN/m pour la composante polaire. La différence entre les énergies de surface et particulièrement les composantes polaires pourraient être l'un des facteurs permettant d'expliquer la rupture à l'interface verre/résine.

Cette mesure peut être affectée par différents paramètres comme les conditions environnementales de l'expérience et la rugosité. Enfin, la rugosité du titane pourrait jouer un rôle bénéfique sur l'adhérence car elle permettrait d'augmenter la surface effective de la zone de contact lorsque chauffé, le film de résine sec s'insinue dans les infructuosités.

Un assemblage Ti/Ti par film de résine sec a finalement été entrepris pour éliminer les causes possibles associées au choix matériau. Une photographie de l'assemblage est donnée en Figure 2-11. La pénétration d'une lame de rasoir entre les deux substrats suffit pour détacher les substrats. Les substrats n'ont pas subi de découpe.

Le scellement par film de résine sec paraît donc incompatible avec l'étape de découpe.

Si les contraintes imposées à l'empilement ne sont pas trop importantes lors des manipulations, ce scellement peut s'avérer suffisant pour définir facilement l'espace inter-électrodes. Un assemblage à l'échelle de la puce a été utilisé et est présenté dans le chapitre 5.

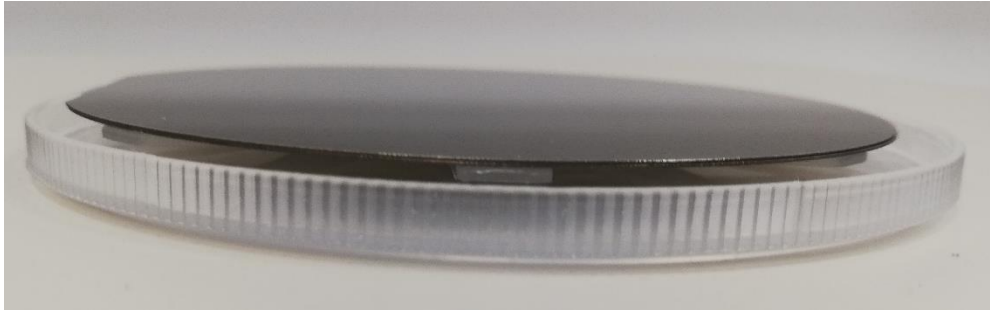


Figure 2-11 : photographie d'un assemblage Ti/Ti par film de résine sec.

2.4.1.2 Développement d'un procédé d'assemblage à l'aide de BCB

Une étude de scellement provisoire basée sur du BCB a été menée. Le procédé a été développé sur des substrats de verre de type B270 dont le coefficient de dilatation thermique est proche de celui du titane, permettant de limiter les contraintes mécaniques au niveau de l'assemblage.

L'étude cherchait à effectuer un assemblage Ti/verre avec une épaisseur contrôlée de BCB de 20 μm . L'étude a d'abord consisté à déterminer les paramètres permettant d'obtenir un procédé valide sur substrats silicium puis à transposer ce procédé aux substrats de verre.

Différents paramètres ont été investigués pour cette étude, comme le contrôle de la hauteur de la résine obtenue après lithographie ou l'uniformité sur l'épaisseur de résine.

Un résultat de lithographie après optimisation du procédé sur silicium est présenté en Figure 2-12, gauche. Une épaisseur de BCB de 18 μm a pu être obtenue avec une uniformité de 95 %. Une image du BCB structuré par photolithographie sur substrat de verre est donnée en Figure 2-12, droite. L'image révèle un problème de mauvaise définition des motifs en fond de gravure. Une inhomogénéité d'épaisseur de BCB sur l'ensemble du substrat a également été relevée, avec des épaisseurs allant de 15 à 20 μm . Le problème ne semble pas provenir d'un défaut d'insolation du BCB car plusieurs paramètres d'insolation ont été testés. Des marques de résine font penser à des coulures. Une cause possible semble plutôt liée à l'utilisation d'un développeur utilisé en immersion, alors qu'il est préférentiellement destiné à du développement par voie spray. La méthode de développement avait pourtant fait ses preuves pour des épaisseurs de BCB plus faibles sur des substrats de Si.

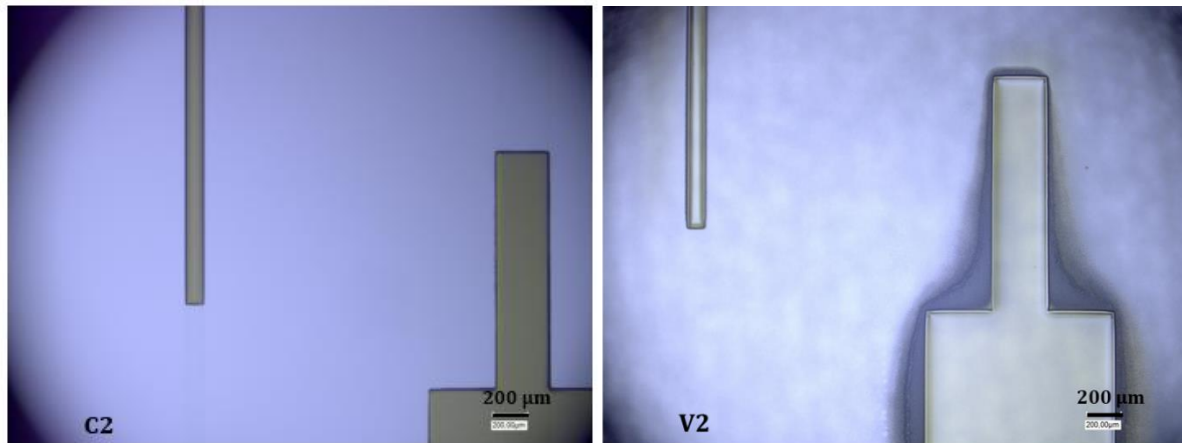


Figure 2-12 : images des enrésinements BCB obtenus sur substrat de Si, à gauche et sur substrat de verre à droite.

2.4.1.3 Conclusion :

Les débuts de développement du procédé d'assemblage de substrats à l'aide de polymère BCB n'ont pas permis de réaliser un assemblage suffisamment robuste pour résister à la découpe et servir au prototypage du capteur de pression en titane. Une solution à l'échelle de la puce pour limiter les risques de contraintes induites lors des coupes sera abordée dans le chapitre 5. Des efforts sur la lithographie du BCB peuvent encore être faits pour parvenir à un procédé d'assemblage titane-verre fonctionnel et robuste.

2.5 Développement d'un procédé d'assemblage par thermocompression

2.5.1 Introduction

Le but de cette partie est d'étudier une étape technologique de scellement de substrat (bonding) qui permettrait d'obtenir une bonne herméticité à long terme. Le choix s'est porté sur une méthode par thermocompression et a été motivé par le fait que la technologie avait déjà fait ses preuves dans la réalisation de microdispositifs en titane [115], [119], [122]. L'ajout d'un joint intermétallique permet en effet de s'affranchir partiellement des problèmes liés à la rugosité. La technique reste cependant sensible à la planéité.

La stratégie suivie pour développer le procédé est la suivante :

1. Vérifier la faisabilité de l'assemblage sur des puces non structurées de verre et de titane.
2. Vérifier la faisabilité à l'échelle du substrat avec des cordons de soudure.
3. Vérifier la faisabilité de l'assemblage avec des cordons de soudure.
4. Effectuer un assemblage entre un substrat de Ti structuré et du verre gravé avec une électrode métallisée.

2.5.2 Méthode de test en traction

Des essais de traction ont été menés pour vérifier la qualité des soudures. Le bâti de « pull test » est composé d'un système de fixation de l'échantillon collé sur un galet en laiton d'une part et à une tige d'autre part. La tige est alors prise dans un mors. La traction se fait à l'aide d'un système pneumatique qui applique un effort de traction sur la tige. Un capteur de force permet de suivre l'effort appliqué au cours du temps.

2.5.3 Assemblage à l'échelle de la puce

2.5.3.1 Protocole

Une première étude a consisté à étudier les paramètres d'assemblage à l'échelle de puces carrées de 15 mm de côté. Les puces titane ont été nettoyées à l'acétone, puis à l'isopropanol préalablement avant le dépôt.

De leur côté, des puces de verre ont également été découpées aux mêmes dimensions. Les puces de verre ont été préalablement nettoyées à la solution Piranha. Les puces ont alors vu un dépôt d'or d'une épaisseur de 500 nm. Le procédé utilisé était celui développé pour la thermocompression d'or entre substrats de silicium. L'alignement a été effectué de manière visuelle.

Trois essais ont été menés avec ce procédé. Un assemblage Ti/aluminosilicate dont une photographie est donnée en Figure 2-13, gauche. Un assemblage Ti/borosilicate dont la photographie est donnée en Figure 2-13, milieu. Un assemblage Ti/Ti, dont une image est donnée en Figure 2-13, droite. Pour les deux assemblages de verre, la couche d'adhérence est visible à travers le verre.

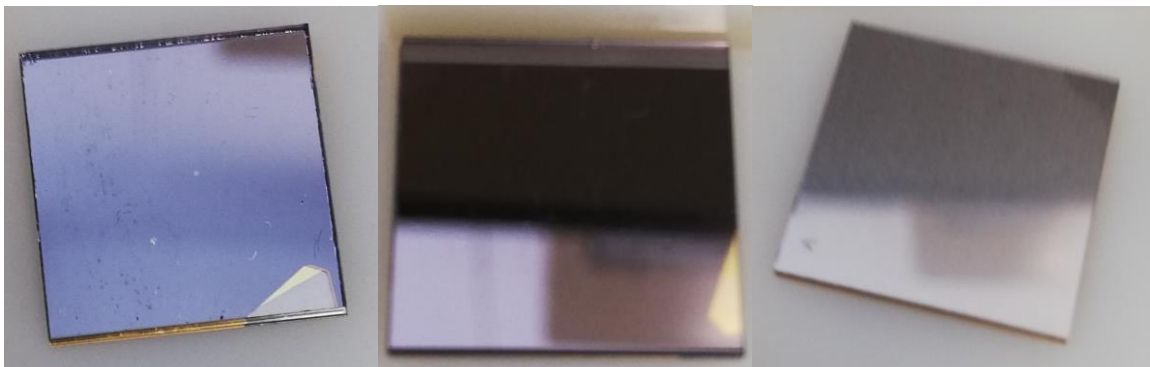


Figure 2-13 : à gauche, bonding Ti/borosilicate. Au milieu, bonding Ti/aluminosilicate. A droite, bonding Ti/Ti.

Les puces ont ensuite été collées sur des galets en laiton pour les tester en traction et une tige de traction a été collée sur la face extérieure du titane.

2.5.3.2 Résultats de caractérisation

Dans ces trois cas, la colle a fini par lâcher. Des photographies des trois essais sont

données en Figure 2-14. Les courbes associées au test de traction sont données en Figure 2-15. La force est imposée avec un actionneur pneumatique et la force maximale est donnée par la tenue de la colle sur l'échantillon et a rompu pour ces trois essais à des valeurs de forces différentes.



Figure 2-14 : essais après le test en traction. A gauche, bonding Ti/borosilicate. Au milieu, bonding Ti/aluminosilicate. A droite, bonding Ti/Ti.

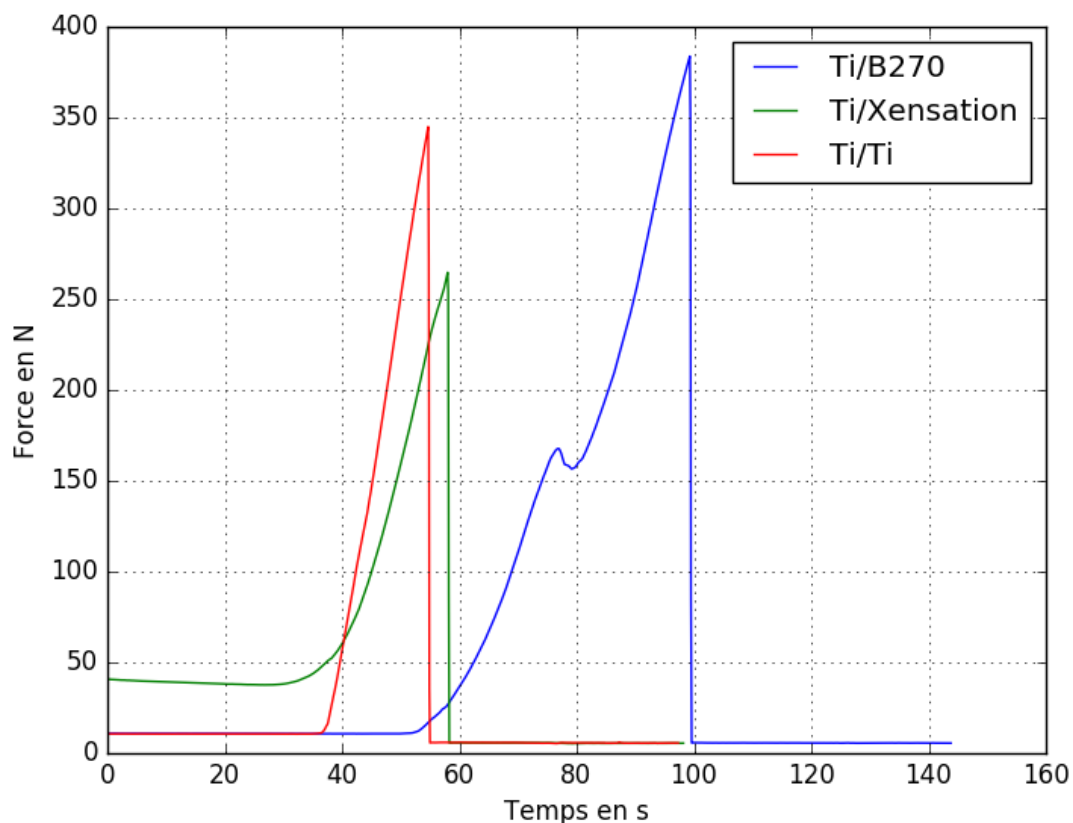


Figure 2-15 : courbes de traction pour les différentes puces assemblées.

Après avoir laissé les puces assemblées dans l'acétone pour les retirer de leur support en laiton, elles se sont cassées au niveau de la couche de verre. Des photographies sont données en Figure 2-16.



Figure 2-16 : photographies des puces après retrait de l'acétone. A gauche, essai Ti/borosilicate. Au milieu essai Ti/aluminosilicate. A droite, essai Ti/Ti.

2.5.3.3 Interprétation et discussion

Le verre B270 s'est cassé. Le graphe obtenu pour le test de traction peut signifier qu'un décollement partiel a eu lieu au cours du test vers les 170 N. De plus, de l'or reste présent sur les deux faces après décollement. L'or n'a peut-être pas interdiffusé partout. Cela soulève également la question de la rugosité, car très localement des zones d'or paraissent arrachées. Une cause possible pourrait provenir de la rugosité du Ti. Des pics de rugosité du Ti suffiraient à maintenir le scellement. Cela permettrait d'expliquer la présence d'arrachage partiel de l'or et expliquerait que l'interdiffusion n'ait pas eu lieu dans certaines zones.

Le phénomène semble identique sur le verre Xensation. Le verre s'est également brisé mais ne s'est pas arraché, malgré une épaisseur plus faible. Ce type de verre est également plus rigide. Cette rigidité peut venir impacter le scellement car le wafer va alors moins se déformer pour compenser les contraintes. Le Ti/Ti ne semble pas avoir été affecté par le pull test. Il est cependant compliqué d'évaluer la qualité du scellement Ti/Ti du fait de l'opacité du matériau.

2.5.3.4 Essai de répétabilité

Un second essai pour montrer la répétabilité a été mené. Contrairement à l'essai précédent, la face verre a été tournée vers le haut lors de l'essai de traction comme l'illustre la Figure 2-17. Pour l'essai Ti/Ti, c'est la tige qui a rompu au niveau de sa soudure.

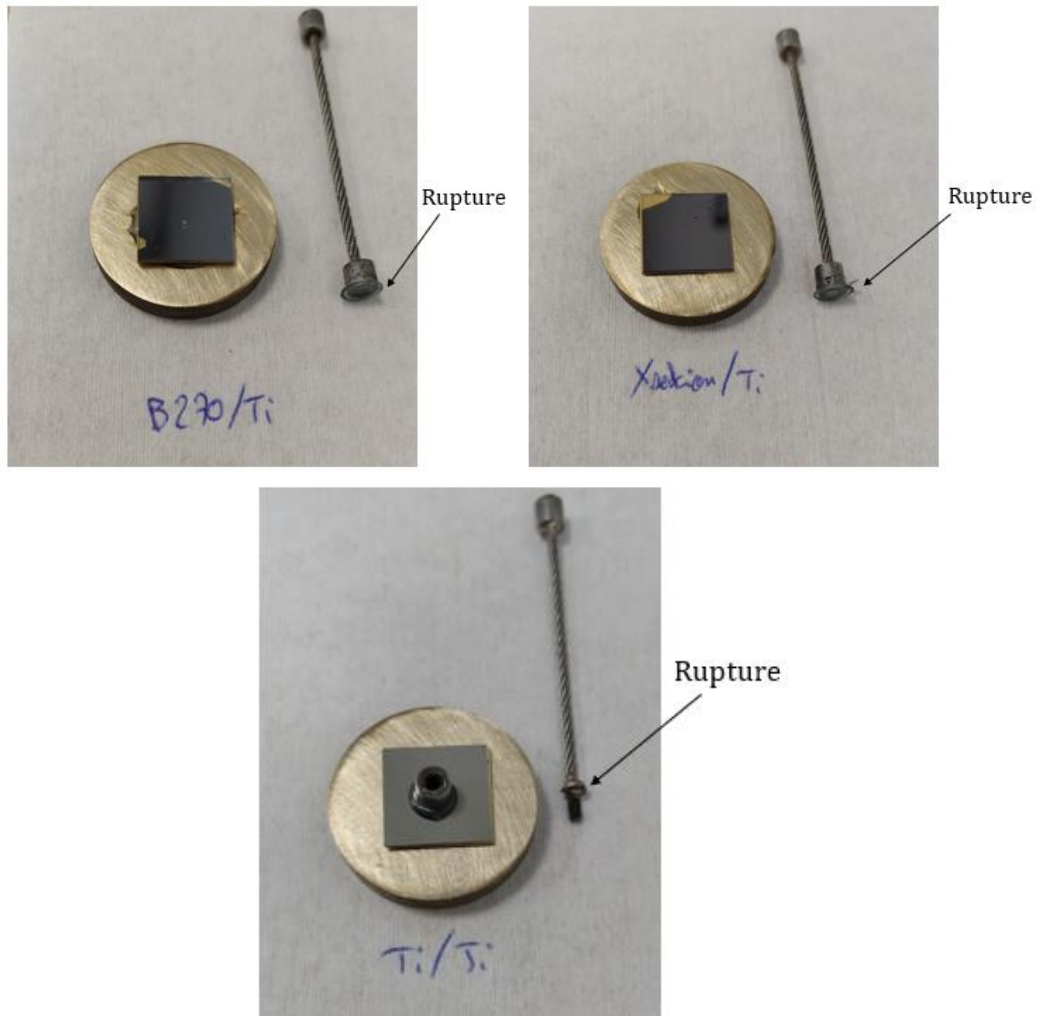


Figure 2-17 : photographies des échantillons avec leur tige.

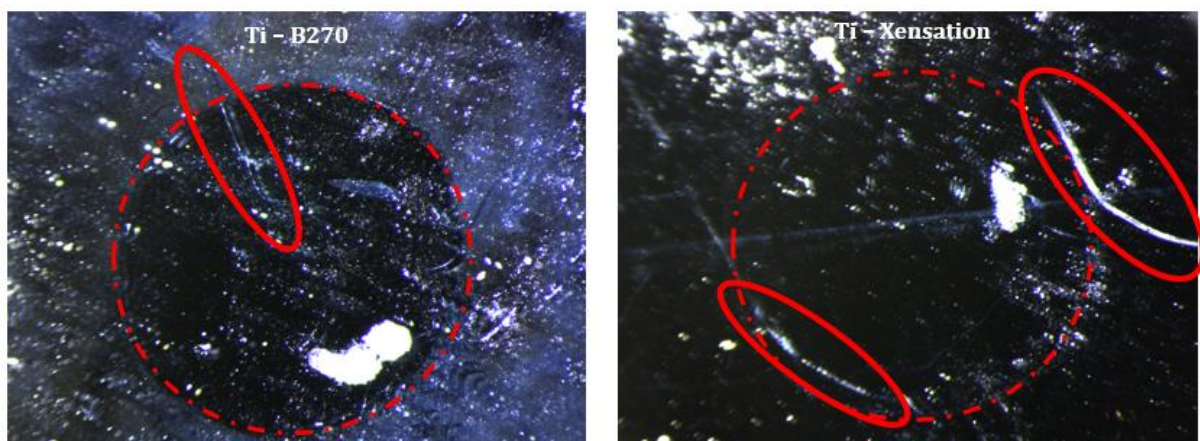


Figure 2-18 : images microscope des deux verres après test en traction. A gauche, le verre B270. A droite, le verre Xensation.

Lors de ces essais, la colle a lâché à des valeurs de forces inférieures (180 N). Les verres ne sont pas brisés, même si la force maximale appliquée pour le verre était de 220 N. Une observation du verre au microscope semble néanmoins révéler des amorfes de

fissure. Les courbes ne semblent pas révéler de décollement partiel comme lors du premier essai.

2.5.3.5 Conclusion

Ces essais semblent aller dans le bon sens et tendent à démontrer la faisabilité de la thermocompression entre les deux types de verre et le Ti pour nos échantillons. Le test en traction semble néanmoins fragiliser le verre, ce qui provoque sa rupture lors du décollement. A ce stade, il paraît clair que les pics de rugosité sont les points pour lesquels il y a une fixation entre les deux puces. Ce qui laisse à penser que la soudure n'est pas hermétique, mais permet d'assurer le maintien mécanique. Ce dernier point paraît suffisant pour le prototypage du capteur de pression et son intégration dans un dispositif. La suite va consister à tester l'effet de la thermocompression à l'échelle du substrat et à l'échelle de la puce sur des puces avec des cordons de soudure en anneau. Un anneau correspond à une puce.

2.5.4 Essai sur substrat 4 pouces.

2.5.4.1 Introduction

Après avoir démontré la faisabilité d'un assemblage puce à puce, un essai substrat à substrat a été entrepris. Un masque de photolithographie dédié à l'assemblage a été conçu de manière à définir des cordons d'or de 194 μm de large par lift-off. L'essai a été mené sur borosilicate.

2.5.4.2 Protocole et résultats

Deux substrats ont vu un dépôt d'or de 300 nm structuré par lift-off. L'épaisseur d'or utilisée pour cet essai est inférieure à celle utilisée pour l'essai précédent pour diminuer la grande consommation d'or sur le bâti de dépôt.

Après nettoyages préalables des deux substrats, ils ont été tout deux introduits dans le bâti de dépôt et ont donc été soumis aux mêmes conditions de vide pour ce dépôt. Des photographies des substrats de titane et de verre obtenus après dépôts sont données en Figure 2-19.

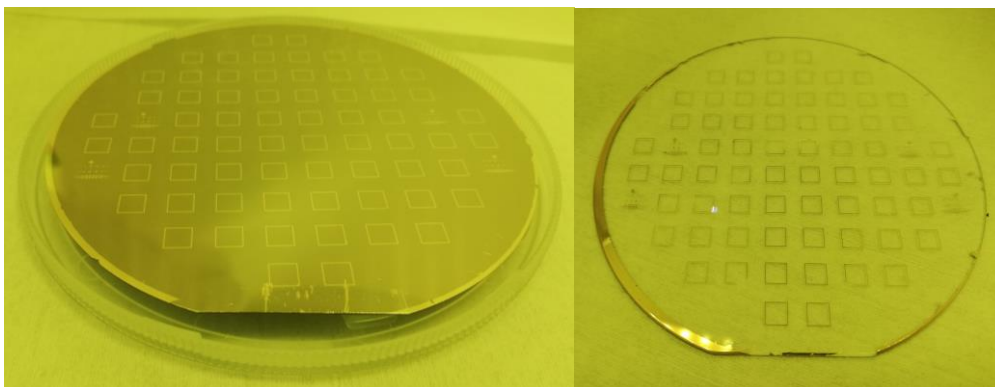


Figure 2-19 : photographies des substrats de titane (à gauche) et de verre (à droite).

Les conditions de scellement étaient identiques à l'essai précédent, avec des conditions de force adaptées à la surface effective des cordons. Une photographie du scellement obtenu est montrée en Figure 2-20, gauche. Il est possible de voir des franges de Newton qui semblent indiquer un assemblage réussi. Cela signifie que la lumière blanche est réfléchi aux interfaces Ti/air et Air/verre comme illustré par la Figure 2-20. En effet, la grande proximité entre les substrats de verre et de titane et le parallélisme des deux substrats entraîne l'apparition de franges d'interférence en lumière blanche.

Le substrat a été directement découpé à la scie circulaire après bonding pour essayer d'individualiser les puces. Cependant une grande partie des puces s'est décollée. Cela a permis de mettre en évidence que l'assemblage n'était pas correctement réalisé au centre du substrat. L'explication semble venir du fait que le porte-échantillon utilisé était marqué par la trace d'un substrat 2 pouces par un utilisateur précédent. Il est néanmoins possible de voir sur le verre décollé certaines traces d'arrachage montrant que la soudure a bien lieu sur certains échantillons. Le verre s'est cassé autour des soudures comme illustré par la Figure 2-21.

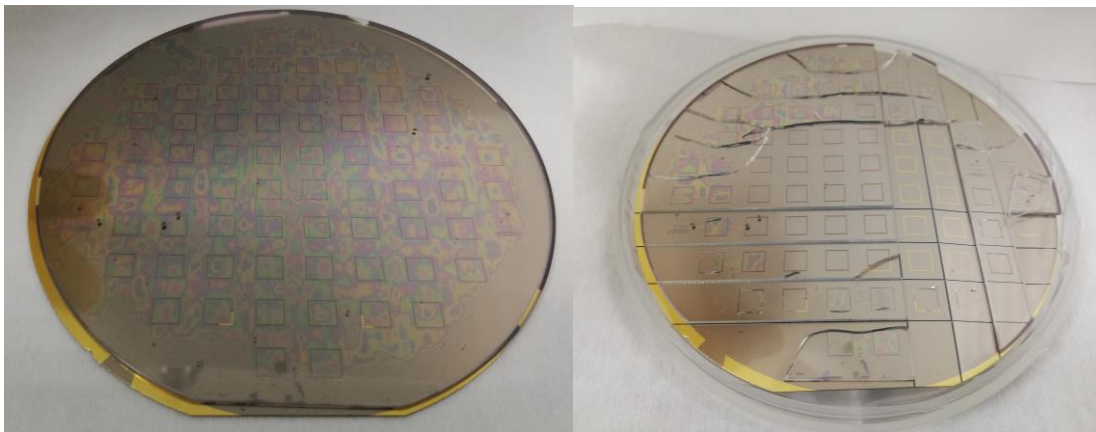


Figure 2-20 : photographies des substrats bondés effectués avant (gauche) et après découpe (droite).



Figure 2-21 : arrachage du verre en périphérie du cordon de soudure.

2.5.4.3 Conclusion

L'essai a montré que l'assemblage substrat à substrat était impossible à cause du bâti d'assemblage dont le support a été précédemment marqué (donc déformé) par un substrat 2 pouces. L'approche alternative consiste à passer par un essai d'assemblage au niveau de la puce, permettant d'exploiter comme lors du premier essai le support du substrat 2 pouces.

2.5.5 Essai d'assemblage à l'échelle de la puce avec cordons

2.5.5.1 Premier essai

Pour assurer une compatibilité avec la machine de collage et utiliser un support adapté au substrat 2 pouces, des ensembles de 4 puces ont été utilisés. De premiers essais avec 300 nm d'or ont été menés. Une photographie des puces dans la machine de collage est donnée en Figure 2-22.

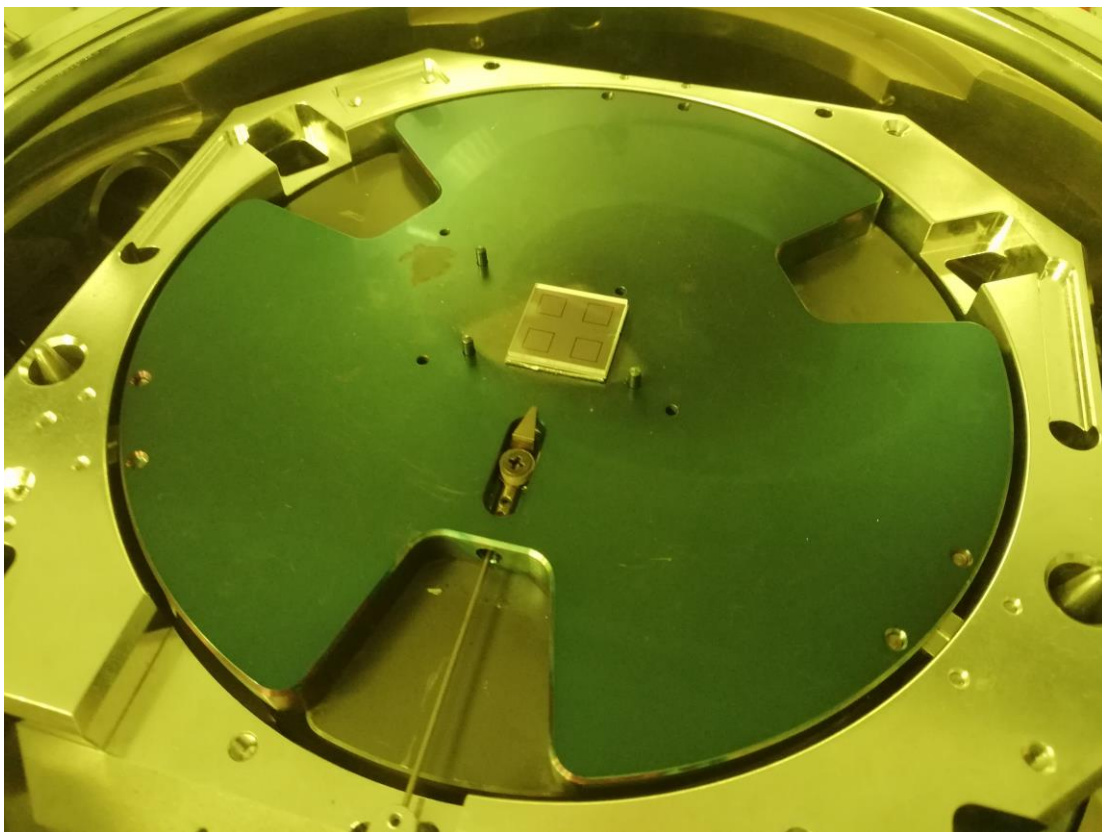


Figure 2-22 : collage de deux puces avec des cordons.

L'assemblage a réussi et différentes puces ont pu être obtenues. Des photographies sont données en Figure 2-23. Une des puces a été collée pour effectuer un essai en traction.

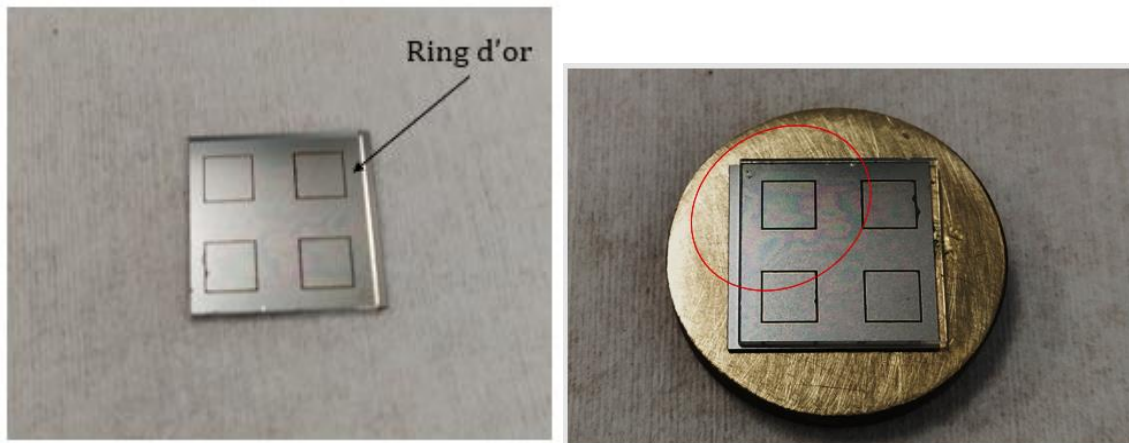


Figure 2-23 : à gauche puce obtenue après collage. A droite, puce collée sur son support pour le test en traction.

L'essai en traction a permis de séparer les deux puces comme le montre la Figure 2-24. La caractéristique obtenue pour cet essai est donnée en Figure 2-25. Le verre s'est brisé et le cordon est resté présent sur le verre indiquant que le scellement n'était pas très bon. Les différents pics observés sur la caractéristique sont peut-être liés aux ruptures locales au sein des différents cordons.

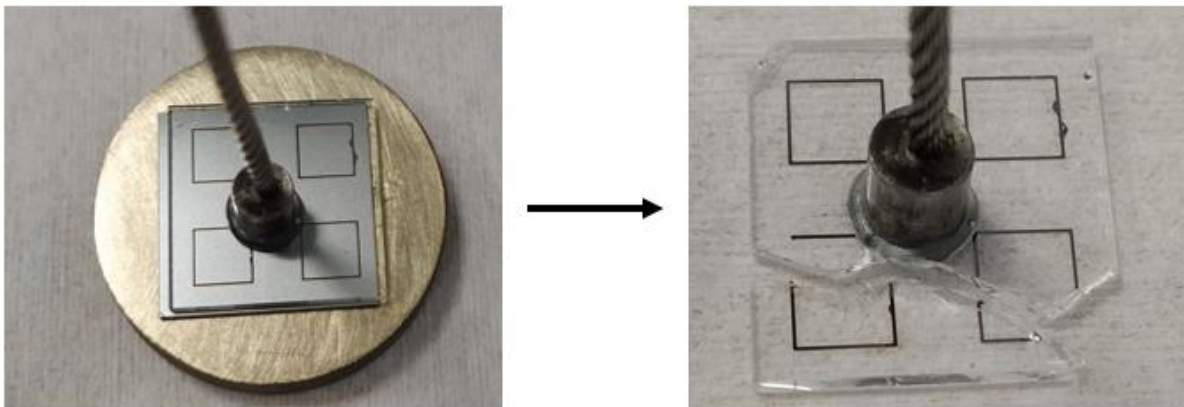


Figure 2-24 : résultats de l'essai en traction.

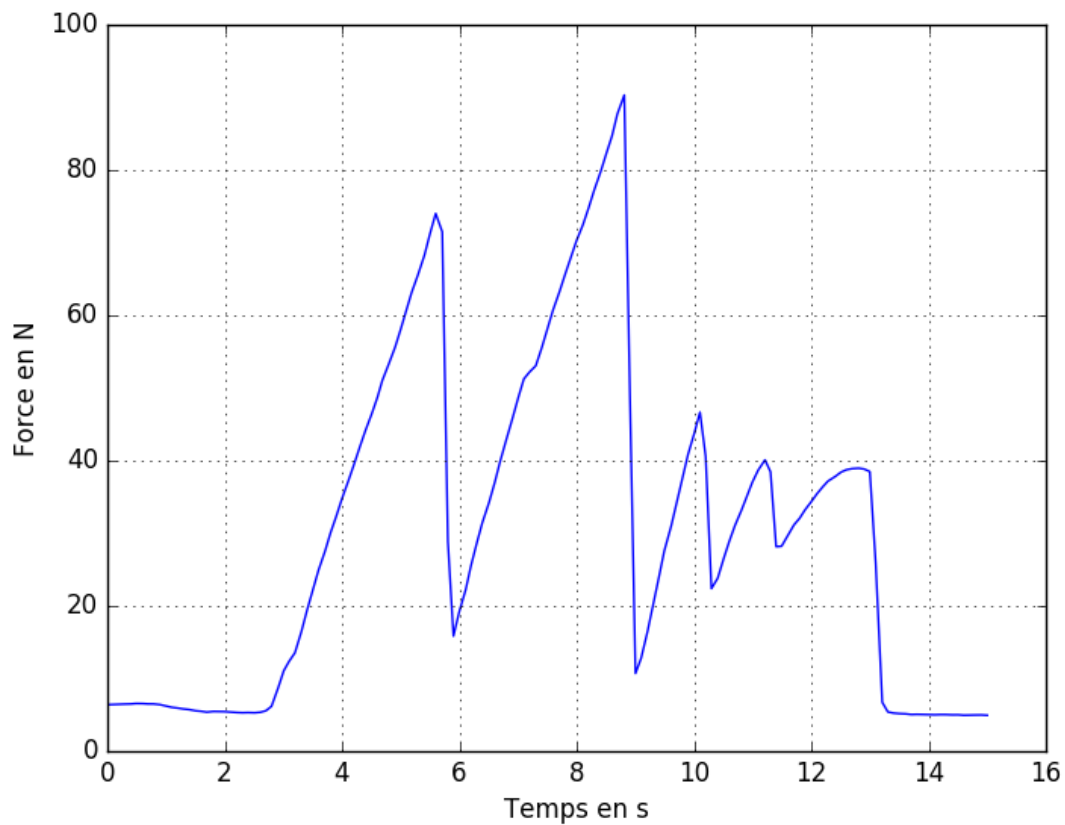
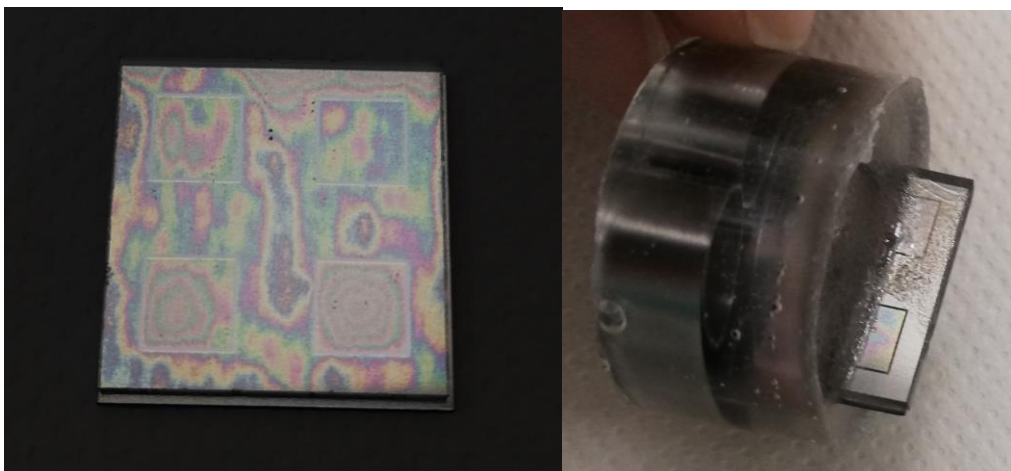


Figure 2-25 : caractéristique obtenue pour l'essai en traction.

Un autre échantillon qui a vu le même procédé a été enrobé et poli afin d'observer une coupe au sein d'un microscopique électronique à balayage (MEB) comme illustré en Figure 2-26. La zone de scellement semble posséder essentiellement des zones de vide entre les deux substrats. Des ruptures locales du verre sont visibles mais peuvent être attribuées à l'étape de polissage.



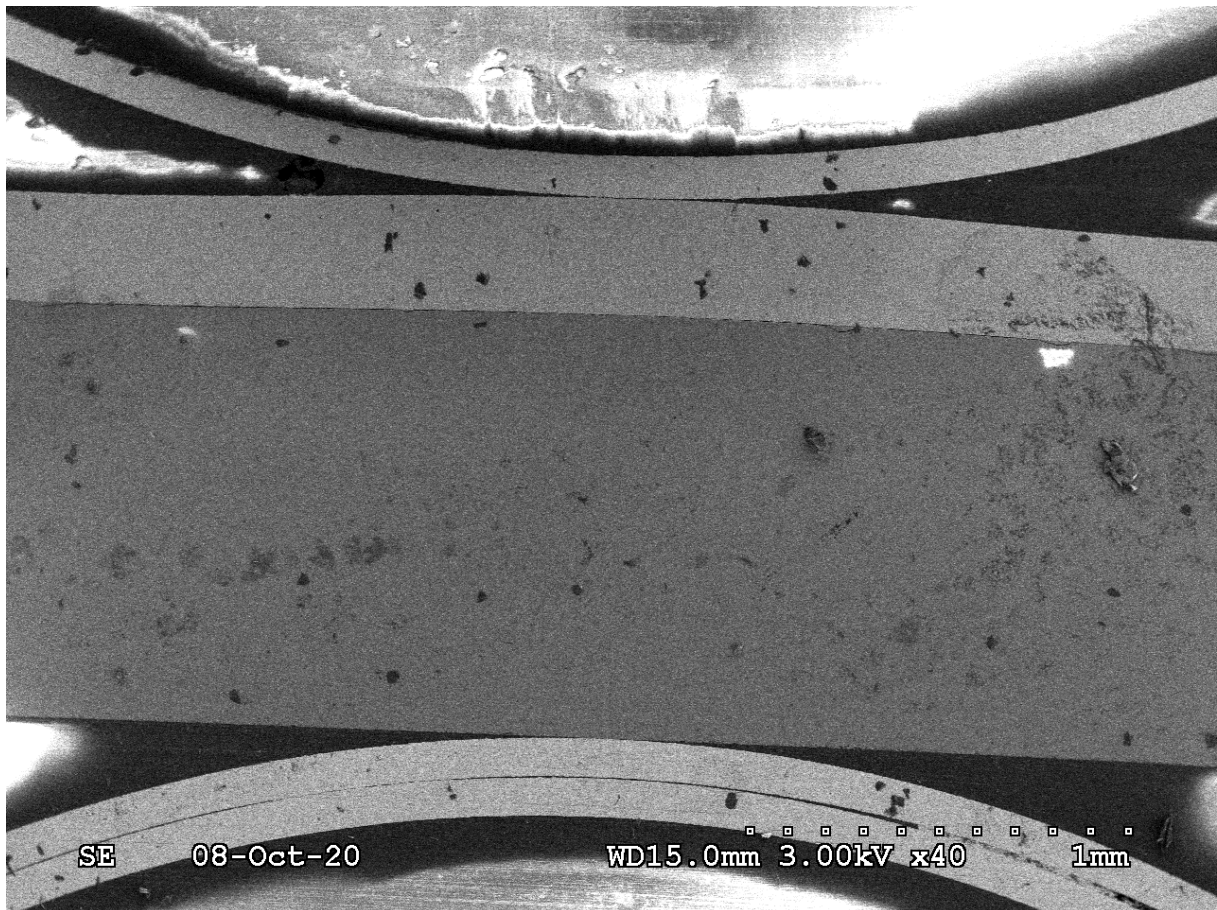


Figure 2-26 : en haut à gauche, la puce sélectionnée pour le polissage. En haut à droite, la puce enrobée dans une résine après avoir été polie. En bas, le profil observé au microscope électronique à balayage (MEB).

2.5.5.2 Second essai

Un scellement Ti rugueux avec verre a été tenté. Les deux puces ont cette fois vu un dépôt de 500 nm d'or. Une image au microscope d'une puce titane avec un dépôt d'or est donnée en Figure 2-27, gauche. Une image après scellement est donnée en Figure 2-27, droite.

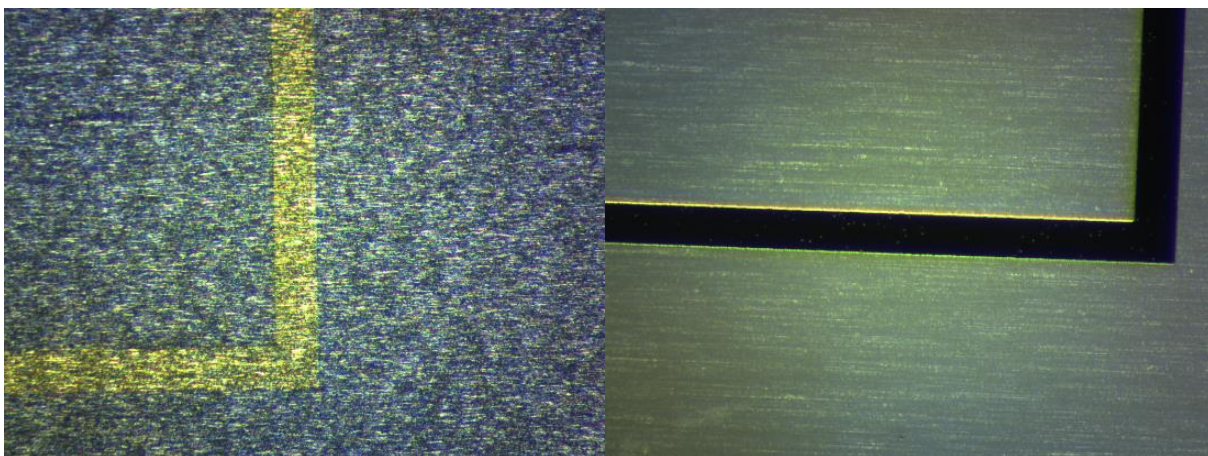


Figure 2-27 : à gauche, dépôt d'or sur une puce en titane. A droite, scellement entre une puce Ti et une puce en verre.

Chapitre 2 : Microfabrication à base de titane massif

Une puce après un test en traction est montrée en Figure 2-28. L'essai montre qu'une nouvelle fois, malgré l'augmentation de l'épaisseur de l'or, l'or reste sur chacune des puces.

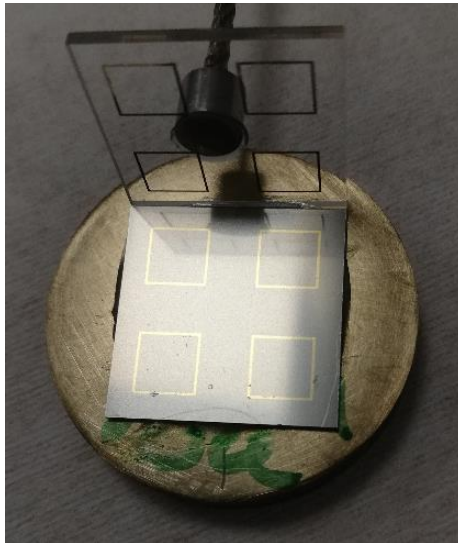


Figure 2-28 : puce assemblée après test en traction.

Un examen du verre au microscope montre que le titane a réussi à marquer l'or présent sur le verre au niveau du cordon, sans pour autant arriver à effectuer la thermodiffusion.

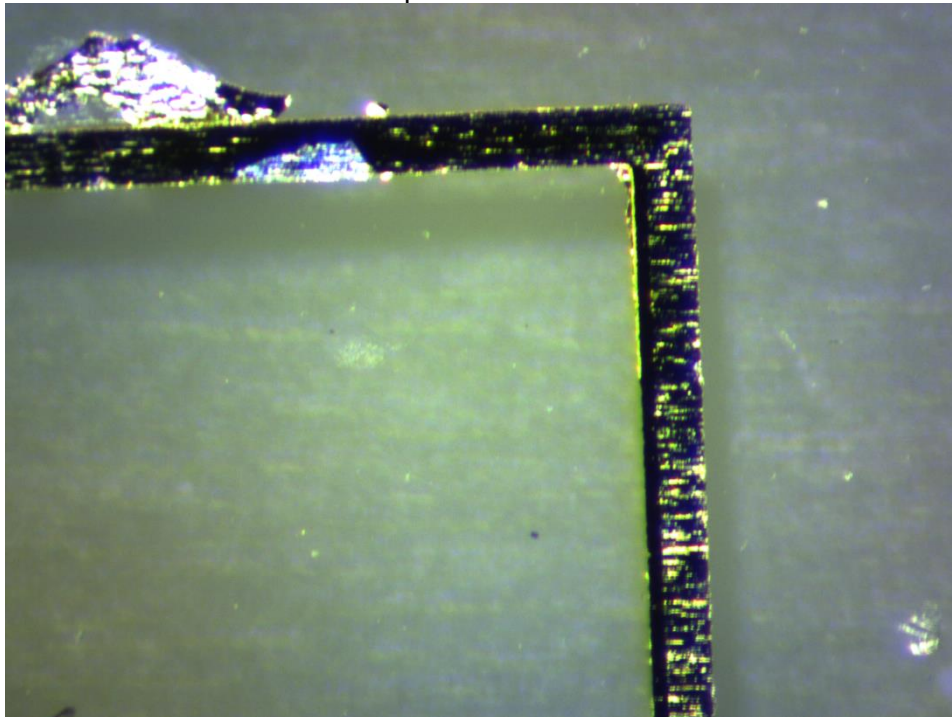


Figure 2-29 : le verre est marqué par la rugosité du titane.

2.5.6 Essai sur puces polies

Un essai avec des puces en titane poli a été réalisé. Des dépôts de 500 nm d'or en cordons ont été effectués sur deux substrats. Les deux substrats ont par la suite été découpés à la scie en puces carrées de 15 mm de côté. Les images au microscope des

cordons sont données en Figure 2-30. La rugosité du titane n'est plus visible au microscope et le dépôt est de meilleure qualité.

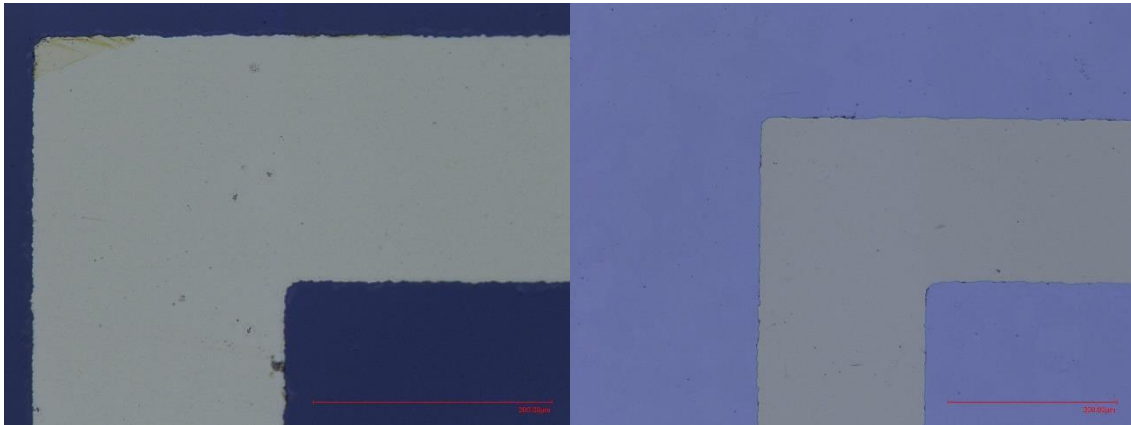


Figure 2-30 : images des cordons d'or. A gauche, le dépôt d'or sur verre. A droite, le dépôt d'or sur titane poli.

Les puces ont ensuite été assemblées suivant le procédé décrit précédemment. Des images de deux puces sont montrées en Figure 2-31. Des franges d'interférence sont visibles. Elles sont plutôt concentriques au niveau des cordons. Une image microscope de la soudure est donnée en Figure 2-32, indiquant un bon alignement des cordons d'or.

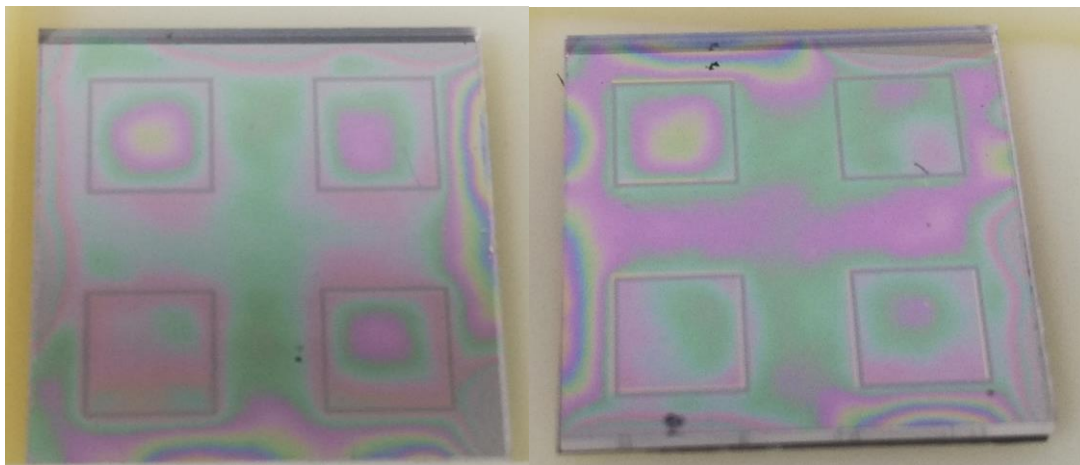


Figure 2-31 : images de deux ensembles de 4 puces ayant vu le procédé de collage.

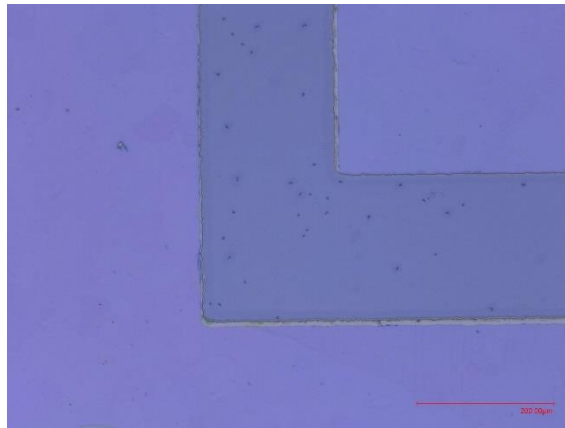


Figure 2-32 : image microscope au travers du verre de la soudure par cordon.

Les puces ont ensuite été testées en traction. L'assemblage s'est rompu comme l'illustrent les photographies de la Figure 2-33. Les courbes de traction obtenues pour les deux puces sont données en Figure 2-34. Deux ruptures successives semblent avoir eu lieu pour chacune de ces puces.

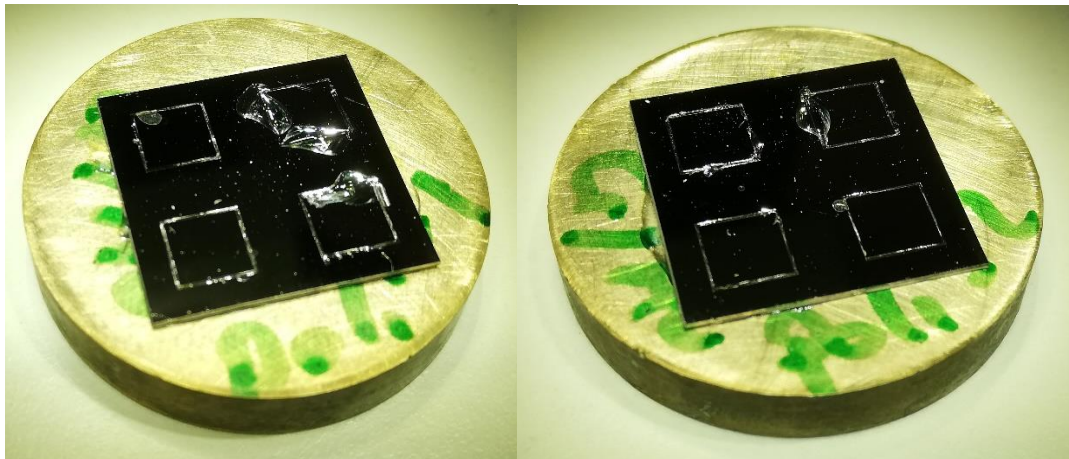


Figure 2-33 : photographies des puces après essais en traction.

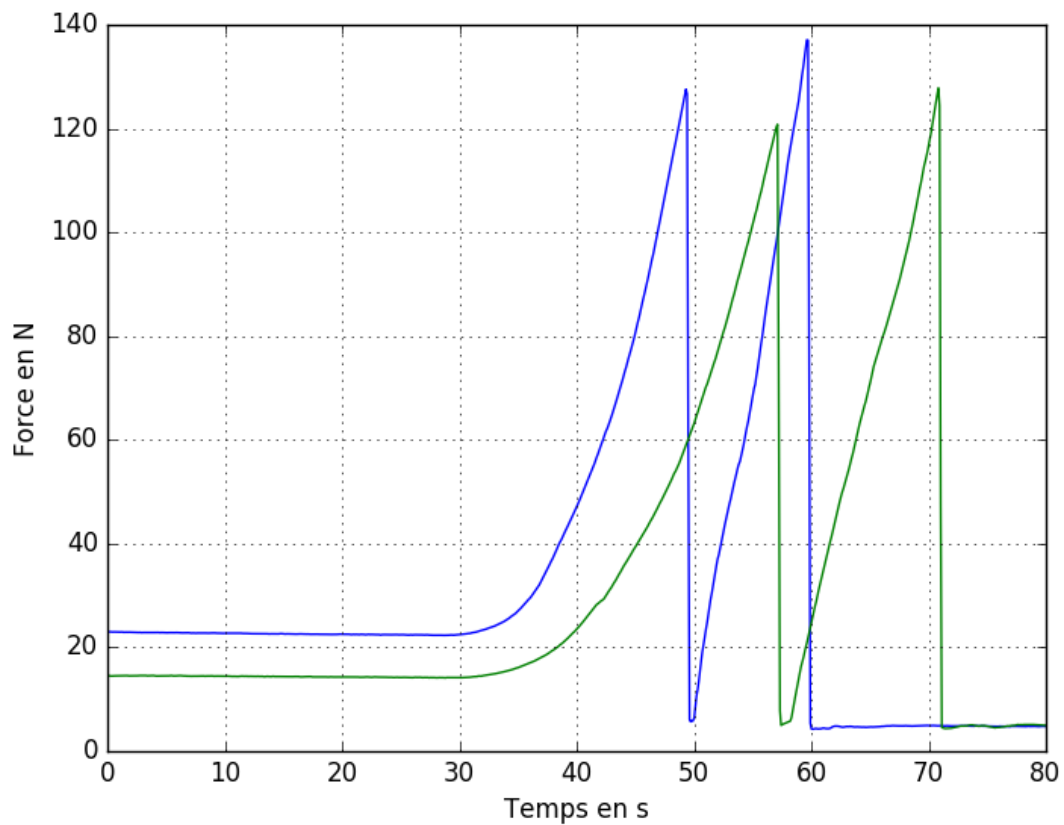


Figure 2-34 : courbes de traction pour les puces polies.

L'examen des puces révèle la présence de verre restant collé au niveau du cordon de soudure, comme le montre la Figure 2-35, gauche. Les images au microscope de la Figure 2-35, droite montrent que le verre s'est brisé dans le volume à proximité du cordon de soudure lors de l'essai en traction. Les cordons d'or sont restés bien soudés.

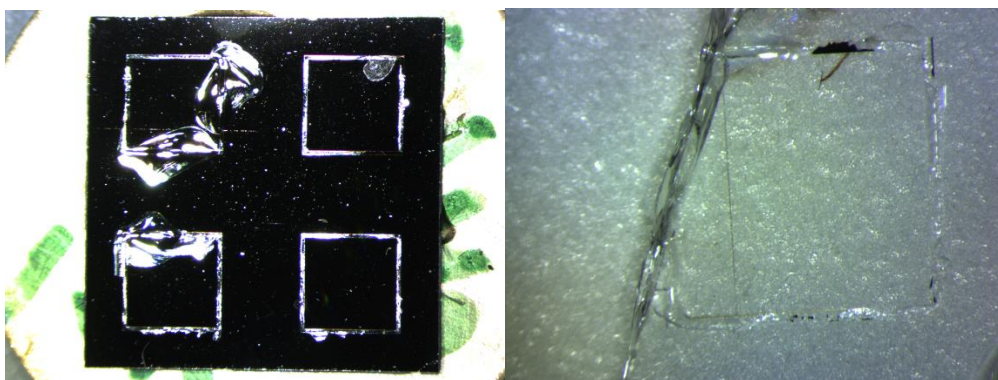


Figure 2-35 : à gauche, image au microscope de la puce titane. A droite, image de la puce verre.

Une image microscope des cordons montre la zone du cordon où le verre est encore collé en Figure 2-36.

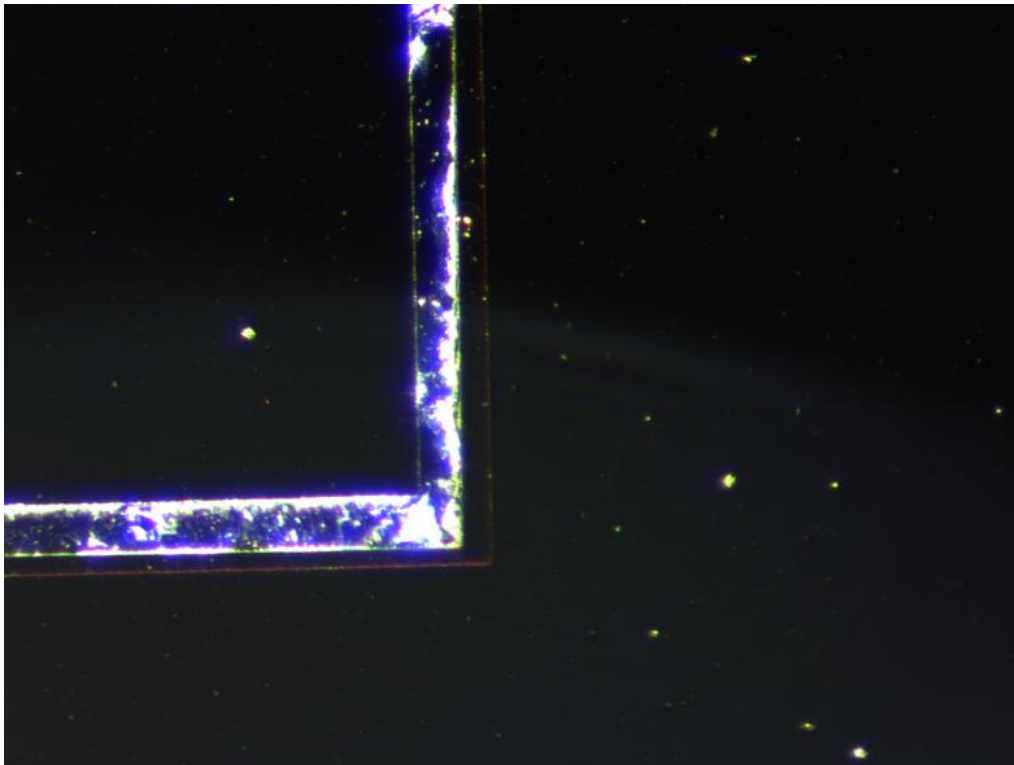


Figure 2-36 : image microscope des cordons sur la puce titane.

2.5.7 Conclusion

Un procédé de soudure par thermocompression a été développé sur puces de titane rugueuses et sur puces de titane polies. Les essais sur puces rugueuses montrent l'importance du paramètre de rugosité pour le scellement par thermocompression et ont permis de démontrer la faisabilité technique de cette technique de scellement avec nos échantillons. Le passage sur puces de titane polies démontre une très bonne qualité mécanique de la soudure. Un test en traction mené sur ces puces montre que rupture a lieu dans le volume du verre et non au niveau du cordon d'or.

2.6 Conclusion

Une vue d'ensemble des techniques de microfabrication utilisées au cours de cette thèse a été présentée dans ce chapitre. Le développement de procédés d'assemblage à l'aide de dry film, de BCB et par thermocompression d'or ont été présentés. Concernant le BCB, les résultats obtenus sont insuffisants et le procédé nécessite davantage de développements. Un passage à un format 4 pouces avec un changement de support pour le procédé de thermocompression d'or permettra de vérifier si les substrats assemblés peuvent être découpé sans abîmer les cordons de soudure.

Chapitre 3 : Modélisation et conception

3.1 Introduction

Un premier brevet d'un capteur de pression implantable a été déposé par la société MISTIC SAS en 2017 avant le début de cette thèse. Ce brevet présente le concept d'un capteur en titane monolithique constitué de deux substrats biocompatibles, comme illustré en Figure 3-1. La membrane est réalisée par des techniques soustractives appliquées à un substrat de Ti massif. Ces deux substrats ont été microstructurés, puis scellés entre eux pour former une cavité hermétique.

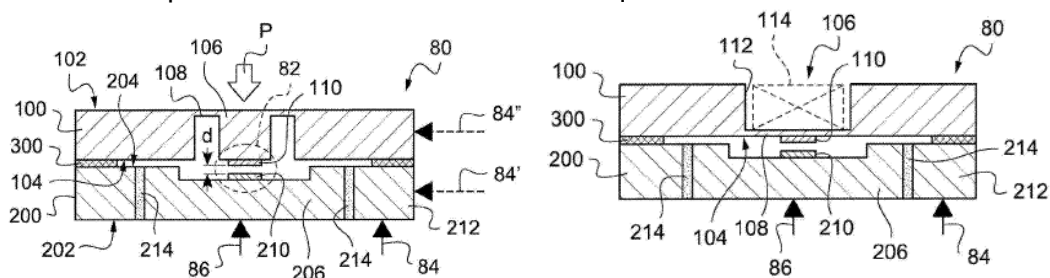


Figure 3-1 : capteur de pression présenté dans le brevet MISTIC.

Ce chapitre est dédié à démonstration de la faisabilité théorique d'un tel capteur de pression en technologie titane. Pour cela, nous avons étudiés la réponse mécanique théorique d'une membrane en titane et l'impact de cette réponse sur la réponse capacitive du capteur. Le design prévoit d'exploiter une brique technologique qui a déjà été réalisée, qui est une traversée électrique en titane.

L'ensemble des spécifications du capteur, indiquées dans la section 1.9, est rappelé dans le Tableau 3-1.

Tableau 3-1 : cahier des charges du capteur de pression en titane.

Propriétés	Valeur
Encombrement limité	3 x 3 x 0.6 mm ³
Biocompatibilité	Implantabilité long terme (> 1 an)
Résolution	1 mmHg
Plage visé	-30 à 300 mmHg
Tenue de la membrane à la rupture	2 bar
Fatigue	400 Millions de cycles
Possibilité de soudure sur un boîtier Ti	Soudure laser
Compatible avec une sortie de connectiques	Wirebonding ou plastic bonding
Test de fines fuites	Oui
Non cassant	Oui

3.2 Propositions de design

Comme précisé dans le chapitre 1, le capteur proposé se démarque de l'état de l'art car il se base sur une solution en titane massif. Un tel design de capteur implique une biocompatibilité intrinsèque du capteur et autorise son intégration à un dispositif implantable actif comme la coque en titane d'un pacemaker sans sonde comme illustré en Figure 3-2. Cette intégration permettrait alors d'éviter l'utilisation d'une étape d'encapsulation supplémentaire coûteuse et compliquée qui détériorerait les spécifications du capteur.

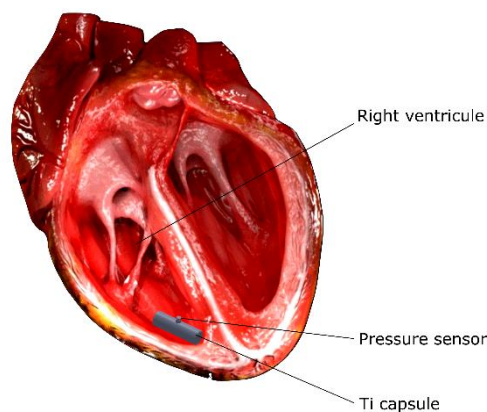


Figure 3-2 : capteur de pression en titane pouvant être soudé à une capsule en Ti d'un pacemaker sans sonde.

La méthode de mesure choisie est la mesure capacitive, qui consiste à mesurer la pression grâce à une mesure de variation de capacité. Comme mentionné dans le chapitre 1, la méthode capacitive contrairement à la méthode piézorésistive permet de s'affranchir de la dérive en température et de minimiser la consommation des circuits électroniques associés. Le capteur agit alors comme une capacité variable dont la variation dépend de la pression environnante. Plus précisément, la pression appliquée va venir faire défléchir une membrane. Cette déflexion va induire un changement de capacité et faire se rapprocher deux électrodes qui forment un condensateur comme illustré sur la Figure 3-3. Deux cas sont illustrés ici, l'un avec une membrane embossée (avec pilier central), l'autre est une membrane sans pilier. Ces deux designs vont être étudiés.

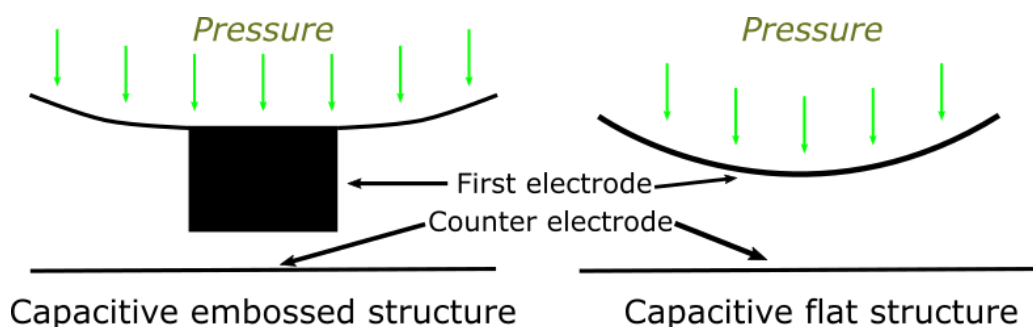


Figure 3-3 : comparaison des deux designs de mesure capacitive.

Le capteur capacitif proposé est composé de deux wafers. Le premier wafer (Wafer 1) a été gravé pour former la membrane sensible à la pression (Figure 3-4, gauche). Le second wafer (Wafer 2), utilisé comme un via, va ainsi servir de contre-électrode. Cette électrode doit rester isolée du reste du substrat. Si la condition n'est pas respectée, la capacité variable sera court-circuitée. Un anneau de TiO_2 , une céramique isolante, va donc être utilisé pour venir isoler cette contre-électrode du reste du substrat. Les deux wafers sont alors soudés pour former la distance initiale entre les deux électrodes. Une version alternative du design est présentée en Figure 3-4, droite. Dans cette version, il n'y a plus de pilier. A diamètre égal, la membrane est moins raide et peut défléchir davantage.

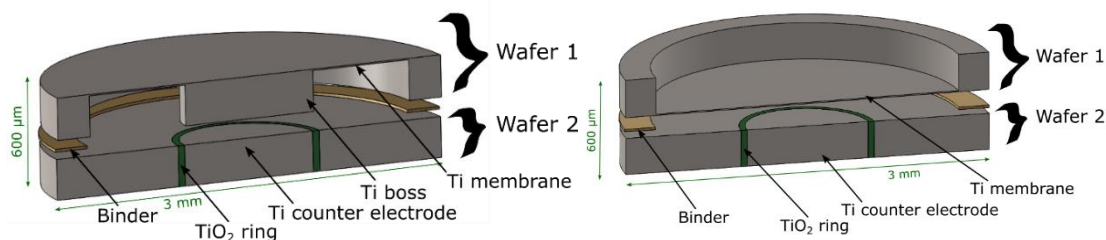


Figure 3-4 : A gauche, version du capteur capacitif avec pilier [135]. A droite, version du capteur capacitif sans pilier [157].

3.3 La fabrication envisagée

3.3.1 L'obtention de membranes en titane

Les étapes de fabrication de composants MEMS en titane ont été décrites dans le chapitre 2. Le procédé décrivant les étapes de réalisation d'une membrane en titane est donné en Figure 3-5. La fabrication des puces s'effectue sur des wafers de titane grade 1 de 100 mm de diamètre (étape 1), dont les spécifications ont été données dans le chapitre 2. Ensuite, une couche Cr/Cu est déposée sur l'ensemble de la plaque par dépôt chimique en phase vapeur (étape 2). Une étape de lithographie est alors réalisée (étape 3). Le Ni est ensuite déposé par voie électrolytique (étape 4) dans le moule en résine. Après le retrait de la résine (étape 5), le Ni est prêt à servir de masque dur pour la gravure physique du substrat. Le Ni restant après la gravure est retiré grâce à un bain chimique de Cr etch (étape 6). Ce procédé de fabrication est valable pour les deux types de membranes précédemment présentés et permet d'obtenir une précision de l'ordre du micromètre sur l'épaisseur de membrane.

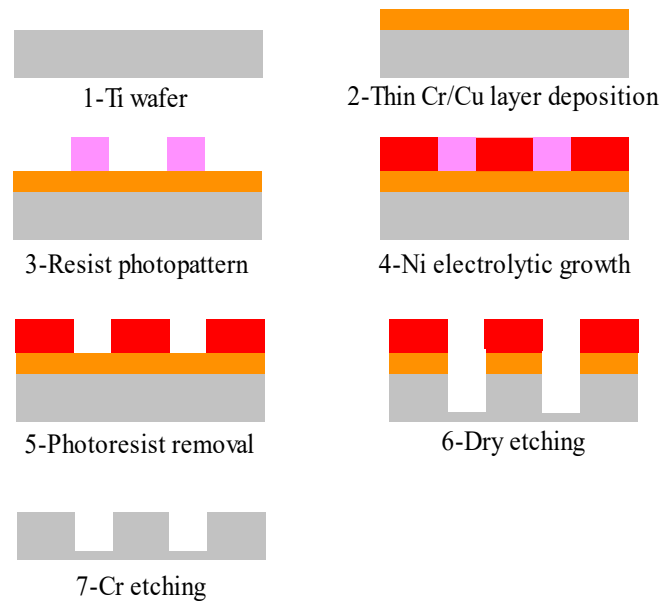


Figure 3-5 : procédé de fabrication des membranes en titane.

3.3.2 La traversée en Ti

Une technologie de fabrication de traversées en titane a été développée avant le début de cette thèse [134]. La traversée permet de transmettre un signal électrique dans l'épaisseur du substrat comme illustré en Figure 3-6. Un anneau de TiO_2 permet de maintenir la traversée isolée du reste du substrat Ti. Le tout peut être soudé à un boîtier titane.

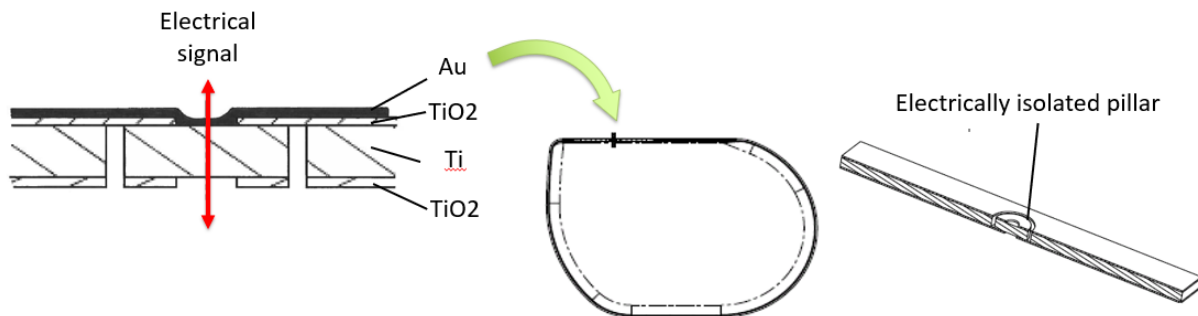


Figure 3-6 : principe de fonctionnement d'une traversée en titane. A gauche, vue de coupe d'une traversée Ti. Cette traversée peut s'intégrer à un boîtier en Ti existant (milieu). A droite, une vue 3D d'une traversée Ti est montrée.

Une photographie des deux faces d'une traversée est donnée en Figure 3-7.

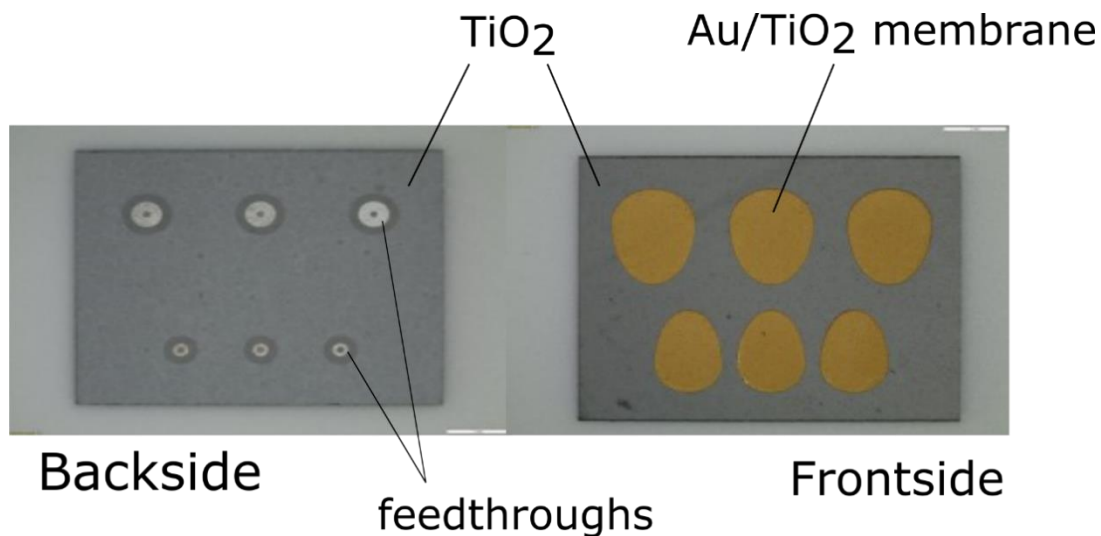


Figure 3-7: Photographies montrant l'avant et l'arrière d'une puce avec 6 traversées en titane [134].

Le procédé technologique utilisé pour obtenir une telle traversée est donné en Figure 3-8. Un wafer de titane (étape 1) est oxydé dans un four d'oxydation (étape 2). L'oxyde est ouvert grâce à une étape de gravure à l'aide d'un masque épais de Ni (étape 3), puis ce masque épais est retiré. L'oxyde en face arrière est enlevé grâce à une gravure sèche pleine plaque (étape 4). Le Ti est alors structuré par une étape de gravure appelée Deep Reactive Ion etching (DRIE) (étape 5). Une étape de micromoulage est alors réalisée afin d'obtenir un contact sur la traversée (étape 6). Enfin, une gravure humide est effectuée pour isoler électriquement la traversée (étape 7). La dernière étape d'ajout d'un second contact en or est optionnelle (étape 8).

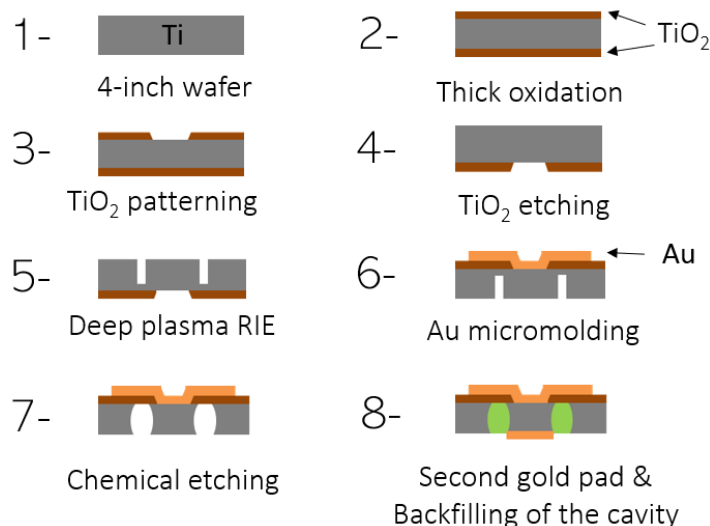


Figure 3-8 : procédé technologique afin d'obtenir une traversée Ti [134].

3.3.3 Le scellement de la cavité : le bonding

La difficulté réside dans la possibilité de sceller deux wafers Ti ensemble. La méthode de scellement envisagée est la thermocompression à l'or car elle permet d'obtenir un scellement hermétique avec des niveaux de rugosité plus permissifs que les autres techniques de scellement, comme discuté dans le chapitre 2. Enfin, elle permet un très

bon contrôle de l'espace inter-électrode, paramètre important dans le cas de la réalisation d'un capteur de pression capacitif.

3.4 Modélisation

3.4.1 Modèles mécaniques analytiques des membranes

3.4.1.1 Rappel sur la théorie analytique statique

Cette partie a pour but de modéliser le comportement global des deux structures de capteur (avec et sans pilier central), de manière arriver à les dimensionner. Le comportement mécanique du capteur va tout d'abord être développé.

Deux ouvrages de références Theory of plates and shells [158] et Roark's formulas for Stress and Strain [159] proposent des modèles analytiques pour caractériser le comportement élastique des membranes pour de petites déflexions de ces deux structures.

Comme dans tous les modèles, il est nécessaire de rappeler les hypothèses de travail :

1. La membrane est plane et uniforme, constituée d'un matériau isotrope.
2. L'épaisseur de la membrane est inférieure au quart de sa dimension transverse, dans notre cas sa largeur.
3. La déflexion maximale de la membrane est inférieure à la moitié de son épaisseur.
4. Toutes les forces et réactions appliquées sont normales au plan de la membrane.
5. La membrane n'est jamais contrainte au-delà de sa limite élastique.
6. On suppose que la contribution de la déflexion par le cisaillement est négligeable.

Lorsqu'une membrane ou une poutre défléchissent, il est possible de distinguer deux zones, une partie où la membrane va subir des contraintes de compression et une autre partie où la membrane va subir une flexion. Ces deux zones sont séparées par un feuillet médian, pour lequel les contraintes de compression ou de flexion sont nulles. L'hypothèse 3 revient à appliquer l'hypothèse de Bernouilli, qui suppose que lorsque les déflexions sont faibles, il n'y a pas de force de cisaillement qui s'applique au sein de la membrane. En d'autres termes, la membrane n'est soumise qu'à des efforts de traction et de compression. Des moments radiaux peuvent ainsi être associés pour chaque point du feuillet médian. On suppose donc que le feuillet n'est soumis qu'à ces moments et non à une force de cisaillement.

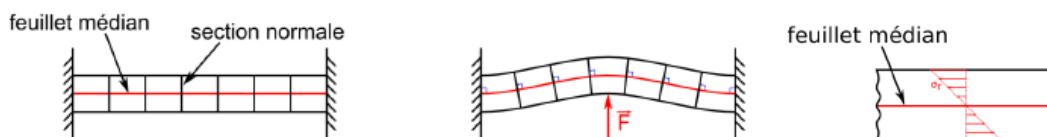


Figure 3-9 : Comportement du feuillet médian [160].

Timoshenko et Roark décrivent le comportement du feuillet médian par le paramètre de déflexion w . w est le déplacement selon l'axe z , l'axe normal au plan d'origine. L'hypothèse de Bernouilli suppose alors que les points situés sur la normale du feuillet

médian le reste après déformation. Ainsi, connaître en tout point le déplacement en z du feuillet médian donné par w , permet donc de caractériser le déplacement en tout point de la membrane. Par conséquent, la surface de la membrane va suivre le comportement de déflexion de ce feuillet médian. Dans notre cas, c'est le comportement de cette surface qui nous intéresse car cela définit la surface de notre contre-électrode.

Pour bien comprendre l'origine des hypothèses et d'où découlent les modèles proposés, il est important de préciser les grandes étapes du schéma de résolution qui permettent d'aboutir aux équations mécaniques utilisés [158]. Les étapes de résolution dans le cas d'une membrane seule sont les suivantes :

1. Tout d'abord, l'application des règles de continuité et des considérations géométriques permettent de relier les rayons de courbure de la membrane à sa déflexion. L'hypothèse de petites déflexions intervient ici pour simplifier l'expression du rayon de courbure.
2. Ensuite, il faut utiliser la loi d'Hooke à un parallélépipède infinitésimal constitutif de la membrane. Cela permet de relier les contraintes aux rayons de courbure.
3. L'intégration des contraintes obtenue au point 2 sur toute l'épaisseur permet alors de relier les moments induits par les forces extérieures aux rayons de courbure. Utiliser le point 1 permet ainsi de relier ces moments induits à la déflexion. Cela permet d'introduire le paramètre de rigidité flexionnelle D qui rend compte de la facilité à faire défléchir une membrane en la soumettant à une force.
4. Un bilan des forces sur le parallélépipède infinitésimal permet alors de relier la charge appliquée aux moments induits sur le solide. Grâce à l'étape précédente, on obtient donc une équation qui relie la charge appliquée à la déflexion.
5. Les conditions aux limites permettent alors la résolution des équations. Le fait d'utiliser des bords fixes n'autorise aucun degré de liberté au point situé sur la partie considérée fixe. L'utilisation d'une condition de support autorise aux points seulement des degrés de rotation.

3.4.1.2 Équations de déflexion statique pour membranes plates et embossées

Dans le but de réaliser un capteur de pression dont les caractéristiques n'évolueront pas ou peu au cours du temps, il faut se placer dans un régime de déformation élastique pour rester dans une configuration réversible. Ainsi, cela permettra de minimiser les contraintes au sein du matériau après une multitude de cycles, de manière à rester sous le seuil de contraintes de fatigue du matériau.

L'hypothèse que la membrane est fixée au reste du substrat est effectuée. L'hypothèse sous-jacente est que la déflexion du titane massif en dehors de la membrane est

négligeable à celle de la membrane sous l'action de la pression. Cette hypothèse est vraisemblable car l'épaisseur d'une puce est de 300 μm soit 30 fois supérieure à l'épaisseur de membrane visée par la gravure. Le comportement en déflexion de la membrane sans pilier fixée est alors donné dans [158] et reporté dans le Tableau 3-2. Dans le cas d'une membrane embossée, le pilier central est assimilé à une masse guidée. En effet, une symétrie centrale est présente pour ce design, ce qui permet de limiter son étude à une section 2D. L'hypothèse sous-entend que le pilier est suffisamment rigide pour ne pas se déformer et va simplement translater. Or, le pilier à des dimensions très supérieures avec un diamètre de l'ordre du mm pour une épaisseur de 300 μm , ce qui paraît donc une hypothèse valable. La déflexion totale de la membrane est alors la superposition de deux cas illustrés Figure 3-4 : A gauche, version du capteur capacitif avec pilier [135]. A droite, version du capteur capacitif sans pilier [157]. Il faut tout d'abord considérer l'effet de la pression appliquée sur le pilier et entraînant la membrane Figure 3-10, gauche. Dans ce cas, il est possible d'assimiler la force équivalente appliquée sur le pilier à une force linéique située en périphérie du pilier. Ensuite, il faut considérer l'effet de la déflexion sur la membrane, Figure 3-10, droite.

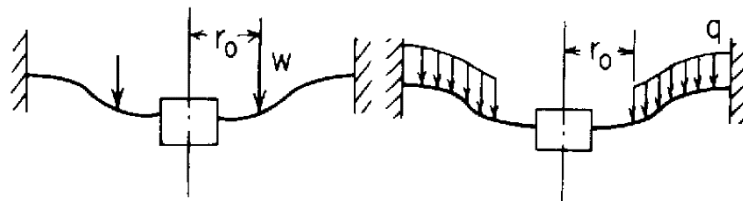


Figure 3-10 : pour une membrane à bords fixes et membrane guidée, nous avons à gauche la contribution d'une force annulaire linéique w sur la membrane à une distance r_0 du centre et à droite, l'impact de la pression q sur la membrane jusqu'à r_0 [159].

Les formules de déflexion pour de petites déflexions sont alors données dans le Tableau 3-2.

Tableau 3-2 : Déflexion w donnée pour deux géométries différentes.

Déflexion	Membrane sans pilier [158]	Membrane avec pilier [159]
w	$\frac{P(r_m^2 - r^2)^2}{64D}$ (3-1)	$P \frac{r_p \cdot r_m^3}{2D} \left(L3 - \frac{C2 \cdot L6}{C3} \right) + P \frac{r_m^4}{D} \left(L11 - \frac{C2 \cdot L14}{C5} \right)$ (3-2)

Où r_m le rayon de la membrane, r la position radiale, r_p le rayon du pilier, D la rigidité en flexion de la membrane. L3, L6, L15, C2, C3 et C5 sont des fonctions du rapport r_p/r_m . La constante de rigidité en flexion D est donnée par :

$$D = \frac{Et^3}{12(1 - \nu^2)} \quad (3-3)$$

On remarque alors que pour le cas de la membrane sans pilier :

$$w(0) = \frac{Pr_m^4}{64D} = w_{max}(P) \quad (3-4)$$

Pour la membrane avec pilier, la déflexion à pression fixe est une constante. Il est alors possible de définir la sensibilité mécanique S_m en $\mu\text{m}/\text{Pa}$ pour les deux types de membranes en petites déflexions :

$$w_{\max} = S_m P \quad (3-5)$$

$$dw_{\max} = S_m dP \quad (3-6)$$

Où P est la pression appliquée sur une face de la membrane et w_{\max} est la déflexion maximale de la membrane.

3.4.2 Cas des grandes déflexions

Dans le cas de grandes déflexions, c'est-à-dire quand la déflexion devient plus grande que la moitié de l'épaisseur, il ne devient plus possible de considérer que le feuillet médian n'est soumis à aucune contrainte [159]. Il faut alors compléter le modèle précédent en faisant intervenir cette contrainte. Le feuillet est alors soumis à une contrainte appelée contrainte de diaphragme ou contrainte directe. Le feuillet va donc supporter une partie de la charge appliquée et s'étirer. Les conditions aux limites de la membrane permettent dans certains cas de compenser cet effet. Les équations sont alors données par [159] :

$$\frac{Pr_m^4}{Et^4} = K_1 \frac{w}{t} + K_2 \frac{w^3}{t} \quad (3-7)$$

$$\frac{\sigma r_m^2}{Et^2} = K_3 \frac{w}{t} + K_4 \frac{w^3}{t} \quad (3-8)$$

Où σ est la contrainte résultante des contributions de la contrainte causée par la flexion et de la contrainte de diaphragme, K_1 , K_2 , K_3 et K_4 sont des paramètres dont les expressions sont données dans le Tableau 3-3.

Dans le cas d'une membrane dont les bords sont fixes, deux cas se distinguent : soit les bords sont bien maintenus, soit ils sont contributeurs de la contrainte. Étant donné la grande rigidité du substrat comparé à la membrane, la situation peut être assimilée à une membrane à bords fixes et maintenus.

Tableau 3-3 : valeurs des paramètres K_1 , K_2 , K_3 et K_4 pour une membrane circulaire en fonction des conditions de support, d'après [159].

Effet de bord	K_1	K_2	K_3 au centre	K_4 au centre	K_3 au bord	K_4 au bord
Bords fixes et non maintenus	$\frac{5.33}{1 - \nu^2}$	0.857	$\frac{2}{1 - \nu}$	0.5	$\frac{4}{1 - \nu^2}$	0
Bords fixes et maintenus		$\frac{2.6}{1 - \nu^2}$		0.976		1.73

Enfin, le comportement mécanique d'une membrane est également largement influencé par ses contraintes résiduelles. Il s'agit généralement de contraintes de compression qui revêtent un caractère permanent. L'influence de ces contraintes sera décrite dans le chapitre 3.

3.5 Modélisation analytique du comportement électrique du capteur

Le capteur de pression complet peut être assimilé à deux capacités en parallèle, une capacité variable notée C_v et une capacité d'isolation C_i qui va permettre de créer une contre-électrode isolée du reste du wafer comme illustré sur la Figure 3-11. L'expression analytique de C_v va maintenant être considérée.

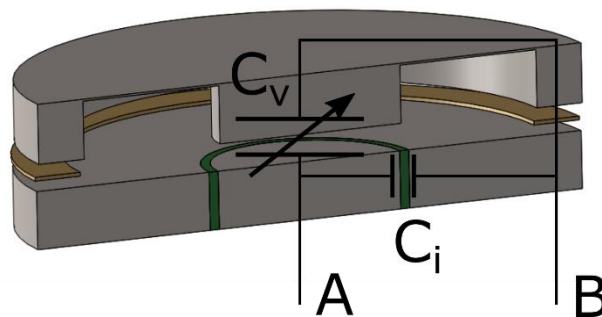


Figure 3-11 : modèle électrique équivalent du capteur de pression.

3.5.1 La formule de la capacité

L'équation qui gouverne le comportement d'un condensateur plan de capacité C , de charge Q et soumis à une tension V est donnée par :

$$Q = CV \quad (3-9)$$

Où C peut être calculé grâce à la résolution de l'équation de Laplace et donne :

$$C = \varepsilon \frac{A}{w_{gap}} \quad (3-10)$$

Où ε est la permittivité du milieu entre les deux électrodes, A est la surface d'une électrode et w_{gap} est la distance entre les électrodes.

Les hypothèses sur lesquelles reposent le modèle analytique. Celles-ci sont que les surfaces sont considérées comme parfaitement planes, identiques, parfaitement en vis-à-vis et des plans infinis avec un espace entre les électrodes constant.

La capacité C_i assurée par l'anneau d'isolation est ainsi estimée à une centaine de pF en considérant comme matériau le TiO_2 mais il est possible de réduire sa valeur à plusieurs pF en jouant sur les dimensions de l'anneau. Il est notamment envisageable de ne remplir que partiellement cet anneau de TiO_2 . Des travaux sur un polymère isolant sont également en cours pour permettre de réduire C_i à une valeur inférieure

au pF. Cette réduction de capacité autoriserait un choix plus large sur la suite de la chaîne d'acquisition et ainsi une meilleure résolution en pression en bout de chaîne.

3.5.2 Cas de la membrane embossée

Le schéma de principe du phénomène de transduction pour une membrane embossée est donné en Figure 3-12.

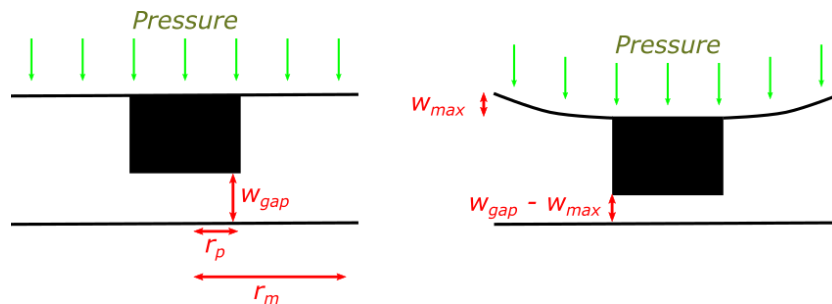


Figure 3-12 : schéma de principe du mécanisme de transduction capacitif.

Dans le cas d'une membrane embossée, on suppose que la surface de la bosse ne change pas lors de l'application de la pression et que les surfaces de la bosse et de la contre-électrode restent parallèles quelle que soit la pression appliquée. Cette hypothèse paraît valable dans la mesure où le pilier est très épais comparé à la membrane. On suppose qu'il se translate.

Ainsi, pour chaque pression la formule de la capacité variable C_v est la suivante :

$$C_v = \varepsilon_0 \varepsilon_r \frac{\pi r_p^2}{w_{gap} - w} \quad (3-11)$$

Où ε_0 est la permittivité diélectrique du vide, ε_r la permittivité diélectrique relative du milieu.

En particulier, en l'absence de pression, on a :

$$C_{v,0} = \varepsilon_0 \varepsilon_r \frac{\pi r_p^2}{w_{gap}} \quad (3-12)$$

A partir de (3-11) et (3-12), on obtient :

$$C_v = C_{v,0} \frac{1}{1 - \frac{w}{w_{gap}}} \quad (3-13)$$

Lorsque la membrane est en régime de petites déflexions, la condition $w/w_{gap} < 1$ est valide et il devient alors possible d'appliquer un développement en séries de Taylor. On a :

$$C_v = C_{v,0} \sum_{n=0}^{\infty} \left(\frac{w}{w_{gap}} \right)^n \approx C_{v,0} \left(1 + \frac{w}{w_{gap}} + \left(\frac{w}{w_{gap}} \right)^2 \right) \quad (3-14)$$

A partir de (3-13), il est possible de calculer la sensibilité électrique S_e en pF/ μm et la sensibilité du capteur S_c en pF/Pa de façon littérale :

$$S_e = \frac{dC_v}{dw} = \frac{C_{v,0}}{w_{gap}} \left(1 - \frac{w}{w_{gap}}\right)^{-2} \quad (3-15)$$

$$S_c = \frac{dC_v}{dP} = S_m \frac{dC_v}{dw} = S_m S_e = S_m \frac{C_{v,0}}{w_{gap}} \left(1 - \frac{S_m P}{w_{gap}}\right)^{-2} \quad (3-16)$$

A l'ordre 0, on a :

$$S_e = \frac{C_{v,0}}{w_{gap}} \quad (3-17)$$

$$S_c = S_m S_e = S_m \frac{C_{v,0}}{w_{gap}} \quad (3-18)$$

3.5.3 Cas de la membrane sans pilier

Le schéma de principe de transduction pour une membrane sans pilier est donné en Figure 3-13.

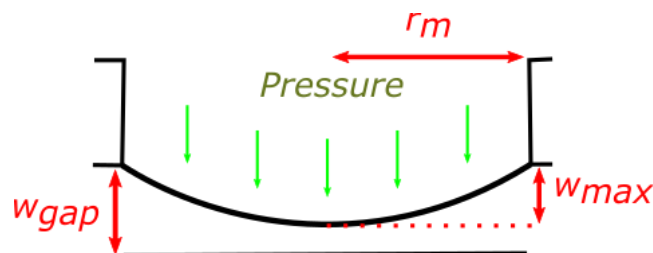


Figure 3-13 : schéma de principe de la transduction d'une membrane sans pilier.

Dans ce cas, la surface en vis-à-vis de la contre-électrode n'est pas plane. Il convient donc d'en tenir compte lors de la résolution. On a donc :

$$C_v = \epsilon_0 \epsilon_r \int \frac{dA}{w_{gap} - w(r)} \quad (3-19)$$

Si $w(r) = 0$,

$$C_{v,0} = \epsilon_0 \epsilon_r \frac{\pi r_m^2}{w_{gap}} \quad (3-20)$$

La résolution de (3-19) donne [161] :

$$C_v = C_{v,0} \frac{a \tanh(Q)}{Q} \quad (3-21)$$

Où Q est donné par :

$$Q = \sqrt{\frac{w_{max}}{w_{gap}}} = \sqrt{x} \quad (3-22)$$

Il est alors intéressant de remarquer qu'après l'intégration, la capacité ne fait plus intervenir que la flèche w_{max} .

Lorsque le régime est en petits déplacements, $|w_{max}| < w_{gap}$, on a :

$$C_v = C_{v,0} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{2n+1} \left(\frac{w_{max}}{w_{gap}} \right)^n \approx C_{v,0} \left(1 + \frac{1}{3} \frac{w_{max}}{w_{gap}} + \frac{1}{5} \left(\frac{w_{max}}{w_{gap}} \right)^2 \right) \quad (3-23)$$

A partir de (3-21), il devient possible de trouver la sensibilité électrique S_e en pF/ μ m et la sensibilité du capteur S_c en pF/Pa de façon littérale :

$$S_e = \frac{dC}{dw_{max}} = C_{v,0} \left(\frac{1}{2x - 2x^2} - \frac{\operatorname{atanh}(\sqrt{x})}{2x^{3/2}} \right) \quad (3-24)$$

$$S_c = \frac{dC}{dP} = S_m \frac{dC}{dw} = S_m C_{v,0} \left(\frac{1}{2x - 2x^2} - \frac{\operatorname{atanh}(\sqrt{x})}{2x^{3/2}} \right) \quad (3-25)$$

A l'ordre 0, on a :

$$S_e = \frac{C_{v,0}}{3w_{gap}} \quad (3-26)$$

$$S_c = S_m S_e = S_m \frac{C_{v,0}}{3w_{gap}} \quad (3-27)$$

3.6 Discussion sur les hypothèses de travail

3.6.1 Compression hydraulique

Il a été supposé implicitement pour nos développements que la contribution fluidique de la compression de l'air dans la cavité était négligeable. La cylindrée, le volume de gaz déplacé est ainsi considéré comme négligeable devant le volume total de la chambre. Cette hypothèse semble raisonnable dans le cas de la membrane embossée, car le rapport fait intervenir la déflexion de la membrane et l'épaisseur du wafer, l'ordre de grandeur ratio des épaisseurs est d'environ 30.

3.6.2 Effet de la gravité

En fonction de l'orientation du capteur, il est possible de se demander si l'utilisation d'un pilier en titane peut conduire à un affaissement de la structure causée par son poids. La Figure 3-14 schématise la situation.

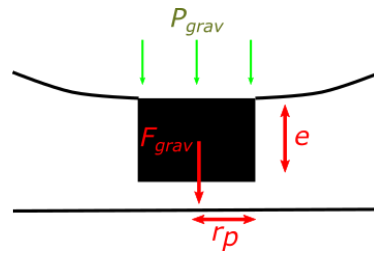


Figure 3-14 : étude de l'impact du poids du pilier sur la membrane embossée.

On propose de déterminer le poids du pilier. Sa masse m_p est donnée par :

$$m_p = \rho V_p \quad (3-28)$$

Où ρ est la masse volumique du titane, V_p le volume du pilier.

$$m_p = \rho e \pi r_p^2 \quad (3-29)$$

Où e est l'épaisseur d'un wafer titane et r_p le rayon du pilier.

Le poids maximal F_{grav} lorsque le pilier est à la verticale du lieu est donc donné par :

$$F_{grav} = m_p g_0 = \rho e \pi r_p^2 g_0 \quad (3-30)$$

On assimile alors ce poids à une pression P_{grav} exercée sur la surface du pilier.

$$P_{grav} = \frac{F_{grav}}{S_p} = \frac{m_p g_0}{S_p} = \frac{\rho e \pi r_p^2 g_0}{\pi r_p^2} \quad (3-31)$$

$$P_{grav} = \rho e g_0 \quad (3-32)$$

L'application numérique donne :

$$P_{grav} = 13,3 \text{ Pa} \quad (3-33)$$

Avec le jeu de paramètres : $\rho = 4510 \text{ kg.m}^{-3}$, $e = 300 \text{ }\mu\text{m}$, $g_0 = 9.81 \text{ N.kg}^{-1}$.

Il s'agit de la pression équivalente exercée sur la surface du pilier. Cette valeur va venir affecter la précision à l'origine du capteur. Néanmoins, comparée à l'échelle dynamique attendue d'environ 40000 Pa, cette valeur peut être négligée. Il est intéressant de noter que la masse volumique du Ti est petite comparée à d'autres éléments comme le tungstène utilisés pour servir de masse inertielle dans les systèmes de récupération d'énergie [31]. La masse volumique du tungstène est 4 fois supérieure à celle du titane. Cette masse va également agir comme une masse inertielle au bout d'un ressort en étude dynamique, mais les fréquences d'utilisation du capteur (200 Hz maximum) sont suffisamment basses pour négliger d'éventuels effets de résonance mécanique.

3.6.3 Effets de bords

Le modèle électrique décrit le comportement d'une capacité au centre des deux plaques en vis-à-vis. Pour compléter le modèle, il faut en toute rigueur tenir compte des effets de bords (« fringe effects » en anglais). Dans [162], les auteurs étudient la

configuration, définie dans la Figure 3-15 gauche, semblable à notre capteur, dans laquelle une plaque métallique est placée parallèlement à un plan métallique considéré comme infini. Ils proposent un modèle complet (Figure 3-15, droite) qui permet de décrire la contribution des effets de bord. La formulation analytique de la capacité linéique C a été comparée à un modèle par éléments finis et montre une bonne précision (0.3% sous certaines conditions).

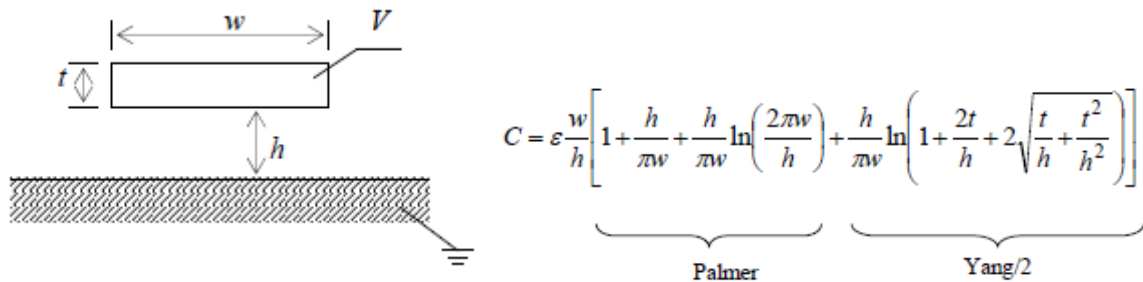


Figure 3-15 : à gauche, la configuration étudiée, une plaque en vis-à-vis d'un plan infini [162]. A droite, l'équation proposée par les auteurs de [162], combinaison de deux autres solutions de la littérature.

Dans cette étude, cet effet sera négligé, car l'espace entre les électrodes de l'ordre de la dizaine de micromètres est très faible devant la largeur de l'électrode de l'ordre du millimètres. Il s'agit cependant d'un contributeur à la non-linéarité de la réponse électrique.

3.6.4 Impact de la pression électrostatique

Lorsqu'une particule A chargée s'approche d'une autre particule chargée B, elle est soit attirée, soit repoussée. Le comportement de A est altéré par un champ vectoriel électrique E induit par B. Elle subira une force liée à ce champ appelé la force de Lorentz F donnée par :

$$\vec{F} = q(\vec{E} + \vec{v} \wedge \vec{B}) \quad (3-34)$$

Où le nombre de charges total du système vaut q . La situation est illustrée Figure 3-16. D'après l'équation fondamentale des condensateurs, on a donc :

$$q = CV \quad (3-35)$$

Et sous forme différentielle :

$$dq = CdV \quad (3-36)$$

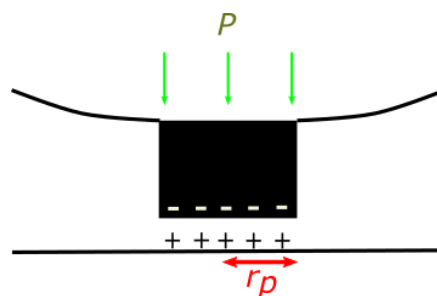


Figure 3-16 : illustration du principe d'attraction coulombienne entre les deux électrodes.

La puissance *Puiss* au sein d'un composant électrique est donnée par :

$$\text{Puiss} = UI = U \frac{dq}{dt} = \frac{\delta W}{dt} \quad (3-37)$$

Où *W* est l'énergie du condensateur.

(3-37) donne :

$$\delta W = UI dt = V dq \quad (3-38)$$

Il vient en utilisant (3-35) :

$$W = \frac{q^2}{2C} = \frac{CU^2}{2} \quad (3-39)$$

Comme la force électrostatique $F_{\text{élec}}$ agit sur l'électrode mobile dans le sens de la déflexion, on a directement :

$$F_{\text{élec}} = -\frac{\partial W}{\partial w} = -\frac{\partial (q^2/(2C))}{\partial w} \quad (3-40)$$

Qui devient :

$$F_{\text{élec}} = -\frac{1}{2} Q^2 \frac{\partial (1/C)}{\partial w} = \frac{1}{2} \frac{Q^2}{C^2} \frac{\partial C}{\partial w} = \frac{1}{2} U^2 \frac{\partial C}{\partial w} \quad (3-41)$$

En utilisant (3-5), on obtient :

$$F_{\text{élec}} = \frac{1}{2} V^2 \varepsilon \frac{\partial}{\partial w} \left(\frac{A}{w_{\text{gap}} - w} \right) \quad (3-42)$$

Et finalement :

$$F_{\text{élec}} = \frac{1}{2} V^2 \varepsilon \frac{A}{(w_{\text{gap}} - w)^2} \quad (3-43)$$

La pression électrostatique exercée sur le pilier est finalement :

$$P_{\text{élec}} = \frac{1}{2} \frac{V^2 \varepsilon}{(w_{\text{gap}} - w)^2} \quad (3-44)$$

Le graphe donnant la pression électrostatique en fonction de l'espace inter-électrodes $w_{\text{gap}} - w$ pour une différence de potentiels de 3 V est donné en Figure 3-17. Il est ainsi possible de voir que $P_{\text{élec}}$ commence à avoir un impact lorsque l'espace inter-électrode devient inférieur à 1 μm . En effet, malgré la grande proximité des électrodes, la pression reste faible par rapport à la résolution en pression visée de 133 Pa, d'autant plus que $P_{\text{élec}}$ ne s'exerce que sur le pilier contrairement à la pression du corps, qui s'exerce que l'ensemble de la membrane. Pour la suite, un espace de 20 μm sera considéré. Pour des espaces inter-électrodes supérieurs à 3 μm , il paraît vraisemblable de négliger cet effet pour les membranes avec pilier pour nos dimensions.

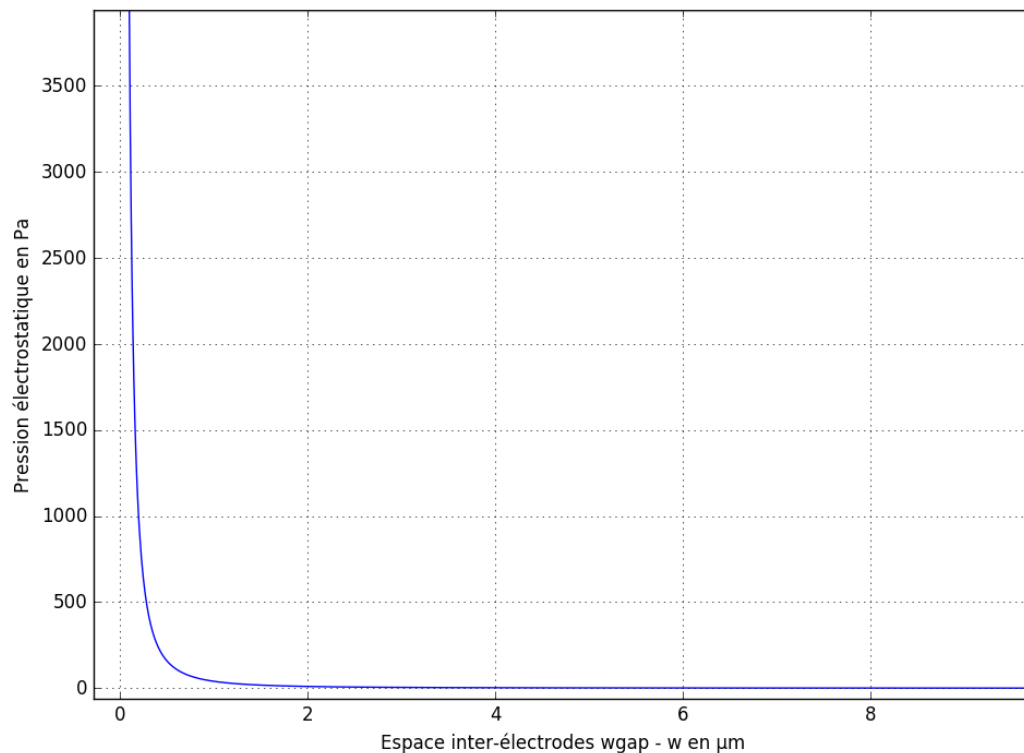


Figure 3-17 : évolution de la pression électrostatique en fonction de l'espace inter-électrodes.

Enfin, outre les phénomènes de claquages de l'air entre les électrodes, le phénomène pull-in va limiter la tension de polarisation imposée aux bornes du condensateur. Ce phénomène se traduit par une mise en contact des deux électrodes, mais n'apparaît qu'au-delà d'une certaine tension V_{lim} (basé sur [163]):

$$V_{lim} = \sqrt{\frac{8w_{gap}^3}{27S_m\epsilon}} \quad (3-45)$$

L'application numérique pour le jeu de paramètre ($\epsilon = 8.85 \text{ pF/m}$, $w_{gap} = 1 \text{ µm}$, $S_m = 7,5E-5 \text{ µm}^2/\text{Pa}$) donne un V_{lim} de 21 V. Le w_{gap} nécessaire à un V_{lim} fixé de 3 V pour obtenir le contact des électrodes à cause du phénomène de pull-in est de 270 nm. Le phénomène de pull-in n'apparaît donc pas pour des espaces inter-électrodes supérieurs au micromètre.

3.6.5 Dimensionnement des membranes embossées par simulation par éléments finis

Afin de caractériser le comportement des membranes embossées en grands déplacements, une étude de modélisation par éléments finis effectuée sous ANSYS Workbench 18.2 a été menée. Les paramètres de matériau utilisés pour le titane sont donnés dans le Tableau 3-4.

Dans cette étude, on considère le module d'Young pour du Ti générique, $E = 103 \text{ GPa}$. L'incertitude sur E peut cependant entraîner des variations importantes sur l'estimation de la sensibilité mécanique. Si E vaut en moyenne 112 GPa , l'incertitude sur D est proche de 8.2% et de 9% sur la déflexion, ce qui a pour conséquence de surestimer la déflexion réelle.

Tableau 3-4 : paramètres utilisés pour le titane lors des simulations.

Paramètres du titane	Valeurs	Références
Coefficient de Poisson	0.361 - grade 1	[106]
Module d'Young en GPa	102.7 - grade 1	[164]
	103 – 107 - grade 1	[165]
	105 – 120 - grade 1	[166], [167]
Masse volumique en g/cm^3	4.51 – grade 1	[106]
Coefficient de dilatation thermique en ppm.K^{-1}	8.6 – grade 1	[113]

Compte-tenu de la symétrie radiale, il est possible de se limiter à une simulation sur un demi-plan. Le choix a été fait de simuler un quart de membrane 3D pour mieux visualiser la déflexion des membranes. A partir des données mécaniques extraites des modèles, les modèles capacitifs linéaires présentés dans la section Modélisation analytique du comportement électrique du capteur ont été utilisés pour les études de grandes variations. Un exemple de simulations par éléments finis d'une membrane embossée est présenté en Figure 3-18.

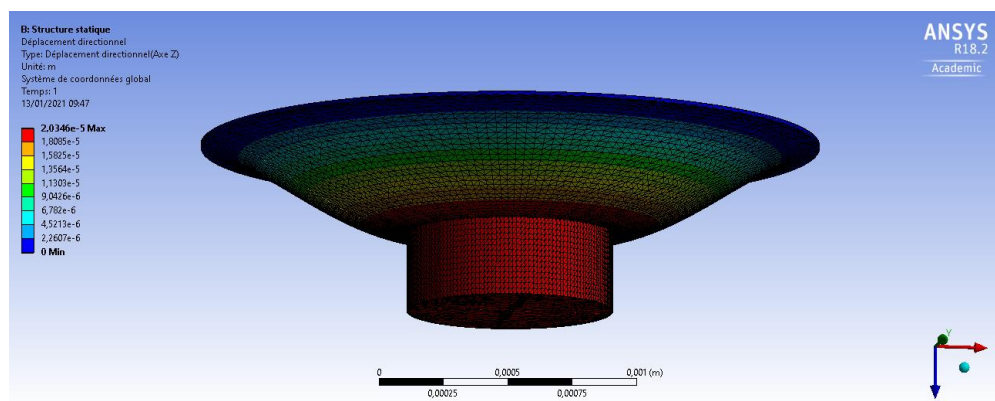


Figure 3-18 : à gauche, simulation par éléments finis d'une membrane embossée. Les zones rouges correspondent aux zones de plus grandes déflexions, les zones bleues sont les zones de déflexions nulles. Les déflexions ont été amplifiées.

Les résultats de simulation par éléments finis sont en bon accord avec la modélisation analytique pour de faibles déflexions, comme l'illustre la Figure 3-19, gauche. Ces résultats permettent d'estimer la variation de capacité résultante à l'aide des équations analytiques (Figure 3-19, droite). Ils sont comparés au seuil de détection d'un circuit d'acquisition très basse consommation qui sera présenté dans le chapitre 5. La

résolution minimale de ce circuit est de 1 fF.

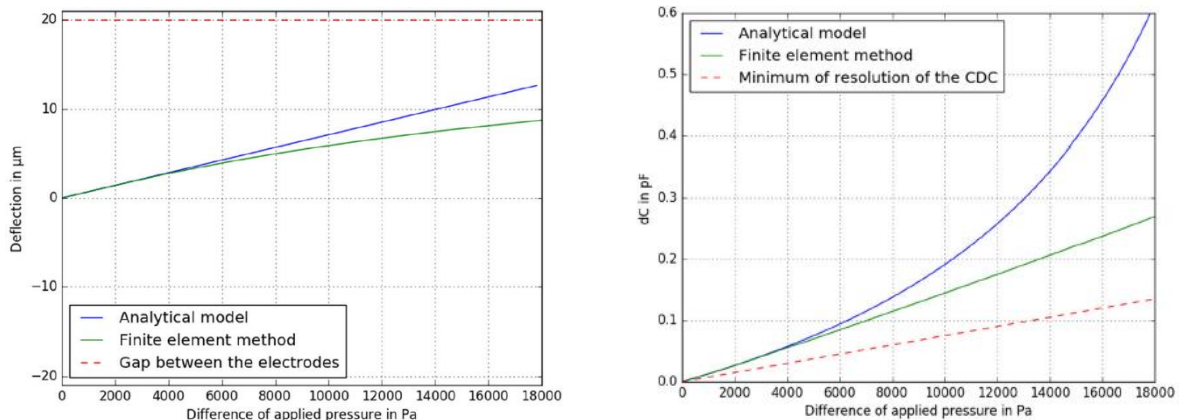


Figure 3-19 : comparaison pour une membrane embossée des modèles analytiques petits déplacements et par éléments finis en grand déplacements ($r_p = 500 \mu\text{m}$ et $r_m = 1.1 \text{ mm}$) en déflexion (à gauche) et en capacité (à droite) [135].

Ces résultats ont également permis de dimensionner le rayon de pilier r_p optimal pour une membrane. La Figure 3-20, issue de résultats de simulations, montre la variation du minimum de résolution ΔC pour une pression de 133 Pa en fonction de r_p . Il peut ainsi être observé que cette courbe admet un maximum. Cela peut aisément se comprendre car si r_p est trop faible alors l'électrode est trop petite pour induire une variation de capacité. A contrario, si r_p est trop important alors il n'y a plus de déflexion suffisante pour induire cette variation. La Figure 3-20 permet également de montrer que pour obtenir la résolution minimale de 1 fF avec un gap de 20 μm , il fallait un r_m d'au moins 1,1 mm. Il est ainsi possible d'observer que pour un r_m donné, prendre r_p valant environ $r_m/2$ permet de maximiser la réponse du capteur pour une différence de pression élémentaire visée de 1 mmHg, comme illustré en Figure 3-20. Ce travail de dimensionnement a fait l'objet d'une présentation de poster à la conférence DTIP 2019 [135].

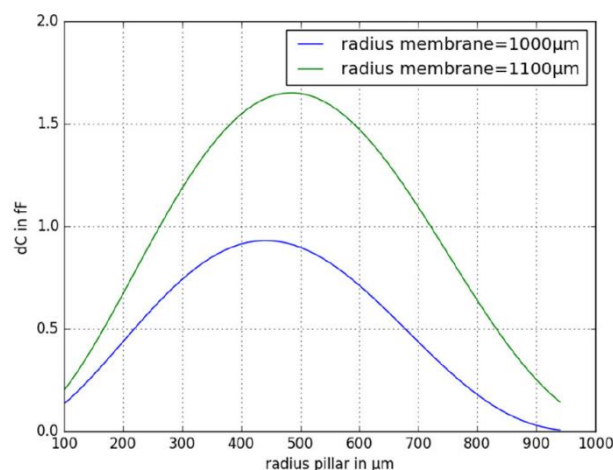


Figure 3-20 : comparaison de la réponse d'une membrane avec pilier à une pression de 1 mmHg pour deux rayons de membrane donnés en fonction du rayon de pilier.

3.6.6 Comparaison des deux systèmes capacitifs

A partir des études analytiques et numériques effectués plus haut, il est maintenant possible de dresser un tableau de comparaison des deux designs. On suppose ici que :

1. Le gap initial entre les électrodes est le même pour les deux membranes.
2. Le fonctionnement en petites déflexions est bien vérifié.
3. La contre-électrode est plus grande dans le cas d'une membrane sans pilier.
4. La membrane est d'épaisseur uniforme.
5. Le rayon de membrane r_m est le même pour les deux membranes, on compare des structures avec un certain niveau d'encombrement.
6. Le rayon de pilier r_p vaut $r_m/2$, c'est la valeur optimale qui permet de maximiser la réponse du capteur.

Pour une taille de maximale donnée, pour un même r_m pour ces deux designs, il est possible de calculer le rapport $S_{e,p}/S_{e,memb}$ pour les deux designs en utilisant (3-12) et (3-17) pour le design pilier et en utilisant (3-20) et (3-26) pour le design sans pilier.

$$\frac{S_{e,memb}}{S_{e,p}} = \frac{r_m^2}{3r_p^2} \quad (3-46)$$

Pour un r_m deux fois supérieur à r_p , qui permet de maximiser la réponse du capteur, $S_{e,p}/S_{e,memb}$ vaut 3/4. Cela signifie que le design membrane sans pilier a une sensibilité plus grande que celui de la membrane avec pilier. Cela s'explique par le fait que la surface de la membrane sans pilier est plus grande que celle de la membrane avec pilier, ce qui augmente sa sensibilité. De plus, le design sans pilier sera soumis à des effets de bords plus important modifiant sa linéarité. Cela ne constitue pas un problème pour une application de capteur de pression implantable.

Les sensibilités mécaniques pour membrane sans pilier et membrane avec pilier ont été données dans le Tableau 3-2. Le rapport $S_{m,p}/S_{m,memb}$ est donné par :

$$\frac{S_{m,p}}{S_{m,memb}} = \frac{r_p \cdot 32}{r_m} \left(L3 - \frac{C2 \cdot L6}{C3} \right) + 64 \left(L11 - \frac{C2 \cdot L14}{C5} \right) \quad (3-47)$$

Où $L3$, $L6$, $L14$, $C2$, $C3$, $C5$ sont des constantes dépendant du rapport r_p/r_m . Ou encore en introduisant les constantes $K_{y, contrib pilier}$ et $K_{y, contrib memb}$ les constantes pour le design pilier respectivement de la pression sur le pilier et de la pression sur la membrane :

$$\frac{S_{m,p}}{S_{m,memb}} = \frac{r_p \cdot 32}{r_m} K_{y, contrib pilier} + 64 K_{y, contrib memb} \quad (3-48)$$

Dans le cas particulier d'un r_m deux fois supérieur à r_p , $S_{m,p}/S_{m,memb}$ vaut 0,24. Cela

signifie que $S_{m,memb}$ est 4 fois supérieure à $S_{m,p}$. En effet, cela s'interprète par le fait que la membrane avec pilier est plus rigide que la membrane sans pilier.

Finalement, en effectuant le produit des valeurs théoriques de ces deux membranes, on obtient une valeur de 16/3 en faveur du design membrane sans pilier.

L'ensemble du raisonnement est synthétisé dans le Tableau 3-5.

Tableau 3-5 : comparaison théorique des deux designs capacitifs.

Propriétés	Pilier	Membrane
<i>Sensibilité électrique</i>		
S_e en pF/ μm	$C_0/gap = \varepsilon_0 \pi r_p^2 / gap^2$	$C_0/3gap = \varepsilon_0 \pi r_m^2 / 3gap^2$
Application numérique Si $r_m = 2 \times r_p$	$S_{e,p} \times 4/3 = S_{e,memb}$	
<i>Sensibilité mécanique</i>		
S_m en $\mu\text{m}/\text{Pa}$ K_y sont des constantes qui dépendent du rapport r_p/r_m D rigidité flexurale liée au Ti	$\frac{r_p \cdot r_m^3}{2D} K_{y,contrib\ pilier}$ $+$ $\frac{r_m^4}{D} K_{y,contrib\ memb}$	$r_m^4 / 64D$
Application numérique Si $r_m = 2 \times r_p$, on a : $K_{y,contrib\ pilier} = 6,8E - 3$ $K_{y,contrib\ memb} = 2,1E - 3$	$\frac{S_{m,p}}{S_{m,memb}} = \frac{r_p \cdot 32}{r_m} K_{y,contrib\ pilier} + 64 K_{y,contrib\ memb}$ $\frac{S_{m,p}}{S_{m,memb}} = 0.2432 \approx 1/4$	
<i>Sensibilité du capteur</i>		
	En petites déflexions	En petites déflexions
S_c en pF/Pa	$S_{m,p} \times S_{e,p}$	$S_{m,memb} \times S_{e,memb}$
Application numérique Si $r_m = 2 \times r_p$	$S_{c,p} \times 16/3 = S_{c,memb}$	

D'un point de vue analytique, pour un même encombrement, la membrane sans pilier central semble préférable car elle permet d'augmenter la sensibilité globale du capteur d'un facteur 5. Cela peut s'expliquer de deux façons. Premièrement, la membrane sans pilier permet d'exploiter intégralement sa surface en augmentant également C_0 . Cela améliore le gain d'un facteur 1,3. Deuxièmement, la plus grande contribution vient de la partie mécanique, la déflexion engendrée par application d'une pression donnée est plus grande dans le cas de la membrane sans pilier. Cela s'explique par le fait que le pilier va venir rajouter une rigidification locale de la membrane.

A ce stade, le choix a été fait de fabriquer et d'étudier chacun de ces deux transducteurs sur un plan mécanique. Cependant, si le design membrane sans pilier bénéficie d'une

meilleure réponse théorique, il souffre de la création d'une cavité qui sera au contact du corps humain. Cette cavité peut conduire à l'accumulation d'espèces biologiques à la surface de la membrane et conduire à un encrassement biologique. Cet encrassement pourra nuire aux performances longs termes du capteur en faisant varier les caractéristiques mécaniques de la membrane. D'autres phénomènes peuvent venir influencer cet encrassement : la rugosité ou la présence d'angles aigus dans la géométrie comme l'illustre la Figure 3-21.

Pour éviter ce scénario, il faudrait alors casser les angles et évaser la cavité. En d'autres termes, il est préférable de choisir une interface plate sur sa portion extérieure en contact avec l'environnement biologique et qui ne présente pas de relief topographique enclin à ce type d'encrassement.

De plus, la rugosité est un paramètre-clé pour ce type de phénomène d'encrassement comme l'endothélialisation, qui peut également venir perturber le bon fonctionnement du capteur et créer des dérives comme mentionné dans le chapitre 1. Le design pilier n'a quant à lui pas été gravé sur sa face exposée au milieu biologique et reste donc à un niveau de polissage initial. Contrairement à lui, le design sans pilier va avoir une rugosité en fond de gravure plus difficilement contrôlable. Pour la suite de ces travaux, les deux types de membranes ont été fabriquées pour étudier leurs comportements mécaniques. Cependant, le choix final de l'un des deux transducteurs est également conditionné par cette notion d'encrassement et pas par la seule performance du capteur.

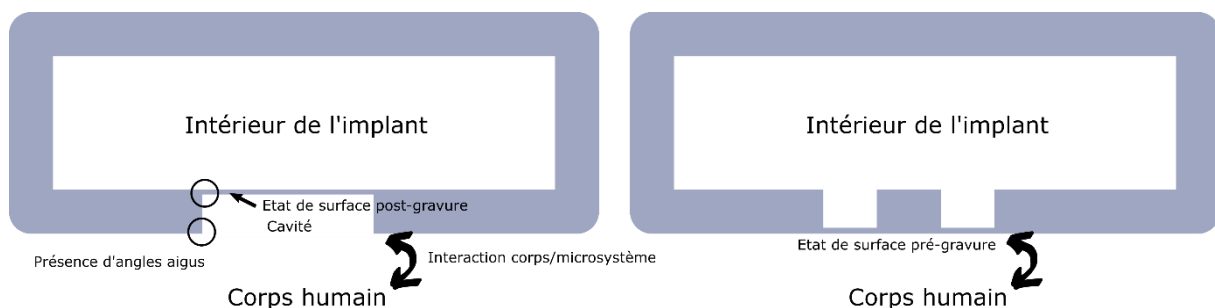


Figure 3-21 : comparaison des transducteurs sans et avec pilier par rapport au risque d'encrassement biologique.

3.7 Conclusion

Dans ce chapitre, deux structures de membranes pour le capteur de pression tout titane ont été présentées. La première structure comprend un pilier central, l'autre est composée d'une membrane circulaire d'épaisseur uniforme. Après avoir rappelé les étapes de fabrication du capteur, les modèles analytiques développés dans les ouvrages Theory of Plates and Shells [158] et Roark's formulas for Stress and Strain [159] ont été exploités pour mieux appréhender le comportement mécanique de ces transducteurs. Ces modèles sont valides dans le cas de petites déflexions, dans lequel la tension au sein du feuillet médian de la membrane est négligeable et pour des membranes pour

lesquelles il n'y a pas de grandes déformations. L'hypothèse est vraisemblable car le mode d'utilisation du transducteur doit minimiser les phénomènes irréversibles de fatigue ou de déformations plastiques afin de rendre le transducteur compatible avec une implantation longue durée. Ainsi, un fonctionnement dans un régime linéaire élastique est préférable. Une étude par éléments finis en grandes déflexions a également été entreprise et corrobore le modèle analytique pour de faibles pressions et déflexions.

A partir de ces études mécaniques, une étude analytique a été menée en considérant l'équation de la capacité variable comme point de départ de deux types de condensateur considérés. Cette étude a permis de dégager des conditions de dimensionnement pour la membrane à pilier central, liant la dimension de son pilier à celle de la membrane afin de maximiser la sensibilité mécanique théorique du capteur. Les principaux effets pouvant perturber le bon fonctionnement du capteur, incluant la compression du gaz au sein de la cavité, l'impact de la gravité, des effets de bords, l'impact de la pression électrostatique et du phénomène de pull-in ont été discutés.

Dans ces conditions, la comparaison théorique des deux structures de membrane montre que pour une largeur de membrane fixée, le design sans pilier est préférable au design avec pilier central, car il permet de maximiser la sensibilité mécanique S_m ainsi que la réponse électrique S_e . En effet, la membrane sans pilier aura davantage tendance à défléchir, car sa raideur est plus faible et la surface en regard de la contre-électrode est plus importante.

Cependant, même si les caractéristiques mécaniques des membranes sans pilier en font de bonnes candidates pour la suite de cette étude, ce design se heurte à une problématique de biocompatibilité. En effet, la présence d'une microcavité en contact avec les tissus pourrait conduire à accumuler des espèces biologiques au sein de cette cavité, ce qui pourrait altérer les performances en réduisant la sensibilité mécanique de la membrane, mais nuirait surtout grandement à la biocompatibilité du capteur. Aussi, le design avec pilier central paraît plus adapté d'un point de vue fonctionnel.

Dans le chapitre suivant, le comportement mécanique des deux types de membranes sera étudié expérimentalement.

Chapitre 4 : Caractérisation mécanique de la membrane du capteur

4.1 Introduction

Comme exposé dans le chapitre précédent, la mécanique des membranes est un point crucial dans l'élaboration des capteurs de pression visés, car elle est au cœur même du mécanisme de transduction. Il est donc impératif de vérifier expérimentalement la conformité de leur comportement mécanique vis-à-vis des modèles développés. Dans ce chapitre consacré à la caractérisation mécanique des membranes, leurs principales caractéristiques dimensionnelles, leur réponse mécanique en pression et leur réponse dynamique vont être étudiées. Le but est de confronter les modèles mécaniques aux expériences afin de voir avec quel degré de fidélité leur comportement peut être prédit par ces modèles et de vérifier que les membranes sont conformes aux spécifications attendues.

4.2 Les membranes en titane réalisées

4.2.1 Les masques utilisés

Un premier masque de lithographie conçu pour réaliser les membranes en titane avec pilier central est présenté en Figure 4-1, gauche. De nombreux designs ont été placés sur ce masque avec une répétition de 4 par type de design. Les diamètres des membranes vont de 2,2 mm à 2,6 mm par pas de 0,1 mm. Le choix a été fait de placer le minimum à 2,2 mm car cela va constituer un minimum de point de fonctionnement, qui d'après la théorie indiquée dans le Chapitre 3 devrait déjà être suffisant pour obtenir la précision attendue. La largeur d'anneau de gravure est le second paramètre de variation de design et non le diamètre de pilier. Cette approche permet de minimiser l'impact de l'ouverture de gravure sur la profondeur gravée. Les largeurs d'anneau vont de 0,6 mm à 0,8 mm. Un wafer de titane obtenu après la fin du procédé de gravure et le retrait du masque dur de Ni est montré en Figure 4-1, droite. Le wafer de Ti est ensuite découpé à la scie pour individualiser des puces de 9 x 9 mm.

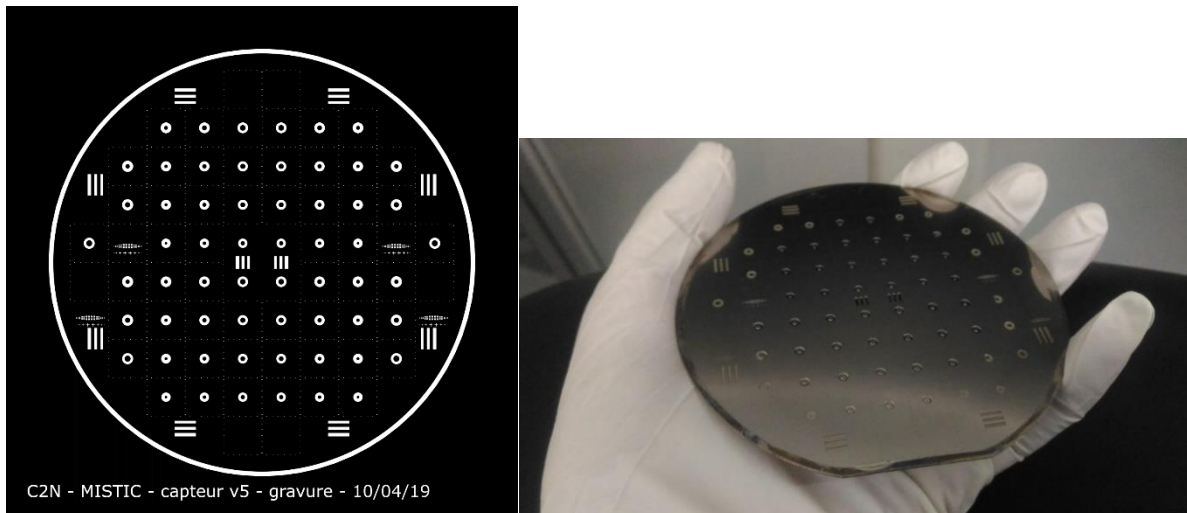


Figure 4-1 : à gauche, le masque de lithographie utilisé pour les membranes avec pilier. A droite, le wafer de Ti avec membranes pilier obtenu après l'étape de Cr etch.

Un second masque a également été conçu pour analyser les géométries de membranes sans pilier (Figure 4-2). Les membranes circulaires ont des diamètres allant de 2,2 mm à 2,5 mm de diamètre.

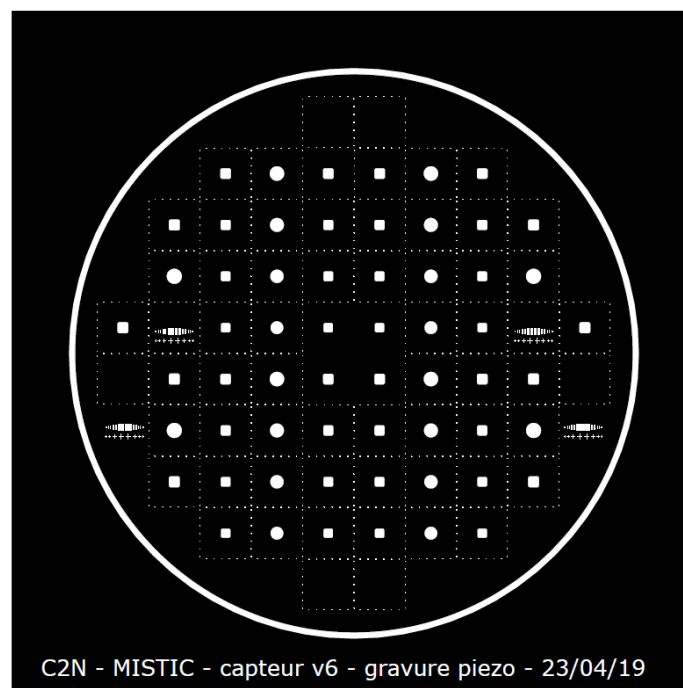


Figure 4-2 : masque de lithographie pour membranes sans pilier.

4.3 Inspections au MEB

Les puces ont été observées par la technique de microscopie électronique à balayage (MEB). L'examen des puces par MEB montre l'existence d'une rugosité en fond de gravure (Figure 4-3, gauche et droite), confirmé également par la méthode interférométrique et par les mesures Dektak. Les irrégularités dans le cercle sont imputées à l'utilisation d'un masque plastique imprimé pour réaliser l'étape de

lithographie optique. Il est ainsi possible de voir l'effet de la faible résolution de l'impression du masque plastique au MEB.

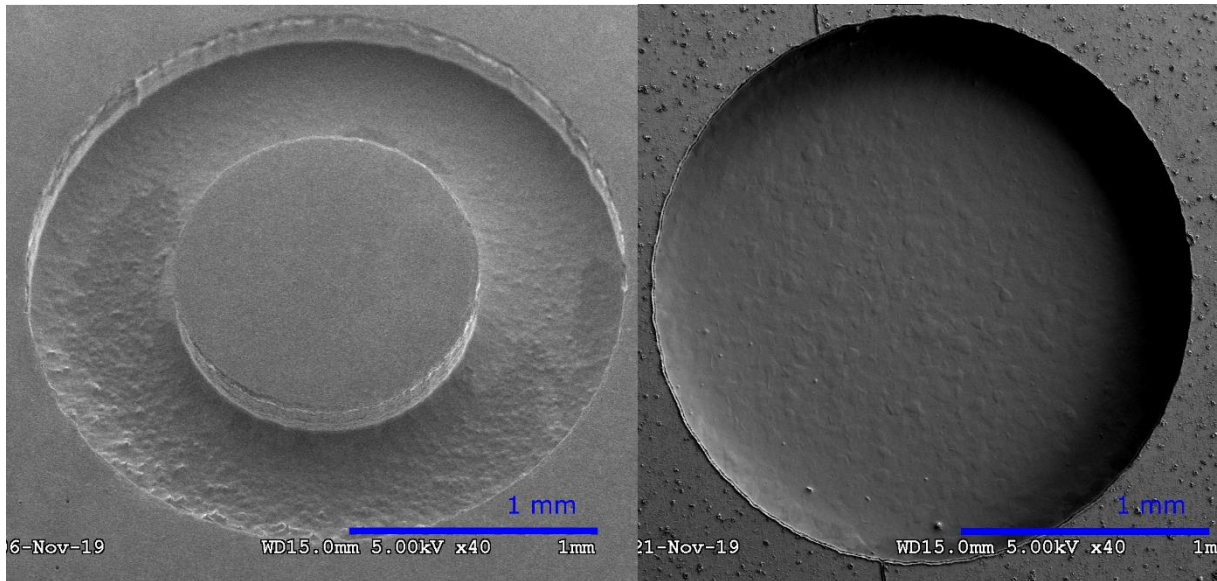


Figure 4-3 : A gauche, une puce avec pilier. A droite, une puce sans pilier.

4.4 Estimation de l'épaisseur d'une membrane titane

4.4.1 Introduction

La réponse mécanique de la membrane dépend de ses dimensions (largeur de membrane, diamètre total de la membrane, épaisseur de la membrane) mais aussi de la qualité de la gravure (topologie de la membrane). Dans un premier temps, l'épaisseur des membranes va être étudiée.

4.4.2 Estimation de l'épaisseur minimale d'une membrane avec pilier

L'estimation de l'épaisseur minimale de membrane a été effectuée en deux étapes. Tout d'abord, l'épaisseur d'un wafer a été mesurée au Palmer en 4 points du wafer. Ensuite, la profondeur gravée a été estimée à l'aide d'un microscope optique. Le principe de mesure consiste à mettre au point l'image du microscope à la surface du wafer puis en profondeur, comme illustré Figure 4-4. La différence de hauteur entre ces deux plans focaux est donnée par les graduations de la vis micrométrique de mise au point. Une erreur relative moyenne de 1 μm sur l'estimation de la profondeur est obtenue. Afin d'évaluer la répétabilité et le biais de cette mesure, les résultats obtenus par la mesure au microscope ont été comparés avec une méthode interférométrique.

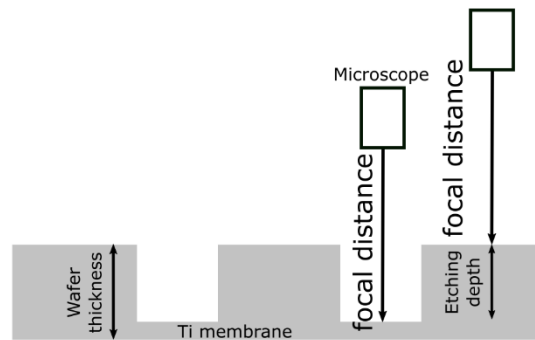


Figure 4-4 : schéma de principe de la méthode de mesure par microscopie.

4.4.3 Comparaison avec l'interférométrie grand champ

La méthode d'interférométrie grand champ permet de mesurer avec une très grande précision la topographie de surface d'un substrat. Une photographie du montage est donnée en Figure 4-5.

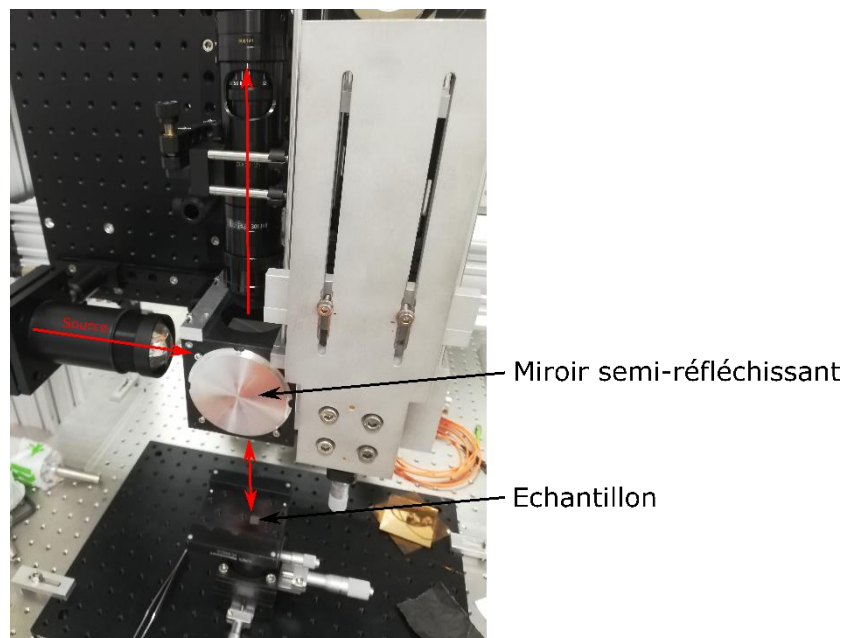


Figure 4-5 : photographie du banc de test d'interférométrie grand champ.

Cette méthode reprend le principe d'un interféromètre de Michelson, dont le miroir de référence est lié à un actionneur piézoélectrique. De manière analogue à la méthode de mesure au microscope exposée précédemment, le but est de créer des franges d'interférence en lumière blanche à la surface de l'échantillon puis en fond de gravure. L'utilisation de ces franges permet alors d'obtenir une estimation beaucoup plus précise, puisqu'elle permet d'obtenir la topographie de surface, à condition que cette surface soit suffisamment réfléchissante. L'actionneur piézoélectrique permet de parcourir la course nécessaire, soit environ $290\ \mu\text{m}$ pour passer de la surface au fond de gravure. Le pas de l'actionneur est de $100\ \text{nm}$. Une fois l'image avec les franges d'interférence acquise, une technique de démodulation permet de retomber sur l'information de la profondeur gravée. L'ensemble des opérations a été effectué à l'aide du logiciel Fogale 3D viewer. Une image brute après démodulation de la topographie

de surface ainsi obtenue est donnée en Figure 4-6, gauche. Pour estimer la profondeur gravée, un filtre médian 9x9 est utilisé pour lisser l'effet de la rugosité (Figure 4-6, droite).

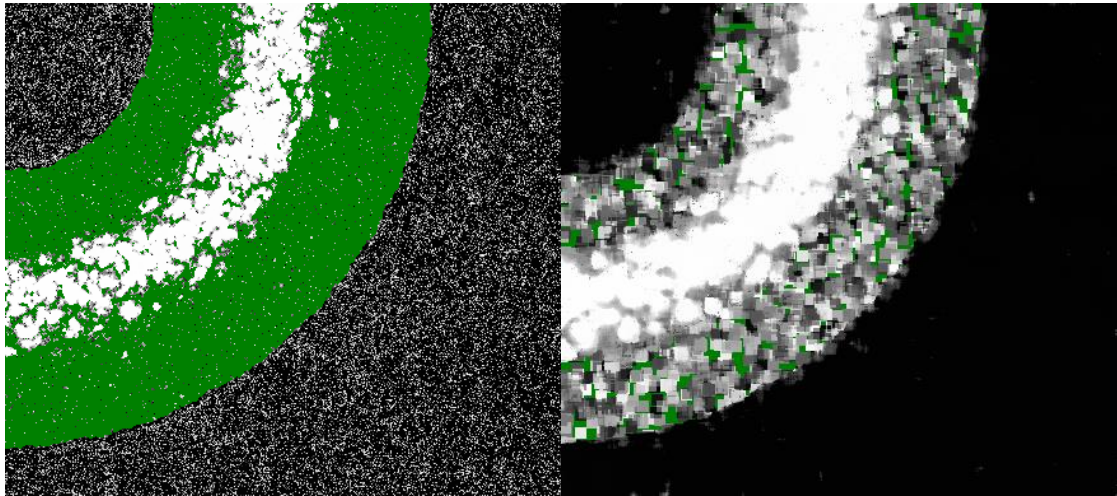


Figure 4-6 : A gauche, la cartographie 2D de la profondeur d'un quart de puce avec pilier. A droite, l'utilisation d'un filtre médian permet alors de s'affranchir de la rugosité du substrat. Les zones profondes sont en blanc, alors que les zones en hauteur sont en noir.

Dans les deux cas présentés, la zone verte correspond à un ensemble de pixels pour lesquels cette technique ne permet pas d'utiliser la méthode de démodulation. Ce cas apparaît lorsque le plan focal n'est pas parallèle avec la surface. En d'autres termes, ces régions vertes ne sont pas planes, ce qui empêche un retour de la lumière au niveau du plan d'interférence. Cette méthode permet ainsi de mesurer de manière précise la différence de hauteur d'une tranchée, mais ne permet pas d'obtenir toute la topologie au fond de cette tranchée.

Un exemple typique d'une des coupes obtenues par cette méthode est donné en Figure 4-7. La profondeur peut ainsi être évaluée à 294,4 μm .

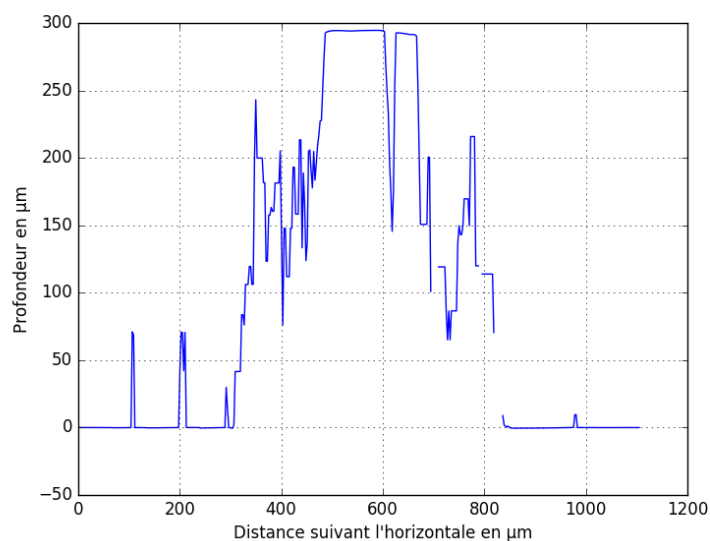


Figure 4-7 : coupe horizontale du profil de gravure.

Même s'il est possible d'estimer avec une très grande précision la profondeur de gravure, cette méthode s'avère cependant chronophage sur un très grand nombre de puces. Aussi, elle a permis de calibrer la mesure par microscope, nettement plus rapide. Les mesures effectuées sur 4 puces ont ainsi pu être comparées et une erreur quadratique moyenne de $1.4 \mu\text{m}$ entre les deux méthodes a pu être calculée. Sur l'ensemble des échantillons avec pilier central, les épaisseurs des membranes vont de $7,5$ à $17,3 \mu\text{m}$.

4.4.4 Estimation de l'épaisseur minimale d'une membrane sans pilier

La technique de mesure interférométrique a également été appliquée à des membranes sans pilier, comme illustré en Figure 4-8, gauche. Une profondeur maximale de $293 \mu\text{m}$ a ainsi pu être mesurée à partir d'un relevé horizontal donné en Figure 4-8, droite. Sur l'ensemble des échantillons sans pilier central, les épaisseurs des membranes vont de 11 à $14 \mu\text{m}$.

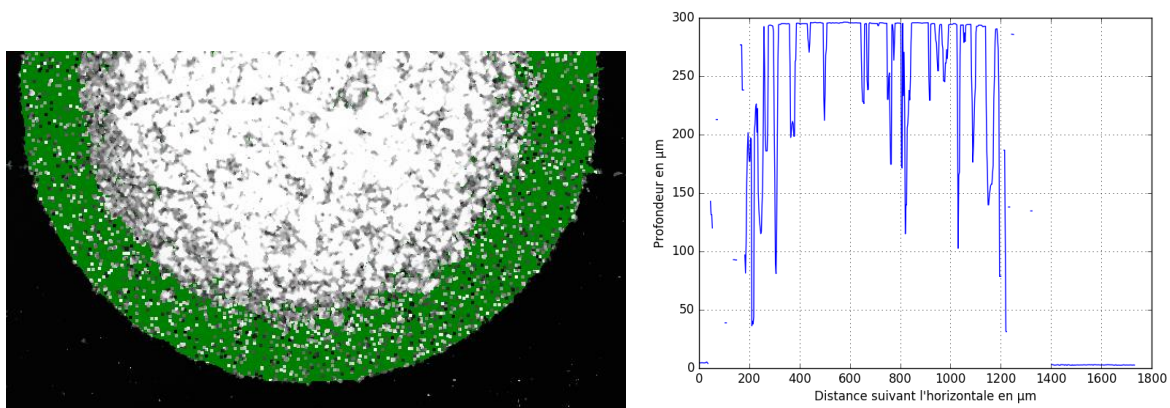


Figure 4-8 : à gauche, méthode d'interférométrie sur une puce sans pilier. A droite, résultat de la mesure d'interférométrie sur cette puce.

4.5 Caractérisation du profil du fond de gravure

4.5.1 Observation en coupe après enrobage et polissage

La technique consiste à enrober la puce au sein d'un cylindre de résine epoxy par moulage, puis à polir l'ensemble jusqu'à atteindre le plan de coupe souhaité. L'observation de la coupe au microscope permet ainsi de déterminer le profil de fond de gravure de membranes sans pilier et avec pilier. Le polissage des puces enrobées a été réalisé à l'aide d'un bâti de polissage ERCIL 3000 à une vitesse de rotation 300 tour/min et avec des papiers de polissage de différentes tailles de grains allant du grain P320 jusqu'au grain P4000. Une photographie du bâti de polissage est donnée en Figure 4-9, gauche. Une photographie d'une puce titane enrobée et polie est donnée en Figure 4-9, droite.

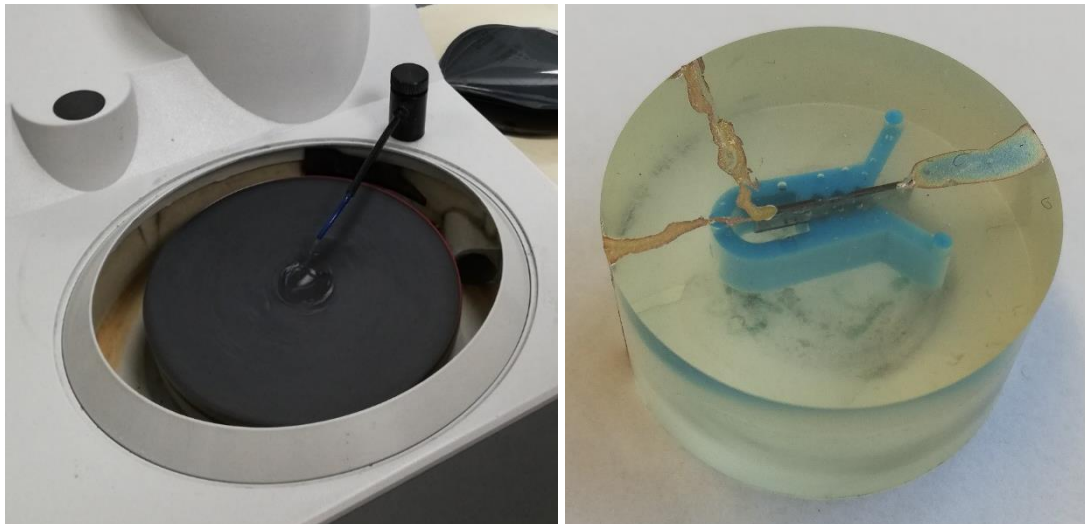


Figure 4-9 : à gauche, photographie du bâti de polissage. À droite, puce titane enrobée et polie.

Le polissage du titane a cependant tendance à « étaler » le matériau lors du polissage, ce qui peut venir fausser la mesure d'épaisseur de nos membranes. En effet, du fait des efforts mécaniques durant le polissage, des bavures de titane se forment, ce qui peut conduire à une épaisseur apparente de membrane plus importante qu'elle ne l'est en réalité. Une photographie après polissage d'une membrane sans pilier est donnée en Figure 4-10 (i) et celle d'une membrane avec pilier est donnée en Figure 4-10 (ii).

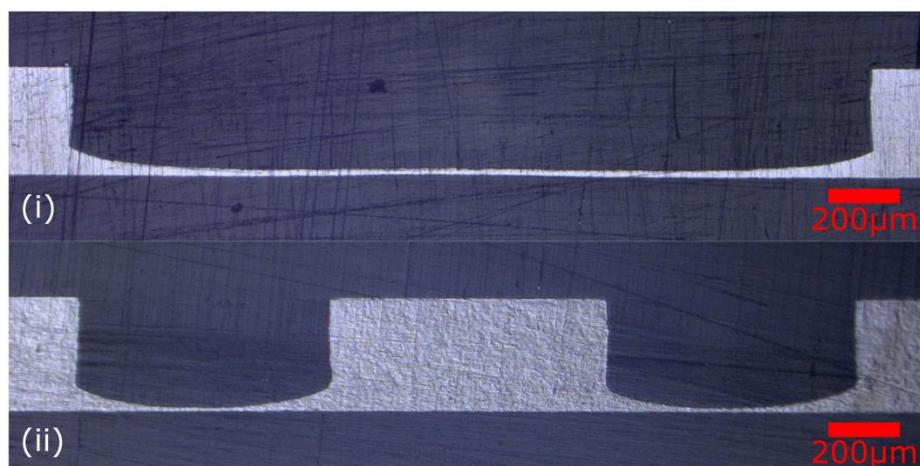


Figure 4-10 : (i), une coupe d'une puce sans pilier [168]. (ii), une coupe d'une puce avec pilier [168].

Ces vues en coupe montrent des flancs de gravure verticaux. Quant au fond de gravure, il est incurvé et l'épaisseur de la membrane n'est donc pas uniforme. Cette courbure est la raison pour laquelle la mesure par interférométrie présentée précédemment n'a pas fonctionné dans les régions proches des flancs.

Ce profil particulier va avoir des conséquences sur les propriétés mécaniques des membranes. Pour en tenir compte, il va donc falloir affiner le modèle mécanique établi au chapitre précédent, qui faisait l'hypothèse de membranes d'épaisseur uniforme.

Le profil de fond de gravure peut être décrit de manière approchée par une ellipse, comme illustré en Figure 4-11. On fait l'hypothèse que les bavures de titane dues au polissage « épaisissent » la coupe de la membrane de manière uniforme, de sorte que

le profil observé est très voisin du profil réel. L'utilisation d'une ellipse semble pertinente, car cela permet d'utiliser des paramètres communs avec le domaine de la microfabrication. L'ouverture de la gravure donne le grand axe de l'ellipse et le demi petit axe de l'ellipse est le paramètre associé à la non-uniformité. Sur deux wafers de membranes avec pilier, il a été possible d'estimer les valeurs du demi petit axe, qui sont respectivement de $64\ \mu\text{m}$ (wafer A) et de $53\ \mu\text{m}$ (wafer B). La modélisation du fond de gravure par une ellipse apparaît également satisfaisante dans le cas de membranes sans pilier.

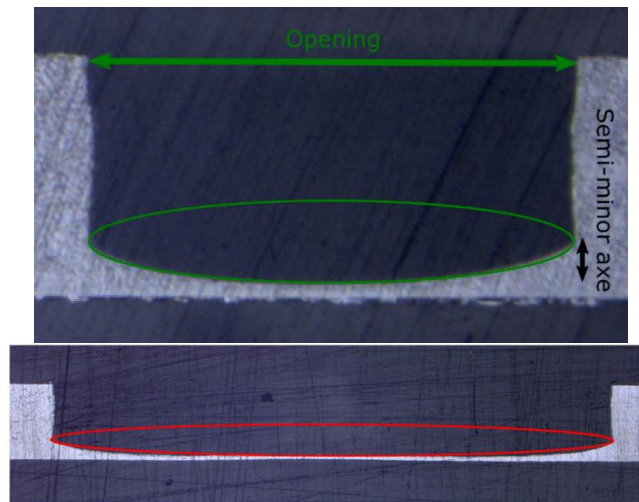


Figure 4-11 : Modélisation du profil de fond de gravure par une ellipse pour une membrane avec pilier (haut) et pour une membrane sans pilier (bas).

L'origine de ce profil peut s'expliquer par le fait que la gravure sèche englobe deux dynamiques de gravure : la gravure chimique et la gravure physique. La gravure chimique se caractérise par la réaction des radicaux libres du plasma avec la surface, créant de nouveaux éléments. La gravure de type physique s'apparente à un effet balistique des radicaux accélérés en direction de la surface. En toute rigueur, les phénomènes de gravure chimique et physique interagissent, l'énergie cinétique des radicaux permet notamment de favoriser certaines réactions chimiques. La différence de célérité et donc d'énergie cinétique des espèces situées proches du masque Ni au début de la gravure, puis proches des flancs pendant le reste du temps de gravure, explique ainsi les profils obtenus.

Bien que cette technique permette de visualiser le profil du fond de gravure des membranes, elle a pour inconvénient d'être destructive et ne permet pas de mesurer l'épaisseur exacte de la membrane du fait des bavures résultant du polissage. Ces remarques ont motivé la comparaison avec une méthode de caractérisation par profilométrie mécanique présentée ci-après.

4.5.2 Mesure d'épaisseur par profilométrie mécanique

Un profilomètre mécanique (Dektak) a été utilisé pour relever le profil de fond de gravure de manière non-destructive. Les courbes des profils mesurés sur deux membranes avec pilier de mêmes dimensions ($r_m = 1,25\ \text{mm}$ et $r_p = 0,55\ \text{mm}$) sont données en Figure 4-12. Ces courbes montrent une bonne répétabilité des profils pour

ces deux puces tirées d'un même wafer.

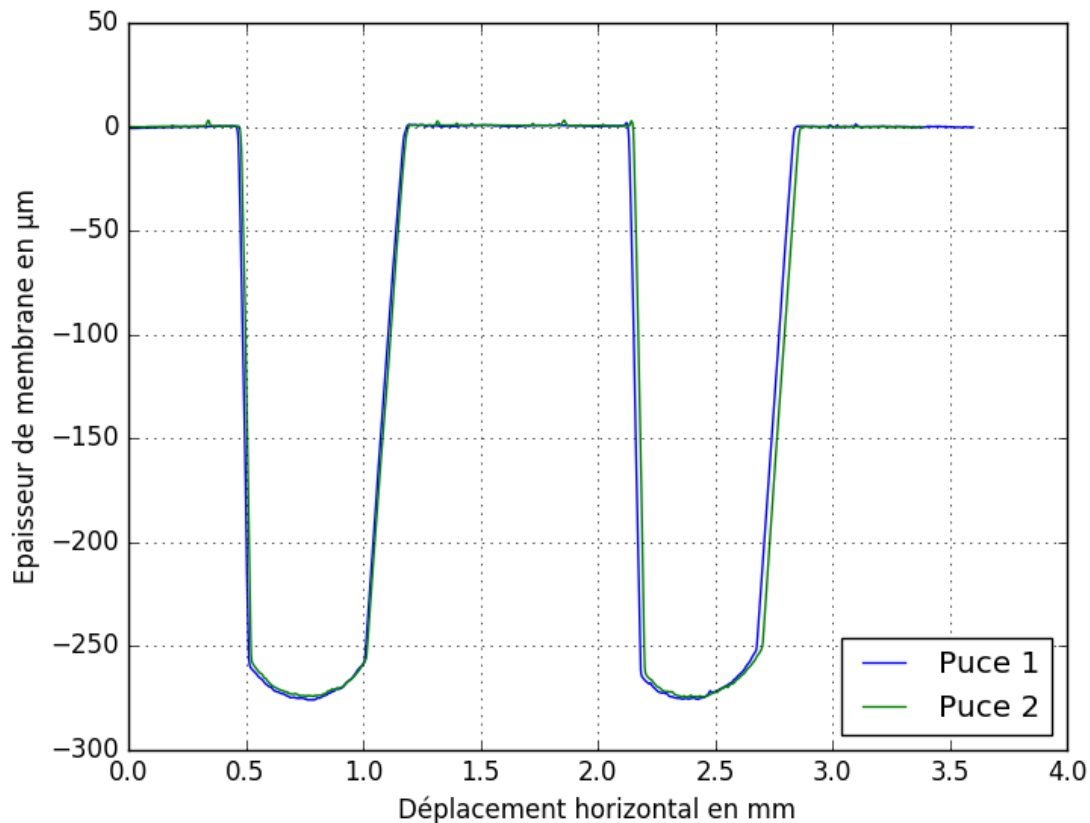


Figure 4-12 : profil de gravure de deux puces de membrane avec pilier central (06Ma23 D6).

Les profils mesurés sur deux membranes sans pilier de même diamètre sont donnés en Figure 4-13. Les fonds de gravure de ces deux puces ont des profils très similaires. Cependant, la profondeur de gravure diffère un peu du fait de localisations différentes sur le wafer. Comparativement à la technique d'observation après polissage, le profilomètre mécanique ne permet pas d'obtenir une mesure fidèle du profil des flancs de gravure, leur verticalité étant physiquement inaccessible à la pointe de l'appareil. La superposition de ces deux profils montre une bonne répétabilité des profils des fonds de gravure sur un même wafer.

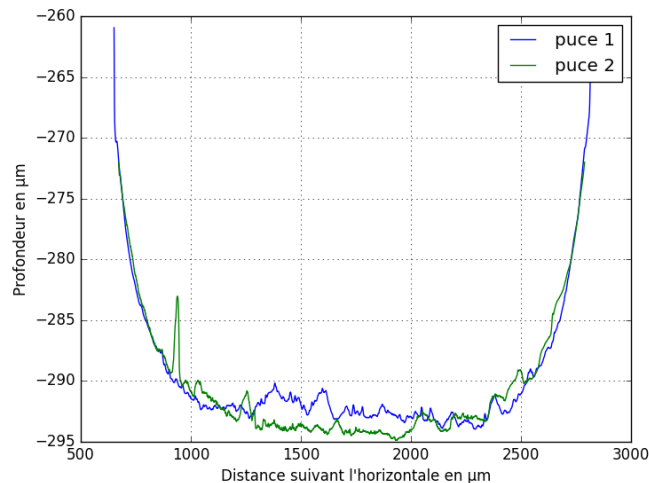


Figure 4-13 : comparaison de deux puces sans pilier avec le même diamètre d'ouverture. La puce 2 a été remontée de 3 µm afin de superposer les profils de gravure.

4.5.3 Prise en compte du profil de fond de gravure dans le modèle

La prise en compte du profil réel du fond de gravure apparaît nécessaire pour modéliser le comportement mécanique réel de la membrane. Cette prise en compte nécessite de raffiner les modèles présentés dans le chapitre précédent.

4.5.3.1 Modélisation analytique

Le comportement mécanique d'une plaque à épaisseur variable a été étudié de manière analytique par Timoshenko [158]. L'approche de modélisation consiste à subdiviser la plaque par un certain nombre d'anneaux concentriques. Chaque anneau est chargé par des moments radiaux propres. Il est alors possible d'estimer la déflexion de la plaque via l'évaluation de proche en proche de l'effet de la pression. On peut voir dans cette approche certaines similitudes avec la méthode par éléments finis, méthode qui sera détaillée dans la section suivante.

Une façon analytique plus directe de procéder est de considérer que l'expression de l'épaisseur est donnée par :

$$t = t_0 e^{\frac{-nx^2}{6}} \quad (4-1)$$

Où x est la distance relative par rapport au centre de la membrane de rayon r_m définie par $x=r/r_m$, t_0 est l'épaisseur au centre de la membrane et n est un paramètre qui définit le caractère de non-uniformité de la membrane. Cette formulation exponentielle particulière de l'épaisseur de membrane, une fois injectée dans l'équation différentielle caractéristique de la membrane, permet d'obtenir un profil de déflexion en tout point [158]. La déflexion maximale est alors donnée par :

$$w_{\max} = \frac{\alpha P r_m^4}{E t_0^3} \quad (4-2)$$

Où α est une constante qui dépend de n , E est le module d'Young.

En particulier, pour $|x| < 1$, on a le développement de Taylor suivant :

$$t = t_0 \left(1 - \frac{n}{6}x^2 + \left(\frac{n}{6}\right)^2 \frac{x^4}{2} + O(x^5) \right) \quad (4-3)$$

Ce modèle peut être comparé au modèle elliptique proposé, l'équation d'une ellipse est donnée par :

$$t = t_0 + \Delta t_1 - \Delta t = t_0 + \Delta t_1 - \Delta t_1 \sqrt{1 - x^2} \quad (4-4)$$

Où Δt_1 est le petit axe de l'ellipse comme illustré sur le schéma en Figure 4-11.

En particulier, pour $|x| < 1$, on a le développement de Taylor suivant :

$$t = t_0 + \Delta t_1 - \Delta t_1 \left(1 - \frac{x^2}{2} - \frac{x^4}{8} + O(x^5) \right) \quad (4-5)$$

$$t = t_0 + \Delta t_1 \left(\frac{x^2}{2} + \frac{x^4}{8} + O(x^5) \right) \quad (4-6)$$

On comprend alors que les deux modèles sont équivalents à l'ordre 2 c'est-à-dire dans la région la plus centrale de la membrane. Le modèle de Timoshenko permet grâce à la forme exponentielle d'obtenir une solution analytique au problème différentiel de la déflexion en proposant une formule basée sur l'épaisseur de la membrane. L'approche elliptique correspond toutefois à une description du profil de fond de gravure qui semble globalement plus fidèle à la réalité, notamment au voisinage des flancs de gravure.

Pour une membrane avec pilier, les modèles exponentiel et elliptique ont été tracés en Figure 4-14 ($t_0 = 17,73 \mu m$, $n = -8$, $\Delta t_1 = 60 \mu m$). La superposition des courbes indique que les deux modèles utilisés décrivent assez fidèlement le profil de la membrane relevé au profilomètre mécanique.

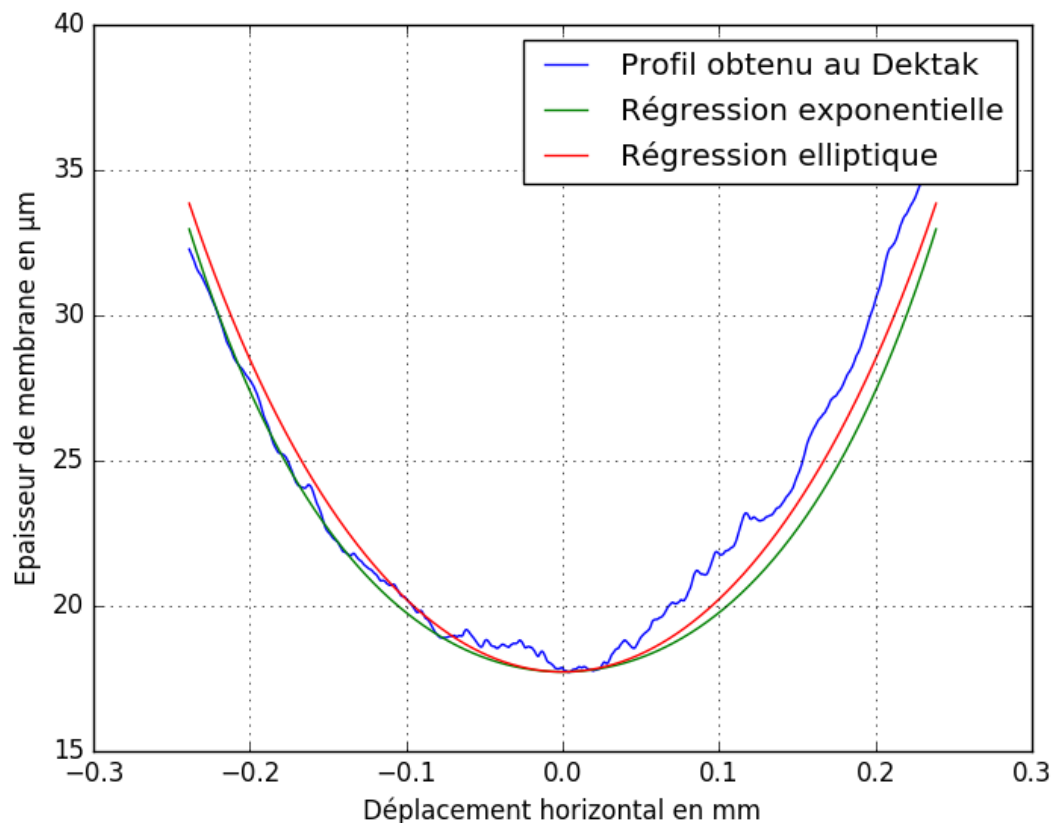


Figure 4-14 : profil de fond de gravure obtenu au profilomètre mécanique comparé aux régressions elliptique et exponentielle.

Pour une membrane sans pilier, les interpolations proposées ($n = -4$, $\Delta t_1 = 20 \mu\text{m}$, $t_0 = 15 \mu\text{m}$) ne représentent pas parfaitement le profil de fond de gravure (Figure 4-15). En effet, dans la région centrale de la membrane, une zone d'épaisseur quasi-uniforme semble apparaître. Les paramètres mesurés expérimentalement provenant d'une observation de coupe diffèrent des paramètres du Dektak. En effet, la valeur de non-uniformité obtenue grâce à une coupe vaut $60 \mu\text{m}$ contre $20 \mu\text{m}$ pour la profilométrie. Cela peut s'expliquer par le fait que les deux modèles s'avèrent non efficaces pour décrire le profil de la membrane dans la région voisine des flancs de gravure qui est inaccessible à la pointe du profilomètre. Un modèle plus élaboré tenant en compte de la région proche des flancs de gravure pourrait être créé pour pallier les défauts de ce modèle à l'avenir.

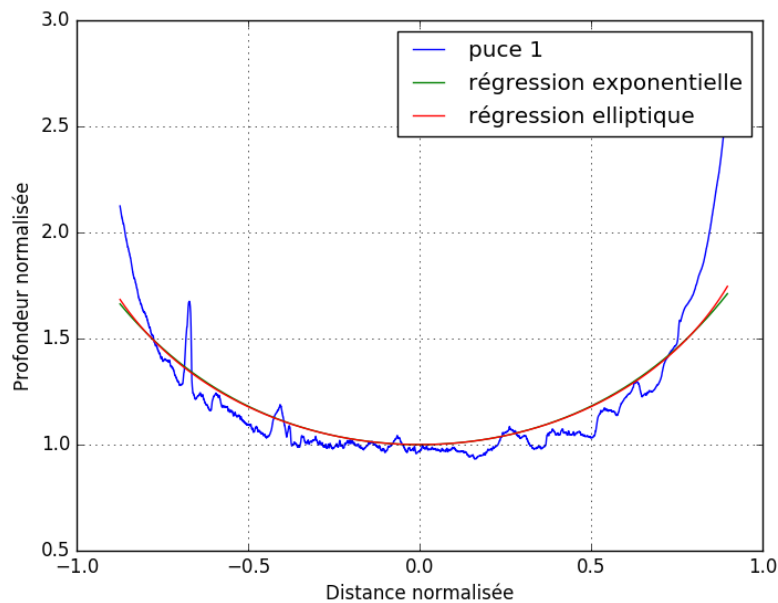


Figure 4-15 : comparaison des modèles elliptique et analytique pour une membrane sans pilier.

Dans le cas de la membrane avec pilier central, une méthode par éléments finis a été utilisée pour tenir compte du profil de fond de gravure.

4.5.3.2 Modélisation par éléments finis

La méthode de modélisation par éléments finis consiste à discrétiser un système continu à l'aide d'un maillage, qui résulte en un ensemble de nœuds auxquels on applique un ensemble de lois physiques. La résolution est effectuée pour chaque nœud à l'aide d'un solveur numérique. Pour cette étude, les caractéristiques du matériau Ti données dans le chapitre 3 ont été utilisées. Un nouveau paramètre le demi petit-axe de l'ellipse a cette fois été introduit. Il traduit la non-uniformité de la membrane, comme indiqué dans la section précédente. Les modèles de deux membranes, avec et sans pilier central, sont montrés Figure 4-16. Les résultats seront présentés en vis-à-vis des résultats expérimentaux dans la prochaine partie. Les paramètres de non-uniformité propre à chaque wafer et obtenus à l'aide de la coupe ont été utilisés. Une membrane plate de $15\ \mu\text{m}$ avec une demi-petit-axe de $60\ \mu\text{m}$ a été considéré. Une étude en grands déplacements a été prise en compte. L'hypothèse de petits déplacements permet de supposer que la géométrie des éléments reste inchangée après déformation. Cette hypothèse permet de confondre les géométries initiale et déformée et ainsi d'utiliser des variables géométriques égales avant et après déformation, sans considérer un déplacement nul.

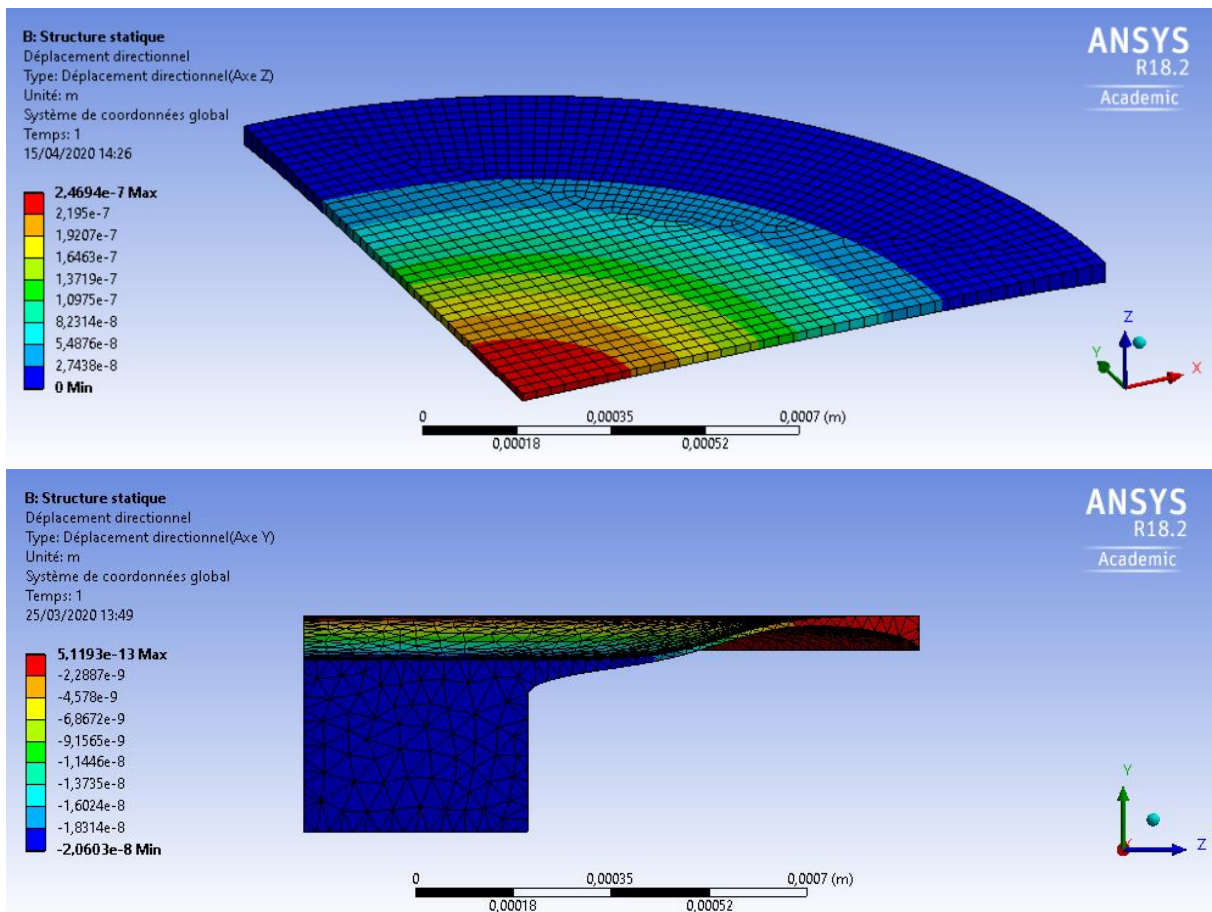


Figure 4-16 : Modèle à éléments finis d'une membrane sans pilier central (haut) et avec pilier central (bas).

4.6 Caractérisation mécanique

4.6.1 Introduction

Différentes techniques permettent d'étudier le comportement mécanique de membranes [169]. Parmi les principales, il y a :

1. La microflexion, qui consiste à appliquer une charge ponctuelle sur une membrane et à mesurer la déflexion résultante.
2. Le test de gonflement, pour lequel une pression uniforme est appliquée sur la surface de la membrane et la déflexion résultante est mesurée.
3. La micro-vibrométrie, qui permet d'étudier les modes de vibration d'une micro-membrane en faisant vibrer la structure grâce à une céramique piézo-électrique.

A ces trois méthodes, il faut également ajouter la nano-indentation et le test de flexion uni-axiale, qui sont plutôt utilisées pour la caractérisation de films minces [169]. Les trois méthodes précédemment citées ont été utilisées pour caractériser nos membranes.

4.6.2 Caractérisation statique

4.6.2.1 Membranes avec pilier central

4.6.2.1.1 Test de gonflement ou « bulge test »

4.6.2.1.1.1 Principe

Le test de gonflement consiste à appliquer une pression hydraulique sur une membrane. Cette pression est dans notre cas contrôlée à l'aide d'un pousse-seringue, comme indiqué sur la Figure 4-17. La valeur de pression est mesurée au cours du temps grâce à un capteur de pression absolue (jauge de pression Keller – 50 bar). L'information de la déflexion est recueillie par un système optique. La mesure peut se faire grâce à une mesure laser par triangulation ou par interférométrie. Les deux systèmes de mesure ont été testés et comparés dans le cas d'une membrane sans pilier et seront discutés dans la section sur les membranes sans pilier. D'après [169], le sens de la puce peut venir impacter le résultat de mesure. Mitchell et al. ont observé que le comportement des membranes suivait le modèle théorique de gonflement de Schneider pour les basses pressions si la pression était appliquée dans la cavité, mais que le modèle correspondait aux résultats sur l'ensemble de la gamme de pression dans l'autre cas [169]–[171]. En d'autres termes, le choix de la face collée de la puce n'est pas indifférent. Pour la membrane avec pilier, le côté pilier n'est pas en contact avec l'eau, de manière à reproduire la configuration réalisée dans le cas du capteur complet. Dans le cas de la membrane sans pilier, la cavité gravée est orientée vers la partie fluidique, car dans la configuration du capteur, il faut que la membrane soit au plus près de sa contre-électrode.

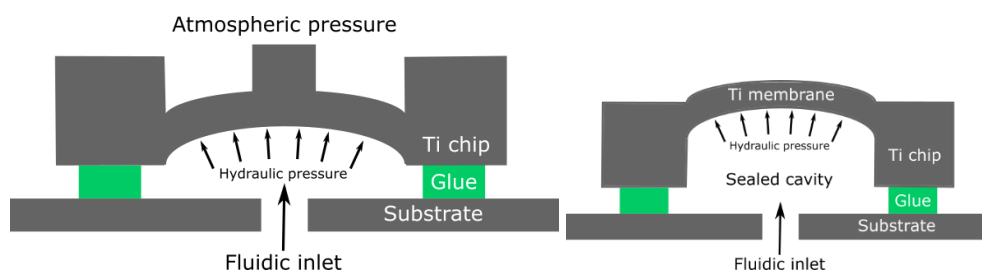


Figure 4-17 : à gauche, schéma de principe du gonflement d'une membrane avec pilier. A droite, schéma de principe du gonflement d'une membrane sans pilier.

Dans cette phase de gonflement, dans le cas d'une membrane plane non flambée et isotrope, l'équation qui relie la pression à la déflexion est la suivante :

$$P = \underbrace{C_1 \frac{t}{a^2} \sigma h}_{\text{Contraintes}} + \underbrace{C_2 \frac{t}{a^4} \frac{E}{1-\nu} h^3}_{\text{Etirement}} + \underbrace{C_3 \frac{t^3}{a^4} \frac{E}{1-\nu^2} h}_{\text{Membrane}}$$

Où C_i (i allant de 1 à 3) sont des paramètres sans dimensions qui peuvent être calculés par diverses méthodes, h est la déflexion, a est la largeur de la membrane, t est l'épaisseur.

Le premier terme correspond à la contribution de la contrainte résiduelle σ à la rigidité de la membrane. Le deuxième terme est lié à l'étirement de la membrane, qui se traduit par un allongement élastique du feuillet médian. Le troisième correspond à la réponse en flexion de la membrane dont le développement mathématique a déjà été détaillé dans le chapitre 3. La pression peut ainsi être reliée à la déflexion par la superposition de termes en h et en h^3 . Dans le cas de films minces, il y a également une phase de décollement qui intervient. Le travail sur un titane monolithique permet de s'en affranchir [172]. Il est possible d'effectuer une régression linéaire du graphe p/h en fonction de h^2 afin d'obtenir le coefficient d'étirement et le coefficient d'ordre 1 tenant compte des contraintes et de la flexion de la membrane. Une illustration d'une courbe théorique donnée pour un essai avec un film mince est montré en Figure 4-18.

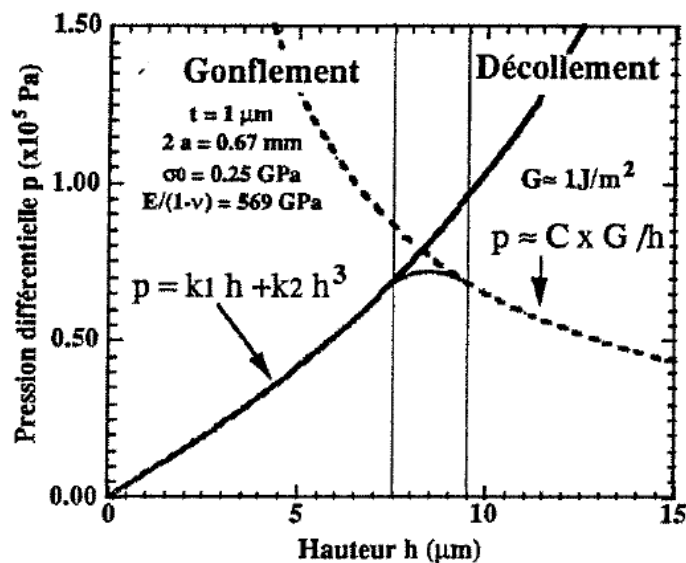


Figure 4-18 : Courbe pression-déflexion h correspondant à un essai de gonflement-décollement de membrane [173].

4.6.2.1.1.2 Mesure par triangulation laser

Dans cette méthode, une tête de mesure par triangulation laser (Keyence LK-H020) est utilisée pour mesurer la déflexion de la membrane. Un spot laser de diamètre $25 \mu\text{m}$ est projeté au centre de la membrane ou sur le pilier. La réflexion diffuse est ensuite recueillie par la tête. Étant donné les dimensions des structures étudiées, il est possible de considérer le spot comme ponctuel. Le capteur est cadencé à sa vitesse d'échantillonnage la plus rapide (392 kHz) et la moyenne de ces mesures sur 10 ms est effectuée. Un micromanipulateur permet d'ajuster la position du spot laser XYZ au niveau de la membrane ou du pilier. Le capteur est fixé mécaniquement au-dessus de la membrane étudiée grâce un système de potence, qui peut être source de vibrations et de dérive mécanique. Les vibrations s'atténuent après quelques minutes d'attente. L'information de déflexion est finalement recueillie par ordinateur et traitée sous Python. Le traitement des données est précisé dans la section suivante.

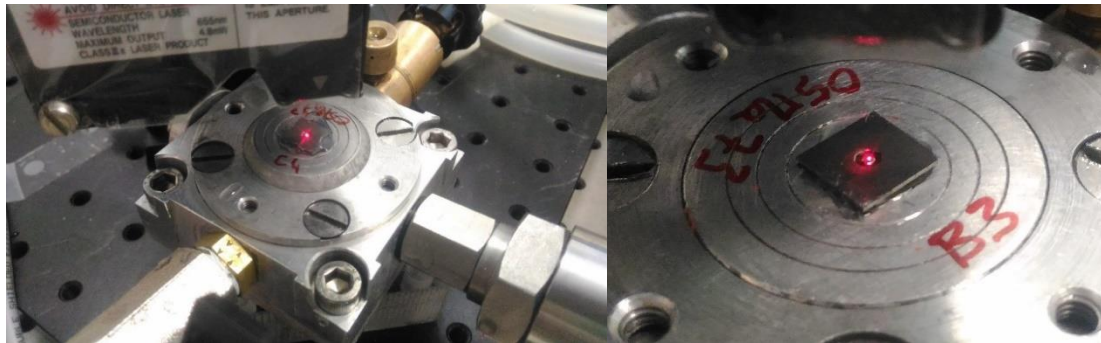


Figure 4-19 : positionnement du spot laser au centre du pilier d'une membrane.

4.6.2.1.2 Résultats

Le programme Python qui a été réalisé permet d'acquérir la pression et la déflexion au cours du temps. Les membranes sont étudiées après application d'un cycle de pression. Les courbes d'acquisition pour une membrane de $15\ \mu\text{m}$ sont données en Figure 4-20. Il est possible d'observer une très légère dérive sur la courbe de pression qui est causée par la présence de bulles au sein du circuit microfluidique. Une dérive est également observable sur la courbe de mesure de déflexion par la tête laser. Cette dérive temporelle d'ordre mécanique semble causée par le serrage des vis. Pour corriger cette dérive, un temps d'attente de 120 secondes avant et après le cycle est nécessaire pour évaluer l'évolution de la dérive au cours du temps. Les tendances linéaires des deux portions sont alors évaluées. La moyenne des deux dérives est alors soustraite au signal de déflexion obtenu. Il est alors possible de voir l'effet de la correction de la dérive sur la courbe de déflexion en fonction de la pression.

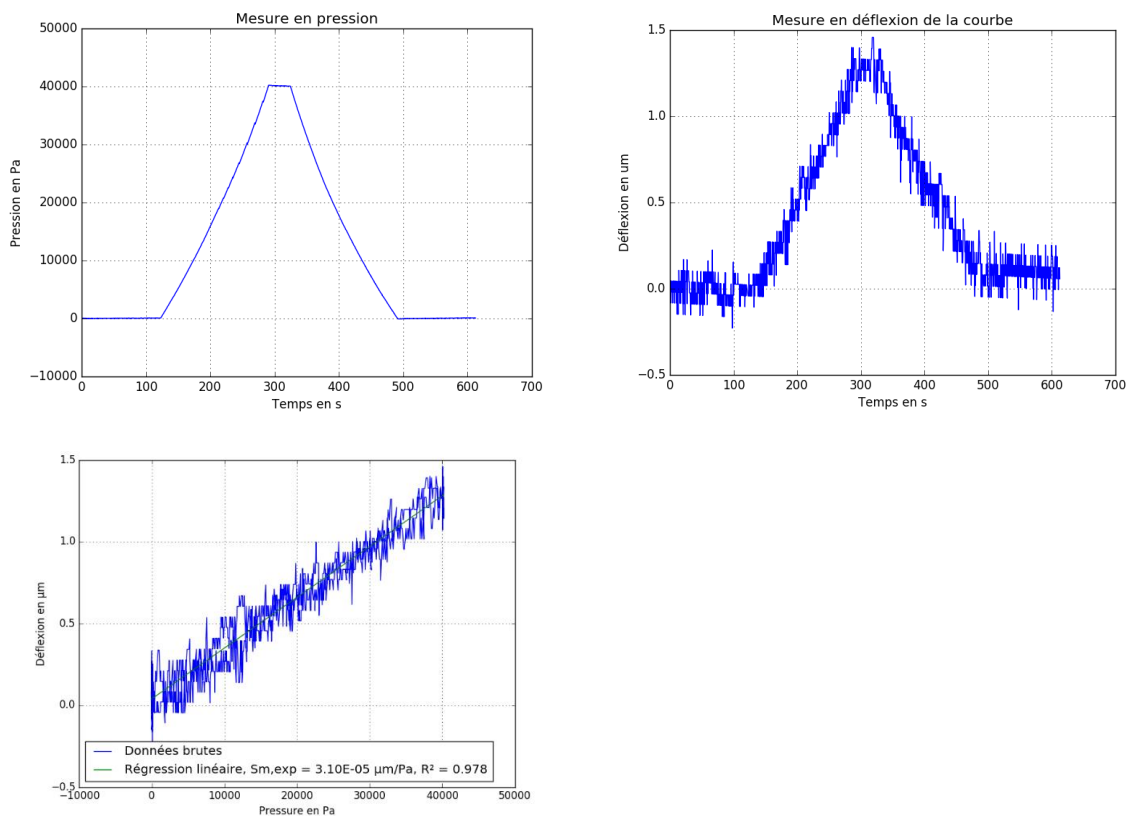


Figure 4-20 : Mesures de pression et de déflexion réalisées sur une membrane de $15\ \mu\text{m}$.

Plusieurs régimes mécaniques ont également pu être observés. Pour l'essai de la puce membrane avec pilier central ($r_p = 350 \mu\text{m}$, $r_m = 2,3 \text{ mm}$ et une épaisseur minimale de $10 \mu\text{m}$), le régime de fonctionnement apparaît linéaire élastique jusqu'à une pression de 50000 Pa . Une non-linéarité apparaît à partir de 50000 Pa mais demeure toujours réversible jusqu'à au moins 200000 Pa , indiquant que la non-linéarité n'est pas due à une déformation plastique du matériau dans cette gamme de pression. La valeur de contrainte équivalente maximale associée à cette géométrie est estimée à 235 MPa pour cette valeur de pression par la modélisation par éléments finis. Ce résultat de simulation suggère que le régime plastique devrait être atteint car la limite élastique théorique du titane grade 1 est de 170 MPa .

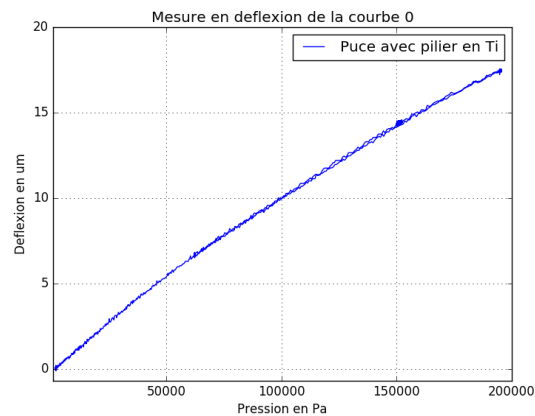


Figure 4-21 : Mise en évidence du régime non-linéaire des membranes en titane.

Une des puces a également été soumise à un test d'explosion (burst test en anglais) afin d'avoir un ordre de grandeur de la pression de rupture de la membrane. Pour ce test, la puce avait un r_m de $1,1 \text{ mm}$ et $0,7 \text{ mm}$ de largeur d'anneau. Une pression de 17 bar a été appliquée manuellement à l'aide d'une seringue. Cette valeur de pression est la limite supérieure que le système de gonflement permet d'imposer. La membrane n'a pas rompu et aucune fissure ni aucune fuite n'a été observée. En revanche, le régime de déformation plastique a été atteint, ce qui se caractérise par le retour à un point différent du point de départ après un cycle de pression. Une photographie d'une puce ayant subi une déformation plastique est donnée en Figure 4-22, gauche. Il y a ainsi eu une déformation permanente et irréversible de la membrane. La déflexion mesurée au niveau de la membrane était de $320 \mu\text{m}$ à 17 bar de pression, Figure 4-22, centre. La déflexion irréversible estimée pour cette membrane de $15 \mu\text{m}$ est de l'ordre de $160 \mu\text{m}$ Figure 4-22, droite. Ce résultat remarquable met en évidence le caractère ductile du titane et atteste de la fiabilité des micromembranes, qui ne se rompent pas.

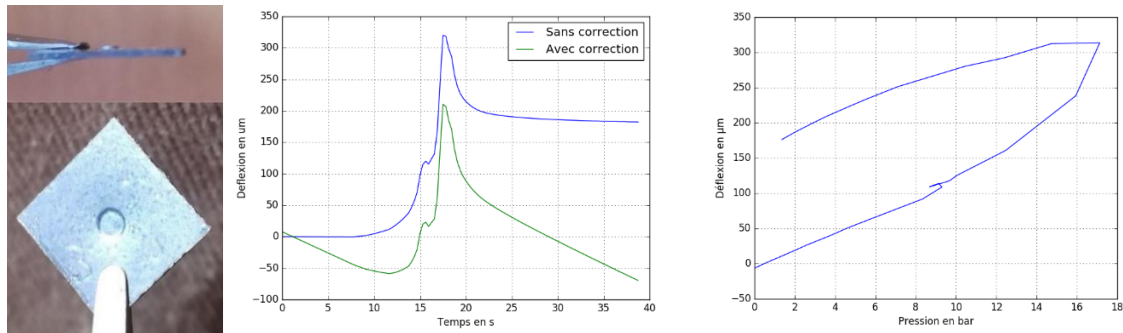


Figure 4-22 : à gauche, photographie de la puce déformée irréversiblement. Au milieu, déflexion mesurée au cours du temps. A droite, déflexion en fonction de la pression.

Afin de déterminer plus finement les paramètres mécaniques, une étude a été entreprise sur une membrane de 15 µm. Pour cela, une succession de tests en cascade a été effectuée. Le but était d'incrémenter progressivement la valeur de la pression maximale des cycles de pression. 20 essais successifs ont été menés, l'historique de la puce est le suivant :

1. 1 essai à 40000 Pa. Régime linéaire observée.
2. 1 essai à 70000 Pa. Régime non linéaire observée.
3. 5 essais à 50000Pa. Régime non linéaire observée et confirmé sur plusieurs essais.
4. 2 essais à 70000Pa.
5. 1 essai à 80000 Pa.
6. 2 essais à 90000 Pa.
7. 1 essai à 1 bar.
8. 1 essai à 1,2 bar.
9. 1 essai à 1,4 bar.
10. 2 essais à 1,6 bar. Début d'un léger comportement hystérétique.
11. 1 essai à 1,8 bar.
12. 1 essai à 1,9 bar.
13. 1 essai à 2,4 bar. Non-retour au point d'origine observée.

Les premiers essais ont permis d'estimer la limite de linéarité. Cette limite est atteinte pour une pression comprise entre 40000 Pa et 50000 Pa. Pour ces valeurs de pressions, la contrainte équivalente maximale au sein de la membrane a été estimée grâce aux simulations par éléments finis à 34,2 MPa pour 40000 Pa et à 42,9 MPa pour 50000 Pa. Ces valeurs se situent cependant loin de la limite d'élasticité du titane grade 1 qui vaut d'après la littérature 170 MPa comme reporté dans le Tableau 1-2. Dans cette gamme de pression, la sensibilité mécanique S_m vaut environ $7,24E-5$ µm/Pa. D'après les courbes représentées sur la Figure 4-23, S_m semble augmenter à des pressions plus élevées. Ce résultat est en contradiction avec la caractéristique attendue, ainsi qu'avec la caractéristique expérimentale de la Figure 4-21. Il faut noter que la puce est dans ce cas maintenue par un système de visserie et non de collage. Des contraintes mécaniques particulières s'ajoutent ainsi sur l'ensemble de la puce, qui se déforme en flexion. Les effets de contraintes en flexion de la puce viennent donc se superposer à

la déflexion mécanique de la membrane.

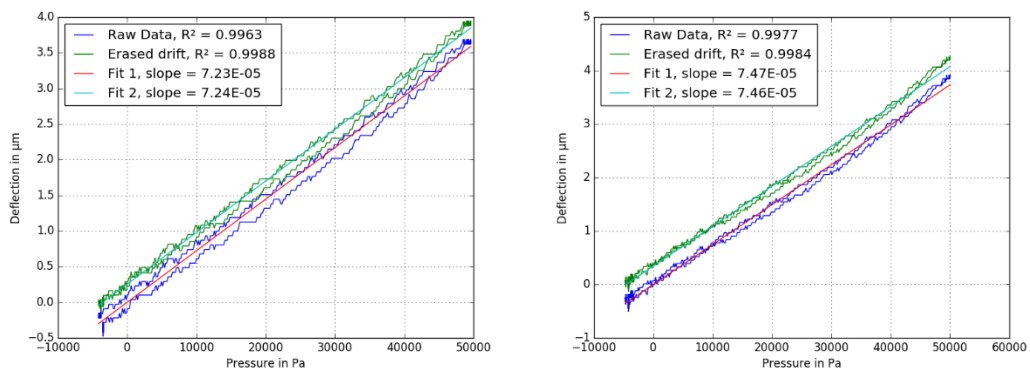


Figure 4-23 : à gauche, courbe caractéristique de l'essai 3 (50000 Pa). A droite, courbe de l'essai 6 (50000Pa). Observation d'un début de non-linéarité après 40000 Pa.

Un comportement hystérétique est observable à partir de 80000 Pa. Le régime linéaire semble s'arrêter au niveau d'un point d'inflexion obtenu à 20000 Pa. Ce comportement peut s'expliquer par une fatigue mécanique du titane, qui irait dans le sens d'une plus grande ductilité du titane après un certain nombre de cycles de pression en régime plastique. Une autre explication peut provenir du fait que la puce est maintenue contre un joint torique : la déformation de ce joint va venir appliquer une contrainte sur la puce et la déformer. Au-delà d'un certain niveau de pression, un comportement hystérétique est observable. Ce comportement hystérétique augmente avec la pression imposée.

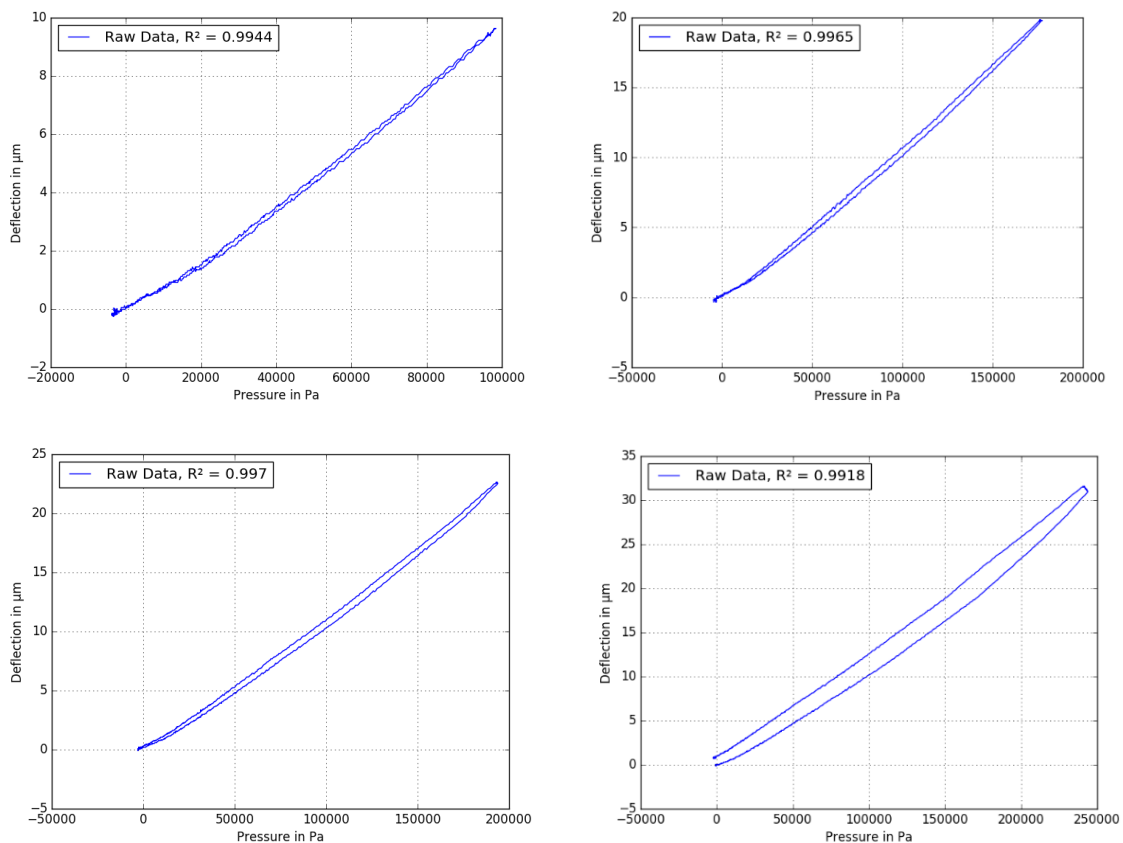


Figure 4-24 : en haut à gauche, courbe de l'essai 13 (1 bar), un point d'inflexion à 30000Pa apparaît. Un

Chapitre 4 : Caractérisation mécanique de la membrane du capteur

comportement hystérétique fait son apparition. En haut à droite, essai 18 (1.8, bar), le point d'inflexion débutant l'hystérésis s'est déplacé vers une pression plus faible. En bas à gauche, essai 19 (2 bar). Le point d'hystérésis apparaît dès le début à 0 Pa. Le point d'inflexion s'est déplacé vers une pression inférieure à 20000 Pa. En bas à droite, essai 20 (2.4 bar). Il y a un comportement hystérétique très marqué, la puce ne revient pas à l'origine après le cycle.

4.6.2.1.3 Comparaison entre résultats théoriques et expérimentaux

Au total, 22 puces avec pilier central issues de deux wafers A et B ont pu être caractérisées en régime linéaire élastique. Les résultats sont donnés dans le Tableau 4-1. Ce tableau rend compte de l'aspect élastique des membranes. L'étirement et l'impact des contraintes initiales n'ont pas été considérés. Différentes dimensions ont été étudiées notamment l'épaisseur de la membrane t , r_m le rayon de la membrane, la largeur de l'anneau $r_m - r_p$ où r_p est le rayon du pilier. Les sensibilités expérimentales et théorique sont données et comparées aux données obtenues par éléments finis. Enfin, sur la base des équations présentées dans le chapitre Design et simulation, la sensibilité S_e a été estimée théoriquement pour une distance inter-électrode de 10 μm . Puis, à partir de la sensibilité mécanique expérimentale, il a été possible d'estimer la sensibilité théorique du capteur S_c .

Tableau 1 : ensemble des résultats obtenus pour les membranes avec pilier central. En rouge, deux puces identiques d'un même wafer montrent la bonne répétabilité des données. En bleu, trois designs identiques avec des épaisseurs de membrane différentes. En vert, deux puces pour lesquelles l'augmentation de la largeur de pilier à épaisseur presque identique se traduit par une augmentation de la déflexion.

Wafer	Puce	Paramètres							
		r_m en mm	$r_m - r_p$ en mm	t en μm	$S_{m, \text{exp}}$ en $\mu\text{m}/\text{bar}$	$S_{m, \text{th}}$ en $\mu\text{m}/\text{bar}$	$S_{m, \text{FEA}}$ en $\mu\text{m}/\text{bar}$	S_e en $\text{pF}/\mu\text{m} - 10 \mu\text{m}$	S_c en fF/mmHg
A	B4	1,2	0,6	16,75	2,09	17,1	2,32	1,00E-1	2,78E-1
A	C2	1,15	0,8	10,25	10,7	142	10,8	3,41E-2	4,85E-1
A	C3	1,15	0,7	13,75	5,85	42,9	4,64	5,63E-2	4,38E-1
A	D3	1,1	0,7	14,75	4,25	32,4	3,82	4,45E-2	2,51E-1
A	D5	1,1	0,6	17,25	2,63	13,8	1,95	6,95E-2	2,43E-1
A	D6	1,1	0,7	15,75	5,98	26,6	3,39	4,45E-2	3,54E-1
A	D7	1,1	0,8	11,75	8,38	87	7,93	2,50E-2	2,79E-1
A	F2	1,2	0,8	11,75	10,7	101	9,08	4,45E-2	6,33E-1
A	F4	1,2	0,6	13,75	2,22	30,9	3,32	1,00E-1	2,96E-1
A	F5	1,2	0,6	12,75	1,94	38,8	3,79	1,00E-1	2,58E-1
B	D4	1,1	0,6	15,25	5,35	20	2,99	6,95E-2	4,95E-1
B	D5	1,1	0,6	14,75	7,38	22,1	3,18	6,95E-2	6,82E-1
B	H3	1,1	0,6	8,25	11,4	126	8,87	6,95E-2	1,05E0
B	C4	1,15	0,6	11,75	7,27	46,7	5,13	8,41E-2	8,13E-1
B	C5	1,15	0,6	12,75	6,54	36,5	4,43	8,41E-2	7,32E-1
B	G4	1,15	0,6	10,75	8,63	6,09	6,01	8,41E-2	9,65E-01

Wafer	Puce	Paramètres							
		r_m en mm	$r_m - r_p$ en mm	t en μm	$S_{m, \text{exp}}$ en $\mu\text{m}/\text{bar}$	$S_{m, \text{th}}$ en $\mu\text{m}/\text{bar}$	$S_{m, \text{FEA}}$ en $\mu\text{m}/\text{bar}$	S_e en $\text{pF}/\mu\text{m} - 10 \mu\text{m}$	S_c en fF/mmHg
B	B4	1,2	0,6	11,25	7,03	56,4	8,82	1,00E-1	9,36E-01
B	B5	1,2	0,6	10,75	5,40	64,7	6,29	1,00E-1	7,19E-01
B	E4	1,25	0,6	13,75	5,55	32,7	4,28	1,17E-1	8,67E-01
B	E5	1,25	0,6	14,25	5,85	29,4	4,01	1,17E-1	9,14E-01
B	D6	1,1	0,7	7,5	15,2	246	15,5	4,45E-2	8,99E-01
B	E3	1,25	0,7	10,75	13,7	102	9,93	8,41E-2	1,53E0

4.6.2.1.3.1 Impact de la géométrie

Quelques tendances concernant la géométrie des membranes peuvent être dégagées du Tableau 4-1 :

- Les membranes du wafer A ont des épaisseurs plus importantes que celles du wafer B. En effet, le wafer A a été gravé moins longtemps que le wafer B et les deux wafers ont la même épaisseur. On constate par ailleurs que la variation d'épaisseur des membranes du wafer A est également plus importante (demi petit axe $64 \mu\text{m}$) que pour le wafer B (demi petit axe de $56 \mu\text{m}$).
- Les membranes ont des épaisseurs différentes selon leur ouverture et leur position sur le wafer. De façon générale, le fait de diminuer l'épaisseur permet d'augmenter la sensibilité mécanique S_m , comme l'indique les puces D4, D5 et H3 du wafer B en bleu dans le tableau. Ce constat est cohérent avec les modèles précédents : à pression donnée, une membrane plus fine défléchit plus.
- Pour un design identique, les mesures sont répétables. Il est possible de citer les puces F4 et F5 du wafer A (en rouge dans le Tableau 4-1). La différence peut s'expliquer par l'imprécision de mesure de l'épaisseur ou de petites différences de topologie des membranes.
- Le fait d'augmenter r_m se traduit par une plus grande sensibilité mécanique, comme il est possible de le voir avec les puces E4 et E3 du wafer B (en vert dans le Tableau 4-1). Il s'agit d'un comportement attendu, car plus la surface de la membrane est grande, plus elle aura tendance à défléchir pour une pression donnée.
- Le fait d'augmenter r_m en considérant l'épaisseur t constante et $r_m - r_p$ constant diminue la sensibilité mécanique de la membrane. En effet, cela induit une rigidification de la membrane. C'est en accord avec le modèle présenté dans le chapitre précédent. Cette tendance peut être observé en comparant la sensibilité des puces D5/C5/B4/E4/E5 du wafer B (Figure 4-25).

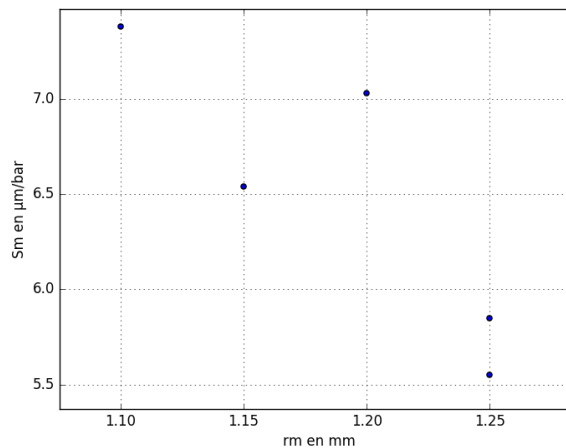


Figure 4-25 : Effet de l'augmentation de r_m à largeur de membrane constante sur la sensibilité mécanique (échantillons D5, C5, B4, E4 et E5).

4.6.2.1.3.2 Comparaison avec le modèle mécanique proposé

Il existe un facteur 8 entre les sensibilités analytiques et les résultats expérimentaux. Précédemment, l'hypothèse a été émise que le fond de gravure jouait un rôle dans cette mesure. Les résultats ont donc été comparés avec le modèle mécanique développé par éléments finis en Figure 4-26. Sur cette figure, chaque point correspond à un test d'un capteur avec un design donné. Dans le cas d'une parfaite adéquation, le résultat attendu serait un ensemble de points alignés sur une droite de coefficient directeur 1. La comparaison de ce nouveau modèle avec les résultats expérimentaux montre une bonne corrélation ($R^2 > 0.8$). Les valeurs expérimentales sont généralement sous-estimées par le modèle par éléments finis (le coefficient directeur des droites $S_{m,FEA} = f(S_{m,exp})$ est inférieur à 1).

Une incertitude relative sur l'estimation de l'épaisseur peut se répercuter sur les valeurs estimées par le modèle. A cela se rajoute une incertitude de déflexion causée par l'incertitude sur la valeur réelle de E comme illustrée sur la Figure 4-26 (droite) pour une membrane embossée. Il est rappelé que les éventuelles contributions des contraintes internes n'ont pas été prises en compte pour cette étude. L'écart entre la courbe estimée par éléments finis et l'expérience vaut 15 % en moyenne sur ces deux wafers et peut correspondre aux contraintes résiduelles au sein de la membrane. Une très bonne corrélation est obtenue avec un R^2 supérieur à 0,8 pour ces deux wafers, qui témoigne que le comportement de ces membranes peut être caractérisé par ce modèle par éléments finis. Une dernière incertitude sur la topologie des membranes n'a également pas été prise en compte car le modèle proposé ne tient pas compte de l'impact de la rugosité.

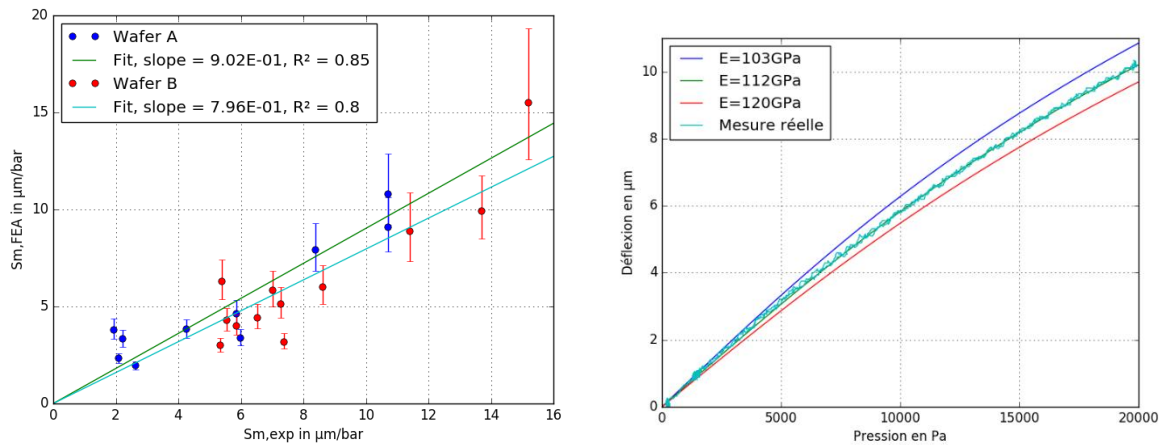


Figure 4-26 : comparaison entre les sensibilités expérimentales et issues de l'étude par éléments finis. Les barres d'erreur indiquent les erreurs induites sur $S_{m,FEA}$ si t varie de $\pm 1 \mu m$.

4.6.2.2 Membranes sans pilier central

4.6.2.2.1 Insuffisances du banc de mesure

Comme dans le cas des membranes avec pilier, il faut prêter attention au sens de la puce lors du test. Dans le cas des membranes sans pilier, c'est le côté gravé qui doit être en contact avec le corps pour être cohérent avec le design proposé. La mesure de déflexion est donc effectuée sur la face non gravée de l'échantillon. Cependant, en l'absence de repère sur cette face, le positionnement précis du spot laser au centre de la membrane n'est pas évident à réaliser, comme illustré sur la Figure 4-27. Il est en effet difficile de déterminer « à l'œil » si le spot laser est bien placé au centre de la membrane. Cette imprécision cause inévitablement des inexactitudes sur la mesure de déflexion de la membrane. Pour cet essai, les puces ont été fixées sur leur support grâce à un système de serrage et non un collage. Un système de bride et de visserie spécifique permet de presser la puce en Ti sur un joint torique.



Figure 4-27 : spot laser sur une membrane sans pilier.

4.6.2.2.2 Amélioration de la précision de mesure par interférométrie

Le banc de test par gonflement avec mesure de déflexion par interférométrie a été utilisé pour confirmer les mesures obtenues grâce à la méthode par triangulation laser. Dans cette nouvelle disposition, le système de détection réside dans l'utilisation d'un interféromètre de Michelson. La configuration est présentée dans la Figure 4-28, gauche. Une photographie du montage est donnée en Figure 4-28, droite. Dans cette

expérience, un faisceau monochromatique rouge de longueur d'onde λ est envoyé sur un miroir semi-réfléchissant. La moitié du faisceau est réfléchi sur le miroir M2 et revient sur le miroir semi-réfléchissant. Le miroir M2 est déplacé par un actionneur piézoélectrique pour effectuer des décalages de phase. L'autre partie du faisceau est réfléchi par la surface S étudiée. La superposition des signaux cohérents a lieu au niveau du miroir semi-réfléchissant et est alors collecté par une caméra CCD. L'interférogramme résultant (Figure 4-29 (i)) est alors démodulé par décalage de phase (Figure 4-29 (ii)). Une différence de marche de $\lambda/2$ créée par le déplacement de M2 permet de faire varier l'intensité des franges. La technique permet alors de reconstituer avec une précision pouvant aller jusqu'à $\lambda/20$, soit 30 nm, la topologie de surface de la membrane en titane.

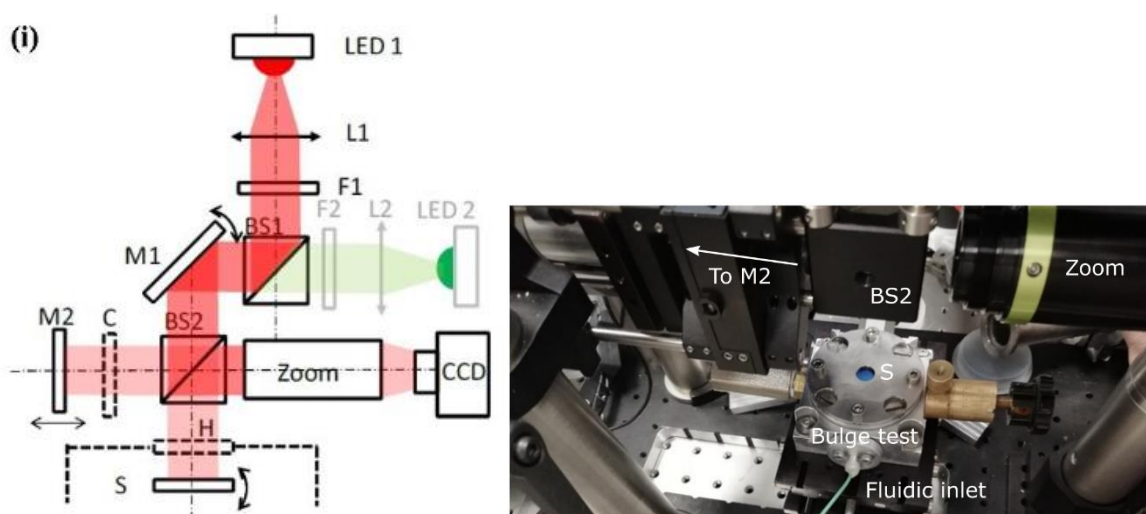


Figure 4-28 : à gauche schéma du blister test interférométrique [174] et photographie du banc de mesure.

La méthode de mesure consiste à acquérir l'image des franges d'interférence à différentes pressions (de $P = 390$ Pa pour la Figure 4-29 (i), à $P = 40700$ Pa pour les Figure 4-29 (ii)). Ces images sont ensuite démodulées, comme illustré en Figure 4-29 (iii) et Figure 4-29 (iv).

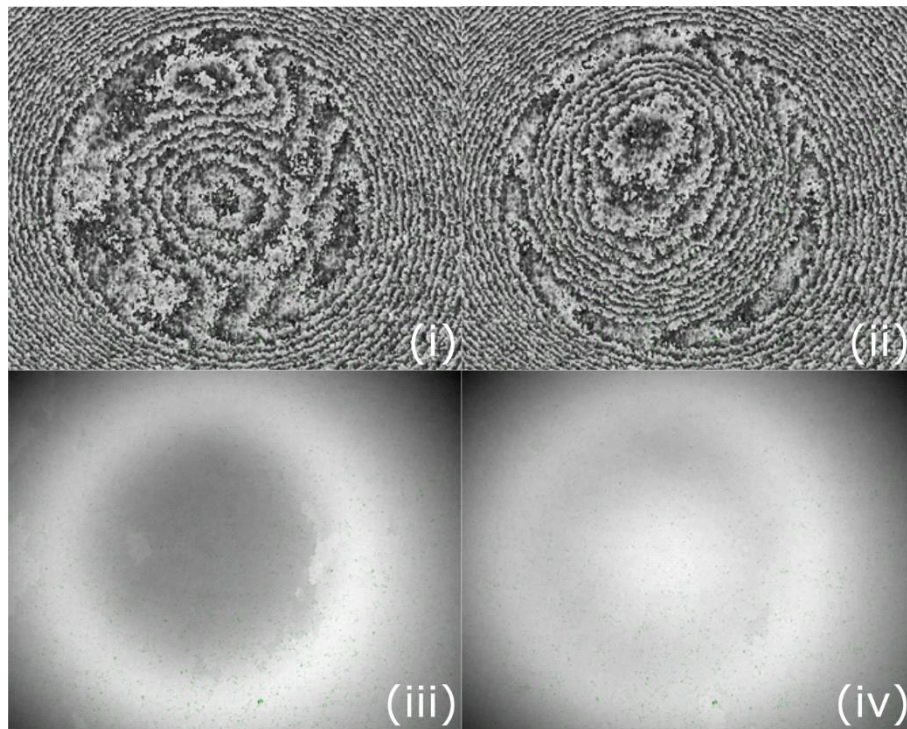


Figure 4-29 : acquisition des franges pour une membrane sans pilier à $P = 390 \text{ Pa}$ (i) et à $P = 40700 \text{ Pa}$ (ii). La démodulation en phase de (i) est donnée en (iii) et celle de (ii) donne (iv). Les zones blanches sont surélevées et les noires sont enfoncées.

L'image obtenue à l'image à $P = 390 \text{ Pa}$ sert d'image de référence et sera soustraite aux autres pour obtenir la déflexion à différentes pressions, comme illustré en Figure 4-30. Il est possible d'observer localement des effets causés par les erreurs de démodulation lorsque la déflexion devient trop importante. Si le profil admet de larges discontinuités supérieures à $\lambda/4$, un problème de démodulation apparaît. Cet effet a été illustré dans le cas 1D en Figure 4-31.

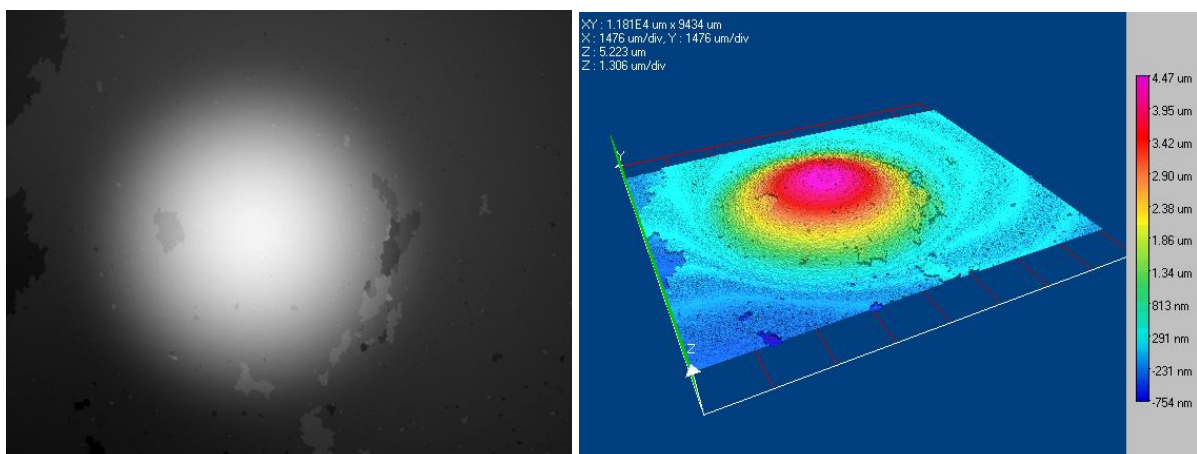


Figure 4-30 : à gauche, une image résultant de la différence entre les images décorréélées à $P = 40700 \text{ Pa}$ et $P = 390 \text{ Pa}$. La zone blanche correspond à la partie la plus défléchie. A droite, la déflexion est représentée en 3D. La zone rouge correspond à la zone la plus défléchie.

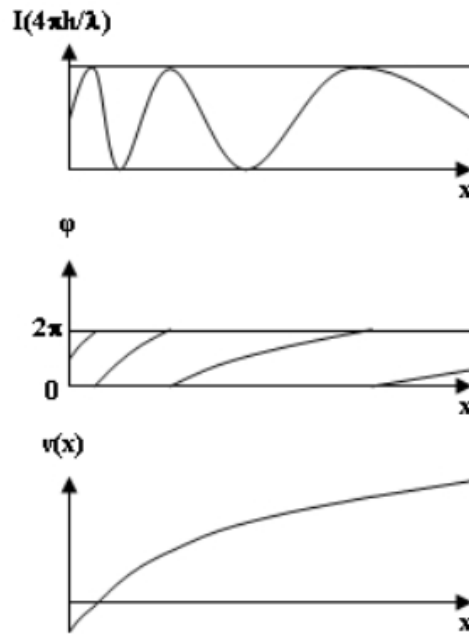


Figure 4-31 : problème de démodulation illustrée dans le cas 1D [174].

Le test de gonflement n'a pour le moment pas donné de résultat concluant sur les membranes avec pilier, car la problématique du repliement est plus difficile à traiter. En effet, le problème de démodulation en lumière monochromatique est plus compliqué à effectuer pour une surface discontinue. L'interférométrie en lumière blanche quant à elle n'a également pas permis d'effectuer cette mesure en raison d'une rugosité et d'un effet diffusif trop importants.

4.6.2.3 Résultats expérimentaux pour les membranes sans pilier

Trois puces ont été examinées par la technique de test de gonflement interférométrique en lumière infrarouge. Les courbes obtenues sont données en Figure 4-32. Les régimes élastiques ont été étudiés. Les valeurs ont été comparées aux mesures effectuées par la méthode par triangulation laser.

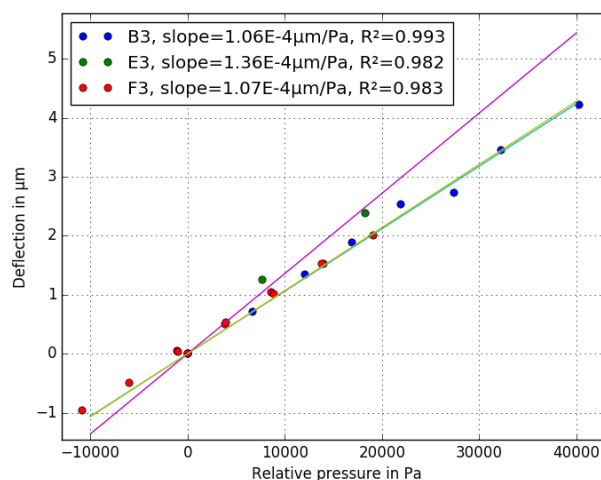


Figure 4-32 : Courbes expérimentales du test par gonflement sur membranes sans pilier par interférométrie.

Les mesures obtenues sont résumées dans le Tableau 4-1. Les sensibilités mécaniques déduites des mesures par triangulation laser ont également été précisées et sont très proches de celles obtenues par mesure interférométriques. Dans le cas des mesures par triangulation laser, la distance est mesurée en deux points : au bord (sur la partie massive) et au centre de la membrane. La déflexion est obtenue en retranchant la distance mesurée au centre de la distance mesurée au bord. Cette méthode permet de s'affranchir d'éventuels déplacement et déformations de la puce. Le modèle analytique surestime d'un facteur 8,1 la valeur expérimentale. Les résultats par éléments finis sont quant à eux très proches de la valeur expérimentale : une erreur relative de 15 % a été trouvée.

Tableau 4-1 : caractérisation en régime quasi-statique des membranes de Ti sans pilier.

Paramètres	Design		
	E3	F3	B3
Diamètres en mm	2.3	2.4	2.4
<i>Mesure laser</i>			
S_m au niveau de la membrane en $\mu\text{m}/\text{Pa}$	2.23E-4	1.37E-4	1.29E-4
S_m en dehors de la membrane	8.54E-5	4.41E-5	3.75E-5
Différence	1.38E-4	9.29E-5	9.15E-5
<i>Mesure interférométrique</i>			
S_m en $\mu\text{m}/\text{Pa}$	1.36E-4	1.07E-4	1.06E-4
<i>Modèle analytique avec une membrane uniforme en épaisseur</i>			
Épaisseur de membrane de 15 μm	8.22E-4	9.74E-4	
<i>Analyse par éléments finis avec une membrane elliptique</i>			
FEM ellipse $t = 15 \mu\text{m}$ $a = 60 \mu\text{m}$	8.78E-5	1.04E-4	

4.6.2.4 Discussion sur l'influence du support

Comme discuté dans le chapitre 3, les conditions aux limites dans les simulations modifient grandement la réponse mécanique de la membrane. On retrouve cette influence au niveau expérimental avec les deux modes de fixation de la puce, pas collage et par bridage vissé.

4.6.2.4.1 Fixation de la puce par collage

Un collage se caractérise généralement par un support fixe. Il faut que la colle après séchage soit très rigide. Cela interdit les degrés de liberté de translation et de rotation aux points en contact avec la colle. La méthode par collage présente néanmoins quelques inconvénients, notamment la création d'un moment de flexion, comme indiqué en Figure 4-33. Ceci cause une erreur de mesure. Il est néanmoins possible de

venir faire fondre la colle afin d'uniformiser son dépôt, mais cette méthode peut entraîner une modification de la contrainte initiale du matériau étudié. Il y a également un risque d'endommager l'échantillon. Dans notre cas, une colle bi-composante de type PMMA est utilisée (Coltou, du fabricant 7 d'Armor). Le mélange des deux composés chimiques crée une réaction exothermique. La colle a pris après un temps d'attente de 30 minutes minimum. Il est possible de décoller l'échantillon après l'essai en dissolvant la colle en plongeant l'échantillon et son support dans un bain d'acétone pendant plusieurs heures. Cette colle possède une haute résistance à la traction pouvant atteindre 3500 N/cm^2 .

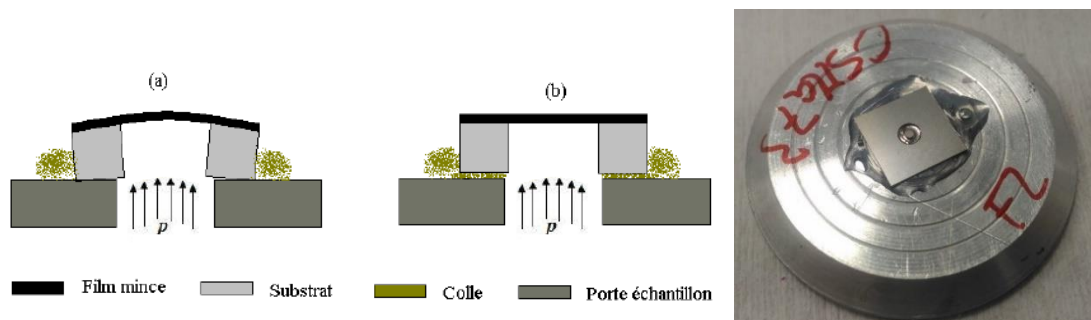


Figure 4-33 : à gauche, impact du collage illustré sur une puce avec un film mince [169]. A droite, une puce en Ti collée sur le porte-échantillon.

4.6.2.4.2 Fixation de la puce par serrage

Un second système de fixation basé sur un serrage à l'aide d'une bride et de vis permet de plaquer l'échantillon contre un joint torique. Il s'agit du système de fixation le plus utilisé [169]. La mécanique est ici plus complexe, car en plus de la déflexion de la membrane se superposent les contributions du joint qui se déforme en pression et de la déflexion de la puce elle-même qui va se déformer sous l'action de la pression. Ce montage présente différents désavantages. Tout d'abord, l'étanchéité n'est pas toujours aisée à obtenir car elle va dépendre du serrage des vis. Ensuite, les efforts de serrage des vis ne sont pas égaux et risquent d'entraîner une déformation de la puce. Cependant, ce type de montage offre une plus grande flexibilité de montage et de démontage de puces.

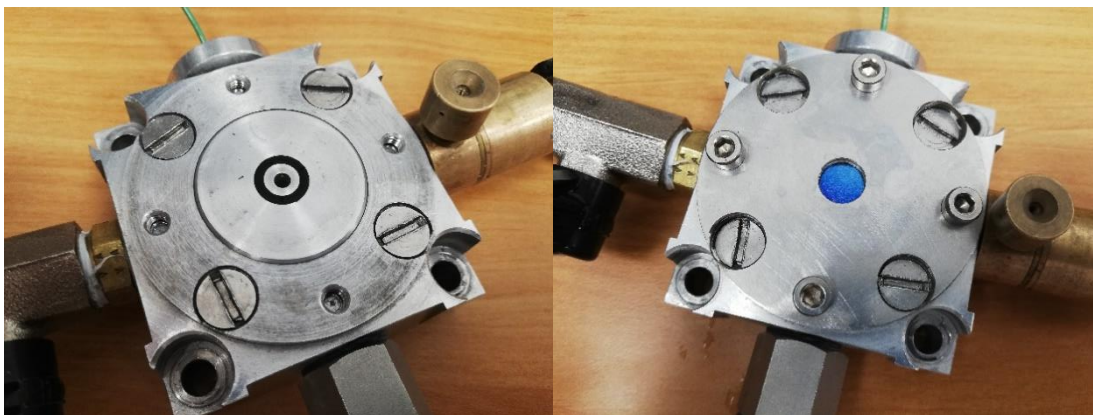


Figure 4-34 : Photographies du mode de fixation par serrage. A gauche, le banc de test sans la puce. A droite, une puce en bleu est compressée sur le joint torique à l'aide d'une bride.

4.6.2.4.3 Impact du collage : comparaison avec la microflexion

Des essais de microflexion pour essayer d'évaluer l'impact de ce collage sur nos mesures ont été menés grâce à un système de caractérisation mécanique FemtoTools FTMTA02 (Figure 4-35). Il s'agit d'un micromanipulateur robotisé et instrumenté d'une cellule de force. La taille de la pointe en silicium du capteur de force est de 50 μm x 50 μm et est donc assimilable à un contact ponctuel comparé aux dimensions étudiées. Le but est d'observer et de comparer à la théorie les courbes de charge pour le cas d'une membrane collée et d'une membrane posée sur un support. Des tests sur des puces avec pilier ont été menés, mais n'ont pas permis de comparer les rigidités des membranes pour ces deux cas. En effet, la raideur mesurée est du même ordre de grandeur que la raideur du bras sur lequel est fixé le capteur de force. Les résultats n'ont pas été concluants, les membranes étaient en effet trop rigides pour observer un changement dans courbes de chargement. Des photographies du montage pour les membranes avec pilier central sont données en Figure 4-35.

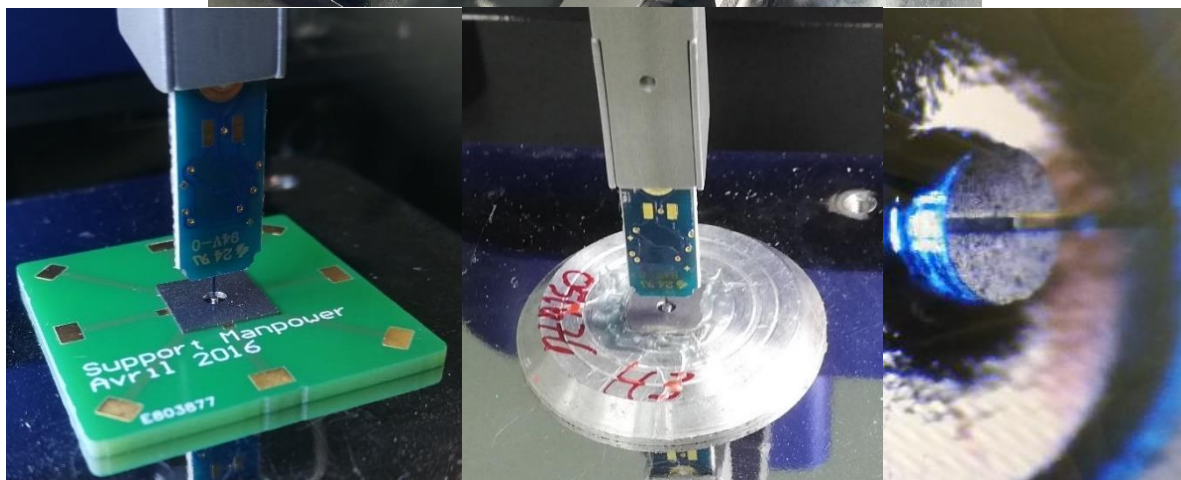
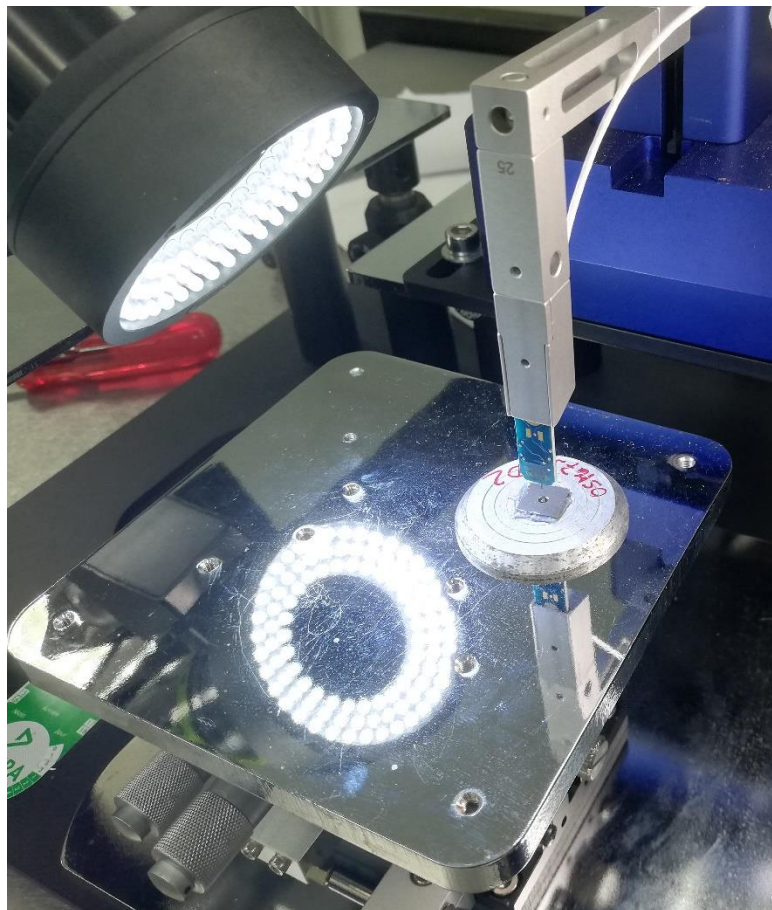


Figure 4-35 : Application d'une force ponctuelle avec le FemtoTools. A gauche, une puce repose sur un support percé. Au milieu, une puce est collée sur un support percé de type test de gonflement. A droite, la pointe en silicium est en contact avec le centre du pilier.

L'étude reprise avec des membranes sans pilier s'est avérée plus concluante. Une photographie de la configuration, face gravée orientée vers le bas, est montrée en Figure 4-36.

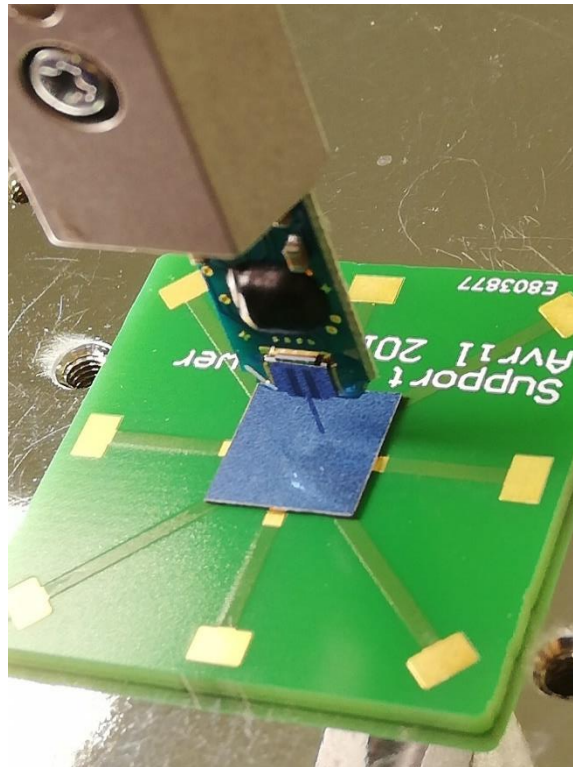


Figure 4-36 : photographie du montage de microflexion pour des puces sans pilier.

Les courbes obtenues pour une puce sans pilier de diamètre 2,2 mm (05Ma75 – D3) sont données en Figure 4-37. Elles montrent que la réponse de la membrane est non linéaire et élastique. Les valeurs de raideurs dans la zone linéaire sont reportées dans le Tableau 4-2. La raideur du système puce-support est ainsi plus faible avant collage. Le collage vient donc apporter un meilleur couplage mécanique et permet ainsi une meilleure mesure. En effet, la différence entre la mesure au niveau de la membrane et celle de référence faite sur une zone en dehors de la membrane est plus grande que celle pour le système simplement posé. La mesure de référence englobe la déformation globale de la puce et le couple exercé par le bras du Femtotools servant à appliquer la force. Cette mesure renseigne ainsi de l'incertitude entachée à la mesure. Le facteur est de 3,4 pour la mesure sur support, et de 3,53 pour le collage.

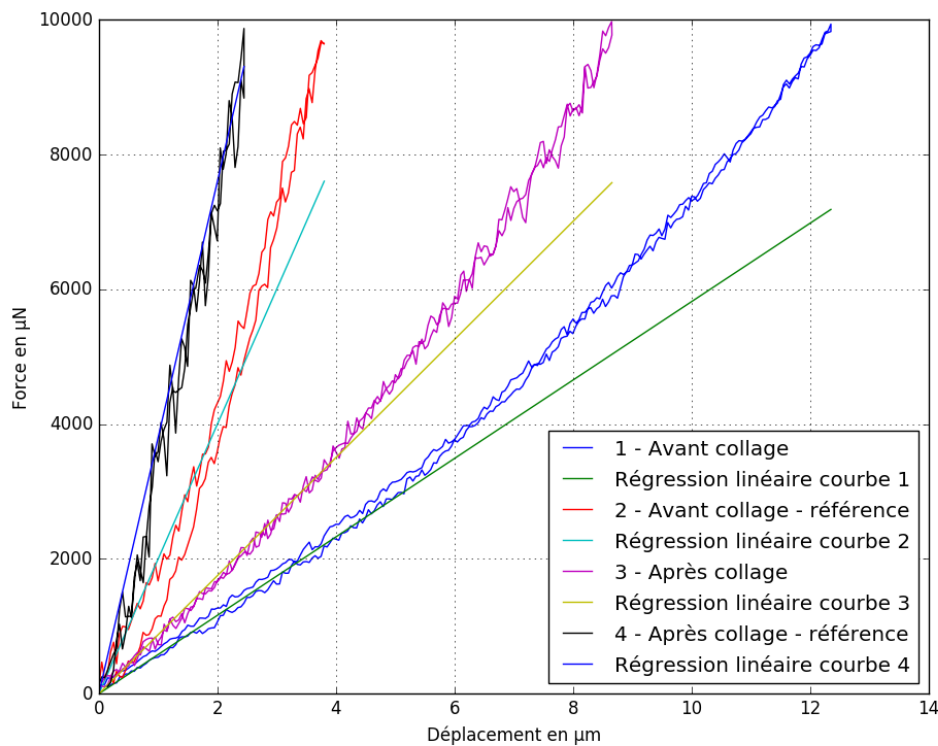


Figure 4-37 : courbes force-déplacement obtenues au Femtotools pour une puce membrane sans pilier pour les deux conditions limites mécaniques : la puce a été posé sur un support troué puis a été collée au support.

La valeur théorique a été obtenue en utilisant la formule de Roark pour le cas d'une membrane fixée et guidée en son centre par un guide ponctuel des dimensions auquel on applique une force linéique circulaire [159].

$$w_{\max} = \frac{F_l r_m^3}{D} \left(\frac{C_2 L_6}{C_5} - L_3 \right) \quad (4-7)$$

Où F_l est la force linéique imposé sur le périmètre du guide, les autres constantes ont été définies dans le chapitre précédent.

Comme on a un contact ponctuel, on assimile la surface carrée à une surface circulaire :

$$a^2 = \pi r_c^2 \quad (4-8)$$

Où a est le côté du carré et r_c le rayon équivalent pour un cercle de même surface.

$$F_l = \frac{F}{2\pi r_c} = \frac{F}{2\sqrt{\pi a}} \quad (4-9)$$

La valeur obtenue pour la raideur pour l'épaisseur estimée est comprise entre la valeur obtenue après collage et avant collage. Ce qui montre que le modèle d'une membrane

uniforme paraît suffisant pour décrire le comportement de la puce.

Tableau 4-2 : Valeurs de raideur mesurées sur une membrane sans pilier.

	Avant collage	Avant collage, référence	Différence	Après collage	Après collage, référence	Différence	Roark $t = 11$ μm	Roark $t = 12$ μm
Raideur en $\mu\text{N}/\mu\text{m}$	581.8	2000	1418	876	3800	3096.3	638	829

Par ailleurs, la même puce a vu un test de gonflement. La courbe expérimentale est donnée en Figure 4-38, gauche. On note le même comportement non linéaire à partir de 4 μm de déflexion que celui observé lors de l'essai de microflexion, ce qui montre la cohérence entre les résultats obtenus par ces deux méthodes. La représentation pression divisée par la déflexion en fonction de la déflexion au carré (Figure 4-38 droite) permet de déterminer le terme d'étirement de la membrane de l'équation du test par gonflement.

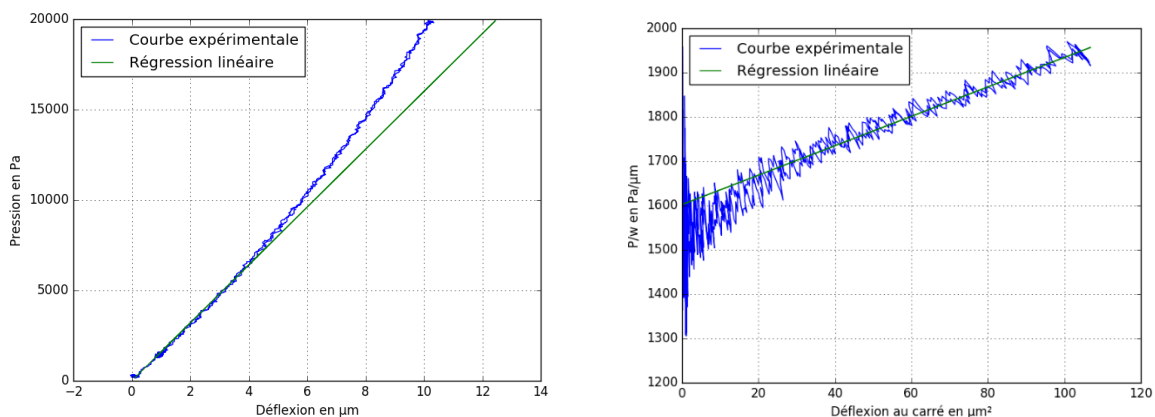


Figure 4-38 : à gauche, la courbe pression vs déflexion obtenu au test par gonflement de la puce ayant vu les essais FemtoTools. A droite, représentation de la pression divisée par la déflexion P/w en fonction de la déflexion au carré.

Dans la partie linéaire, de 1000 Pa à 5000 Pa, le coefficient directeur a été évalué à $6.32\text{E-}4$ $\mu\text{m}/\text{Pa}$ et le terme d'étirement à 3.32 $\text{Pa}/\mu\text{m}^3$ en effectuant une régression linéaire pour des valeurs supérieures à 4.4 μm de déflexion. Une étude plus poussée confrontant les deux modèles de gonflement et d'indentation permettrait de déterminer les paramètres du matériau du titane ou de mieux cerner les insuffisances du collage.

Par ailleurs, le FemtoTools a également été utilisé pour comparer la topologie de surface à la cartographie de raideur. La cartographie de raideur correspond à la réponse mécanique locale mesurée par microflexion en un point sur membrane. Un schéma de principe est donné en Figure 4-39.



Figure 4-39 : principe de la mesure de cartographie de raideur. La force est successivement appliquée ponctuellement en tout point sur la membrane.

La topologie de surface de la membrane obtenue est présentée en Figure 4-40, gauche et la cartographie de raideur est donnée en Figure 4-40, droite.

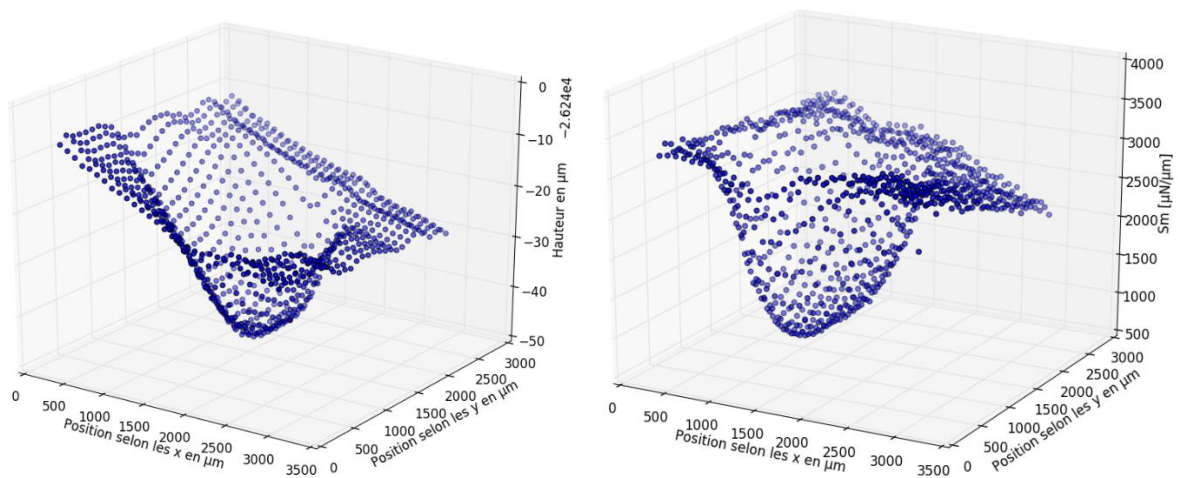


Figure 4-40 : à gauche, topographie de surface de la membrane. A droite, cartographie de la raideur mesurée aux mêmes points.

Le « plan moyen » de la topologie de surface de la membrane ne semble pas être un plan. Il s'agit peut-être d'une déformation à l'échelle de la puce ou le bras du FemtoTools qui permet d'appliquer la force n'est pas totalement perpendiculaire au plan de la puce. La cartographie de raideur locale est quant à elle plutôt symétrique. Le minimum local indique le milieu de la membrane. Une légère asymétrie peut être distinguée sur le profil de la matrice de raideur. La puce testée au FemtoTools présente donc une légère déformation. Il est également possible de voir que la structure est plus raide que le substrat au niveau de la déformation. Une comparaison avec une mesure au Dektak donnée en Figure 4-41 semble corroborer l'effet observé. Ainsi, une déformation plastique a bien été observée et se traduit par une rigidification locale de la membrane.

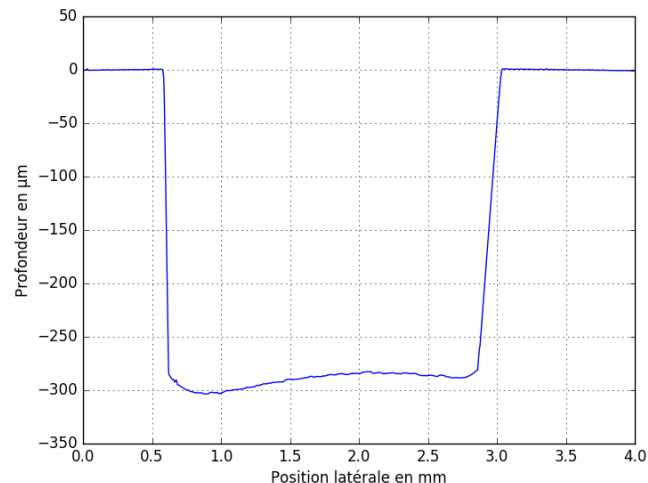


Figure 4-41 : une comparaison avec une mesure de profil effectué au profilomètre mécanique.

4.6.3 Comparaison mécanique des membranes avec pilier et sans pilier

Les études obtenues de façon statiques permettent désormais d'effectuer une comparaison des deux designs de membrane. Les membranes dont les sensibilités sont les plus élevées sont données dans le Tableau 4-3. Il est possible de voir que les sensibilités mécaniques sont expérimentalement les mêmes pour les deux types de membranes. Cela s'explique par une différence d'épaisseur de membranes entre les deux designs.

Le stress maximal équivalent pour chacun des designs a été estimé en utilisant les modèles par éléments finis. Les contraintes de von Mises estimées grâce à la simulation numérique montre que pour une membrane sans pilier, une valeur maximale de 92 MPa peut être atteinte contre une valeur de 142 MPa pour une membrane avec pilier central. Le design avec pilier semble générer plus de contraintes sur les membranes localement. Ce résultat est attendu car pour une sensibilité mécanique équivalente entre ces deux designs, le design de membrane avec pilier a une épaisseur plus faible et va donc se contraindre plus vite. Le design de membrane sans pilier permet également de compenser la contrainte via une tension radiale sur une surface plus importante.

Tableau 4-3 : comparaison expérimentale des paramètres des meilleures puces de chaque design.

Paramètres	Meilleures membranes avec pilier [157]		Membranes sans pilier		
	H3	E3	E3	F3	B3
Diamètre en mm	2.2	2.5	2.3	2.4	2.4
S_m expérimental en $\mu\text{m}/\text{Pa}$	1.14E-4	1.37E-4	1.36E-4	1.01E-4	1.06E-4
Epaisseur minimale en μm	8.25	10.75	14.6 \pm 0.6		

Paramètres	Meilleures membranes avec pilier [157]		Membranes sans pilier		
	H3	E3	E3	F3	B3
Contraintes de Von Mises en MPa pour 1 bar	172	142	85.6	92	

Alors que le design sans pilier présente l'avantage d'offrir une sensibilité théorique plus grande et un niveau de contraintes au sein de la membrane inférieur au design avec pilier, ce design présente néanmoins le désavantage conséquent de créer une cavité à l'interface avec le corps humain. Cela risque ainsi de laisser s'agglomérer des éléments biologiques dans ce volume mort et conduire à terme à des réactions immunitaires. Pour exploiter au mieux ce design, il faudrait lancer une étude pour casser les angles de la cavité. De plus, la rugosité peut venir accentuer le phénomène d'encrassement et également contribuer à la perturbation du bon fonctionnement du capteur en créant des dérives du capteur. Cette rugosité est plus importante dans le fond de cavité créé par la gravure qu'après le polissage initiale. Ce qui signifie que l'encrassement sera accentué au fond de la cavité pour le design sans pilier. Cette remarque plaide également pour le choix du design de membranes avec pilier.

De plus, la rugosité est un paramètre-clé pour ce type de phénomène d'encrassement comme l'endothélialisation, qui peut également venir perturber le bon fonctionnement du capteur et créer des dérives comme mentionné dans le chapitre 1. Le design pilier n'a quant à lui pas été gravé sur sa face exposée au milieu biologique et reste donc à un niveau de polissage initial. Contrairement à lui, le design sans pilier va avoir une rugosité en fond de gravure plus difficilement contrôlable.

4.6.4 Caractérisation des modes de vibration des membranes

4.6.4.1 Principe de la vibrométrie

La vibrométrie est une technique de caractérisation qui permet d'étudier les modes de vibrations d'une membrane. La méthode consiste à placer une puce sur une céramique piézoélectrique. La céramique est alimentée par une tension sinusoïdale et génère ainsi une vibration mécanique sinusoïdale hors plan. La vibration est observée grâce à un système interférométrique. Le montage interférométrique est identique à celui présenté pour le test de gonflement. Dans ce cas, comme la fréquence de la vidéo est très faible devant la fréquence de vibration de la membrane, la membrane va apparaître floutée. Il est alors possible de relier le niveau de flou à l'amplitude de vibration. La méthode par vibrations moyennées permet d'estimer le flou pour une fréquence en calculant le contraste d'une région d'intérêt. Ensuite, il suffit d'effectuer un balayage en fréquence pour identifier la fréquence minimisant le contraste et obtenir la fréquence d'un mode avec précision. L'augmentation de la fréquence permet de trouver les modes supérieurs.

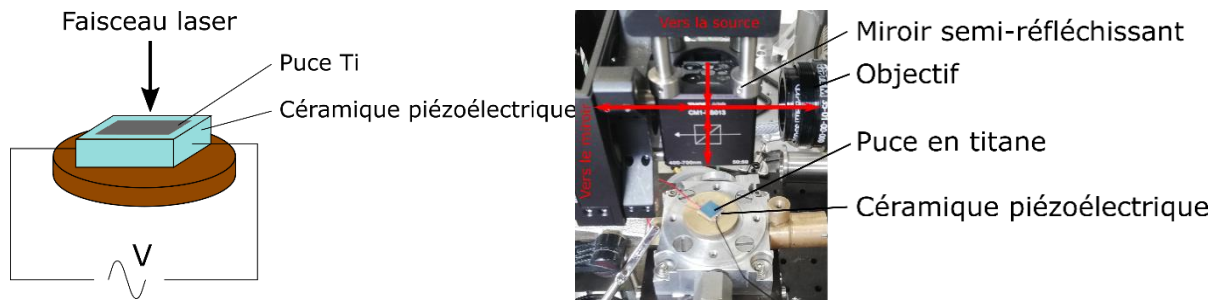


Figure 4-42 : à gauche, principe de la vibrométrie. A droite, photographie du montage de vibrométrie.

Sur la Figure 4-43 gauche, une photographie d'une puce sur laquelle des franges d'interférence ont été réalisées présentent une déformation. 16 franges peuvent être décomptés : cela signifie qu'il y a un creux ou une bosse de plusieurs microns à cet endroit ($16 \times 660 \text{ nm} = 10.5 \mu\text{m}$). Sur la Figure 4-43 droite, l'effet de la vibration de la membrane à son mode d'excitation à plus basse fréquence, le mode 00, est observable. Cet effet se traduit par un flou, car il est alors impossible de créer des franges à cet endroit.

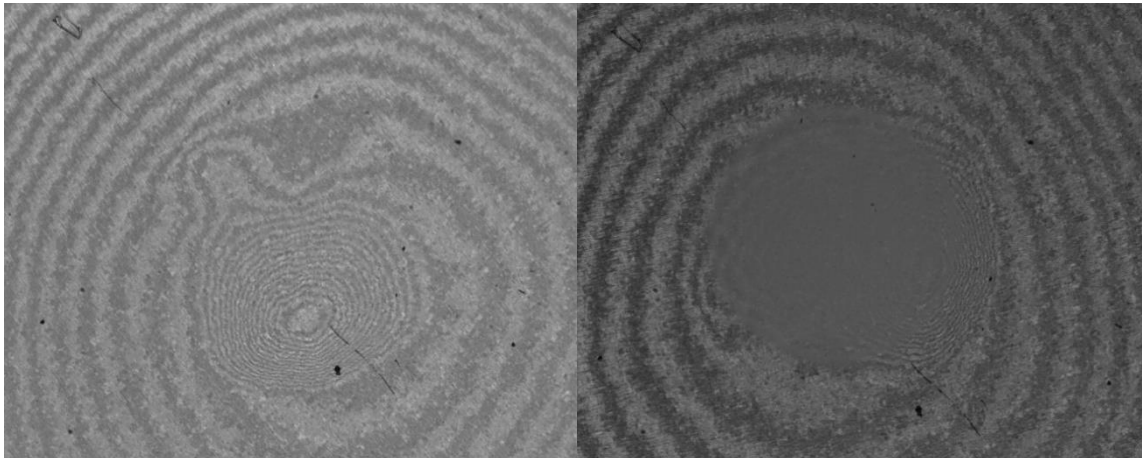


Figure 4-43 : à gauche, puce titane déformée localement. A droite, la même puce excitée à son premier mode de vibration.

4.6.4.2 Théorie des modes de vibration

Dans notre cas les vibrations hors plan d'une membrane circulaire contrainte en tension sont décrites par l'équation des ondes suivante :

$$\rho_s \frac{\partial^2 w}{\partial t^2} - T \nabla^2 w = 0 \quad (4-10)$$

Où w est la déflexion, $\rho_s = \rho/h$ est la masse par unité de surface et T est une force linéique correspondant à la contrainte résiduelle imposée au niveau du périmètre h de la membrane. On a également $T = \sigma \cdot h$ où σ est la contrainte résiduelle au sein de la membrane.

Dans cette équation, la rigidité flexionnelle de la membrane est considérée comme négligeable. Cette équation admet alors des solutions faisant intervenir les fonctions de Bessel de première et de secondes espèces. Les fréquences de résonance associées à ces solutions sont données par :

$$f_{nm} = \frac{\omega_{nm}}{2\pi} = \frac{\lambda_{nm}}{2\pi R} \sqrt{\frac{T}{\rho_s}} = \frac{\lambda_{nm}}{2\pi R} \sqrt{\frac{\sigma}{\rho}} \quad (4-11)$$

Et la forme des modes de vibration est donnée par :

$$w_{nm}(r, \theta, t) = A J_n[\lambda_{nm}r/R] \cos(n\theta) \quad (4-12)$$

Où J_n est la fonction de Bessel de première espèce d'ordre n , les λ_{nm} sont des zéros de J_n , m étant un index entier. La valeur des λ_{nm} est donnée dans le tableau ci-dessous. R est le rayon de la membrane.

Tableau 4-4 : coefficients λ_{nm} pour n et m allant de 0 à 5.

m \ n	0	1	2	3	4	5
0	2,4048	3,8317	5,1356	6,3802	7,5883	8,7715
1	5,5201	7,0156	8,4172	9,7610	11,0647	12,3386
2	8,6537	10,1735	11,6198	13,0152	14,3725	15,7002
3	11,7915	13,3237	14,7960	16,2235	17,6160	18,9801
4	14,9309	16,4706	17,9598	19,4094	20,8269	22,2178
5	18,0711	19,6159	21,1170	22,5827	24,0190	25,4303

4.6.4.3 Simulation par éléments finis

Une étude modale par éléments finis a également été menée afin de déterminer les fréquences des modes de résonance dans le cas de nos membranes. Les premiers modes obtenus à l'aide d'ANSYS sont présentés dans la figure ci-dessous. Une étude utilisant l'hypothèse de profil de fond de gravure elliptique a également été effectuée.

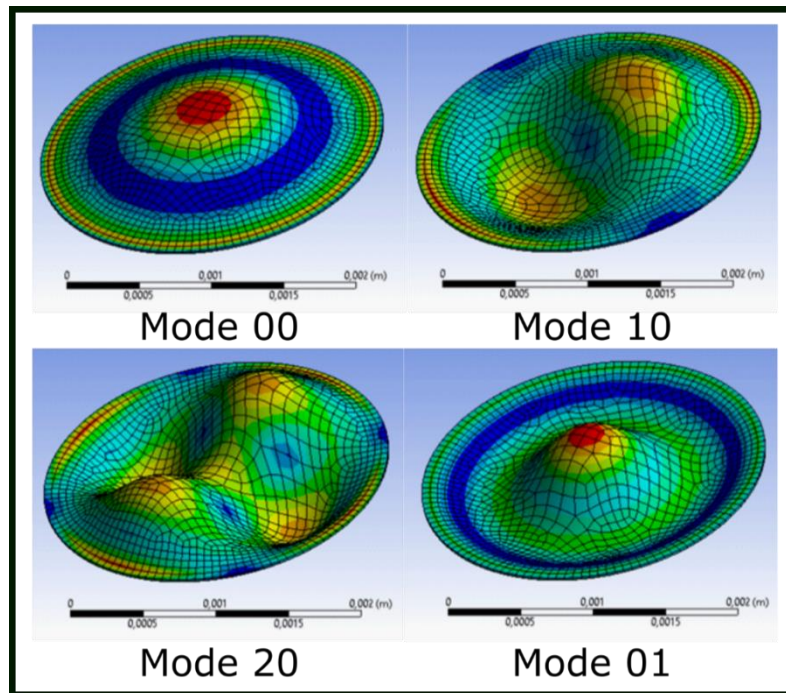


Figure 4-44 : les premiers modes de vibration d'une membrane d'épaisseur uniforme obtenue par éléments finis.

4.6.4.4 Résultats

Les images obtenues par la méthode de décalage de phase ont été acquises et démodulées. La composante du contraste a été gardée. Les images de contraste obtenues pour les principaux modes de vibration d'une membrane sans pilier sont présentées Figure 4-45.

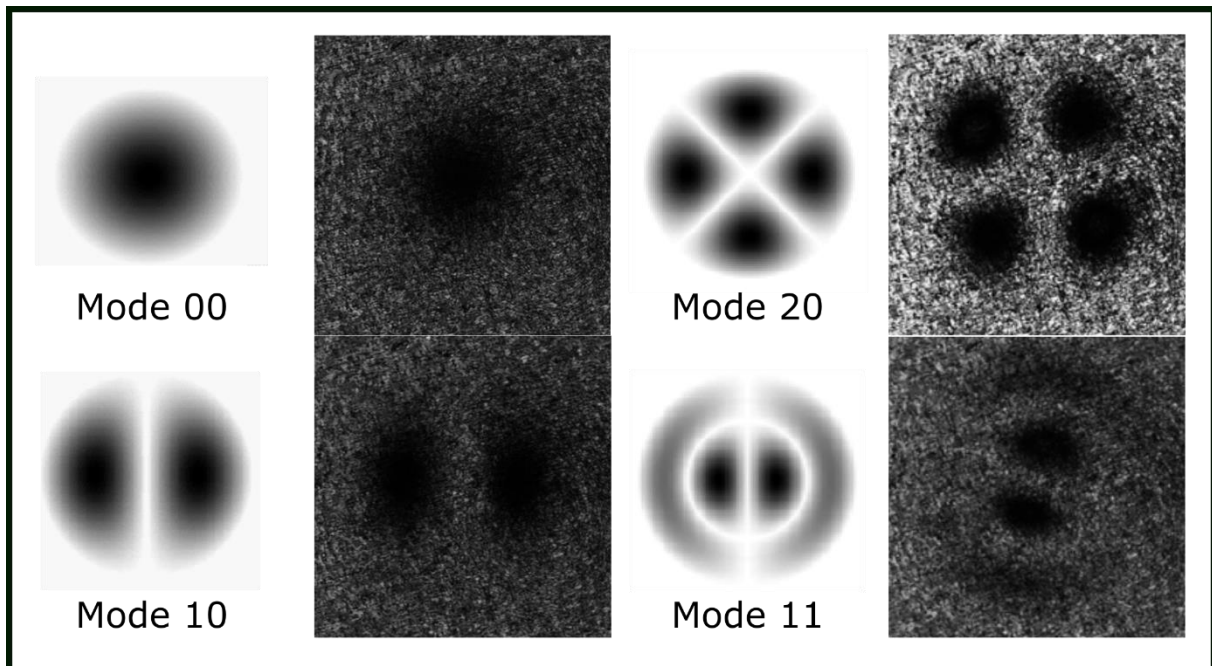


Figure 4-45 : comparaison entre les images de contraste théoriques et expérimentales pour les modes 00, 10, 20, 11.

Pour déterminer finement la fréquence de résonance du mode 00, la méthode par vibrométrie a été utilisée, comme illustré en Figure 4-46. La fréquence du mode 00 obtenue pour cette puce est ainsi de 28,1 kHz et correspond à la fréquence qui maximise l'amplitude des oscillations.

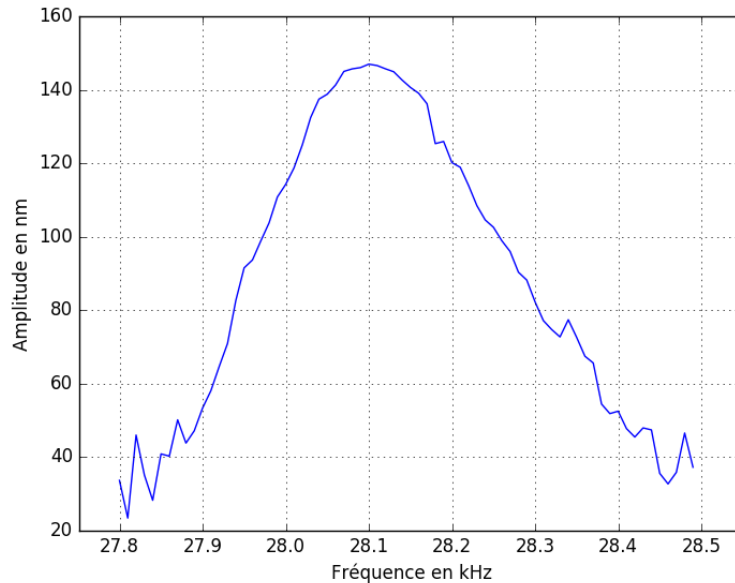


Figure 4-46 : amplitude mesurée en fonction de la fréquence d'excitation de la cellule piézoélectrique.

Un test de répétabilité a été mené sur deux membranes ayant les mêmes dimensions (F3 et B6). La vibration de la puce a lieu à 28500 kHz. Les valeurs obtenues sont comparées aux valeurs obtenues grâce au modèle par éléments finis pour une membrane uniforme et pour une membrane avec le modèle elliptique. L'ensemble des valeurs est reporté dans le Tableau 4-5. Il est également possible de voir que l'augmentation de la non-uniformité se traduit par un rapprochement des fréquences des modes 10 et 00. Ainsi, l'une des puces semble plutôt se rapprocher d'un modèle de puce non uniforme de type elliptique avec comme paramètres une épaisseur maximale de 26 μm et une épaisseur minimale de 13 μm . L'autre puce semble plutôt bien convenir à une puce d'épaisseur comprise entre 15 et 20 μm .

Tableau 4-5 : comparaison entre les fréquences des modes de résonance de deux membranes obtenues expérimentalement avec des modèles par éléments finis.

Configuration	Mode 00	Mode 10	Mode 20	Mode10/Mode 00
Fréquence mesurée en Hz 05Ma75 – B6	35000	66500	112290	1.9
Fréquence mesurée en Hz 05Ma75 – F3	28100	57800	Non observé	2.06
Simulation - membrane uniforme de 15 µm	25821	53796	88405	2.08
Simulation - membrane uniforme de 18 µm	30969	64512	105890	2.08
Simulation - membrane uniforme de 20 µm	34400	71596	117540	2.08
Simulation - membrane elliptique Epaisseur max = 20 µm Epaisseur min = 15 µm	30871	62618	103600	2.03
Simulation – membrane elliptique Epaisseur max = 30 µm Epaisseur min = 15 µm	40741	77895	126710	1.91
Simulation – membrane elliptique Epaisseur max = 60 µm Epaisseur min = 15 µm	70854	120670	190760	1.70
Simulation – membrane elliptique Epaisseur max = 26 µm Epaisseur min = 13 µm	35541	68086	111350	1.92

D'après (4-11), il est alors possible d'estimer la contrainte à partir de chaque fréquence de résonance de la membrane :

$$\sigma = \rho f_{nm} \left(\frac{2\pi R}{\lambda_{nm}} \right)^2 \quad (4-13)$$

Cette estimation appliquée pour chacune des fréquences obtenues expérimentalement pour les puces B6 et F3, a permis d'évaluer le niveau de contraintes résiduelles dans les membranes entre 36 et 53 MPa pour la puce B6 et entre 28 et 34 MPa pour F3.

Parmi les modèles mécaniques développés pour décrire le comportement des structures membranes sans pilier, le modèle mécanique le plus pertinent est celui de la membrane et non celui d'une plaque ou d'une coque. Cela signifie que la rigidité en flexion pour les membranes sans pilier peut être négligée, c'est l'hypothèse de la

plaque. La déformation causée par le cisaillement peut également être négligée, c'est l'hypothèse de la coque. Aucun mode de vibration n'a été observé pour les membranes avec pilier.

4.7 Conclusion

Dans ce chapitre, les premières membranes en titane massif ont été présentées. Deux structures différentes ont été fabriquées. L'une comporte un pilier central, l'autre non. La topologie des membranes a été analysée, mettant en évidence un fond de gravure légèrement rugueux. L'une des caractérisations dimensionnelles les plus importantes concerne l'épaisseur des membranes. Différents moyens ont été mis en œuvre comme la profilométrie mécanique, la profilométrie par interférométrie optique ou encore par une observation après enrobage et polissage d'une section de membrane. Ces observations ont montré que le fond de gravure n'était pas plat, conduisant à des membranes d'épaisseur non uniforme. Les épaisseurs minimales mesurées sont comprises entre 7,5 μm et 17 μm pour les membranes avec pilier. Elles sont comprises entre 11 et 14 μm pour les membranes sans pilier. Les fonds de gravure obtenus sont très satisfaisants car ils permettent par ailleurs de ne pas concentrer les contraintes aux zones d'ancrage des membranes, ce qui est le cas pour des membranes d'épaisseur uniforme. Cela permet d'augmenter la fiabilité de ces membranes sur un très grand nombre de cycles d'utilisation.

Afin de mieux tenir compte de l'impact de ce profil de gravure particulier, deux modèles ont été utilisés. Le premier développé par Timoshenko consiste à considérer que le profil suit une description de type exponentiel, permettant ainsi de résoudre les équations différentielles linéaires et d'obtenir une solution analytique de la déflexion. Un second modèle géométrique permet d'approximer le fond de gravure par une demi-ellipse. Il a été montré que ces deux modèles étaient presque équivalents pour les profils considérés.

Les membranes ont été caractérisées à l'aide d'un test par gonflement. Les membranes avec et sans pilier ont été caractérisées avec un système de triangulation laser et les membranes sans pilier ont également été caractérisées avec un système de profilométrie interférométrique. 22 puces de membranes avec pilier central et 3 puces de membranes sans pilier ont été testées. Les courbes de déflexion en fonction de la pression appliquée sur la membrane ont ainsi pu être obtenues et les sensibilités mécaniques des membranes extraites. Des membranes de différentes dimensions ont également été étudiées. Les membranes avec pilier et sans pilier les plus performantes présentent des sensibilités mécaniques comparables, de l'ordre de 1,4 $\mu\text{m}/\text{Pa}$.

Différents essais en large déformation, au-delà de la limite élastique, ont été entrepris. L'apparition d'une non-linéarité de la courbe déflexion-pression semble débiter à partir de 50000 Pa pour une puce de membrane avec pilier. Un essai de résistance à la

rupture a été entrepris et une pression de 17 bar, valeur de pression limite imposable par le système de mesure, a été imposée sur une membrane avec pilier. La membrane n'a pas rompu et a défléchi de 320 μm , ce qui montre la grande ductilité du titane et la grande robustesse des membranes étudiées, caractéristique essentielle pour une application implantable à long terme.

Le modèle analytique développé pour les membranes d'épaisseur uniforme surestime la sensibilité mécanique des membranes d'un facteur 8 par rapport aux mesures pour les deux structures de membrane. Les résultats expérimentaux sont en bonne adéquation avec les modèles par éléments finis qui tiennent compte du profil réel de gravure, avec un écart tout à fait acceptable, de l'ordre de 15 % et un R^2 supérieur à 0,8.

Des essais de microflexion ont été menés sur les différentes puces. Les valeurs expérimentales obtenues pour des membranes sans pilier se rapprochent des valeurs analytiques attendues. De plus, la comparaison entre les résultats des essais de microflexion et des tests par gonflement montre que, pour une même puce, une non-linéarité apparaît à partir du même niveau de déflexion. Cet essai indique la bonne cohérence entre les résultats expérimentaux obtenus par différentes méthodes.

La comparaison mécanique des membranes avec et sans pilier met en avant une meilleure sensibilité théorique des membranes sans pilier. Cependant, les résultats expérimentaux indiquent des sensibilités très proches. Ceci s'explique par des épaisseurs de membrane légèrement différentes. Ainsi, l'épaisseur plus faible des membranes avec pilier central contrebalance leur sensibilité mécanique, théoriquement plus faible. Enfin, les membranes sans pilier risquent de se heurter à des problématiques de biocompatibilité, car la présence d'une cavité et d'une rugosité plus importante et moins contrôlée à l'interface avec le corps humain risque de créer des problèmes d'accumulation d'espèces biologiques et conduire à une dérive du capteur. Ainsi, c'est le design avec pilier qui sera retenu par la suite pour les étapes d'assemblage du capteur.

Enfin, une caractérisation dynamique par vibrométrie a été entreprise. Les fréquences des premiers modes des membranes sans pilier ont été obtenues expérimentalement et comparées aux résultats donnés par des modèles analytiques et par éléments finis. L'étude a permis d'estimer le niveau de contraintes au sein des membranes sans pilier à environ 40 MPa. L'influence du profil de fond de gravure de la membrane sur la valeur des fréquences a été évaluée au moyen d'une simulation par éléments finis et indique que le non-uniformité rigidifie la membrane, ce qui augmente la fréquence de son mode 00 et diminue le rapport entre ses modes 10 et 00.

Chapitre 5 : Réalisation de preuves de concept

5.1 Introduction

Le but de ce chapitre est de démontrer la faisabilité d'un capteur de pression en technologie titane pour l'implantable. Le capteur de pression capacitif dont la structure est présentée dans le chapitre 1 fait intervenir une membrane en titane modélisée et caractérisée dans les chapitres précédents, ainsi qu'une contre-électrode. Différents essais de prototypage portant sur la nature de la contre-électrode et la méthode d'assemblage des deux éléments du capteur ont eu lieu au cours de cette thèse. Ces essais ont permis de confronter les modèles développés dans le chapitre 3 avec des caractérisations électriques et visent à réaliser une preuve de concept du capteur de pression en titane.

5.2 Différents prototypes

5.2.1 Introduction

Afin de démontrer la compatibilité d'un transducteur titane avec un capteur de pression, plusieurs démonstrateurs ont été réalisés. Deux voies différentes ont été explorées.

La première consiste à effectuer un scellement de la puce en titane avec un substrat isolant, comme un PCB ou du verre. Son avantage réside dans l'emploi d'un substrat isolant qui permet de minimiser la capacité initiale du capteur. La capacité du capteur est donc intégralement la capacité variable à mesurer. Des circuits d'acquisition commerciaux acceptant des faibles capacités en entrée permettent généralement d'obtenir des précisions plus élevées dans la mesure de capacité. En bout de la chaîne d'acquisition, cette méthode permet alors d'augmenter la précision en pression. L'inconvénient que présente cette approche est que deux substrats de matériaux différents sont utilisés, ce qui lors de l'assemblage peut générer des contraintes. Le verre est également un matériau fragile qui peut se briser lorsque les contraintes deviennent trop élevées.

Une seconde voie consiste à fabriquer un prototype tout titane dont l'avantage réside dans un assemblage plus aisé. En effet, l'utilisation de deux substrats titane pour effectuer un assemblage permet de minimiser les contraintes thermiques. Ce type de prototype souffre cependant d'une mise en proximité de deux surfaces conductrices en titane, qui vient augmenter la capacité initiale avant déflexion du condensateur créé et rendre plus difficile le choix d'un circuit de mesure de capacité adapté.

5.2.2 Proposition d'un premier prototype de capteur de pression Ti/verre

5.2.2.1 Motivations et design

Ce prototype de capteur a pour but d'être soudé sur une capsule en titane comme

celle d'un pacemaker sans fil. Du fait de cette forme d'intégration, la question de l'herméticité de l'assemblage verre-titane n'est pas critique du point de vue médical. Le capteur se compose d'une membrane en titane et d'une contre-électrode métallique déposée sur substrat de verre. Une première solution schématisée en Figure 5-1 inclut des vias dans le verre (Through Glass Vias en anglais, TGVs). Des connexions traversantes permettent de reprendre les contacts en face arrière du capteur (à l'intérieur de la capsule). La connection avec l'électronique d'interface peut ensuite se faire par wirebonding ou à l'aide d'un contact élastique de type pogo pins.

Les deux puces sont soudées l'une à l'autre et forment une cavité. L'herméticité de cette cavité va dépendre du type de mesure attendue selon l'application : absolue ou relative. Dans le cas d'une intégration du capteur au sein d'une capsule de titane, une mesure relative est suffisante. La pression de référence au sein de la capsule en titane hermétique est alors également celle de la cavité. Cette pression est alors définie par la pression utilisée lors de la phase d'assemblage du capteur de pression à la capsule en titane.

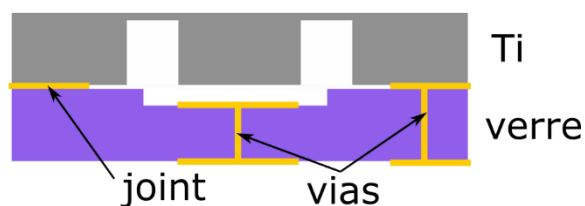


Figure 5-1 : le design Ti/verre de type vias.

Comme indiqué schématiquement sur la Figure 5-1, le verre est gravé afin de définir l'espacement inter-électrodes attendu entre les deux électrodes. Une autre possibilité consisterait à graver légèrement le titane au niveau du pilier pour obtenir l'espace inter-électrodes voulu sans avoir à graver le wafer de verre.

La fabrication d'une telle structure se décompose en quelques étapes. Tout d'abord, il faut réaliser une membrane en titane comme décrit dans le chapitre 2. En parallèle, des métallisations et des vias doivent être créés au niveau du wafer de verre. Enfin, les deux puces sont assemblées par thermocompression d'or.

5.2.2.2 État de l'art concernant la technologie des vias dans le verre

De nombreuses solutions technologiques de fabrication de vias dans le verre ont été proposées. Néanmoins, ces technologies ne sont pas très répandues car réaliser des trous métallisés dans le verre reste difficile [175].

La première étape consistant à percer le verre peut être réalisée à l'aide des techniques suivantes : forage mécanique [176], forage en voie humide, microsablage [177], par gravure ICP (inductively coupled plasma), forage laser [175] ou par usinage par ultrasons, qui font partie des techniques les plus répandues.

La seconde étape consiste à déposer une couche métallique soit par dépôt par pulvérisation cathodique soit par évaporation. La métallisation des vias peut ensuite être réalisée par dépôt électrolytique. Le remplissage complet des vias permet d'obtenir une étanchéité.

On trouve principalement deux stratégies de fabrication de vias. La première consiste à réaliser un trou traversant et à le remplir de métal. La seconde stratégie consiste à réaliser un trou borgne, à le remplir, puis à amincir le wafer de verre pour récupérer le contact sur la face polie.

Différentes coupes de vias réalisés grâce aux techniques mentionnées précédemment sont présentées en Figure 5-2. Ainsi en Figure 5-2 (i), des vias sont obtenus après remplissage électrolytique de Cu, en utilisant une couche d'adhésion Ti/Cu. L'excès de Cu a été retiré à l'aide d'un polissage CMP. En Figure 5-2 (ii), des trous ont également été remplis partiellement grâce à un dépôt électrolytique conforme de Cu. La fabrication d'un via à l'aide d'une microsableuse a été réalisée sur des wafers de verre de 500 μm (Figure 5-2 (iii)) [177]. La technique de microsablage consiste à envoyer un jet de particules abrasives à grande vitesse sur un wafer protégé par un masque en polymère. La technique de microsablage est l'une des seules technologies qui permette de travailler par batch [177]. Néanmoins, les résidus restant à la surface du wafer à la suite de cette étape peuvent perturber une potentielle étape de bonding. De plus, la verticalité des flancs est difficile à contrôler [175], [177]. En Figure 5-2 (iv), des trous de 40 à 90 μm ont été réalisés à l'aide d'un laser picoseconde à 532 nm [175]. La technique consiste à focaliser des photons de haute énergie pour vaporiser ou sublimer localement la matière. Une fois le trou réalisé, il est rempli grâce à un dépôt PVD de quelques centaines de nm. Les électrodes sont alors obtenues en effectuant un spray coating et une gravure chimique adéquate. Le forage laser peut cependant polluer la surface orientée vers le laser, tout en gardant l'autre face reste suffisamment propre pour permettre d'effectuer une étape d'assemblage [175].

Il est possible d'atteindre des diamètres de vias allant jusqu'à 30 μm de diamètre totalement remplis et étanches en utilisant des wafers de verre ultra fin d'épaisseur de 100 μm [178].

Une des problématiques importantes de la technologies TGVs est sa fiabilité en température. En effet, la différence des CTE entre métal déposé et verre peut entraîner des défaillances lors de cycles de température, pouvant causer une rupture d'étanchéité [179]. Une structure en guirlande (daisy chain) a ainsi été proposée dans la littérature pour adresser la tenue des vias à des cycles de température [179].

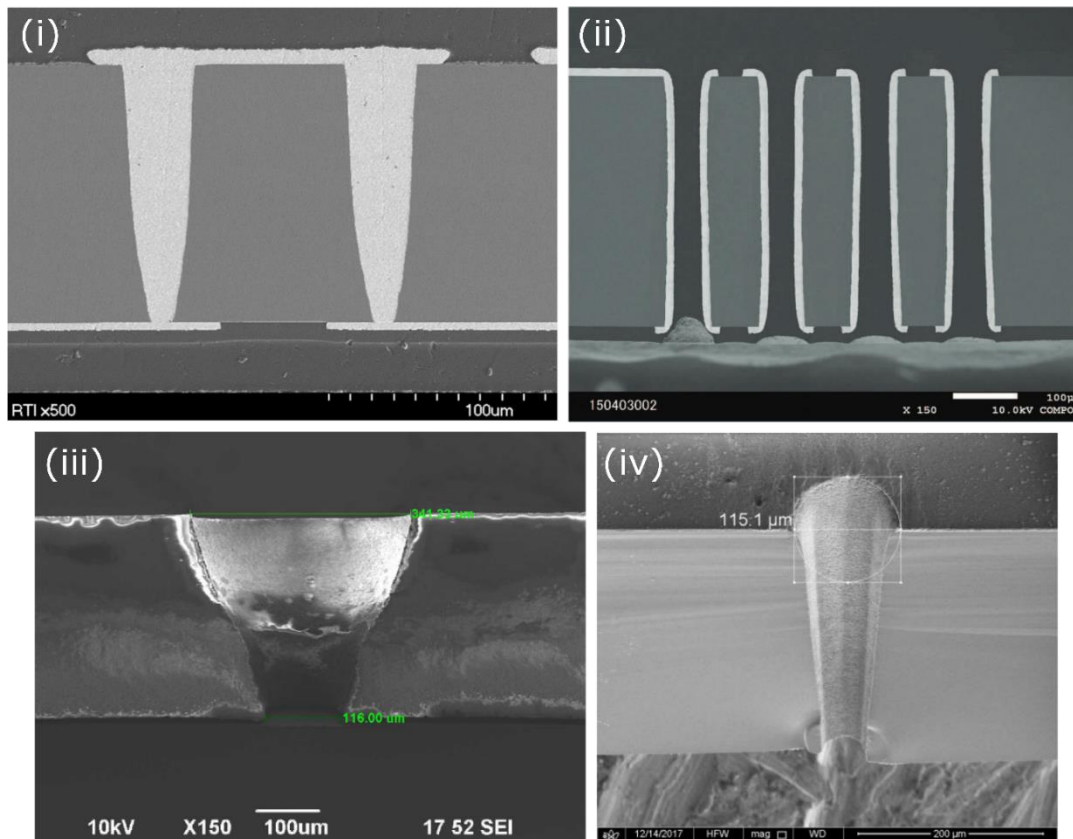


Figure 5-2 : (i) vias obtenus par électrodéposition de Cu et polissage [179]. (ii) Coupe d'un solénoïde réalisé à partir de vias dans le verre [180]. (iii) trou de grande taille obtenu par microsablage [177]. (iv) trou obtenu par forage laser avant dépôt [175].

Quelques essais de microsablage ont été effectués au C2N. Des trous de diamètre 2 mm ont été correctement réalisés en utilisant un masque métallique en feuille Dural de 500 µm usiné au foret. L'essai a mis en évidence la difficulté à obtenir des trous de diamètre répétable et le problème de contamination du verre par les particules abrasives. Il est difficile d'utiliser des masques métalliques de faible épaisseur, car ils se déforment sous l'effet du jet à haute pression. Inversement, l'utilisation d'un masque épais ne permet pas de réaliser des ouvertures de dimensions identiques à celles du masque et peut conduire à boucher les cavités créées. Cette approche n'a cependant pas été poursuivie.

5.2.3 Proposition d'un second prototype de capteur de pression Ti/verre

Une version alternative du design de capteur Ti/verre est donnée en Figure 5-3. Dans cette version, une piste métallique permet de récupérer un contact électrique en dehors de la zone de transduction. Le wafer de verre doit être gravé de façon précise afin de contrôler l'espace entre les électrodes de la capacité variable. Ensuite, une piste métallique doit être définie afin de récupérer une zone de contact.

Pour ce second design, le procédé de gravure du titane est identique au précédent.

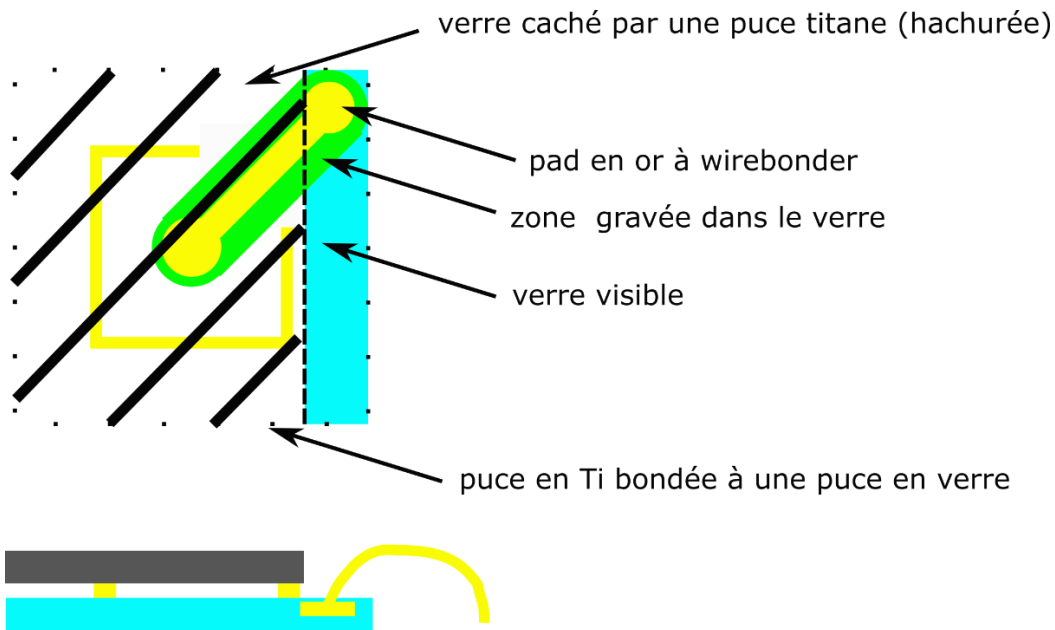


Figure 5-3 : design Ti/verre avec passage d'une piste métallisée vue de dessus en haut et vue de coupe en bas.

5.2.3.1 Fabrication envisagée

Le procédé de fabrication envisagé se compose d'une gravure profonde de Ti par DRIE, d'une gravure humide du verre afin de réaliser le gap inter-électrodes de la capacité variable et permettre le passage d'une piste conductrice, et enfin d'une étape d'assemblage par thermocompression Au-Au.

Deux voies sont envisageables pour graver le verre : la gravure sèche (plasma) et la gravure humide. La gravure humide se révèle plus intéressante dans notre cas, car le wafer d'aluminosilicate choisi risque de se graver difficilement par voie sèche en raison de sa teneur en alumine. En effet, l'alumine est utilisée comme masque de gravure plasma. La voie choisie est donc la gravure humide.

Les verres borosilicate B270 et aluminosilicate Xensation ont été sélectionnés car ils offraient un coefficient de dilatation thermique proche de celui du titane, limitant ainsi les contraintes thermiques causées par l'étape d'assemblage. Une étude concernant l'assemblage par thermocompression est présentée au chapitre 2.

L'étude de la fabrication a été structurée de la façon suivante : tout d'abord il faut prouver la faisabilité de la gravure humide localisée sur les deux verres Xensation et B270. Cette partie sera décrite dans la section suivante. Il faut aussi étudier la faisabilité d'une méthode d'assemblage par thermocompression sur des puces non structurées, comme exposé dans le chapitre 2. Ensuite il faut démontrer la faisabilité d'un dépôt d'or en fond de gravure. Enfin, il s'agit de réaliser l'assemblage d'une puce Ti structurée avec membrane et pilier central, et d'une puce de verre. Ces deux dernières étapes n'ont pas été effectuées au cours de cette thèse.

5.2.3.2 Essai de gravure du verre

Une des techniques de gravure humide du verre borosilicate les plus courantes consiste à utiliser un bain de HF. La gravure de l'aluminosilicate est également possible grâce au HF [181]. Le verre est gravé à l'aide d'un masque d'or pour définir les motifs. Cependant, pour ces deux types de verre, certains composés comme l' Al_2O_3 ne sont pas solubles dans le HF et viennent se déposer en fond de gravure. Dans le cas d'une gravure de l'aluminosilicate, ce problème est donc encore d'autant plus critique. L'ajout de HCl dans une proportion HF:HCl de 10:1 peut alors venir éliminer ces redépôts [148].

Pour cette étude, le verre a été découpée à la scie puis leur épaisseur a été mesurée au Palmer. La gravure a été réalisée à l'aide d'une solution de HF:HCl 10:1 diluée 10 fois dans de l'eau distillée.

Tableau 5-1 : relevés des mesures de gravure de puces non masquées.

	Epaisseur avant gravure (en mm)	Temps de gravure (en min)	Epaisseur après gravure (en mm)	Profondeur gravée (en μm)
B270 – 1	1.135	10	1.123	6
B270 – 2	1.125	15	1.111	7
B270 – 3	1.130	20	1.114	8
Xensation – 1	0.560	10	0.542	9
Xensation – 2	0.562	15	0.528	17
Xensation – 3	0.560	20	0.520	20

Ces mesures ont permis d'estimer grossièrement les vitesses de gravure des deux types de verre. La vitesse est de l'ordre de 1 $\mu\text{m}/\text{min}$ pour le borosilicate et de 0,5 $\mu\text{m}/\text{min}$ pour l'aluminosilicate. Le fait que la gravure soit plus rapide pour l'aluminosilicate est conforme à ce qui est prévu par la théorie, car plus le rapport $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ est grand, plus le verre se grave rapidement au HF [181].

Un second essai a été mené. Deux wafers ont été préalablement nettoyés dans une solution Piranha avant une étape de lift-off d'or déposé par évaporation. Une résine réversible l'AZ52141 a été utilisée pour faciliter le lift-off. Le procédé complet est donné dans le Tableau 5-2. Aucun décollement n'a été observé. Les motifs du wafer de borosilicate ont néanmoins été jugés de qualité suffisante pour l'utiliser lors d'un dépôt et pour caractériser l'étape de gravure humide. Une épaisseur de résine de 1,3 μm a été mesurée pour ces deux wafers, idéale pour effectuer l'épaisseur de dépôt visée.

Tableau 5-2 : principales étapes du procédé de lithographie utilisée pour le dépôt d'or.

Nettoyage Piranha (H ₂ SO ₄ /H ₂ O ₂ 1:3)	
Enrésinement AZ5214	
Enduction AZ5214	Accélération de 2000 tour/min ² Vitesse de 4000 tour/min Pallier de 30 s
Exposition avec masque	Dose de 40mJ
Exposition (flood)	
Développement à l'AZ dev	

Un dépôt de Ti/Au 20/300 nm a ensuite été effectué par évaporation. L'épaisseur assez importante pour un masque de gravure humide était également motivée par le développement d'une recette de lift-off d'or qui conviendrait également pour les essais d'assemblage. Les vitesses de dépôt étaient de 0,2 nm/s pour le Ti et de 0,3 nm/s pour l'or. Après dépôt, le masque de résine a été retiré dans un bain d'acétone. Une photographie du wafer d'aluminosilicate obtenu après dépôt et retrait de la résine au bain d'acétone est donnée en Figure 5-4. Les deux wafers ont ensuite été découpés à la scie pour pouvoir étudier la création des cavités. Cette découpe a permis un traitement individuel des puces.



Figure 5-4 : wafer d'aluminosilicate après le dépôt d'or et avant sa découpe à la scie à fil.

Une gravure humide de 20 min a ensuite été réalisée. Comme dans le cas de l'étude sans masque, une solution de HF:HCl 10:1 diluée 10 fois a été utilisée.

Il a ensuite été possible d'évaluer la profondeur du fond de gravure au profilomètre mécanique. Un fond de gravure non plat pour ces deux gravures a été relevé.

La cavité de l'aluminosilicate a une profondeur comprise entre 26,8 µm et 32 µm. La profondeur de la cavité du borosilicate a quant à elle été mesurée entre 12,6 µm et 12,9 µm. Les vitesses de gravure ont été réévaluées avec ces nouvelles données : 0,63

$\mu\text{m}/\text{min}$ pour le substrat B270 et de $1,35 \mu\text{m}/\text{min}$ pour le substrat Xensation.

Sur la base des vitesses de gravure recalculées, le temps estimé pour atteindre une profondeur de $10 \mu\text{m}$ est de l'ordre de 16 minutes pour le B270 et de 7 minutes pour le substrat Xensation.

Les ordres de grandeurs se sont avérés corrects, puisqu'une gravure de 15 minutes a du substrat B270 a permis d'atteindre une profondeur de gravure comprise entre 9 et $10 \mu\text{m}$ sur une première puce et une profondeur de $8,8$ à $9,2 \mu\text{m}$ pour une seconde puce gravée séparément. Une gravure de 7 min sur deux puces de verre Xensation a permis d'atteindre une profondeur de gravure comprise entre 10 et $11 \mu\text{m}$ pour les deux puces testées.

Les profils de fond de gravure obtenus par profilométrie mécanique sont donnés en Figure 5-5. L'inhomogénéité de la profondeur de gravure pourrait trouver son origine dans l'orientation de la puce retenue sur le porte-échantillon.

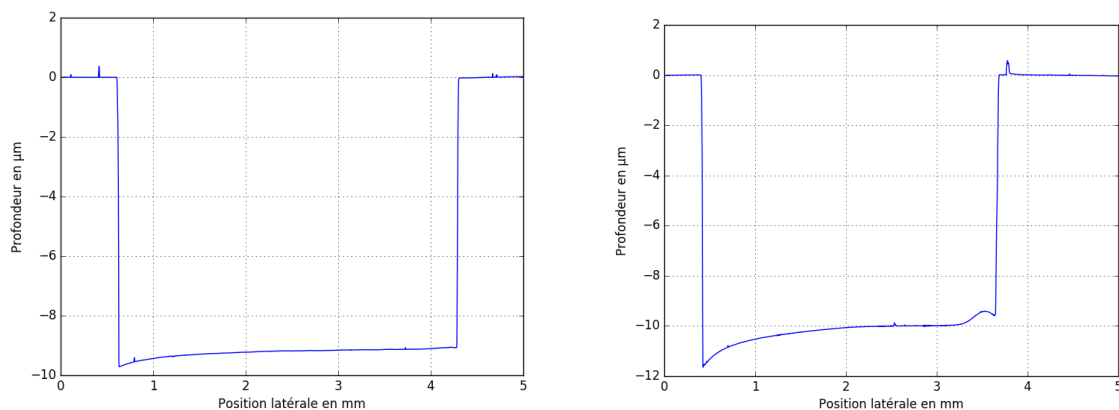


Figure 5-5 : profondeur des verres gravés mesurée au profilomètre mécanique. Le verre de borosilicate gravé après 15 minutes est donné à gauche. Le verre d'aluminosilicate après 7 minutes de gravure est donnée à droite.

Une solution de KI/I_2 a été ensuite utilisée pour retirer le masque d'or en vue de déposer un cordon métallique pour l'étape d'assemblage par thermocompression. Seul l'or a été gravé et non la couche d'accroche de Ti. Une photographie d'une puce de verre est donnée en Figure 5-6. La couche de Ti a finalement été retirée dans une solution de BOH (solution à base de HF) pendant quelques secondes. Le BOH présente cependant l'inconvénient de graver également le verre, ce qui pourrait motiver l'abandon de cette étape pour de futurs développements.

Ce procédé de gravure par lift-off peut être améliorée en utilisant une couche d'accroche de Cr, matériau que l'on peut graver dans une solution de KI/I_2 . L'utilisation du Ti comme couche d'accroche avait été motivée par l'utilisation d'un matériau biocompatible comme l'or.

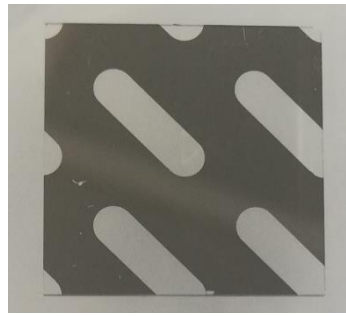


Figure 5-6 : puce de verre obtenue après gravure au KI/I₂.

5.2.4 Prototypage Ti/Ti assemblé par film de résine sec

5.2.4.1 Design

Un troisième prototype basé sur deux puces de Ti a également été conçu. La première puce comprend la membrane avec pilier central et la seconde puce comprend un pilier en protrusion, appelée puce méso. Les deux parties sont assemblées grâce à un film de résine sec. Un schéma de la puce est donné en Figure 5-7. Une vue en coupe est donnée en Figure 5-8. Compte-tenu des exigences d'étanchéité à long terme concernant les implants médicaux, on considère que seule la puce comprenant la membrane serait en contact avec le corps humain. Le joint en film de résine sec et la seconde puce seraient encapsulés dans la coque en titane de l'implant.

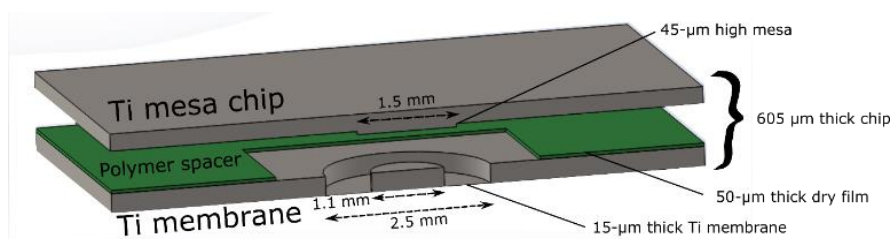


Figure 5-7 : schéma du prototype capacitif avec dry film.

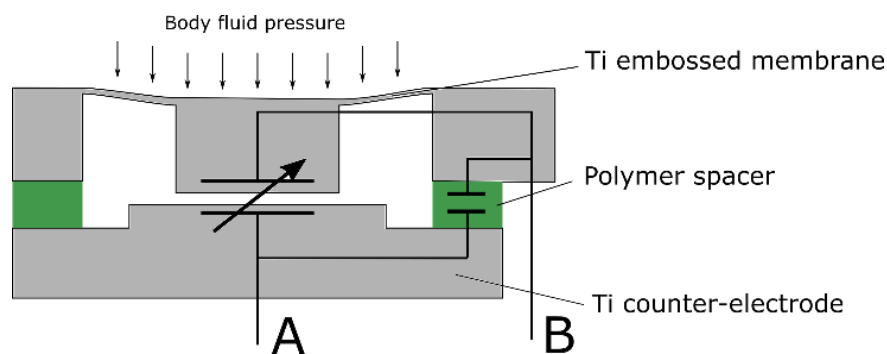


Figure 5-8 : vue en coupe du prototype capacitif basé sur du dry film.

5.2.4.2 Assemblage

L'étape d'assemblage par film de résine sec commence par le laminage d'un film de 50 µm (MX5050 de chez Dupont Chemicals) sur la puce membrane. Puis, après avoir placé la puce méso au-dessus de la puce membrane, l'empilement est passé au laminage.

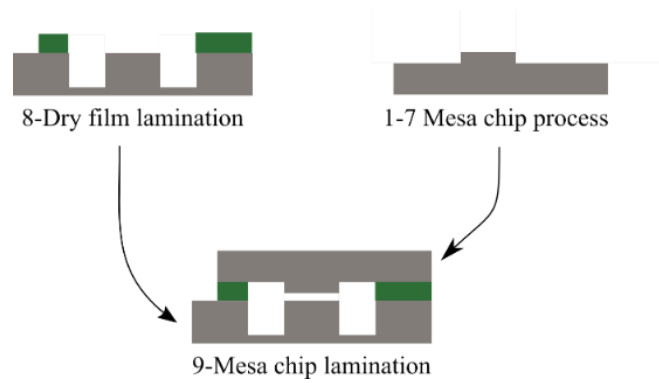


Figure 5-9 : schéma de principe de l'assemblage par film sec.

5.2.5 Modèle électrique

Le modèle électrique du capteur de pression Ti/Ti est constitué de deux condensateurs en parallèle, comme illustré en Figure 5-8. Le condensateur à capacité variable C_v et le condensateur lié au film de résine sec de capacité parasite C_s (s pour spacer). On a donc :

$$C = C_v + C_s \quad (5-1)$$

La capacité C_s est donnée par :

$$C_s = \epsilon_d \frac{A_d}{w_{d,gap}} \quad (5-2)$$

Où ϵ_d est la permittivité du film de résine, A_d est la surface du film de résine, $w_{d,gap}$ est l'épaisseur du film de résine.

Le développement analytique de C_v a été présenté au chapitre 3. Dans notre cas, l'expression de la capacité C_v donné dans le chapitre 3 est rappelée ici :

$$C_v = \epsilon_0 \frac{A}{w_{gap} - w} = C_{v,0} \frac{1}{1 - \frac{w}{w_{gap}}} \quad (5-3)$$

En utilisant le développement en série de Taylor à l'ordre 2, on obtient :

$$C \approx C_{s,0} + C_{v,0} \left(1 + \frac{w}{w_{gap}} + \left(\frac{w}{w_{gap}} \right)^2 \right) \quad (5-4)$$

Pour le prototype de type Ti/Ti, l'utilisation d'un joint de polymère épais permet de minimiser la contribution de $C_{s,0}$ à la capacité totale. Cela autorise un choix plus large quant à l'électronique de la chaîne d'acquisition et permet donc d'obtenir une meilleure précision en bout de chaîne.

Pour un prototype de type Ti/verre, il n'y a pas la contribution du $C_{s,0}$ et la capacité C totale du circuit est donc plus faible. Dans ce cas, l'utilisation d'un circuit d'acquisition

avec une capacité nominale d'entrée encore plus faible est permise. Les circuits commerciaux associées à une capacité plus faible en entrée ont généralement des précisions plus élevées. Il est donc possible de s'attendre à une meilleure précision de la mesure de pression avec un circuit d'acquisition adéquat.

5.2.6 Discussion sur le choix du prototype

Ces deux approches de prototypage, par assemblage Ti/verre et par assemblage Ti/Ti, ont été développées en parallèle pendant la thèse. Le prototype verre, grâce à sa nature isolante le rend compatible avec des circuits mesurant de très faibles capacités, comme celui développé au cours de cette thèse et qui sera présenté ci-après. Le prototype Ti/Ti met en regard deux surfaces conductrices. Ce qui a pour conséquence de rendre très faible la variation de la capacité par rapport à sa capacité initiale. Les circuits commerciaux acceptant de grandes capacités en entrée sont cependant moins précis que ceux qui acceptent des capacités d'entrée plus faibles. Le choix du circuit va pourtant avoir une incidence directe sur la résolution en pression atteignable mesurée à la fin de la chaîne d'acquisition.

Cependant, le procédé d'assemblage du Ti/verre plus exigeant en termes de développement n'a pas pu être totalement abouti au cours de cette thèse. Les premières étapes technologiques de ces prototypes ont cependant pu être explorées. Bénéficiant de son assemblage versatile, la voie Ti/Ti a quant à elle fourni des résultats électriques très satisfaisants qui seront détaillés dans la suite de ce chapitre.

5.3 Méthode de caractérisation électrique

5.3.1 Test par gonflement en configuration de mesure électrique

Le schéma de principe du capteur capacitif est donné en Figure 5-10, gauche. Une photographie du banc de test est donnée en Figure 5-10, droite. La puce collée est également connectée électriquement à un impédancemètre (Hioki IM3570) à ses bornes A et B. Les résistance et capacité parallèles R_p et C_p ont été relevées. La pression est appliquée de la même façon que pour l'essai par gonflement mécanique. Les données d'acquisition ont été obtenues pour un cycle de pression de 0 Pa à 40000 Pa à un taux d'échantillonnage de 1 kHz pour une tension par pulse de 5 V avec un lent temps d'intégration.

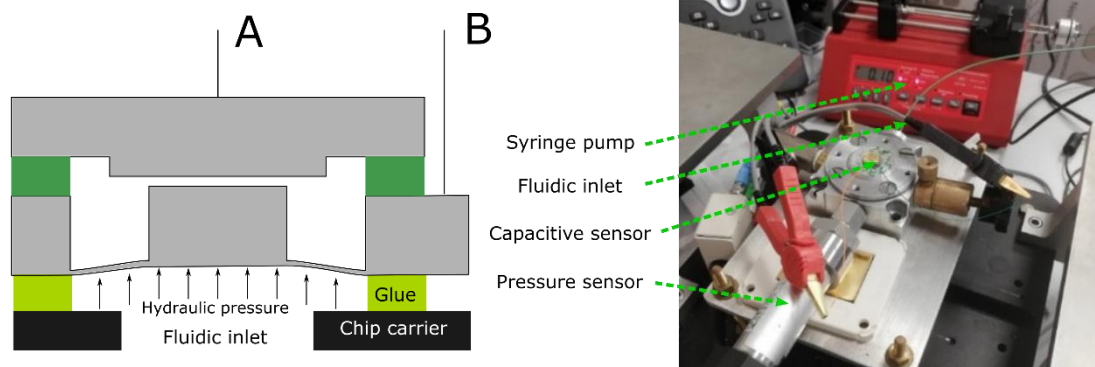


Figure 5-10 : à gauche, schéma de principe du test du capteur capacitif par gonflement. A droite, une photographie du montage. Le prototype est collé au circuit fluidique.

5.3.2 Design d'un circuit d'acquisition

Un circuit d'acquisition basse consommation a été réalisé. Il est basé sur un convertisseur capacitif digital AD7151 du fabricant Analog Device [182].

La résolution minimale atteignable est de 1 fF. Le composant permet de mesurer des capacités allant de 0 à 13 pF en un temps de réponse de 10 ms. L'intérêt de ce circuit réside en sa très faible consommation énergétique : alimenté sous une tension comprise entre 2.7 V à 3.6 V, il consomme un courant de 70 μ A, le rendant idéal pour une application implantable.

Le composant AD7151 communique avec un microcontrôleur via un bus I2C. Le microcontrôleur permet d'alimenter le circuit AD7151, de l'initialiser dans un état défini et de servir de relais pour transmettre les informations de mesure à un ordinateur via une liaison série. L'information transmise par le microcontrôleur à l'ordinateur est alors interprétée par un code Python. Une photographie du montage est donnée en Figure 5-11, gauche. Une photographie du PCB (Printed Circuit Board) du circuit AD7151 est donnée en Figure 5-11, droite. Enfin, l'AD7151 possède également un circuit électronique incluant un comparateur qui lui permet de comparer la valeur capacitive à un seuil choisi fixe ou flottant.

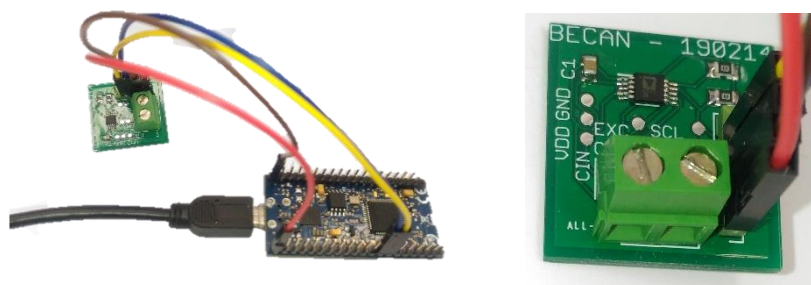


Figure 5-11 : à gauche, image du circuit d'acquisition. A droite, le PCB du circuit AD7151. La capacité variable peut être connectée à l'aide du bornier.

Le système électronique a été évalué et comparé sur un prototype de capacité variable

macroscopique réalisé en impression 3D, comme illustré en Figure 5-12, gauche. Cette capacité variable macroscopique comprend une membrane de 200 μm d'épaisseur et des électrodes collées en laiton. Une vis micrométrique a été utilisée pour rapprocher les deux électrodes avec un pas connu. Comme attendu, une bonne correspondance a été trouvée entre les mesures réalisées avec un analyseur d'impédance (Hioki IM3570) et les mesures réalisées avec le circuit AD7151, confirmant ainsi son bon fonctionnement (Figure 5-12, droite). Le résultat obtenu est également conforme à ce qui est prédit théoriquement.

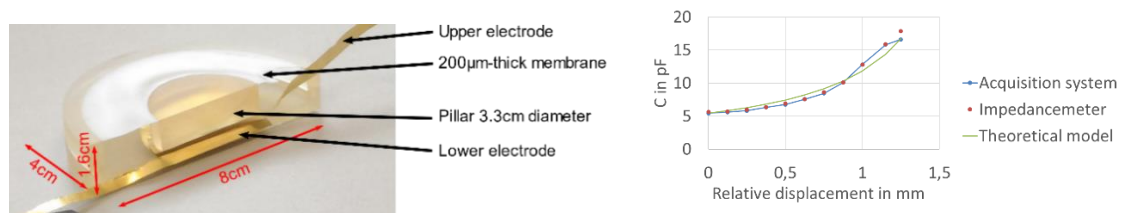


Figure 5-12 : à gauche, macrodispositif utilisé pour vérifier la conformité du système d'acquisition. A droite, comparaison des résultats obtenus avec le circuit d'acquisition avec une mesure à l'analyseur d'impédance.

La consommation réelle a été évaluée à l'aide du montage donné en Figure 5-13. La puissance moyenne consommée en fonctionnement est obtenue par l'intermédiaire d'une mesure de la tension d'alimentation et une mesure du courant absorbé à l'aide d'un oscilloscope numérique (Keysight InfiniiVision DSOX4054A). Le produit de la tension et du courant instantanés et le calcul de la valeur moyenne effectués par l'oscilloscope conduit à une puissance moyenne de 270 μW lorsque le circuit est alimenté sous 3,3 V. D'un point de vue application, cette consommation pourrait à l'avenir être encore réduite en introduisant un rapport cyclique sur l'alimentation du circuit AD7151 permettant de le mettre en veille de façon périodique.

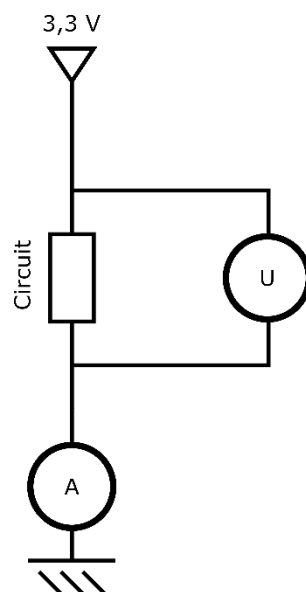


Figure 5-13 : montage utilisée pour mesurer la puissance générée par le PCB.

Afin de répondre aux spécifications pour le domaine médical et de parvenir à une

résolution de l'ordre de 1 mmHg, un capteur avec une sensibilité de 1 fF/mmHg est nécessaire avec ce circuit de mesure. Par ailleurs, la fréquence d'échantillonnage est de 100 Hz, ce qui peut convenir pour un très grand nombre d'applications implantables.

5.3.3 Prototypage du capteur de pression par assemblage sur PCB

Pour montrer l'efficacité du circuit d'acquisition réalisé, une membrane en Ti a été collée à un PCB grâce à du film de résine sec d'épaisseur 20 μm , comme illustré en Figure 5-14, gauche. Une image de coupe d'une structure obtenue est donnée en Figure 5-14, droite. La contre-électrode est définie comme dans le cas du prototype Ti/verre par un via métallisé. Une photographie de la structure obtenue est donnée en Figure 5-15. Une voie alternative obtenue grâce à une soudure a également été explorée. Pour cette solution, la puce en Ti est fixée mécaniquement grâce à un ring de soudure d'étain/plomb comme illustrée en Figure 5-15, gauche. Ces deux méthodes ont l'avantage d'être faciles à mettre en place mais présentent néanmoins l'inconvénient de ne pas permettre de contrôler précisément l'espace entre les électrodes de la capacité variable.

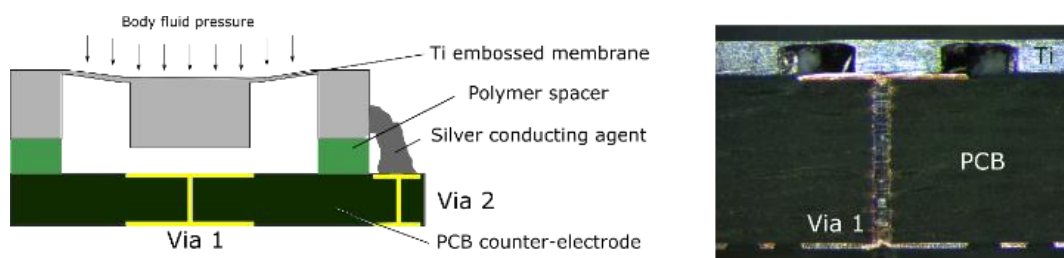


Figure 5-14 : à gauche, schéma d'une puce en titane assemblée à un PCB. A droite, image d'une coupe d'une puce Ti assemblée à un PCB obtenue par polissage.

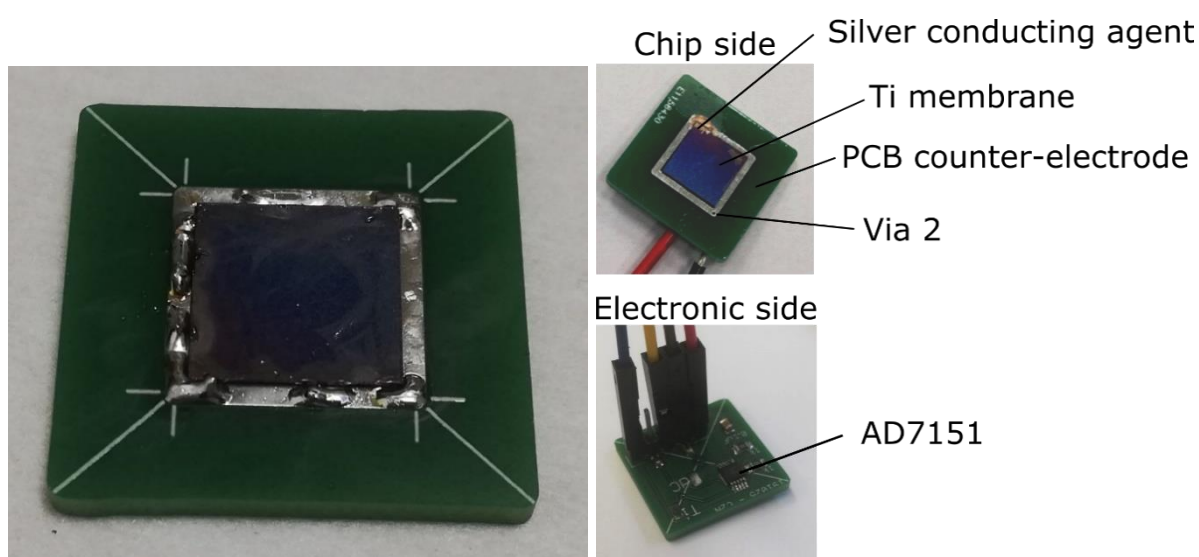


Figure 5-15 : à gauche, membrane titane soudée à un PCB. A droite, une puce assemblée à un PCB grâce à film de résine.

L'utilisation du test par gonflement a permis de tester les réponses mécanique et électrique de l'une des structures dans une configuration analogue à celle donnée en Figure 5-16, exploitant au passage le circuit d'acquisition réalisé. S_m a été ainsi évaluée à $8,63E-5 \mu\text{m}/\text{Pa}$ et S_c a été évaluée à $0,22 \text{ fF}/\text{mmHg}$ pour une membrane avec pilier central de $11 \mu\text{m}$ d'épaisseur, un diamètre total de $2,3 \text{ mm}$ et une largeur d'anneau de $0,6 \text{ mm}$. La valeur de l'espace inter-électrodes a été évaluée à $60 \mu\text{m}$ en utilisant la mesure de capacité et l'expression de la capacité donnée dans le chapitre 3 en (3-12).

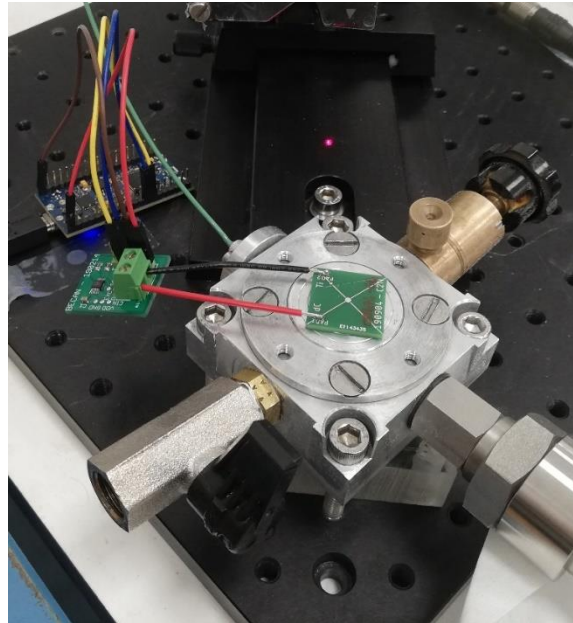


Figure 5-16 : photographie du test par gonflement capacitif.

On notera qu'il est difficile d'obtenir un gap répétable, que ce soit par la technique de scellement par film sec ou par soudure de la puce Ti sur PCB. Cela peut s'expliquer par la qualité du via réalisé au sein du PCB et la non-uniformité de l'épaisseur du PCB.

Par ailleurs, ce prototype demeure non fonctionnel pour l'industrie implantable. En effet, le PCB n'est pas compatible avec la méthode de soudure laser envisagée pour intégrer le capteur dans une capsule en titane, cela pourrait endommager l'assemblage Ti/PCB. L'étude a néanmoins permis d'obtenir la première preuve de concept d'un capteur de pression à base de titane.

Enfin, d'autres montages particuliers comme un pont de Wheatstone capacitif pourrait permettre de réaliser une mesure beaucoup plus précise mais nécessite un développement plus long et un circuit d'acquisition moins versatile, car cela impliquerait d'utiliser des condensateurs avec des valeurs de capacités connues précisément.

5.4 Résultats

5.4.1 Caractérisation des puces Ti/Ti

Dans le cas d'une mesure d'impédance, la description électrique à l'aide d'un modèle R-C en parallèle est la plus pertinente pour décrire le comportement du micro-condensateur variable. Le condensateur peut être décrit par une résistance de fuite R_p en parallèle avec une capacité C_p comme indiqué en Figure 5-17. Si la résistance de fuite est très grande, le circuit est assimilable à une capacité pure. Par ailleurs, quand un condensateur exhibe une haute réactance ($1/2\pi fC$), la résistance parallèle R_p a une plus grande contribution que la résistance en série dans la partie réelle de l'impédance du condensateur. Pour les gammes de fréquences faibles de l'ordre du kHz comme dans l'étude présentée, la réactance du condensateur est élevée et rend ce modèle de description pertinent.

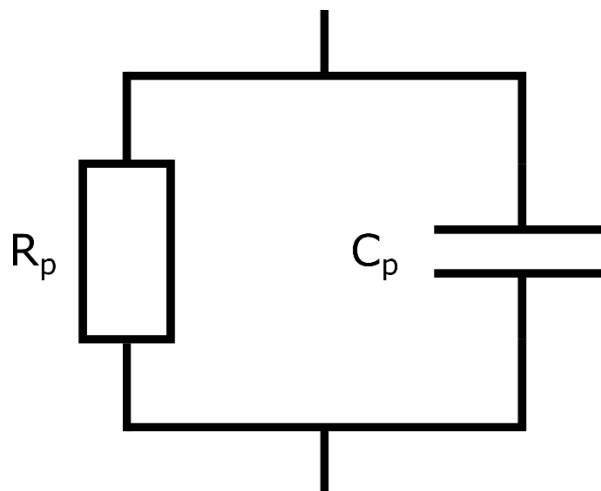


Figure 5-17 : modèle électrique équivalent d'un condensateur.

Dans la configuration décrite, C_p est donc équivalent à C . Il est ainsi possible de décrire C_p comme un polynôme de degré 2 comme indiqué dans le chapitre 3 par (3-14).

$$C_p = C_0 + \alpha P + \beta P^2 \quad (5-5)$$

Où C_0 , α et β sont des constantes données par :

$$C_0 = C_{v,0} + C_s \quad (5-6)$$

$$\alpha = C_{v,0} \frac{S_m}{w_{gap}} \quad (5-7)$$

$$\beta = C_{v,0} \left(\frac{S_m}{w_{gap}} \right)^2 \quad (5-8)$$

On remarque alors qu'on a :

$$\frac{\alpha^2}{\beta} = C_{v,0} \quad (5-9)$$

Il est donc possible de caractériser complètement le capteur en mesurant conjointement sa réponse électrique et sa réponse mécanique.

Trois nouvelles puces ont été testées mécaniquement avant l'étape d'assemblage grâce au banc de gonflement selon le protocole détaillé dans le chapitre 4. Ensuite, les puces ont été décollées du banc de test et ont été assemblées sur PCB par film de résine sec. Les sensibilités mécaniques obtenues pour ces membranes sont données dans le Tableau 5-3. La valeur moyenne de S_m a été évaluée à $3,4E-5 \mu\text{m}/\text{Pa}$ et l'écart-type à $2,27E-6 \mu\text{m}/\text{Pa}$.

Tableau 5-3 : mesures mécaniques pour trois membranes identiques

Puce	Epaisseur minimale en μm	$S_{m,exp}$ en $\mu\text{m}/\text{Pa}$	$S_{m,Roark}$ en $\mu\text{m}/\text{Pa}$	$S_{m,FEA}$ en $\mu\text{m}/\text{Pa}$
A	17.3	3.2E-5	2.4E-4	3.66E-5
B	17	2.6E-5	2.6E-4	3.78E-5
C	18.2	2.7E-5	2.1E-4	3.32E-5

Une courbe typique est donnée en Figure 5-18. Comme exprimé en (5-5), C_p peut être approximée par un polynôme de degré deux.

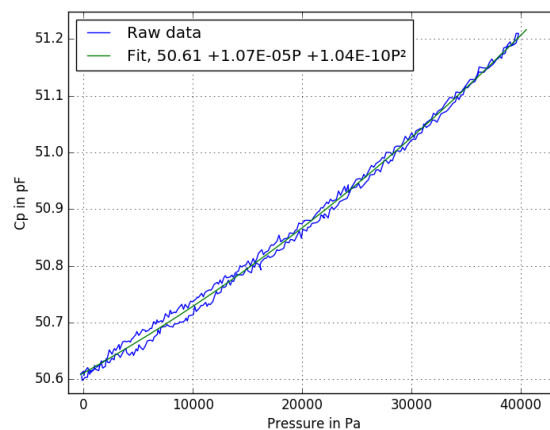


Figure 5-18 : courbe capacitive typique obtenue.

Les valeurs extraites des résultats capacitifs sont données dans le Tableau 5-4.

Tableau 5-4 : mesures électriques

Puce	C_0 en pF	α en pF/Pa	β en (pF/Pa) ²	w_{gap} en μm	$C_{0,v}$ en pF (5-8)	$C_{0,v}$ en pF (5-9)
A	48,3	5,1E-6	2,1E-11	7,8	1,08	1,24
B	46,6	6,2E-6	3,0E-11	6,7	1,27	1,28
C	50,7	1,1E-5	1,1E-10	5,1	1,66	1,1

Un α moyen a été évalué à 0.978 fF/mmHg. S_c dépend de la pression et vaut entre 0,8 fF/mmHg à 0 Pa et 1,21 fF/mmHg à 40000 Pa en moyenne. La meilleure valeur de α vaut 1,44 fF/mmHg et a été obtenue pour le capteur C, qui possède l'espace inter-électrode le plus faible.

L'espace inter-électrode est évalué à 6,5 μm en moyenne, ce qui est extrêmement proche de la valeur attendue de 5 μm . $C_{0,v}$ est bien négligeable par rapport à C_s . Sa contribution est en effet évaluée à 2,8 % de la capacité totale. Une erreur relative de 9,7 % est obtenue en moyenne sur l'estimation de $C_{0,v}$ par la méthode utilisant (5-8) et celle utilisant (5-9). Cela montre la cohérence entre les résultats mécaniques et électriques.

Enfin, un essai de test par gonflement a été effectué sur une nouvelle membrane issue du même wafer que membranes utilisées pour les essais précédents et ayant vu le même procédé d'assemblage. Une pression atteignant 1,6 bar a été appliquée. La caractéristique obtenue semble plutôt bien être interpolée par un polynôme de degré deux ($R^2 = 0,998$) d'équation : $C_p = 40,57 + 2,93E-6 P + 3,31E-11 P^2$. Cela montre dans un premier temps que l'empilement a tenu la pression appliquée et que la caractéristique varie très peu au cours du cycle de pression appliquée, démontrant la stabilité du capteur réalisé.

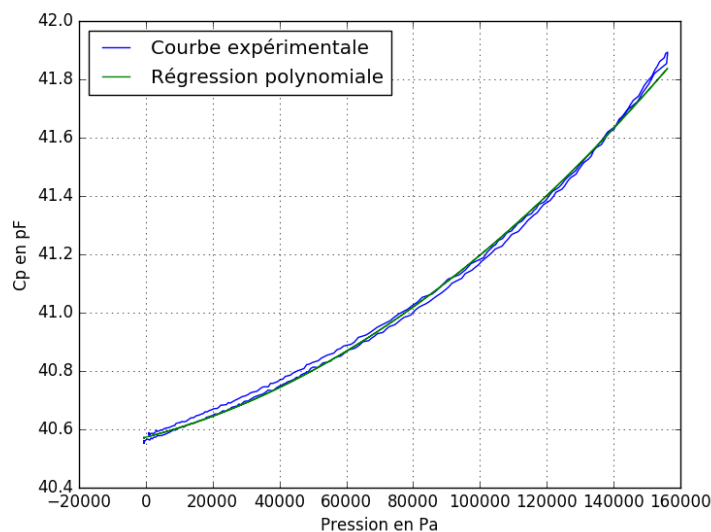


Figure 5-19 : courbe expérimentale d'un test par gonflement allant jusqu'à 1,6 bar. La courbe est interpolée par un polynôme de degré deux.

5.4.2 Mesure de pression au niveau de la carotide

Le prototype capacitif sur un PCB a été utilisé pour mesurer un signal physiologique comme illustré sur la Figure 5-20, gauche. Une puce titane PCB a été maintenue contre la peau au niveau de la carotide.

Le signal physiologique recueilli a la même forme que celui attendu pour un signal au niveau de la carotide, comme le montre la Figure 5-20. Il est notamment possible de distinguer deux pics correspondant à la « percussion wave » (P1) et à la « tidal wave » (P2) [183] et cela malgré une fréquence d'échantillonnage non optimisée. Par ailleurs, il a été possible avec ce circuit de faire ressortir le signal en sortie du comparateur pour déclencher l'allumage d'une diode électroluminescente à chaque battement cardiaque.

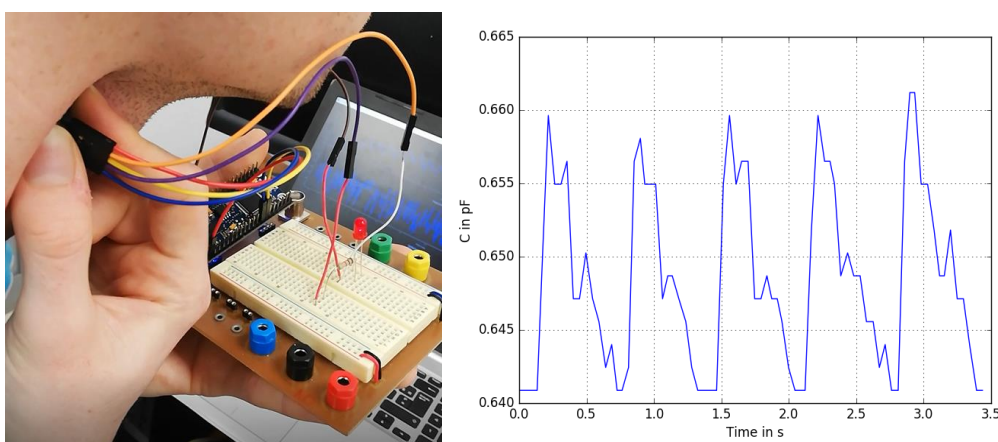


Figure 5-20 : à gauche, photographie de la mesure de pression au niveau de la carotide par simple pression. À droite, 5 battements cardiaques obtenus lors de l'acquisition à l'aide du capteur de pression en titane. Un seuil flottant a été défini permettant d'allumer la diode électroluminescente par intermittence au rythme du pouls.

5.5 Conclusion

Dans ce chapitre, différentes approches de prototypage ont été envisagées pour définir un condensateur variable avec une membrane titane avec pilier et un espace inter-électrode connu.

Une première approche consiste à assembler une membrane en titane avec pilier à une puce en verre. Cette puce en verre comporte deux vias métalliques qui permettent de connecter électriquement le capteur à son circuit d'interface. Une présentation des principales techniques permettant de réaliser des vias dans le verre a été donnée. Cette approche nécessite la réalisation de trous traversants avec des dimensions répétables dans le verre. Cette technologie nécessite des développements à mener dans une future étude. Une approche alternative a été considérée et consiste également à assembler une puce titane et une puce en verre. Cette fois, le verre est légèrement gravé. Un dépôt métallique est effectué en fond de gravure pour définir une piste métallique qui permet de reprendre le contact électrique. Deux types de verre ont été

sélectionnés pour leur coefficient de dilatation thermique proche de celui du titane. De premiers essais de gravure humide ont été menés et montrent un bon contrôle de la profondeur de gravure.

Une seconde approche consiste à assembler deux puces titane entre elles à l'aide d'un film sec de résine, qui se comporte comme un isolant. Une puce de membrane avec pilier central est assemblée à une puce titane qui comporte un pilier en protrusion. Les prototypes assemblés ont par la suite été caractérisés électriquement.

Un circuit d'acquisition basse-consommation a été développé. Il comporte un convertisseur capacitif digital commercial, dont la résolution minimale peut atteindre 1 fF. Ce circuit fixe donc les attentes sur la sensibilité du capteur, car pour atteindre une résolution de 1 mmHg comme annoncé dans le chapitre 1, une sensibilité du capteur de 1 fF/mmHg est nécessaire.

Le prototypage avec assemblage de puces Ti/Ti a permis d'obtenir de premiers résultats électriques. Trois capteurs ont été réalisés et caractérisés grâce à un test par gonflement. Les courbes de capacité en fonction de la pression montrent un profil quadratique qui correspond au modèle électrique analytique développé dans le chapitre 3. La sensibilité des capteurs réalisés vaut en moyenne 0,8 fF/mmHg pour 0 Pa et 1,2 fF/mmHg pour 40000 Pa et pour un espace inter-électrode moyen de 6,5 μm . Ces valeurs de sensibilité sont très proches de l'objectif de 1 fF/mmHg attendu et fixé par le circuit d'acquisition. Ces résultats démontrent que la sensibilité visée peut être obtenue par un microcapteur à transduction capacitive dont la partie mécanique active est réalisée à base de titane massif.

Enfin, une dernière approche a consisté à assembler une puce titane à un circuit imprimé. Ce prototypage permet d'obtenir une très grande proximité entre le circuit d'interface et le transducteur capacitif. Il permet également de réduire considérablement la capacité nominale du microcapteur. En l'état, il est non fonctionnel pour l'industrie implantable, car l'espace inter-électrode n'est pas bien contrôlé et l'assemblage n'est pas compatible avec la technique de soudure de la puce titane du capteur avec le boîtier titane de l'implant. Ce prototypage a été utilisé afin de réaliser une mesure physiologique d'un signal de pression en plaçant le capteur contre la peau au niveau de la carotide. Le signal recueilli est conforme à celui attendu pour un tel signal de pression. Il s'agit donc à notre connaissance de la première mesure de pression physiologique effectuée à l'aide d'un transducteur microfabriqué à partir de titane massif.

Conclusion générale et perspectives

Conclusion

Cette thèse étudie un microcapteur de pression implantable destinée à une mesure chronique de longue durée. L'étude couvre différentes phases de développement du microcapteur. Sa conception, sa fabrication et ses premières caractérisations ont notamment été exposées.

La présentation du contexte général dans lequel s'inscrit ce projet a permis de mettre en évidence l'avantage d'une solution technologique à base de titane massif pour un tel capteur. Un design de capteur de pression de type capacitif est présenté et se différencie de l'état de l'art par le choix de matériau du microtransducteur. Alors que certaines solutions proposent des transducteurs pour la plupart à base de polymères, l'utilisation d'un transducteur en métal permet de s'affranchir de certaines problématiques liées à l'utilisation de matériaux de type polymères comme la tendance à absorber l'humidité ou leur tendance à subir des dérives du fait de l'adsorption de matériel biologique à leur surface, phénomène encore appelé encrassement biologique. Le choix du titane permet de s'assurer de façon intrinsèque de la biocompatibilité du capteur. Enfin, l'approche capacitive s'affranchit de l'utilisation d'éléments piézorésistifs dont les caractéristiques dépendent très fortement de la température et sont également sujets à dérive. Le capteur de pression capacitif en titane est une alternative prometteuse. Elle permet d'éviter l'utilisation d'une étape d'encapsulation coûteuse, qui peut également dégrader les performances du capteur.

Ce manuscrit présente une première étude analytique couplée à une analyse par éléments finis qui a permis de dimensionner le capteur. La réalisation effective des membranes implique un ensemble d'étapes de microfabrication qui constitue une véritable nouveauté dans le domaine, comme une étape de micromoulage sur titane ou une étape de gravure profonde du titane. Des membranes d'épaisseur voisine de 7 μm et de 2,5 mm de diamètre ont ainsi été fabriquées. Deux types de membrane ont été étudiés mécaniquement, l'une avec pilier centrale et l'autre sans pilier. Les membranes présentent un fond de gravure de profil elliptique. Leurs dimensions exactes et leur sensibilité mécanique ont été mesurées, ce qui a permis d'améliorer les prédictions théoriques données par les modèles mécanique en tenant compte de leur topologie réelle. Les essais montrent des caractéristiques mécaniques très répétables. Il est possible d'appliquer une pression très élevée, jusqu'à 17 bar sur les membranes sans que celles-ci ne se cassent, garantissant ainsi une excellente robustesse mécanique. Le régime de fonctionnement des membranes est élastique, ce qui permet de minimiser leur sollicitation.

Différents assemblages ont été étudiés afin de réaliser cette preuve de concept. Une

Conclusion générale et perspectives

solution de scellement provisoire à l'échelle de la puce a permis d'effectuer un ensemble de vérifications et de caractérisations. Un autre assemblage Ti/verre de type thermocompression a été développé pour étudier une solution de scellement hermétique et étanche.

L'étude du capteur de pression montre une sensibilité proche de 1 fF/mmHg pour un espace inter-électrodes d'environ 5 μm . Cette valeur de sensibilité est voisine de celle des capteurs de pression identifiés dans la littérature pour ce type d'application. Le capteur de pression tient par ailleurs une surpression d'au moins 1,6 bar sans rompre, valeur de pression maximale testée. Ces éléments indiquent que le capteur est fonctionnel et pourrait être utilisé pour la mesure de pression dans le corps humain moyennant quelques ajustements. A ce stade de développement, le niveau de maturité technologique du capteur de pression est estimé à 4 et 6 selon les différentes briques technologiques réalisées.

Pour résumer, cette thèse a permis d'atteindre les objectifs suivants :

- Un design de capteur de pression capacitif en titane a été étudié pour le domaine implantable.
- Deux types de membranes ont été fabriqués et étudiés sur le plan mécanique.
- Un capteur de pression a été assemblé et a montré des résultats prometteurs permettant un usage dans le domaine implantable.

Perspectives

Différents résultats théoriques et expérimentaux ont été présentés dans cette thèse. Ces résultats soulèvent de nouvelles questions scientifiques et ouvrent la voie vers de nouvelles perspectives d'études plus ou moins ambitieuses et en rapport plus ou moins lointain avec la continuité du travail initié.

Le but ultime de cette thèse était de concevoir un capteur de pression pour une implantation à long terme. Un certain nombre de problématiques liés à l'implantation à long terme n'ont pas du tout, ou n'ont été que partiellement étudiées.

Etude de fiabilité du capteur

L'un des besoins les plus clairement identifiés dans le domaine de l'implantable est de garantir la fiabilité des dispositifs sur une période très longue. Ceci implique des études de fiabilité mécanique et électrique de tous les composants implantés.

Sur le plan mécanique, une étude approfondie du transducteur est requise. Les gammes de pression des différents régimes mécaniques des membranes doivent être identifiées plus finement. De nouveaux modèles permettant de représenter les modifications plastiques des membranes permettraient de mener des études complémentaires pour garantir la gamme de fonctionnement en pression du capteur.

Conclusion générale et perspectives

La technique de vibrométrie a mis en évidence l'existence de contraintes au sein des membranes sans pilier, mais la technique s'est révélée imprécise pour investiguer la présence de contraintes au sein des puces avec pilier. Des approfondissements doivent être poursuivis en étudiant les régimes plastiques à l'aide de tests par gonflement, plus adaptés pour ce type d'étude.

Certaines puces ont démontré leur résistance à une pression de 17 bar, tout en gardant des traces de déformation irréversibles. Ces résultats sont très prometteurs du point de vue robustesse mais ils devront également être transposés pour le capteur complet une fois assemblé.

A ce stade, seules des études quasi-statiques et sur quelques cycles ont été réalisées, mais l'usage en conditions réelles implique une utilisation sur une centaine de millions de cycles sur l'ensemble de la vie du capteur. Un autre point à adresser consistera donc à étudier la fatigue mécanique des membranes et du capteur. Des premières étapes ont déjà été réalisées en ce sens. Un banc de fatigue a notamment été conçu et assemblé au cours de cette thèse. Il est prévu de l'utiliser à très court terme pour évaluer le vieillissement mécanique des membranes en titane. Une photographie du banc de test de fatigue assemblé est donnée en Figure 0-1. Le système se compose d'un pot vibrant permettant de générer une pression variable à fréquence élevée au sein d'une cavité remplie d'un fluide incompressible. Lors de l'application de la pression, une tête laser placée sur une table motorisée va permettre de mesurer individuellement la déflexion de chacune des puces, ce qui permettra de suivre l'évolution de la raideur des membranes au cours du temps. En parallèle, la pression est mesurée à l'aide d'un capteur de référence. Le système permet d'appliquer la même pression sur 9 puces en parallèle. Ce banc de test pourrait à terme être utilisé pour étudier le comportement électrique des capteurs de pression complètement assemblés.



Figure 0-1 : le banc de fatigue assemblé.

Optimisation de l'assemblage

Les premières étapes d'un assemblage Ti/verre ont été présentées. L'assemblage final d'un prototype Ti/verre avec une solution de scellement permanent doit encore être développé. La suite du développement du procédé d'assemblage par thermocompression Ti/verre implique de nouveaux essais avec deux substrats Ti et verre structurés. L'impact de la gravure sur les propriétés des puces pourrait avoir des conséquences sur la qualité du scellement si la planéité ou la rugosité des puces s'étaient altérées après la gravure. Ce développement permettrait la réalisation d'un capteur de pression implantable fonctionnel.

De façon similaire, le design final proposé inclut une étape de scellement Ti/Ti entre une puce de Ti membrane et une puce Ti avec une traversée électrique en vis-à-vis. La démonstration d'une soudure entre deux puces rugueuses de Ti a été effectuée. La réalisation d'une puce traversée et l'assemblage de la puce Ti membrane avec une puce Ti de type traversée nécessitent une étude approfondie, car elles soulèvent les mêmes problématiques de soudure qu'avec des matériaux structurés, avec un degré de contrôle inférieur sur la qualité des substrats.

La technique de scellement collectif à l'échelle du substrat a fourni de premiers résultats intéressants montrant le scellement partiel de puces en périphérie de wafer. Le support de la machine a été identifié comme étant la principale cause d'absence de soudure au centre du substrat. Pour autant, avec un support adapté, l'approche de

Conclusion générale et perspectives

scellement à l'échelle du substrat reste une voie prometteuse et tout indiquée pour répondre à une exigence de travail de fabrication collective compatible avec une industrialisation du produit. Cette voie mérite donc une attention particulière et fera l'objet de développements futurs.

En parallèle à l'approche d'assemblage à l'échelle du substrat, une étude de flip chip a été initiée. Celle-ci n'a pour le moment pas donné de résultats satisfaisants car certaines des conditions de soudure sont différentes de celle utilisée dans le bâti de soudure de substrat. Cette approche demeure très intéressante pour effectuer du prototypage rapide à l'échelle de la puce.

Après avoir validé l'assemblage par thermocompression sur des surfaces structurées, les comportements en température et en humidité du capteur devront être étudiés. Enfin, les spécifications du capteur après intégration au boîtier en titane devront être mesurées, d'abord de façon *in vitro*, puis *in vivo* chez l'animal dans des conditions d'essais semblables à l'Homme.

Améliorations du design

Les prototypes actuels ont permis de démontrer la faisabilité d'un capteur de pression avec un transducteur en titane sur un design simple et robuste. Différents axes d'amélioration concernant le design actuel sont donc envisageables. Certaines des optimisations liées au design permettraient à terme de réduire la taille et/ou d'augmenter la sensibilité du capteur.

Des optimisations concernant les étapes de fabrication en vue de réduire l'espacement inter-électrode tout en conservant une bonne répétabilité conduiraient à une augmentation significative de la sensibilité. Le fait de réduire cet espacement d'un facteur 2 permettrait de multiplier la sensibilité par un facteur supérieur à 4. Cette réduction d'espacement rendrait la réponse du capteur non-linéaire, ce qui serait malgré tout acceptable pour l'application. En effet, une calibration initiale du capteur permettrait de remonter précisément la pression malgré la non-linéarité de sa réponse. Les phénomènes de pull-in devraient alors être davantage analysés.

Une étude plus fine sur la réduction de l'épaisseur des membranes permettrait d'obtenir des déflexions plus importantes, mais pourrait par la même occasion entraîner des problèmes de fatigue plus importants sur le long terme.

Le pilier constitue pour le moment un volume mort dans le design retenu. Adapter sa forme en le microstructurant à l'instar des designs interdigités permettrait de maximiser la surface en regard des électrodes et par conséquent la sensibilité du capteur.

Exploration pour d'autres domaines

Le transducteur à base de membranes en titane, initialement conçus pour développer une solution compatible avec l'implantable, pourrait également être transposé pour d'autres domaines ou secteurs. Certains secteurs comme la chimie ou le militaire nécessitent l'utilisation d'un matériau résistant comme le titane. Ses caractéristiques physiques et chimiques lui permettent de résister à un environnement hostile, contrairement à d'autres solutions technologiques. Ces membranes pourraient par exemple servir de microvalves pour la manipulation fluide de produits corrosifs ou pour des applications militaires nécessitant l'usage d'un matériau rigide et léger comme au sein des drones.

L'étude de membranes avec des géométries diverses et d'autres facteurs de forme pourraient à terme permettre d'adapter le design à d'autres applications implantables et divers domaines.

Références

- [1] M. Gad-el-Hak, Ed., *The MEMS handbook*. Boca Raton, FL: CRC Press, 2002.
- [2] “Site internet Frost & Sullivan,” Frost and Sullivan. [Online]. Available: <https://ww2.frost.com/frost-perspectives/opportunity-analysis-for-mems-sensors/>
- [3] P. Song *et al.*, “Recent Progress of Miniature MEMS Pressure Sensors,” *Micromachines*, vol. 11, no. 1, p. 56, Jan. 2020, doi: 10.3390/mi11010056.
- [4] “Site internet HBM.” Accessed: Mar. 08, 2021. [Online]. Available: <https://www.hbm.com/fr/7646/definition-dun-capteur-de-pression-comment-ca-marche/>
- [5] OJ L 169,12.7, “Council Directive 93/42/EEC of 14 June 1993 concerning medical devices,” 1993.
- [6] OJ L 189, 20.7, “Council Directive 90/385/EEC of 20 June 1990 on the approximation of the laws of the Member States relating to active implantable medical devices,” 1998.
- [7] “Site internet SG Analytics.” Accessed: Feb. 18, 2021. [Online]. Available: us.sganalytics.com
- [8] Gabriel Gachelin, “POISEUILLE Jean Léonard Marie - (1797-1869),” *Encyclopædia Universalis [en ligne]*. Accessed: Oct. 01, 2020. [Online]. Available: <https://www.universalis.fr/encyclopedie/jean-leonard-marie-poiseuille/>
- [9] L. Yu, B. Kim, and E. Meng, “Chronically Implanted Pressure Sensors: Challenges and State of the Field,” *Sensors*, vol. 14, no. 11, pp. 20620–20644, Oct. 2014, doi: 10.3390/s141120620.
- [10] S. Poeggel, D. Tosi, D. Duraibabu, G. Leen, D. McGrath, and E. Lewis, “Optical Fibre Pressure Sensors in Medical Applications,” *Sensors*, vol. 15, no. 7, pp. 17115–17148, Jul. 2015, doi: 10.3390/s150717115.
- [11] M. Harary, R. G. Dolmans, and W. Gormley, “Intracranial Pressure Monitoring—Review and Avenues for Development,” *Sensors*, vol. 18, no. 2, p. 465, Feb. 2018, doi: 10.3390/s18020465.
- [12] “Site internet du CHU de Lyon,” 2017. Accessed: Dec. 07, 2020. [Online]. Available: <https://www.chu-lyon.fr/fr/hydrocephalie-chronique-et-autres-pathologies-chroniques-du-liquide-cerebro-spinal>
- [13] P. H. Raboel, J. Bartek, M. Andresen, B. M. Bellander, and B. Romner, “Intracranial Pressure Monitoring: Invasive versus Non-Invasive Methods—A Review,” *Critical Care Research and Practice*, vol. 2012, pp. 1–14, 2012, doi: 10.1155/2012/950393.
- [14] Y. Honjol *et al.*, “Current view and prospect: Implantable pressure sensors for health and surgical care,” *Med Devices Sens*, vol. 3, no. 3, Jun. 2020, doi: 10.1002/mds3.10068.
- [15] M. Abraham and V. Singhal, “Intracranial pressure monitoring,” *Journal of Neuroanaesthesiology and Critical Care*, vol. 02, no. 03, pp. 193–203, Dec. 2015, doi: 10.4103/2348-0548.165039.
- [16] Dixon Pok Chung Leung, “Implantable Pressure Sensors for Chronic Monitoring,” University of Auckland, New-Zealand, 2019.
- [17] H. M. Fernandes, K. Bingham, I. R. Chambers, and A. D. Mendelow, “Clinical Evaluation of the Codman Microsensor Intracranial Pressure Monitoring System,” in *Intracranial Pressure and Neuromonitoring in Brain Injury*, A. Marmarou, R. Bullock, C. Avezaat, A. Baethmann, D. Becker, M. Brock, J. Hoff, H. Nagai, H.-J. Reulen, and G. Teasdale, Eds. Vienna: Springer Vienna, 1998, pp. 44–46. doi: 10.1007/978-3-7091-6475-4_14.
- [18] N. N. Algarra and M. J. Souter, “Intracranial Pressure and SvjO₂,” in *Monitoring Technologies in Acute Care Environments*, J. M. Ehrenfeld and M. Cannesson, Eds. New York, NY: Springer New York, 2014, pp. 247–253. doi: 10.1007/978-1-4614-8557-5_29.

Références

- [19] Y. Kim, S. Roy, G.-Y. Jung, J.-S. Oh, and G.-W. Kim, “Dual Optical Signal-based Intraocular Pressure-sensing Principle Using Pressure-sensitive Mechanoluminescent ZnS:Cu/PDMS Soft Composite,” *Scientific Reports*, vol. 9, no. 1, Dec. 2019, doi: 10.1038/s41598-019-51771-z.
- [20] R. L. Stamper, “A History of Intraocular Pressure and Its Measurement:,” *Optometry and Vision Science*, vol. 88, no. 1, pp. E16–E28, Jan. 2011, doi: 10.1097/OPX.0b013e318205a4e7.
- [21] G. E. Dunbar, B. Shen, and A. Aref, “The Sensimed Triggerfish contact lens sensor: efficacy, safety, and patient perspectives,” *OPHTH*, vol. Volume 11, pp. 875–882, May 2017, doi: 10.2147/OPHTH.S109708.
- [22] Aubrey Michael Shapero, “Long term Implantable Pressure Sensors,” California Institute of Technology, 2019.
- [23] P. Enders *et al.*, “Telemetric Intraocular Pressure Monitoring after Boston Keratoprosthesis Surgery Using the Eyemate-IO Sensor: Dynamics in the First Year,” *American Journal of Ophthalmology*, vol. 206, pp. 256–263, Oct. 2019, doi: 10.1016/j.ajo.2019.02.025.
- [24] M. N. Dakurah, C. Koo, W. Choi, and Y.-H. Joung, “Implantable Bladder Sensors: A Methodological Review,” *International Neurourology Journal*, vol. 19, no. 3, pp. 133–141, Sep. 2015, doi: 10.5213/inj.2015.19.3.133.
- [25] “Site d’information concernant la santé du gouvernement Australien.” Accessed: Feb. 18, 2021. [Online]. Available: <https://www.healthdirect.gov.au/surgery/flexible-cystoscopy-male>
- [26] R. S. Vasan *et al.*, “Impact of High-Normal Blood Pressure on the Risk of Cardiovascular Disease,” *N Engl J Med*, vol. 345, no. 18, pp. 1291–1297, Nov. 2001, doi: 10.1056/NEJMoa003417.
- [27] J. C. Yao *et al.*, “Everolimus for the treatment of advanced, non-functional neuroendocrine tumours of the lung or gastrointestinal tract (RADIANT-4): a randomised, placebo-controlled, phase 3 study,” *The Lancet*, vol. 387, no. 10022, pp. 968–977, Mar. 2016, doi: 10.1016/S0140-6736(15)00817-X.
- [28] W. T. Abraham and L. Perl, “Implantable Hemodynamic Monitoring for Heart Failure Patients,” *Journal of the American College of Cardiology*, vol. 70, no. 3, pp. 389–398, Jul. 2017, doi: 10.1016/j.jacc.2017.05.052.
- [29] J. A. Potkay, “Long term, implantable blood pressure monitoring systems,” *Biomedical Microdevices*, vol. 10, no. 3, pp. 379–392, Jun. 2008, doi: 10.1007/s10544-007-9146-3.
- [30] A. Haeberlin *et al.*, “Successful pacing using a batteryless sunlight-powered pacemaker,” *EP Europace*, vol. 16, no. 10, pp. 1534–1539, Oct. 2014, doi: 10.1093/europace/euu127.
- [31] Bogdan Vysotskyi, “Electrostatic MEMS vibrational energy harvester with large bandwidth for biomedical applications,” *Micro and nanotechnologies/Microelectronics*, Université Paris-Saclay, 2018. [Online]. Available: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01968067>
- [32] W. Murphy, J. Black, and G. Hastings, Eds., *Handbook of Biomaterial Properties*. New York, NY: Springer New York, 2016. doi: 10.1007/978-1-4939-3305-1.
- [33] Dominika A. Gastol, “Microfabrication processing of titanium for biomedical devices with reduced impact on the environment,” Cranfield University. [Online]. Available: <https://dspace.lib.cranfield.ac.uk/handle/1826/11571>
- [34] Jorge Mario herrera Morales, “Evaluating biocompatible barrier films as encapsulants of medical micro devices,” Université Grenoble Alpes, 2015.
- [35] B. Jacobson and L. Nordberg, “Endoradiosondes for Pressure Telemetry,” *IRE Transactions on Bio-Medical Electronics*, vol. 8, no. 3, pp. 192–196, 1961, doi:

- 10.1109/TBMEL.1961.4322898.
- [36] B. Jacobson, “Endoradiosonde techniques—A survey,” *Med. Electron. Biol. Engng*, vol. 1, no. 2, pp. 165–180, Apr. 1963, doi: 10.1007/BF02475885.
- [37] J. R. Atkinson, D. B. Shurtleff, and E. L. Foltz, “Radio Telemetry for the Measurement of Intracranial Pressure,” *Journal of Neurosurgery*, vol. 27, no. 5, pp. 428–432, Nov. 1967, doi: 10.3171/jns.1967.27.5.0428.
- [38] S. A. Jacobson and A. B. Rothballer, “Prolonged Measurement of Experimental Intracranial Pressure Using a Subminiature Absolute Pressure Transducer,” *Journal of Neurosurgery*, vol. 26, no. 6, pp. 603–608, Jun. 1967, doi: 10.3171/jns.1967.26.6.0603.
- [39] E. R. Olsen, C. C. Collins, W. F. Loughborough, V. Richards, J. E. Adams, and D. W. Pinto, “Intracranial pressure measurement with a miniature passive implanted pressure transducer,” *The American Journal of Surgery*, vol. 113, no. 6, pp. 727–729, Jun. 1967, doi: 10.1016/0002-9610(67)90334-0.
- [40] K. Shulman and A. Marmarou, “Analysis of Intracranial Pressure in Hydrocephalus,” *Developmental Medicine & Child Neurology*, vol. 10, pp. 11–16, Nov. 2008, doi: 10.1111/j.1469-8749.1968.tb04841.x.
- [41] Po-Jui Chen, D. C. Rodger, S. Saati, M. S. Humayun, and Yu-Chong Tai, “Microfabricated Implantable Parylene-Based Wireless Passive Intraocular Pressure Sensors,” *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol. 17, no. 6, pp. 1342–1351, Dec. 2008, doi: 10.1109/JMEMS.2008.2004945.
- [42] H. J. Yoon, J. M. Jung, J. S. Jeong, and S. S. Yang, “Micro devices for a cerebrospinal fluid (CSF) shunt system,” *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 110, no. 1–3, pp. 68–76, Feb. 2004, doi: 10.1016/j.sna.2003.10.047.
- [43] A. D. DeHennis and K. D. Wise, “A Fully Integrated Multisite Pressure Sensor for Wireless Arterial Flow Characterization,” *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 15, no. 3, pp. 678–685, Jun. 2006, doi: 10.1109/JMEMS.2006.876668.
- [44] G. Koley, J. Liu, Md. W. Nomani, M. Yim, X. Wen, and T.-Y. Hsia, “Miniaturized implantable pressure and oxygen sensors based on polydimethylsiloxane thin films,” *Materials Science and Engineering: C*, vol. 29, no. 3, pp. 685–690, Apr. 2009, doi: 10.1016/j.msec.2008.12.016.
- [45] Jongchan Kim, Hoyoung Lee, Soondo Cha, and Bumkyoo Choi, “Fabrication and evaluation of implantable pressure sensor using strain gauge,” in *The 5th 2012 Biomedical Engineering International Conference*, Muang, Ubon Ratchathani, Thailand, Dec. 2012, pp. 1–4. doi: 10.1109/BMEiCon.2012.6465487.
- [46] S. Poeggel, D. Tosi, G. Leen, and E. Lewis, “Fiber optic extrinsic FPI/FBG sensor for temperature-compensated pressure measurement in medical applications,” Krakow, Poland, May 2013, p. 87940J. doi: 10.1117/12.2025483.
- [47] A. Kim, C. R. Powell, and B. Ziaie, “An Implantable Pressure Sensing System With Electromechanical Interrogation Scheme,” *IEEE Trans. Biomed. Eng.*, vol. 61, no. 7, pp. 2209–2217, Jul. 2014, doi: 10.1109/TBME.2014.2318023.
- [48] Hin-Leung Chau and K. D. Wise, “An ultraminiature solid-state pressure sensor for a cardiovascular catheter,” *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 35, no. 12, pp. 2355–2362, Dec. 1988, doi: 10.1109/16.8814.
- [49] J. Ji, S. T. Cho, Y. Zhang, K. Najafi, and K. D. Wise, “An ultraminiature CMOS pressure sensor for a multiplexed cardiovascular catheter,” *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 39, no. 10, pp. 2260–2267, Oct. 1992, doi: 10.1109/16.158797.
- [50] C.-C. Chiang, C.-C. K. Lin, and M.-S. Ju, “An implantable capacitive pressure sensor for biomedical applications,” *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 134, no. 2, pp. 382–388, Mar. 2007, doi: 10.1016/j.sna.2006.06.007.
- [51] J. Coosemans and R. Puers, “An autonomous bladder pressure monitoring system,”

- Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 123–124, pp. 155–161, Sep. 2005, doi: 10.1016/j.sna.2005.03.040.
- [52] E. Kalvesten, L. Smith, L. Tenerz, and G. Stemme, “The first surface micromachined pressure sensor for cardiovascular pressure measurements,” in *Proceedings MEMS 98. IEEE. Eleventh Annual International Workshop on Micro Electro Mechanical Systems. An Investigation of Micro Structures, Sensors, Actuators, Machines and Systems (Cat. No.98CH36176)*, Heidelberg, Germany, 1998, pp. 574–579. doi: 10.1109/MEMSYS.1998.659821.
- [53] S. Wille *et al.*, “Catheterless Long-Term Ambulatory Urodynamics Measurement Using a Novel Three-Device System,” *PLoS ONE*, vol. 9, no. 5, p. e96280, May 2014, doi: 10.1371/journal.pone.0096280.
- [54] E. Siwapornsathain, A. Lal, and J. Binard, “A telemetry and sensor platform for ambulatory urodynamics,” in *2nd Annual International IEEE-EMBS Special Topic Conference on Microtechnologies in Medicine and Biology. Proceedings (Cat. No.02EX578)*, Madison, WI, USA, 2002, pp. 283–287. doi: 10.1109/MMB.2002.1002331.
- [55] C.-C. Wang *et al.*, “A Mini-Invasive Long-Term Bladder Urine Pressure Measurement ASIC and System,” *IEEE Trans. Biomed. Circuits Syst.*, vol. 2, no. 1, pp. 44–49, Mar. 2008, doi: 10.1109/TBCAS.2008.921601.
- [56] I. Clausen, S. T. Moe, L. G. W. Tvedt, A. Vogl, and D. T. Wang, “A miniaturized pressure sensor with inherent biofouling protection designed for in vivo applications,” in *2011 Annual International Conference of the IEEE Engineering in Medicine and Biology Society*, Boston, MA, Aug. 2011, pp. 1880–1883. doi: 10.1109/IEMBS.2011.6090533.
- [57] M. Bakula, A. Soebadi, D. De Ridder, and R. Puers, “The Bladder Pill: Developments Toward Bladder Pressure Measurement in Awake Mini-pigs,” *Procedia Engineering*, vol. 168, pp. 193–196, 2016, doi: 10.1016/j.proeng.2016.11.215.
- [58] W. S. Lee, A. Kim, B. Ziaie, V. Raghunathan, and C. R. Powell, “UP-link: An ultra-low power implantable wireless system for long-term ambulatory urodynamics,” in *2014 IEEE Biomedical Circuits and Systems Conference (BioCAS) Proceedings*, Lausanne, Switzerland, Oct. 2014, pp. 384–387. doi: 10.1109/BioCAS.2014.6981743.
- [59] J. Melgaard and N. J. M. Rijkhoff, “Detecting the Onset of Urinary Bladder Contractions Using an Implantable Pressure Sensor,” *IEEE Trans. Neural Syst. Rehabil. Eng.*, vol. 19, no. 6, pp. 700–708, Dec. 2011, doi: 10.1109/TNSRE.2011.2171368.
- [60] R. Tan *et al.*, “Development of a fully implantable wireless pressure monitoring system,” *Biomed Microdevices*, vol. 11, no. 1, pp. 259–264, Feb. 2009, doi: 10.1007/s10544-008-9232-1.
- [61] K. Takayama, M. Takei, T. Soejima, and J. Kumazawa, “Continuous Monitoring of Bladder Pressure in Dogs in a Completely Physiological State,” *British Journal of Urology*, vol. 60, no. 5, pp. 428–432, Nov. 1987, doi: 10.1111/j.1464-410X.1987.tb05008.x.
- [62] J. N. Weaver, J. C. Alspaugh, and B. Behkam, “Toward a minimally invasive bladder pressure monitoring system: Model bladder for in vitro testing,” in *2010 3rd IEEE RAS & EMBS International Conference on Biomedical Robotics and Biomechatronics*, Tokyo, Japan, Sep. 2010, pp. 638–643. doi: 10.1109/BIOROB.2010.5625981.
- [63] C. C. Collins, “Miniature Passive Pressure Transensor for Implanting in the Eye,” *IEEE Trans. Biomed. Eng.*, vol. BME-14, no. 2, pp. 74–83, Apr. 1967, doi: 10.1109/TBME.1967.4502474.
- [64] A. Koutsonas, P. Walter, G. Roessler, and N. Plange, “Implantation of a Novel Telemetric Intraocular Pressure Sensor in Patients With Glaucoma (ARGOS Study): 1-Year Results,” *Investigative Ophthalmology & Visual Science*, vol. 56, no. 2, pp. 1063–1069, Feb. 2015, doi: 10.1167/iovs.14-14925.
- [65] C.-I. Jang *et al.*, “Effects of inner materials on the sensitivity and phase depth of wireless

- inductive pressure sensors for monitoring intraocular pressure,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 108, no. 10, p. 103701, Mar. 2016, doi: 10.1063/1.4943136.
- [66] N. Xue, S.-P. Chang, and J.-B. Lee, “A SU-8-Based Microfabricated Implantable Inductively Coupled Passive RF Wireless Intraocular Pressure Sensor,” *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 21, no. 6, pp. 1338–1346, Dec. 2012, doi: 10.1109/JMEMS.2012.2206072.
- [67] L. Rosengren, P. Rangsten, Y. Bäcklund, B. Hök, B. Svedbergh, and G. Selén, “A system for passive implantable pressure sensors,” *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 43, no. 1–3, pp. 55–58, May 1994, doi: 10.1016/0924-4247(93)00664-P.
- [68] H. Cao, “Intraocular pressure (IOP) passive sensor modeling, design, fabrication and measurement,” 2008.
- [69] J. Park, J.-K. Kim, S. Patil, J.-K. Park, S. Park, and D.-W. Lee, “A Wireless Pressure Sensor Integrated with a Biodegradable Polymer Stent for Biomedical Applications,” *Sensors*, vol. 16, no. 6, p. 809, Jun. 2016, doi: 10.3390/s16060809.
- [70] L. Y. Chen *et al.*, “Continuous wireless pressure monitoring and mapping with ultra-small passive sensors for health monitoring and critical care,” *Nature Communications*, vol. 5, no. 1, Dec. 2014, doi: 10.1038/ncomms6028.
- [71] C. Li, P.-M. Wu, L. A. Shutter, and R. K. Narayan, “Dual-mode operation of flexible piezoelectric polymer diaphragm for intracranial pressure measurement,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 96, no. 5, p. 053502, Feb. 2010, doi: 10.1063/1.3299003.
- [72] B. Liang *et al.*, “A novel implantable saw sensor for blood pressure monitoring,” in *2011 16th International Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference*, Beijing, China, Jun. 2011, pp. 2184–2187. doi: 10.1109/TRANSDUCERS.2011.5969371.
- [73] O. H. Murphy *et al.*, “Continuous in vivo blood pressure measurements using a fully implantable wireless SAW sensor,” *Biomedical Microdevices*, vol. 15, no. 5, pp. 737–749, Oct. 2013, doi: 10.1007/s10544-013-9759-7.
- [74] L. Zou, C. McLeod, and M. R. Bahmanyar, “Wireless Interrogation of Implantable SAW Sensors,” *IEEE Trans. Biomed. Eng.*, vol. 67, no. 5, pp. 1409–1417, May 2020, doi: 10.1109/TBME.2019.2937224.
- [75] D. Calero, S. Paul, A. Gesing, F. Alves, and J. A. Cordioli, “A technical review and evaluation of implantable sensors for hearing devices,” *BioMedical Engineering OnLine*, vol. 17, no. 1, Dec. 2018, doi: 10.1186/s12938-018-0454-z.
- [76] S.-S. Je, T. Sharma, Y. Lee, B. Gill, and J. X. Zhang, “A thin-film piezoelectric PVDF-TrFE based implantable pressure sensor using lithographic patterning,” in *2011 IEEE 24th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems*, Cancun, Mexico, Jan. 2011, pp. 644–647. doi: 10.1109/MEMSYS.2011.5734507.
- [77] X. Cheng *et al.*, “Implantable and self-powered blood pressure monitoring based on a piezoelectric thinfilm: Simulated, in vitro and in vivo studies,” *Nano Energy*, vol. 22, pp. 453–460, Apr. 2016, doi: 10.1016/j.nanoen.2016.02.037.
- [78] Z. Liu *et al.*, “Transcatheter Self-Powered Ultrasensitive Endocardial Pressure Sensor,” *Adv. Funct. Mater.*, vol. 29, no. 3, p. 1807560, Jan. 2019, doi: 10.1002/adfm.201807560.
- [79] Y. Ma *et al.*, “Self-Powered, One-Stop, and Multifunctional Implantable Triboelectric Active Sensor for Real-Time Biomedical Monitoring,” *Nano Lett.*, vol. 16, no. 10, pp. 6042–6051, Oct. 2016, doi: 10.1021/acs.nanolett.6b01968.
- [80] J. O. Lee *et al.*, “A microscale optical implant for continuous in vivo monitoring of intraocular pressure,” *Microsystems & Nanoengineering*, vol. 3, no. 1, Dec. 2017, doi: 10.1038/micronano.2017.57.
- [81] K. H. Kim, J. O. Lee, J. Du, D. Sretavan, and H. Choo, “Real-Time In Vivo Intraocular Pressure Monitoring Using an Optomechanical Implant and an Artificial Neural Network,” *IEEE Sensors J.*, vol. 17, no. 22, pp. 7394–7404, Nov. 2017, doi:

- 10.1109/JSEN.2017.2760140.
- [82] C. A. Gutierrez and E. Meng, “A subnanowatt microbubble pressure sensor based on electrochemical impedance transduction in a flexible all-Parylene package,” in *2011 IEEE 24th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems*, Cancun, Mexico, Jan. 2011, pp. 549–552. doi: 10.1109/MEMSYS.2011.5734483.
- [83] P.-J. Chen *et al.*, “Implantable micromechanical parylene-based pressure sensors for unpowered intraocular pressure sensing,” *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 17, no. 10, pp. 1931–1938, Oct. 2007, doi: 10.1088/0960-1317/17/10/002.
- [84] Keng-Min Lin, Himanshu J. Sant, Balamurali K. Ambati, and Bruce K. Gale, “Intraocular Pressure Sensors: New Approaches for Real-Time Intraocular Pressure Measurement Using A Purely Microfluidic Chip,” presented at the 16th International Conference on Miniaturized Systems for Chemistry and Life Sciences, MicroTAS, Okinawa, Japan, 2012. [Online]. Available: <https://www.rsc.org/images/loc/2012/pdf/M.7.156.pdf>
- [85] M. N. Gulari, M. Ghannad-Rezaie, P. Novelli, N. Chronis, and T. C. Marentis, “An X-ray detectable pressure microsensor for monitoring coronary in-stent restenosis,” in *2014 IEEE 27th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS)*, San Francisco, CA, USA, Jan. 2014, pp. 893–896. doi: 10.1109/MEMSYS.2014.6765785.
- [86] C. A. Gutierrez and E. Meng, “Low-cost carbon thick-film strain sensors for implantable applications,” *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 20, no. 9, p. 095028, Sep. 2010, doi: 10.1088/0960-1317/20/9/095028.
- [87] C. Lee, L. Jug, and E. Meng, “High strain biocompatible polydimethylsiloxane-based conductive graphene and multiwalled carbon nanotube nanocomposite strain sensors,” *Applied Physics Letters*, vol. 102, no. 18, p. 183511, May 2013, doi: 10.1063/1.4804580.
- [88] C. M. Boutry, W. Sun, T. Strunz, H. Chandrahali, and C. Hierold, “Development and characterization of biodegradable conductive polymers for the next generation of RF bioresonators,” in *2010 IEEE International Frequency Control Symposium*, Newport Beach, CA, USA, Jun. 2010, pp. 258–261. doi: 10.1109/FREQ.2010.5556332.
- [89] R. Fu *et al.*, “Implantable and Biodegradable Poly(L-lactic acid) Fibers for Optical Neural Interfaces,” *Advanced Optical Materials*, vol. 6, no. 3, p. 1700941, Feb. 2018, doi: 10.1002/adom.201700941.
- [90] K. J. Yu *et al.*, “Bioresorbable silicon electronics for transient spatiotemporal mapping of electrical activity from the cerebral cortex,” *Nature Mater*, vol. 15, no. 7, pp. 782–791, Jul. 2016, doi: 10.1038/nmat4624.
- [91] G. Lee *et al.*, “Fully Biodegradable Microsupercapacitor for Power Storage in Transient Electronics,” *Adv. Energy Mater.*, vol. 7, no. 18, p. 1700157, Sep. 2017, doi: 10.1002/aenm.201700157.
- [92] B. K. Mahajan, X. Yu, W. Shou, H. Pan, and X. Huang, “Mechanically Milled Irregular Zinc Nanoparticles for Printable Bioresorbable Electronics,” *Small*, vol. 13, no. 17, p. 1700065, May 2017, doi: 10.1002/smll.201700065.
- [93] C. Chen *et al.*, “Transient Micromotors That Disappear When No Longer Needed,” *ACS Nano*, vol. 10, no. 11, pp. 10389–10396, Nov. 2016, doi: 10.1021/acsnano.6b06256.
- [94] C. M. Boutry *et al.*, “Biodegradable and flexible arterial-pulse sensor for the wireless monitoring of blood flow,” *Nature Biomedical Engineering*, vol. 3, no. 1, pp. 47–57, Jan. 2019, doi: 10.1038/s41551-018-0336-5.
- [95] X. Huang *et al.*, “A Fully Biodegradable Battery for Self-Powered Transient Implants,” *Small*, vol. 14, no. 28, p. 1800994, Jul. 2018, doi: 10.1002/smll.201800994.
- [96] M. Luo, A. W. Martinez, C. Song, F. Herrault, and M. G. Allen, “A Microfabricated Wireless RF Pressure Sensor Made Completely of Biodegradable Materials,” *J.*

- Microelectromech. Syst.*, vol. 23, no. 1, pp. 4–13, Feb. 2014, doi: 10.1109/JMEMS.2013.2290111.
- [97] C. M. Boutry, A. Nguyen, Q. O. Lawal, A. Chortos, S. Rondeau-Gagné, and Z. Bao, “A Sensitive and Biodegradable Pressure Sensor Array for Cardiovascular Monitoring,” *Adv. Mater.*, vol. 27, no. 43, pp. 6954–6961, Nov. 2015, doi: 10.1002/adma.201502535.
- [98] S.-K. Kang *et al.*, “Bioresorbable silicon electronic sensors for the brain,” *Nature*, vol. 530, no. 7588, pp. 71–76, Feb. 2016, doi: 10.1038/nature16492.
- [99] E. J. Curry *et al.*, “Biodegradable Piezoelectric Force Sensor,” *Proc Natl Acad Sci USA*, vol. 115, no. 5, pp. 909–914, Jan. 2018, doi: 10.1073/pnas.1710874115.
- [100] C. M. Boutry *et al.*, “A stretchable and biodegradable strain and pressure sensor for orthopaedic application,” *Nat Electron*, vol. 1, no. 5, pp. 314–321, May 2018, doi: 10.1038/s41928-018-0071-7.
- [101] K. Yeshwant and R. Ghaffari, “A biodegradable wireless blood-flow sensor,” *Nature Biomedical Engineering*, vol. 3, no. 1, pp. 7–8, Jan. 2019, doi: 10.1038/s41551-018-0345-4.
- [102] K. C. Katuri, S. Asrani, and M. K. Ramasubramanian, “Intraocular Pressure Monitoring Sensors,” *IEEE Sensors J.*, vol. 8, no. 1, pp. 9–16, Jan. 2008, doi: 10.1109/JSEN.2007.912539.
- [103] A. D. McQuillan and M. K. McQuillan, *Titanium*. Academic Press, 1956. [Online]. Available: <https://books.google.fr/books?id=drFTAAAAMAAJ>
- [104] Rudolf. Winderlich, “Jons Jakob Berzelius.,” *J. Chem. Educ.*, vol. 25, no. 9, p. 500, Sep. 1948, doi: 10.1021/ed025p500.
- [105] Edouard Laudrel, “Gravure de titane pour applications biomédicales,” Université d’Orléans, Orléans, 2017. [Online]. Available: <http://www.theses.fr/2017ORLE2035>
- [106] M. J. Donachie, *Titanium: a technical guide*, 2nd ed. Materials Park, OH: ASM International, 2000.
- [107] W. M. Haynes, D. R. Lide, and T. J. Bruno, *CRC handbook of chemistry and physics: a ready-reference book of chemical and physical data*. 2017. Accessed: Feb. 21, 2021. [Online]. Available: <https://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&scope=site&db=nlebk&db=nlabk&AN=1367033>
- [108] Y.-T. Sul *et al.*, “Characteristics of the surface oxides on turned and electrochemically oxidized pure titanium implants up to dielectric breakdown:,” *Biomaterials*, vol. 23, no. 2, pp. 491–501, Jan. 2002, doi: 10.1016/S0142-9612(01)00131-4.
- [109] D. M. Brunette, P. Tengvall, M. Textor, and P. Thomsen, *Titanium in Medicine: Material Science, Surface Science, Engineering, Biological Responses and Medical Applications*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2001. doi: 10.1007/978-3-642-56486-4.
- [110] R. Rapp, P. Bley, W. Menz, and W. K. Schomburg, “Micropump fabricated with LIGA process,” in *[1993] Proceedings IEEE Micro Electro Mechanical Systems*, Fort Lauderdale, FL, USA, 1993, p. 123. doi: 10.1109/MEMSYS.1993.296964.
- [111] C O’Mahony, M. Hill, P. J. Hughes, and W. A. Lane, “Titanium as a micromechanical material,” *J. Micromech. Microeng.*, vol. 12, no. 4, pp. 438–443, Jul. 2002, doi: 10.1088/0960-1317/12/4/316.
- [112] T. Nick Pornsin-sirirak, Y.C. Tai, H. Nassef, and C.M. Ho, “Titanium-alloy MEMS wing technology for a micro aerial vehicle application,” *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 89, no. 1–2, pp. 95–103, Mar. 2001, doi: 10.1016/S0924-4247(00)00527-6.
- [113] M. F. Aimi, M. P. Rao, N. C. MacDonald, A. S. Zuruzi, and D. P. Bothman, “High-aspect-ratio bulk micromachining of titanium,” *Nature Materials*, vol. 3, no. 2, pp. 103–105, Feb. 2004, doi: 10.1038/nmat1058.

- [114] M. P. Rao, M. F. Aimi, E. R. Parker, and N. C. MacDonald, “Single-mask, high aspect ratio, 3-d micromachining of bulk titanium,” in *18th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, 2005. MEMS 2005.*, Miami Beach, FL, USA, 2005, pp. 64–67. doi: 10.1109/MEMSYS.2005.1453868.
- [115] M. P. Rao, M. F. Aimi, and N. C. MacDonald, “BULK MICROMACHINED TITANIUM MICROMIRROR DEVICE WITH SLOPING ELECTRODE GEOMETRY,” in *2004 Solid-State, Actuators, and Microsystems Workshop Technical Digest*, Hilton Head, South Carolina, USA, Jun. 2004, pp. 224–227. doi: 10.31438/trf.hh2004.60.
- [116] E. R. Parker, B. J. Thibeault, M. F. Aimi, M. P. Rao, and N. C. MacDonald, “Inductively Coupled Plasma Etching of Bulk Titanium for MEMS Applications,” *J. Electrochem. Soc.*, vol. 152, no. 10, p. C675, 2005, doi: 10.1149/1.2006647.
- [117] Emily R. Parker, Brian J. Thibeault, Marco F. Aimi, Masa P. Rao, and Noel C. MacDonald, “Monocyclic high aspect ratio titanium inductively coupled plasma deep etching processes and products so produced,” US8685266, 2006 Accessed: Feb. 12, 2021. [Online]. Available: <https://patents.google.com/patent/US8685266>
- [118] E. R. Parker, M. P. Rao, K. L. Turner, and N. C. MacDonald, “Bulk Titanium Microneedles with Embedded Microfluidic Networks for Transdermal Drug Delivery,” in *19th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems*, Istanbul, Turkey, 2006, pp. 498–501. doi: 10.1109/MEMSYS.2006.1627845.
- [119] E. R. Parker, M. P. Rao, K. L. Turner, C. D. Meinhart, and N. C. MacDonald, “Bulk Micromachined Titanium Microneedles,” *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol. 16, no. 2, pp. 289–295, Apr. 2007, doi: 10.1109/JMEMS.2007.892909.
- [120] P. T. McCarthy, R. Madangopal, K. J. Otto, and M. P. Rao, “Titanium-based multi-channel, micro-electrode array for recording neural signals,” in *2009 Annual International Conference of the IEEE Engineering in Medicine and Biology Society*, Minneapolis, MN, Sep. 2009, pp. 2062–2065. doi: 10.1109/IEMBS.2009.5334429.
- [121] P. T. McCarthy, M. P. Rao, and K. J. Otto, “Simultaneous recording of rat auditory cortex and thalamus via a titanium-based, microfabricated, microelectrode device,” *J. Neural Eng.*, vol. 8, no. 4, p. 046007, Aug. 2011, doi: 10.1088/1741-2560/8/4/046007.
- [122] C. Ding *et al.*, “Development of Bulk-Titanium-Based MEMS RF Switch for Harsh Environment Applications,” in *Microelectromechanical Systems*, Orlando, Florida, USA, Jan. 2005, pp. 123–126. doi: 10.1115/IMECE2005-79591.
- [123] G. Zhao, Q. Shu, Yao Tian, Y. Zhang, and J. Chen, “Wafer level bulk titanium ICP etching using SU8 as an etching mask,” *J. Micromech. Microeng.*, vol. 19, no. 9, p. 095006, Sep. 2009, doi: 10.1088/0960-1317/19/9/095006.
- [124] Gang Zhao, Yao Tian, Qiong Shu, and Jing Chen, “Evaluation of bulk titanium DRIE Using SU-8 as soft mask,” in *2009 4th IEEE International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems*, Shenzhen, China, 2009, pp. 514–517. doi: 10.1109/NEMS.2009.5068631.
- [125] Y. Zhang, G. Zhao, Q. Shu, Y. Tian, W. Li, and J. Chen, “Single-Mask, Flip-Bonded Titanium-On-Glass (FBTOG) Technology for Wafer-Level Batch Fabrication of Suspended High-Aspect-Ratio Bulk Titanium Microstructures,” *Procedia Chemistry*, vol. 1, no. 1, pp. 758–761, Sep. 2009, doi: 10.1016/j.proche.2009.07.189.
- [126] Y. Zhang *et al.*, “Fabrication of laterally driven bulk titanium devices on titanium-on-glass wafers,” *J. Micromech. Microeng.*, vol. 23, no. 7, p. 075026, Jul. 2013, doi: 10.1088/0960-1317/23/7/075026.
- [127] Gang Zhao, Wen Li, Guanrong Tang, and Jing Chen, “Fabrication of bulk titanium out-of-plane microneedles,” in *2009 4th IEEE International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems*, Shenzhen, China, 2009, pp. 428–431. doi: 10.1109/NEMS.2009.5068611.

- [128] T. Tillocher, P. Lefauchaux, B. Boutaud, and R. Dussart, “Alternated process for the deep etching of titanium,” *J. Micromech. Microeng.*, vol. 24, no. 7, p. 075021, Jul. 2014, doi: 10.1088/0960-1317/24/7/075021.
- [129] Rémi Dussart, Philippe Lefauchaux, and Thomas Tillocher, “Method for deep micro-etching,” WO2013110583A1 [Online]. Available: <https://patents.google.com/patent/WO2013110583A1>
- [130] S. Yamada, Y. Minami, M. Sohgawa, and T. Abe, “Thermal reactive ion etching technique involving use of self-heated cathode,” *Review of Scientific Instruments*, vol. 86, no. 4, p. 045001, Apr. 2015, doi: 10.1063/1.4917193.
- [131] S. C. Gott, B. A. Jabola, and M. P. Rao, “Vascular stents with submicrometer-scale surface patterning realized via titanium deep reactive ion etching,” *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 25, no. 8, p. 085016, Aug. 2015, doi: 10.1088/0960-1317/25/8/085016.
- [132] O. Khandan, M. Y. Kahook, and M. P. Rao, “Fenestrated microneedles for ocular drug delivery,” *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 223, pp. 15–23, Feb. 2016, doi: 10.1016/j.snb.2015.09.071.
- [133] O. Khandan, D. Stark, Alexander. Chang, and M. P. Rao, “Wafer-scale titanium anodic bonding for microfluidic applications,” *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 205, pp. 244–248, Dec. 2014, doi: 10.1016/j.snb.2014.08.083.
- [134] Bertrand Boutaud, “Titanium-based MEMS: Application for a novel implantable feedthrough using TTV (Through Titanium Vias) technologies,” presented at the 6th Micro/Nano-Electronics Packaging and Assembly, Design and Manufacturing Forum (MiNaPAD 2018), Grenoble, France, May 16, 2018. [Online]. Available: <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-02306370>
- [135] G. Becan, B. Boutaud, E. Laudrel, F. Parrain, M. Woytasik, and E. Lefeuvre, “Design of a Ti-based microsensor for in vivo pressure monitoring,” in *2019 Symposium on Design, Test, Integration & Packaging of MEMS and MOEMS (DTIP)*, Paris, France, May 2019, pp. 1–5. doi: 10.1109/DTIP.2019.8752842.
- [136] G. Becan *et al.*, “Fabrication and mechanical study of a titanium micro-membrane for in vivo pressure monitoring,” in *2020 14th International Symposium on Medical Information Communication Technology (ISMICT)*, Nara, Japan, May 2020, pp. 1–6. doi: 10.1109/ISMICT48699.2020.9152743.
- [137] P. Ramm, J. J.-Q. Lu, and M. M. V. Taklo, Eds., *Handbook of wafer bonding*. Weinheim: Wiley-VCH, 2012.
- [138] Guillaume Schelcher, “Le transfert de films : vers une intégration hétérogènes des micro et nanosystèmes,” Université Paris Sud - Paris XI, 2012. [Online]. Available: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00755977>
- [139] Michaël Tatoulian, “Rôle des propriétés d’un plasma hors équilibre He et NH₃ dans l’amélioration de l’adhésion des films de polypropylène. Caractérisation physico-chimique des interfaces aluminium/polypropylene,” Université Pierre et Marie Curie, 1995.
- [140] T. Suni, *Direct wafer bonding for MEMS and microelectronics*. Espoo: VTT, 2006.
- [141] G. Wallis and D. I. Pomerantz, “Field Assisted Glass-Metal Sealing,” *Journal of Applied Physics*, vol. 40, no. 10, pp. 3946–3949, Sep. 1969, doi: 10.1063/1.1657121.
- [142] K. M. Knowles and A. T. J. van Helvoort, “Anodic bonding,” *International Materials Reviews*, vol. 51, no. 5, pp. 273–311, Oct. 2006, doi: 10.1179/174328006X102501.
- [143] C. H. Tsau, S. M. Spearing, and M. A. Schmidt, “Characterization of Wafer-Level Thermocompression Bonds,” *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol. 13, no. 6, pp. 963–971, Dec. 2004, doi: 10.1109/JMEMS.2004.838393.
- [144] J. Yu, Y. Wang, R. L. Moore, J.-Q. Lu, and R. J. Gutmann, “Low-Temperature Titanium-Based Wafer Bonding,” *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 154, no. 1,

- p. H20, 2007, doi: 10.1149/1.2388851.
- [145] S. Winkler *et al.*, “Sealing of glass with titanium by glass pressing at the softening point,” *SN Applied Sciences*, vol. 1, no. 6, Jun. 2019, doi: 10.1007/s42452-019-0574-5.
- [146] Q. Shu, J. Su, G. Zhao, Y. Wang, and J. Chen, “Evaluation and Characterization of Titanium to Glass Anodic Bonding,” in *2008 Second International Conference on Integration and Commercialization of Micro and Nanosystems*, Clear Water Bay, Kowloon, Hong Kong, Jan. 2008, pp. 597–600. doi: 10.1115/MicroNano2008-70111.
- [147] Toyoda M., Fujiya Y., Nayama M., and Yamada T., “Study on Glass-metal Bonding by Anodic Bonding,” *QUARTERLY JOURNAL OF THE JAPAN WELDING SOCIETY*, vol. 11, no. 1, pp. 208–213, 1993, doi: 10.2207/qjws.11.208.
- [148] C. Iliescu, J. Jing, F. E. H. Tay, J. Miao, and T. Sun, “Characterization of masking layers for deep wet etching of glass in an improved HF/HCl solution,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 198, no. 1–3, pp. 314–318, Aug. 2005, doi: 10.1016/j.surfcoat.2004.10.094.
- [149] I. Moser, B. Enderle, C. Kohn, G. Jobst, and G. Urban, “Foil-based bioMEMS for electrochemical capillary immunoassay for hepatitis serology,” in *The 13th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, 2005. Digest of Technical Papers. TRANSDUCERS '05.*, Seoul, Korea, 2005, vol. 2, pp. 1649–1652. doi: 10.1109/SENSOR.2005.1497405.
- [150] P. Vulto, T. Huesgen, B. Albrecht, and G. A. Urban, “A full-wafer fabrication process for glass microfluidic chips with integrated electroplated electrodes by direct bonding of dry film resist,” *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 19, no. 7, p. 077001, Jul. 2009, doi: 10.1088/0960-1317/19/7/077001.
- [151] Paul Vulto *et al.*, “Dry film resist for fast fluidic prototyping,” *8th International Conference on Miniaturized Systems in Chemistry and Life Sciences - Micro Total Analysis Systems (μ TAS) 2004*, pp. 43–45, 2004.
- [152] J. Ruhhammer, T. Huesgen, and P. Woias, “Bistable switching with a thermoelectrically driven thermopneumatic actuator,” in *TRANSDUCERS 2009 - 2009 International Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference*, Denver, CO, USA, Jun. 2009, pp. 33–36. doi: 10.1109/SENSOR.2009.5285570.
- [153] F. Kamuri *et al.*, “Optimization on the preparation of microfluidic channel using dry film resist,” in *2015 International Conference on Smart Sensors and Application (ICSSA)*, Kuala Lumpur, Malaysia, May 2015, pp. 11–15. doi: 10.1109/ICSSA.2015.7322501.
- [154] F. Giacomozzi, V. Mulloni, G. Resta, and B. Margesin, “MEMS packaging by using dry film resist,” in *2015 XVIII AISEM Annual Conference*, Trento, Italy, Feb. 2015, pp. 1–4. doi: 10.1109/AISEM.2015.7066828.
- [155] Vivien Lacour, “Optimisation d’un microcapteur GaAs à ondes acoustiques et de sa biointerface pour la détection de pathogènes en milieu liquide,” Université de Franche-Comté et Université de Sherbrooke.
- [156] DataPhysics Instruments GmbH, “Site internet de DataPhysics Instruments GmbH.” [Online]. Available: <https://www.dataphysics-instruments.com/knowledge/understanding-interfaces/contact-angle/>
- [157] Gwenaël Bécan *et al.*, “Fabrication and mechanical study of a titanium micro-membrane for in vivo pressure monitoring,” Nara, Japan, May 2020.
- [158] S. P. Тимошенко and S. Woinowsky-Krieger, *Theory of plates and shells*, 2. ed., Reissued. New York: McGraw-Hill, 1987.
- [159] R. J. Roark, W. C. Young, R. G. Budynas, and A. M. Sadegh, *Roark’s formulas for stress and strain*, 8th ed. New York: McGraw-Hill, 2012.
- [160] Rémy Lefevre, “Conception et réalisation d’une micropompe intelligente: applications dans le domaine biomédical,” Université de Grenoble, Grenoble, France, 2013. [Online].

- Available: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00935192/document>
- [161] S. K. Jindal, A. Mahajan, and S. K. Raghuwanshi, “A complete analytical model for clamped edge circular diaphragm non-touch and touch mode capacitive pressure sensor,” *Microsystem Technologies*, vol. 22, no. 5, pp. 1143–1150, May 2016, doi: 10.1007/s00542-015-2475-x.
- [162] Vitaly Leus and David Elata, “Fringing Field effect in electrostatic actuators,” Faculty of mechanical engineering Technion - Israel Institute of Technology, Israel, May 2004.
- [163] Dimitri Galayko, “Cours 1 : bases théoriques des MEMS.,” Mar. 2021. [Online]. Available: <http://www-soc.lip6.fr/~galayko/MEMS/cours1.pdf>
- [164] ASM International, Ed., *ASM handbook*, 10th edition. Materials Park, Ohio: ASM International, 1990.
- [165] C. N. Elias, J. H. C. Lima, R. Valiev, and M. A. Meyers, “Biomedical applications of titanium and its alloys,” *JOM*, vol. 60, no. 3, pp. 46–49, Mar. 2008, doi: 10.1007/s11837-008-0031-1.
- [166] AZO materials, “Grade 1 Unalloyed Ti (‘Pure’) 35A (UNS R50250).” Accessed: Mar. 08, 2021. [Online]. Available: <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=9412>
- [167] Alloy wire international, “Titanium Grade 1.” Accessed: Oct. 08, 2021. [Online]. Available: <https://www.alloywire.fr/products/titanium-grade-1/>
- [168] G. Becan *et al.*, “Mechanical comparison between two titanium micro membranes for in vivo pressure monitoring,” in *2020 Symposium on Design, Test, Integration & Packaging of MEMS and MOEMS (DTIP)*, Lyon, France, Jun. 2020, pp. 1–6. doi: 10.1109/DTIP51112.2020.9139135.
- [169] Hicham Youssef, “Développement d’un banc de test par gonflement de membranes destiné à la caractérisation mécanique de matériaux déposés en films minces,” Micro et nanotechnologies/Microélectronique, Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2011.
- [170] J. S. Mitchell, C. a Zorman, T. Kicher, S. Roy, and M. Mehregany, “Bulge Test for Determining Residual Stress, Young’s Modulus and Poisson’s Ratio of 3D-SiC Thin Films,” *Journal of Aerospace Engineering*, vol. 14, p. 46, 2003.
- [171] D. Maier-Schneider, J. Maibach, and E. Obermeier, “A new analytical solution for the load-deflection of square membranes,” *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 4, no. 4, pp. 238–241, Dec. 1995, doi: 10.1109/84.475551.
- [172] Kamran Danaie, “Membranes micro-usinées par gravure chimique anisotrope : application à la caractérisation des films minces,” Université Pierre et Marie Curie, Paris VI, Paris, 2002.
- [173] Alain Bosseboeuf, presented at the Workshop on PVD metalurgical coatings, Haulzau, Allemagne, 1997.
- [174] Pierre Allain, “Etude des propriétés électro-thermo-mécaniques de nanofils en silicium pour leur intégration dans les microsystèmes,” Université Paris Sud - Paris XI, Paris, 2012.
- [175] F. Yang *et al.*, “Research on Wafer-Level MEMS Packaging with Through-Glass Vias,” *Micromachines*, vol. 10, no. 1, p. 15, Dec. 2018, doi: 10.3390/mi10010015.
- [176] Sokhna Mery Ngom, “Dispositifs nanofluidiques à électro-préconcentration sélective,” Université Paris-Saclay, 2019. [Online]. Available: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-02612249/document>
- [177] Jun Yan *et al.*, “Process development of through-glass-via (TGV) interposer for radio frequency (RF) applications,” in *2016 IEEE MTT-S International Microwave Workshop Series on Advanced Materials and Processes for RF and THz Applications (IMWS-AMP)*, Chengdu, China, Jul. 2016, pp. 1–4. doi: 10.1109/IMWS-AMP.2016.7588315.
- [178] Y.-H. Chang *et al.*, “Communication—Defect-Free Filling of High Aspect Ratio Through Vias in Ultrathin Glass,” *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 166, no. 1, pp. D3155–D3157, 2019, doi: 10.1149/2.0181901jes.

Références

- [179] M. Lueck, A. Huffman, and A. Shorey, “Through glass vias (TGV) and aspects of reliability,” in *2015 IEEE 65th Electronic Components and Technology Conference (ECTC)*, San Diego, CA, May 2015, pp. 672–677. doi: 10.1109/ECTC.2015.7159664.
- [180] A. B. Shorey and R. Lu, “Progress and application of through glass via (TGV) technology,” in *2016 Pan Pacific Microelectronics Symposium (Pan Pacific)*, Big Island, HI, USA, Jan. 2016, pp. 1–6. doi: 10.1109/PanPacific.2016.7428424.
- [181] Y. Saito, S. Okamoto, H. Inomata, J. Kurachi, T. Hidaka, and H. Kasai, “Micro-fabrication techniques applied to aluminosilicate glass surfaces: Micro-indentation and wet etching process,” *Thin Solid Films*, vol. 517, no. 9, pp. 2900–2904, Mar. 2009, doi: 10.1016/j.tsf.2008.11.077.
- [182] “Site d’Analog Devices : composant AD7151.” Accessed: Feb. 06, 2021. [Online]. Available: <https://www.analog.com/en/products/ad7151.html#product-overview>
- [183] L. Hni, J. Fichtner, A. Raabe, and W. J. ZGraggen, “Pression intracrânienne,” *Forum Médical Suisse – Swiss Medical Forum*, Jul. 2019, doi: 10.4414/fms.2019.08275.

Titre : Conception et caractérisation de microdispositifs en technologie titane pour implants médicaux

Mots clés : Microcapteurs, Titane, Microsystèmes, Implants médicaux, Mécanique, Membranes

Résumé : Ce travail de recherche vise à réaliser une preuve de concept d'un capteur de pression avec un transducteur en titane massif pouvant être intégré à des implants médicaux tels que les stimulateurs cardiaques. La mesure de la pression physiologique au sein d'un organe est l'un des paramètres cliniques-clés pour le suivi de certaines pathologies comme l'insuffisance cardiaque ou le glaucome. L'étude de ce capteur est motivée par un besoin de mesure chronique de la pression pour le suivi des pathologies sévères sur des plages de temps pouvant aller jusqu'à la dizaine d'années.

La technologie mise en jeu pour ce travail est basée sur la transposition de techniques de microfabrication silicium, largement utilisée dans l'industrie des microsystèmes, vers une technologie titane, mieux adaptée aux contraintes de l'implantable, compte-tenu de la biocompatibilité intrinsèque du titane, de ses excellentes propriétés mécaniques et de sa résistance à la corrosion.

Ce domaine impose une biocompatibilité à long terme des matériaux d'encapsulation. La plage de mesure s'étend typiquement de 0 à 40000 Pa, avec une résolution minimale d'environ 100 Pa.

Pour réaliser ce microcapteur de pression, des transducteurs capacitifs à membrane ont été conçus, modélisés, puis fabriqués à partir de titane massif et caractérisés en vue de leur intégration dans un implant. Comparativement à l'utilisation de microcapteurs en silicium, l'approche proposée permet d'utiliser pour le substrat un matériau d'emblée biocompatible. Ainsi, les étapes habituelles d'encapsulation coûteuses et encombrantes par un matériau biocompatible sont évitées, ce qui permet en outre de préserver les performances du capteur. La caractérisation mécanique et électrique des prototypes de microcapteurs de pression réalisés a permis de démontrer la possibilité de répondre aux besoins de l'application visée en atteignant les spécifications préalablement définies.

Title : Conception and characterization of titanium-based microsystems for medical implants

Keywords : Microsensors, Titanium, Microsystems, Medical implants, Mechanics, Membranes

Abstract : Present work aims at developing a proof of concept of a pressure sensor with a bulk-titanium-based transducer adapted to a further integration into medical implants such as pacemakers. Physiological pressure monitoring is a key clinical parameter, which could improve the way clinicians are treating their patients suffering from diseases such as heart failure or glaucoma. The study of this sensor is motivated by the need for chronic monitoring of pressure over a long period range, which could be as long as 10 years.

The technologies used in this project involve a transposition from silicon microfabrication techniques to bulk titanium ones. Titanium material appears better suited to answer the clinical needs of the implantable domain as it is biocompatible, resistant to corrosion and has excellent mechanical properties.

The further requirements of the implantable devices impose the biocompatibility of all encapsulating materials, a pressure range going from 0 to 40000 Pa and a minimal resolution of nearly 100 Pa.

To this end, different designs were proposed and modeled to predict the response of such structures to external stresses. Transducers out of bulk titanium were fabricated and characterized to evaluate their characteristics in further developed pressure sensor. The implied microfabrication techniques differ from current common strategies by proposing a substrate material which is intrinsically biocompatible. This avoids the need of a bulky and costly encapsulation step, which could decrease the performance of the sensor. Finally, prototypes were assembled and characterized electrically, showing the possibility to attain the targeted clinical needs.