



HAL
open science

Du transistor MOS aux capteurs et microsystemes

Ali Boukabache

► **To cite this version:**

Ali Boukabache. Du transistor MOS aux capteurs et microsystemes. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. UPS Toulouse - Université Toulouse 3 Paul Sabatier, 2016. tel-01482436

HAL Id: tel-01482436

<https://laas.hal.science/tel-01482436v1>

Submitted on 3 Mar 2017

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.

Habilitation à diriger des recherches

Préparée au

Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes du CNRS

En vue de l'obtention du diplôme de

L'Université Paul Sabatier de Toulouse

par

Ali BOUKABACHE

Docteur de l'Université Paul Sabatier – Toulouse III

Maître de Conférences UPS

Du transistor MOS aux capteurs et microsystemes

Soutenue le 28 Novembre 2016 devant le jury :

Président T.PARRA

Responsable scientifique A.M. GUE

Rapporteurs
C. DEJOURS
A. FOUCARAN
G. DAMBRINE

Avant-propos

Introduction générale.....	7
<u>A. transistors MOS :</u>	12
A.1 Bruit en 1/f	
A.2 Capteurs de radiations	
<u>B. Capteurs à membranes.....</u>	15
B.1. Pression	
B.2. Biofilms	
<u>C. MEMS/microfluidique: du concept aux applications</u>	24
C.1. Tri magnétique	
C.2. Circuits intégrés/TPV	
C.3. Microfluidique/Télécommunications	
C.4. Analyse de l'eau/DBO	
Conclusion générale.....	48
Prospective.....	50

Avant-propos

Mieux vaut tard que jamais, dit l'adage...En effet, cette Habilitation à Diriger des Recherches (HDR) est l'aboutissement d'une activité de recherche/enseignement qui s'est étalée sur une période démarrant (presque) de la préhistoire de l'électronique (à travers des recherches sur des composants élémentaires) et aboutissant aux microsystèmes (MEMS), en passant par le domaine des capteurs ... Au risque d'apparaître atypique...et décalé, j'ai décidé de procéder à un assemblage de travaux qui nous met à cheval sur ...deux 'siècles' , et d'en faire un document unique possédant, en définitive , une cohérence d'ensemble assez remarquable!

Par certains côtés, cette HDR est également le reflet de mes pérégrinations tant personnelles que professionnelles, ce qui explique pour une large part cette tardive mise en conformité avec les textes réglementaires régissant les activités de recherche et d'encadrement de l'université française.

Ce document de synthèse se voudrait succinct mais assez exhaustif : un choix de cohérence globale me fait développer, avec plus ou moins de concision, mes activités de recherche depuis ladite 'pré-histoire' portant sur les transistors MOS (thèse de Docteur-Ingénieur (1983)) en passant par les capteurs de pression (thèse d'Etat (1993)) et débouchant sur les différents projets et thèmes de recherche traités de 2001 à 2016 et qui sont essentiellement centrés sur la microfluidique et les MEMS.

Le choix de l'ordre de présentation obéit plus à une logique thématique qu'à un ordre chronologique précis : c'est ainsi que je commence par évoquer le bruit en $1/f$ dans les composants électroniques (1983) pour passer directement aux dosimètres MOS. Je mettrai ainsi en relief ma contribution à l'identification de ce type de bruit au travers de l'activation (volontaire) des défauts de l'interface Si/SiO₂ des transistors MOS.

En connexion plus ou moins directe avec cette étude, j'ai travaillé, quelques années plus tard (2002-2003) au travers d'un contrat de recherche/développement MGPI/LAAS, sur ces mêmes transistors MOS (mis au point au LAAS par G. Sarraayrouse dans les années 1980) pour être utilisés comme capteurs de radiations (en particulier de Co⁶⁰) .

De 1988 à 1992, dans le cadre de la préparation d'une 'thèse d'Etat' évoquée plus haut, j'ai travaillé sur des capteurs de pression miniatures au Si, et qui sont considérés comme le dispositif qui a donné naissance au concept de MEMS. J'y ai initié une approche, tant théorique qu'expérimentale, qui a permis, en définitive, de mettre au point des outils de réalisation et de contrôle des principaux paramètres technologiques et métrologiques de la filière piezorésistive des capteurs de pression.

Depuis Septembre 2004, date à laquelle j'ai été recruté à l'Université Paul-Sabatier en tant que Maître de Conférences, j'ai entamé un nouveau tournant dans ma carrière d'enseignant-chercheur. Intégré au groupe de recherche MIS (Microsystemes et Intégration des Systemes) puis N2IS (Nano Ingénierie et Intégration Systèmes) du LAAS, j'y ai développé des activités de recherche sur la microfluidique. Depuis cette date, au travers de projets de recherche et d'encadrement de travaux de thèses, j'ai initié, participé ou accompagné le développement de filières tant technologiques (matériaux et procédés) que de dispositifs applicatifs ou prospectifs.

En parallèle, mes activités d'enseignement ont comporté un panel assez exhaustif de cours, TD ou TP conduits tant en L1 qu'en L3 ou en M2, et allant des mathématiques, électronique, thermique, MEMS ... jusqu'à des enseignements spécialisés, tant en microélectronique (composants & capteurs) qu'en microsystemes ou microfluidique.

Mon activité scientifique développée ci-dessus est en continuité, au moins partielle, de celle que j'avais en Algérie : de 1979 à 2001, j'ai été enseignant-chercheur à l'Université de Constantine. Outre des encadrements de thèses et des enseignements, j'ai également participé à la création d'un laboratoire de recherche (Laboratoire Microsystemes et Instrumentation), et à la mise en place d'enseignements spécialisés.

Résumé

Les travaux de recherches présentés dans ce mémoire s'inscrivent dans le cadre général des recherches menées au LAAS-CNRS par les équipes successives animées par G.Blasquez, G.Sarrabayrouse, A.M.Gué, et que le titre résume parfaitement bien. Ainsi après une courte présentation de l'approche utilisée pour susciter, comprendre et identifier les mécanismes de génération du bruit en $1/f$ dans les dispositifs MOS, un travail de développement de dosimètres à MOS a permis d'assurer une sorte de continuité entre recherche et applications industrielles. Une partie importante de cette synthèse est consacrée à une famille particulière de capteurs, dits 'à membrane', en l'occurrence capteurs de mesure de biofilms et de pression. Une sorte de continuité technologique relie les deux sujets traités, et les résultats obtenus en termes de modélisation et de réalisation en font des outils indispensables dans toute approche d'intégration des microsystèmes. La troisième partie est consacrée à des travaux de recherche autour de la microfluidique et de ses applications dans des domaines aussi variés que ceux de la biologie, des télécommunications, de l'analyse de l'eau ou encore de l'intégration verticale de Circuits Intégrés.

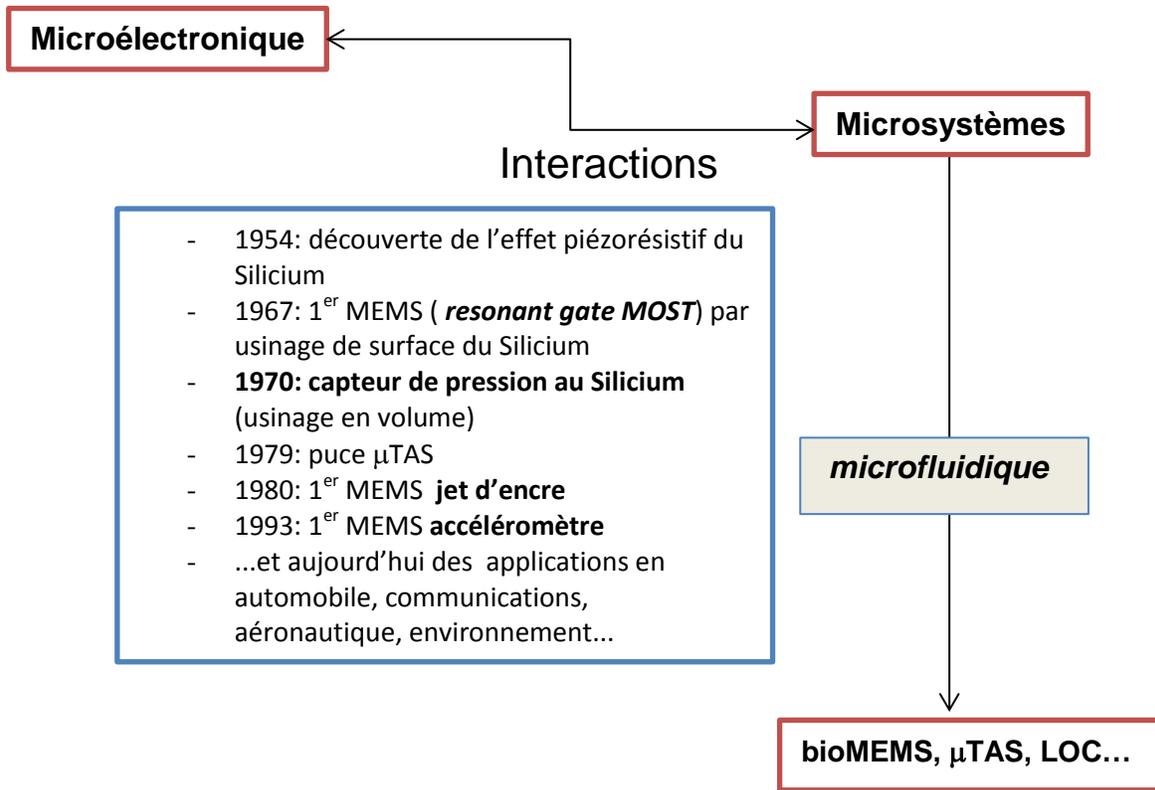
Mots-clés : MOS ; capteurs ; MEMS ; microfluidique

INTRODUCTION GENERALE

Depuis le début des années 90, l'accélération du développement des microsystèmes a mobilisé des efforts considérables de la communauté scientifique dans le monde. On peut considérer aujourd'hui que le résultat est un succès, tant par la multiplicité des applications présentes que par les perspectives que cela permet d'envisager.

Ainsi, en vue d'ensemble, on peut relier les composants électroniques (depuis la découverte de l'effet transistor en 1947) aux capteurs puis aux microsystèmes par de multiples fils plus ou moins visibles :

- le matériau historique, le silicium, est devenu un matériau « micromécanique » grâce à la mise au point de nouvelles opérations technologiques basées sur des attaques chimiques profondes (anisotropes ou directionnelles) en volume ou en surface (RIE ou DRIE), auxquelles s'ajoutent des dépôts de couches sacrificielles ou de films actifs. A partir du premier dispositif microsysteme historique (i.e capteurs de pression à membrane) , des perspectives nouvelles ont été ouvertes, et continuent de l'être, sur des fonctions inédites en optoélectronique, chimie, biologie,...microfluidique ...et d'autres encore en thermique, mécanique etc..., ce qui a permis de créer des voies nouvelles vers l'usage de nouveaux « matériaux pour les microsystèmes » que l'on intègre dans ou sur le silicium , et même indépendamment de ce matériau (plastiques en particulier)...
- Comme on peut le voir sur le diagramme ci-dessous, la continuité entre microélectronique et microsystèmes s'est développée surtout à partir des années 1970, avec la structuration profonde du silicium, ce qui a permis plus tard de fabriquer à grande échelle des capteurs miniatures de pression (à transductions piézorésistive ou capacitive).
- plusieurs centaines de dispositifs nouveaux ont été ainsi conçus, réalisés et appliqués... ; ils sont venus enrichir toutes les disciplines de l'ingénierie, ce qui a donné naissance à des appellations plus ou spécifiques : MEMS, MEMS-RF, MEMS-Fluidiques, Bio-MEMS, MOEMS...etc



→ Ainsi, les biocapteurs ou bioMEMS ou encore μ TAS, considérés au sens large, permettent de mettre les micro et nanotechnologies au cœur du développement de nouveaux dispositifs (ou puces) par des approches pluridisciplinaires où se côtoient : biologistes, physiciens, chimistes, technologues...et qui devraient viser en priorité des secteurs 'demandeurs' de miniaturisation : médecine (thérapie/diagnostic/suivi/décryptage) ; environnement (mesure/suivi de pollutions et leurs conséquences); chimie (mise au point de nouvelles molécules ; parallélisation/suivi de procédés...).

→ Plusieurs filières de dispositifs MEMS ont connu des succès commerciaux : capteurs mécaniques, actionneurs électrostatiques, matrices de miroirs optiques, bio-puces, capteurs et actionneurs bio-medicaux : 14 milliards de microsystèmes produits en 2015 (et qui devraient passer à près de 30 milliards en 2020) avec un chiffre d'affaires de l'ordre de 20 milliards d'euros, et un taux de croissance de plus de 12% à 13% par an jusqu'en 2018. (semi-conducteurs : 4 à 5 % par an sur la même période).

Dans cette dynamique globale portée par les microsystemes, la microfluidique, apparue également vers le début des années soixante-dix (et qui a pris un essor réel dans les années 1990) a réellement explosé avec la réalisation de dispositifs miniatures dits microTAS ou Laboratoire-sur-puce (LOC).

Ainsi, outre des aspects fondamentaux liés aux fluides eux-mêmes et à leur étude à des échelles réduites, les applications tirées de la microfluidique se multiplient dans tous les domaines. Bien que les premiers microsystemes aient été fabriqués en utilisant le Silicium et ses dérivés, leur développement à large échelle a été rendu possible par l'introduction et l'adaptation de matériaux polymères aux techniques de micro-nano-structurations liées à leur nature. Les technologies qui en sont issues (en particulier la soft-lithographie et les méthodes de réplique), du fait de leur simplicité (relative) et de leurs coûts moindres facilitent l'expérimentation, en particulier en biologie/chimie. Les applications se multiplient dans tous les domaines, et les fluides deviennent aux petites échelles, tour à tour, objets d'étude, moyens de transports de nano-structures, systèmes optiques, réacteurs chimiques, etc...La microfluidique est foisonnante et les technologies associées de plus en plus matures, résultant de l'interaction de la science et de l'ingénierie.

Le LAAS a été partie prenante, au travers de ses différentes équipes, de la recherche et du développement tant des composants ou circuits issus de la microélectronique qu'à ceux des microsystemes ou capteurs. En intégrant ce laboratoire, et ne serait-ce que sur la dernière partie de mon parcours à partir de 2004, j'ai participé, successivement au sein des équipes MIS, N2IS et maintenant MILE, au formidable élan qui a permis d'initier puis de développer des projets de recherche centrés sur la microfluidique et ses applications.

Bien qu'en apparence assez disparates, les activités de recherche reportées et résumées dans ce document ont une cohérence d'ensemble assez remarquable : c'est la raison pour laquelle je tiens à évoquer les premières briques de mon activité de recherche et leurs impacts sur mon parcours scientifique. En effet, pour des raisons de commodité et de pertinence thématique, je développerai les différents sujets de recherche abordés selon une approche globale.

Ainsi, depuis mon intégration au LAAS en 2001 (ensuite à l'Université Paul-Sabatier en 2004), jusqu'à aujourd'hui, mes activités de recherche ont porté essentiellement sur les MEMS et

particulièrement sur leurs parties ‘microfluidique’ tant aux niveaux prospectifs qu’applicatifs. Avec l’encadrement de plusieurs thèses (6), Masters et projets de fin d’étude (8), j’ai participé à la conception ainsi qu’aux développements technologiques de circuits microfluidiques de base et de dispositifs plus complexes destinés à des applications diverses, allant de fonctions intégrées dans des LOC jusqu’à des systèmes de d’empilement (stacking) de circuits intégrés (filiales TSV et TPV) en passant par des systèmes radiofréquences (RF) à base d’interactions fluides/micro-ondes.

Ainsi, parmi les faits marquants de mon activité (période 2004-2016), j’en évoquerai trois :

- a. Dans la partie dédiée à l’étude et au développement d’une plateforme microfluidique appliquée à la biologie, il fallait mettre en place un processus d’intégration d’actionneurs magnétiques sur substrat souple. En passant par la modélisation de la structure et l’étude de son design, il a fallu réaliser des micro bobines fonctionnelles et actionnables par un signal électrique. Le microsysteme réalisé a été le premier, au LAAS à être totalement intégré.
- b. Le deuxième fait marquant a permis d’associer des fluides et des signaux hyperfréquences dans un microsysteme intégré; il a fait l’objet d’un projet ANR (RF-IDROFIL, programme ‘Sciences du Futur’, 2009-2012). Le travail effectué a alors consisté à étudier les interactions signaux RF / fluides et à proposer une démarche permettant d’assurer, dans une première étape, la reconfigurabilité de circuits hyperfréquences ; et dans une seconde étape, à étudier les réponses de ces derniers en fonction de la nature des liquides en circulation. La réussite du processus de modélisation/simulation , de réalisation et de caractérisation de dispositifs à base de SU8 a permis non seulement de démontrer la faisabilité et l’intérêt d’associer deux spécialités traditionnellement éloignées l’une de l’autre, mais également d’ouvrir la voie à des applications très diverses, en particulier dans le domaine des laboratoires-sur-puce (LOC).
- c. Le troisième fait remarquable a consisté à développer une démarche d’introduction de MEMS dans le domaine de la biologie et plus particulièrement celui de la mesure/identification de polluants organiques dans l’eau. Il a fait l’objet d’un projet ANR (BIOGUARD, programme Ecotech, 2010-2014) : les travaux qui y ont été développés ont permis de montrer la faisabilité d’une démarche intégrant des bactéries dans des MEMS et à en mesurer l’activité métabolique. L’évaluation de la ‘Demande Biologique en Oxygène

(DBO)' devrait résulter alors d'un processus de mesure plus précis, moins long et multi-sensoriel que les systèmes classiques utilisés jusqu'à présent.

Ce tour d'horizon de mes activités serait incomplet et même biaisé si je n'évoquais pas les tâches d'administration et d'enseignement que j'ai assumées tant à l'Université Paul-Sabatier (2004-2016) qu'à l'Université de Constantine (1979-2001). Sans rentrer dans les détails, je peux citer d'une part des participations à la création de filières d'enseignement en Licences ou en Masters et la mise en place d'enseignements sur les composants, capteurs, microsystèmes, microfluidique... ; et d'autre part une participation active à des tâches d'administration et d'accompagnement pédagogique à des échelles plus ou moins élevées des département, faculté ou université.

A. Transistors MOS :

Durant mes travaux de thèse de Docteur-Ingénieur (1980-1983) ou mes activités de recherche-développement MGPI-LAAS (2001-2003), j'ai utilisé des transistors MOS comme outil d'investigation et d'étude respectivement du bruit électronique dit en '1/f' et de dosimètres à rayon γ . Dans un cas comme dans l'autre, les spécificités de fabrication et de fonctionnement de ce composant électronique (en particulier celles liées à l'oxyde de grille et l'interface Si-SiO₂) ont été mises à profit et même 'sublimées' afin d'une part, de tenter de percevoir les origines d'un phénomène physique universel, et d'autre part d'en faire un outil de mesure incomparable dans le domaine de la dosimétrie.

A.1 Bruit en 1/f

Les activités de recherche qui ont été menées durant mes travaux de thèse de docteur-ingénieur (1980-1983), effectuées sous la direction de G. BLASQUEZ, concernaient la conception et la fabrication de dispositifs MOS en vue de leur utilisation comme outil de diagnostic de l'état d'interface Si-SiO₂, et corrélativement, comme moyen d'analyse et d'identification du bruit électronique.

Ainsi, outre la caractérisation et la modélisation des effets dus à l'exposition des TMOS à des rayonnements ionisants (RX), une attention particulière a été portée à l'étude et l'analyse des évolutions du bruit en 1/f. En effet, dans le but d'identifier les sources à l'origine de ce type particulier de bruit de fond, nous avons élaboré un modèle mathématique basé sur les fluctuations de porteurs dans le canal et interprétées à travers le rôle actif des états d'interface. En utilisant des transistors à canal N, irradiés entre 0 et 240 Krads, nous avons pu, grâce à l'association de mesures en C(V), I(V) et bruit de fond, identifier les différents mécanismes de création des charges fixes dans l'oxyde et différencier leurs effets de celles générant le bruit en 1/f.

Résumés de publications significatives

1. MOSTs : Validity of existing theories

G. Blasquez, A. Boukabache

Conf. Invitée, Low Frequency Noise in Silicon Devices, Londres, Mars 1984.

Utilisant les résultats obtenus lors de nos travaux sur les effets des radiations ionisantes sur les dispositifs MOS, cette publication avait pour objectif de faire un tour d'horizon

des différentes théories sur les origines du bruit en 1/f. Ainsi, après avoir rappelé que les interprétations des résultats étaient délicates du fait de l'interdépendance des phénomènes donnant naissance à ce type de bruit, et qu'il est préférable de le mesurer pour de faibles valeurs de tension Drain-Source, les deux théories prédominantes, en l'occurrence les modèles basés sur les fluctuations de porteurs et ceux basés sur les fluctuations de mobilité sont exposés et discutés. La principale discrimination entre les deux approches est apportée par des résultats expérimentaux montrant que la densité de bruit est proportionnelle à la quantité de charges contenues dans les pièges situés à l'interface Si-SiO₂, artificiellement augmentée par les radiations ionisantes auxquelles nos dispositifs ont été exposés.

2. Corrélation entre les processus de piégeage et la mobilité effective des porteurs dans les transistors MOS

G. Blasquez, A. Boukabache

C.R. Acad. des Sciences, Série II, Vol. 301, pp. 875-880, Oct. 1985

Cet article avait pour but de quantifier la différence de valeur de mobilité des porteurs dans le canal d'un transistor MOS par rapport à celle observée en volume. Cette différence étant généralement décrite comme due à plusieurs sources, notre travail a consisté à montrer qu'il existe expérimentalement une forte corrélation entre la variation de mobilité et celle du bruit en 1/f. Nous avons montré que ce phénomène met en jeu des pièges situés à l'interface Si-SiO₂.

3. Dégradations induites par les Rayons X de faibles énergies sur le bruit de fond des transistors MOS

A. Boukabache; G. Blasquez; P. Pons,

Annales de Physiques, (Paris) Vol. 14, N. 6 Sup., pp.321-328, Déc. 1989

L'irradiation de transistors MOS à canal N par des Rayons X de faibles énergies (0 à 240 Krads) met en évidence une croissance significative du bruit en 1/f à partir de 4 Krads alors que le bruit blanc reste constant. Ces accroissements du bruit en 1/f sont annihilés par des recuits thermiques à des températures proches de 200°C. Ils sont concomitants à la saturation de la charge positive induite par les rayons X dans la couche d'oxyde de Silicium et totalement corrélés aux augmentations de la densité des états d'interface. Cette augmentation du bruit en 1/f est due à la création de pièges à l'interface par injection d'électrons chauds du canal dans la couche de Silice. Le phénomène est amplifié par la charge positive induite dans la Silice par les rayons X.

A.2 Capteur de radiations

De 2001 à 2003, en quasi-continuité des travaux sur le bruit électronique, j'ai travaillé sur le développement de dosimètres à transistors MOS. J'ai ainsi pris en charge les processus de fabrication (salle blanche du LAAS) et de caractérisations (électriques au LAAS ; rayons γ au LETI, Grenoble) pour fournir à des partenaires industriels des capteurs de rayonnements ionisants (ou dosimètres MOS), sensibles, précis et fiables utilisables pour des applications militaires, biologiques ou encore en centrales nucléaires. A la fin du contrat de collaboration DGA/MGPI/LAAS, j'ai conduit les opérations de transfert technologique vers une entreprise spécialisée. La production industrielle de ce composant unique en son genre se poursuit à l'heure actuelle et s'est élargie à des applications très diverses, allant de la médecine à l'espace ou à l'industrie agro-alimentaire.

Le principe de ce dosimètre a été proposé dans les années 1970, et depuis lors, beaucoup de recherches ont été menées pour améliorer ses performances et étendre son domaine d'applications. Cette réussite scientifique et industrielle est due aux nombreux avantages de ce transistor à effet de champ, en particulier en termes de sensibilité, précision, petite taille et poids, robustesse, faible coût, faible consommation d'énergie, etc... ; ou encore à une lecture temps réel ou retardée, stockage de l'information, possibilité d'intégration d'autres capteurs et/ou circuits. La dose mesurable pour un seul transistor est située dans la gamme 10^{-2} - 10^{-4} Gy ; et il est possible de les associer (ou stacker) pour atteindre 10 μ Gy.

A travers ces travaux, il a été démontré que, pour obtenir une sensibilité élevée, l'épaisseur d'oxyde de grille doit être la plus élevée possible. Dans ce sens, nous avons développé un procédé technologique spécifique permettant d'obtenir des transistors MOS avec un oxyde grille de 1,6 μ m d'épaisseur, ce qui conduit à une sensibilité au rayonnement de 0.5V/Gy. La réponse du dosimètre est très stable et elle a une dérive (fading) de moins de 8% après 1000h à la température ambiante après une irradiation de 10Gy et d'environ 20% au bout de 1000 heures à 100°C.

Résumés de publications significatives

1. Effects of threshold voltage variability on the characteristics of high sensitivity MOS dosimeters.

G. Sarabayrouse, S. Siskos, A. Boukabache

Applied Radiation and Isotopes, 635-6; pp. 775-777; Nov-Dec 2005

Les dosimètres MOS ont fait l'objet de nombreuses études en vue de les appliquer dans plusieurs domaines tels que l'espace, les centrales nucléaires, la dosimétrie militaire et d'urgence, la médecine... Dans ce travail, nous avons développé un procédé de fabrication technologique conduisant à un transistor MOS à oxyde de grille de 1,6 microns d'épaisseur présentant une sensibilité au rayonnement de 0,5 V / Gy et 9 V / Gy pour une série de 14 transistors. Cependant la dosimétrie du personnel ou de la médecine implique une production à haut volume : la reproductibilité des paramètres dosimétriques devient donc un facteur clé du rendement de fabrication. L'objectif de l'article a été de présenter les résultats expérimentaux sur la variabilité de la tension de seuil du transistor et de ses conséquences sur la précision du dosimètre.

B. Capteurs à membranes

Bien qu'une longue période (1990-2010) sépare les deux sujets de recherche abordés dans ce paragraphe (capteurs de pression et de biofilms), le lien qui les relie en filigrane est quasiment le même : silicium en matériau de base ; membranes ultra-minces comme support mécano-thermique; résistances dopées pour assurer la transduction thermique/électricité.

B.1. Capteurs de pression (1989-1992)

Débutés en 1988 avec mon détachement au LAAS pour la préparation d'un Doctorat d'Etat, mes travaux de recherche ont porté sur l'étude des propriétés de piézorésistivité du Silicium afin d'en faire un outil ultra-miniature de mesure de pression. Outre la mise au point du processus technologique de fabrication de ces capteurs, l'objectif principal a consisté, dès la conception, à mettre en place les outils permettant d'aboutir à des dispositifs présentant simultanément une bonne linéarité de leur réponse de transduction, une grande sensibilité à la pression et la plus faible dérive thermique possible de leurs caractéristiques électriques de sortie.

Dans cet objectif, un capteur à membrane a alors été conçu, réalisé, caractérisé et modélisé en partant d'une structure de base constituée d'un corps d'épreuve en silicium et comportant quatre piézorésistances implantées à la surface d'une membrane carrée et connectées en pont de WHEATSTONE.

Les quelques particularités de conception et de fabrication suivantes :

- division des jauges perpendiculaires en deux connectées entr'elles par une forte implantation de Bore, ce qui a permis d'obtenir une liaison ohmique quasiment insensible à la pression ;
- liaisons inter-jauges également en pistes fortement dopées en bore ;
- dépôt de Si_3N_4 permettant d'obtenir, par une gravure anisotrope au KOH, des fonds de membrane peu rugueux et présentant de faibles défauts de planéité ;
- Optimisation de la réponse électrique de la structure par un choix de valeur et de profondeur de jonction des piézorésistances (dopées au Bore entre 2 et $4 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$),

ont permis d'obtenir des dispositifs fonctionnels présentant des caractéristiques représentatives des particularités de fonctionnement de ce type de capteur.

Les caractérisations au repos, puis en pression et en température, ont été ainsi analysées en vue de remonter aux phénomènes de base assurant le fonctionnement de cette famille de capteurs; et en particulier ceux à l'origine des dérives thermiques de la réponse électrique des capteurs :

- Les tensions d'offset ont typiquement des valeurs proches de 1% de la valeur de la tension d'alimentation. Leurs dérives thermiques, bien que d'inégales amplitudes d'une famille de capteurs à une autre, montrent une reproductibilité de forme peu relevée dans les publications : leur aspect parabolique prédominant nous a poussé à explorer des aspects négligés ou peu connus.
- Les variations des coefficients de température entre les quatre piézorésistances ont été examinées et une approche théorique nous a permis de modéliser les comportements thermiques de la tension d'offset.

Principaux résultats :

1. Identification des sources de dérive thermique de la tension d'offset

Du fait de la non égalité de valeur des quatre piézorésistances implantées à la surface d'une membrane carrée et montées en pont de Wheatstone (Figure 1a), il existe une tension d'offset à pression nulle et dont les variations en fonction de la température sont regroupées en Figure 1b.

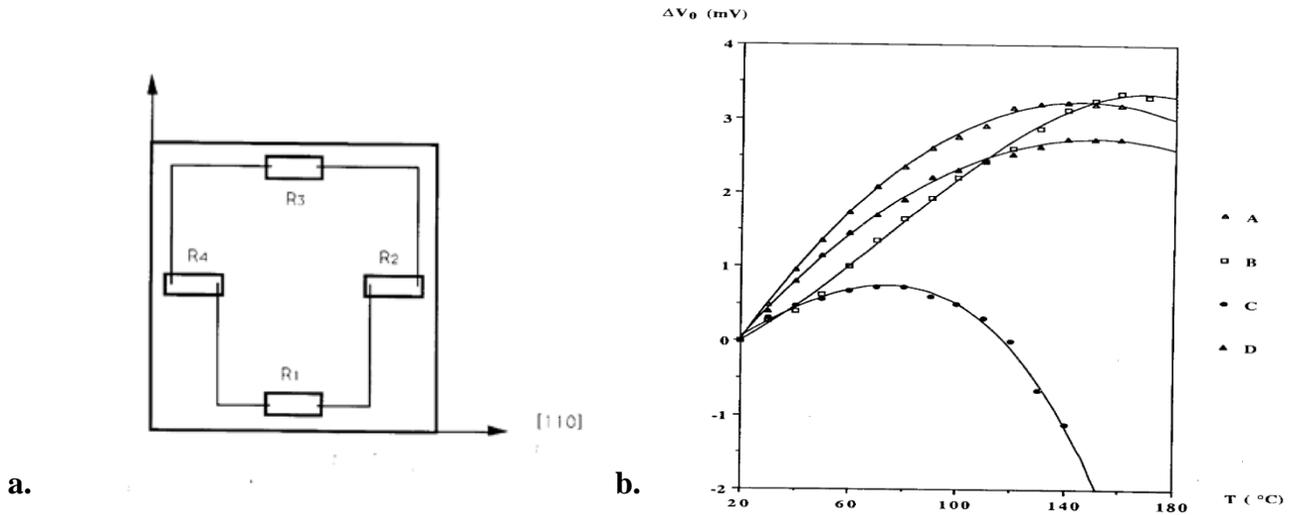


Figure 1 : a. Disposition des quatre piézorésistances implantées à la surface de la membrane ;
b. Courbes de variation à $V_{alim}=5V$ des tensions d'offset des différentes familles de capteurs.

Nous avons montré que cette évolution des courbes $\Delta V_0(T)$ pouvait être modélisée par une approche phénoménologique liée aux variations de la quantité de dopants sur une plaquette et donc gouvernée par les coefficients de température (TCR) du 1^{er} et 2nd ordre des quatre piézorésistances.

Nous avons ainsi pu établir que la dérive thermique de la tension d'offset V_0 pouvait s'écrire :

$$\frac{\Delta V_0(T)}{V_A} = \frac{R_1(0)R_2(0)}{[R_1(0) + R_2(0)]^2} [(\alpha_1 - \alpha_2)T + (\beta_1 - \beta_2)T^2] - \frac{R_3(0)R_4(0)}{[R_3(0) + R_4(0)]^2} [(\alpha_3 - \alpha_4)T + (\beta_3 - \beta_4)T^2].$$

où $R_i(0)$ ($i=1$ à 4) représentent les quatre résistances à la température T_0 ; V_A la tension d'alimentation ; α et β les coefficients de température du 1^{er} et 2nd ordre des résistances perpendiculaires et parallèles ; T la température.

Le modèle élaboré dans ce travail de recherche a été repris dans plusieurs articles de revues/conférences et a fait l'objet de nombreux travaux dérivés.

2. Comportement thermique de résistances au Si :

A la suite des travaux conduits sur les capteurs de pression décrits ci-dessus, nous nous sommes intéressé aux phénomènes physiques pouvant expliquer les variations des coefficients de température (TCR) du 1^{er} et 2nd ordre d'une résistance de type N ou P et à leurs relations avec les modèles de mobilités de porteurs.

A titre d'illustration, les résultats de l'effet du dopage sur le coefficient de température du 1^{er} ordre sont regroupés en Figure 2 : la comparaison théorie–expérience montre, selon les modèles utilisés, une concordance significative sur une plage de concentrations en dopants comprise entre 10^{18} et 10^{20} cm⁻³.

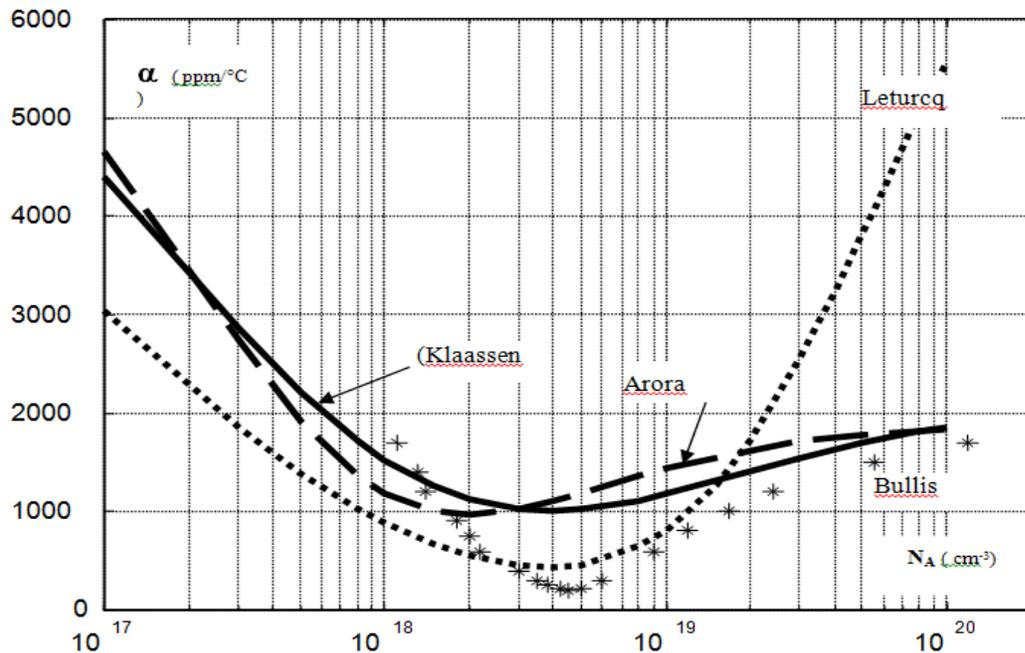


Figure 2 : Courbes théoriques et expérimentale de variations du coefficient de température du 1^{er} degré de résistances au Si(P) en fonction de la concentration en dopants.

Résumés de publications significatives

1. Capabilities and limits of Silicon pressure sensors

G. Blazquez, P. Pons, A. Boukabache

Sensors and Actuators, Vol.17, pp.387-403, Mai 1989

Les différentes familles de capteurs de pression miniatures au Silicium sont étudiées en fonction de leurs possibilités de détection et de leurs limites tant technologiques que thermiques. Les performances des capteurs utilisant différents principes de fonctionnement sont étudiées et comparées. Les deux principales filières, capacitive et piézorésistive, sont exposées dans le détail, avec leurs avantages et leurs inconvénients.

Les principaux résultats ont trait à la sensibilité et à la forme du signal de sortie. Dans le cas de la détection piézorésistive, la réponse est linéaire mais le principal défaut est lié à l'isolation thermique des jauges, ce qui en limite l'utilisation à des températures inférieures à 150°C. La filière capacitive présente de meilleures performances en termes de sensibilité à la température et de stabilité, mais la réponse est fortement non-linéaire.

2. Characterisation and modelling of the mismatch of TCRs and their effects on the drift of the offset voltage of piezoresistive pressure sensors

A. Boukabache, P. Pons, G. Blasquez, Z. Dibi

Sensors and Actuators, Vol A84, N.3, pp.292-296, September 2000

Utilisant une modélisation semi-empirique, une approche systématique permet de caractériser et d'identifier les coefficients de température du 1^{er} et du 2^{ème} ordre des quatre piézorésistances implantées à la surface de la membrane du capteur. Le rôle de ces coefficients est mis en exergue dans l'évolution thermique des tensions de sortie de chacun des demi-pont, puis dans le pont entier lorsque le capteur n'est soumis qu'à un gradient de température. La validation du modèle permet de remonter aux sources des phénomènes de base, liés aux dopage et mobilité, qui imposent la forme et les valeurs des variations thermiques de la tension d'offset.

3. Effects of doping on the thermal behavior of silicon resistor

A. Boukabache, P. Pons

Electronics Letters, Vol.38, N°7, pp.342-343, Mars 2002 ,

Les effets de la concentration d'un dopage de type P sur le comportement thermique d'une résistance au Silicium sont décrits par une modélisation de la mobilité des trous. L'approche théorique utilisée montre qu'il existe une valeur minimale du coefficient de température (TCR) du 1^{er} ordre. Pour le coefficient du 2^{ème} ordre, les résultats obtenus indiquent une décroissance monotone en fonction du dopage, avec des valeurs tendant vers zéro.

B.2 . Capteurs de biofilms (2007-2010)

Le microsysteme monolithique à base de Silicium qui a été réalisé dans cette étude (J.Crattelet, thèse en collaboration avec INRA, Toulouse) devait, à partir d'une mesure différentielle entre la

température d'une surface et celle du fluide environnant, permettre de détecter et mesurer le biofilm provenant de dépôts dans les canalisations de circulation de fluides.

Dans les industries de procédés (chimie, pétrochimie, agro-alimentaire, eau), des dépôts se forment, avec le temps, à la surface des conduites qui peuvent nuire au bon fonctionnement des installations. Dans ces conditions, qu'il s'agisse de bien conduire le processus d'exploitation de l'installation ou bien d'assurer sa maintenance, il est nécessaire de détecter et d'accéder aux caractéristiques de ces dépôts : épaisseur, nature minérale ou organique, conductivité thermique... Ces informations contribuent à déceler, suivre et prédire les perturbations et la dégradation des transferts thermiques dues à un dépôt mais aussi à réduire la consommation d'énergie et à limiter les rejets (meilleure gestion des cycles de nettoyage, optimisation de la production).

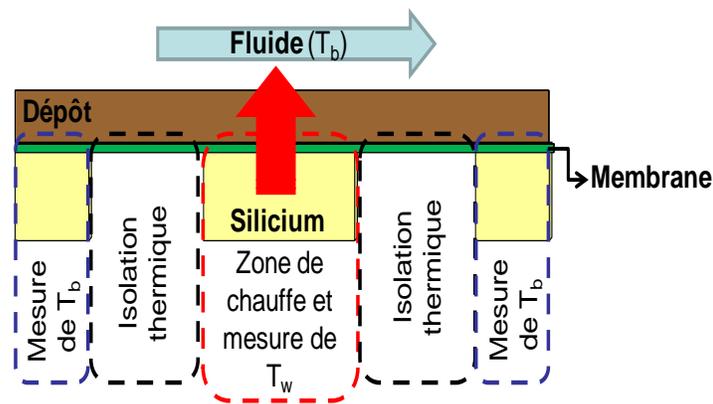


Figure 3: Schéma de principe du microsystème monolithique dont le mode de fonctionnement est basé sur la mesure différentielle de température entre celle d'une surface et celle du fluide environnant.

La détection et la caractérisation de ces films supposent la disponibilité d'un capteur placé soit à l'intérieur soit affleurant à la surface des tubulures de circulation de fluides : la mesure d'une propriété (optique, électrique, chimique, mécanique ou thermique) du dépôt devrait permettre d'accéder à une de ces grandeurs interprétables de son épaisseur. Parmi tous les systèmes de transduction, celle basée sur une mesure différentielle de température nous a semblé une bonne approche dans la mesure où cette grandeur est une variable classique et sa mesure peut être effectuée par un capteur miniature. Le recours à la technologie des microsystèmes devait nous permettre d'envisager une approche encore plus sensible de la détection/mesure de tels dépôts.

Le dispositif conçu est basé sur la mesure de la résistance thermique d'un 'encrassement' dont la nature peut être très variée et/ou connue puis à en estimer l'épaisseur. Le capteur a une forme plane et affleurante avec la surface de la conduite. L'analyse des performances thermiques repose

sur (i) le contrôle et le pilotage de la densité de flux et (ii) les mesures directes ou indirectes des températures de surface du capteur et du fluide environnant.

a) **Procédé de fabrication :**

Le capteur de suivi des dépôts doit être simple, peu coûteux et surtout compatible avec les interfaces électroniques et de communication qui assurent le conditionnement des signaux et leur transmission vers les fonctions centrales de diagnostic. La proposition d'un microsysteme monolithique à base de silicium, réalisant deux mesures de température : fluide et surface sous dépôt, répond aux exigences de détection de la croissance d'un dépôt et aussi aux exigences d'intégration du système en un bloc unique fabricable collectivement. L'intégration monolithique autorise des assemblages très compacts.

Le procédé technologique pour la réalisation de puces basées sur le schéma de principe de la Figure 3 comporte des étapes de dépôts, photolithographie classiques et une étape de micro technologie centrée sur la réalisation de membranes par un procédé DRIE et dont l'épaisseur a nécessité des mises au point assez délicates.

Les photos des dispositifs fabriqués de salle blanche du LAAS sont regroupées en Figure 4.

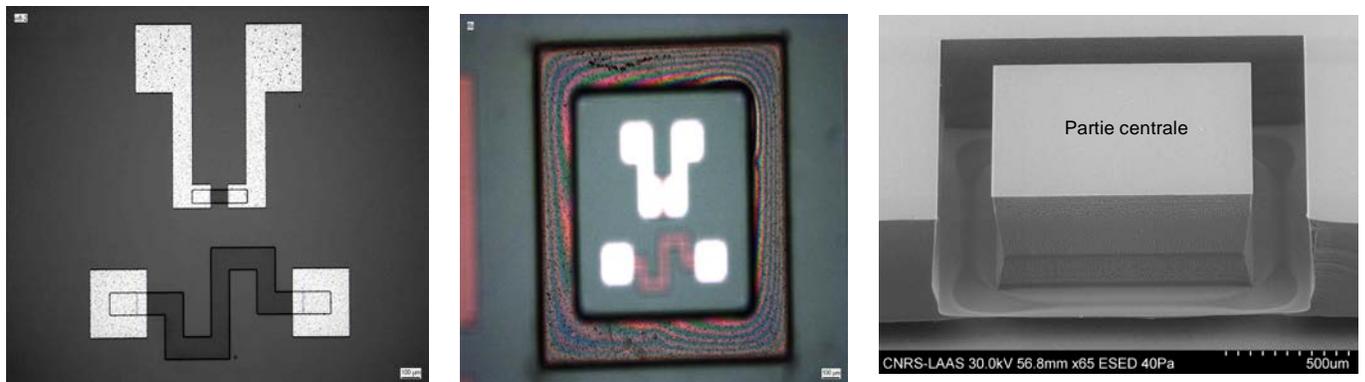


Figure 4. Photos face avant et arrière du micro-capteur d'encrassement

Une première série de tests physico-électriques électriques a consisté à mesurer : épaisseur de membrane, continuité électrique, valeurs des résistances et à valider le fonctionnement électrique du capteur.

Ce dernier a été ensuite placé dans un milieu très enrichi en nutriments où les conditions d'écoulement sont laminaires autour des sondes : après 48h, un biofilm dense s'est formé et a été caractérisé : en Figure 5 sont reportées les courbes d'épaisseur de dépôts. L'évolution du dépôt (avec conductivité thermique connue) a été suivie au cours d'une phase d'encrassement de 0 à 200min. Les mesures effectuées sont en accord avec la mesure globale de la différence de température entre la température de la boucle d'eau chaude et la température du produit.

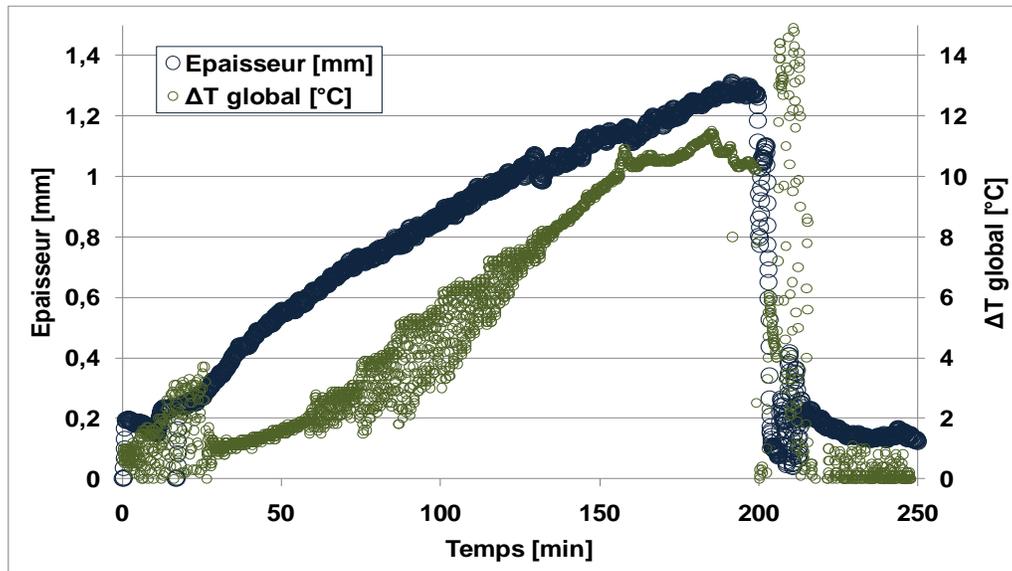


Figure 1 : Épaisseur de dépôts et comparaison de la mesure du capteur d'encrassement à une méthode globale sur site industriel

Ce projet a été développé et ses résultats transférés vers l'industrie (Contrat NEOSSENS/LAAS) : le micro-dispositif a été conçu et réalisé au LAAS et a fait l'objet d'un dépôt de brevet.

Résumés de publications significatives

1. Microsystème de mesure / détection d'encrassement.

J. Crattelet, L. Auret, A. Boukabache, D. Estève, L. Fillaudeau

Brevet No.: 0955855 (2009) ; N/réf.: B090421FRA.

L'invention proposée porte sur une structure microsystème originale dont le mode de fonctionnement repose sur la mesure de la résistance thermique d'un encrassement dans des conduites soumises à un gradient de température. Il repose sur le contrôle et le pilotage de la densité de flux thermique à la surface affleurante du microsystème. La miniaturisation de l'élément sensible (encombrement, inertie) a été un élément clé du brevet, car le microsystème intègre 3 fonctions : mesures directes ou indirectes des températures pariétales du capteur et

du fluide environnant et la génération d'une densité de flux thermique homogène. Les éléments de mesures des températures pariétale et du fluide sont isolés thermiquement l'un de l'autre et intégrés sur un même substrat monolithique de silicium.

Publications

1 Investigation of steady and unsteady thermal regimes to monitor fouling in industrial processes .

J. Crattelet, L. Auret, P. Debreyne, A. Boukabache, D. Esteve, L. Fillaudeau, «
8th World Congress of Chemical Engineering, August 23-29 2009 Montréal, 5Canada)

2. Fouling measurement using a thermal-based microsystem

J. Crattelet, A. Boukabache, L. Auret, L. Fillaudeau, D. Estève,
20th workshop on Micromachining, Micromechanics and Microsystems (MME 09), TOULOUSE, Sept. 2009.

3. Réalisation d'un micro-capteur intégré sur silicium pour la mesure en ligne et en continu de l'encrassement dans les procédés industriels et de traitement de l'eau

J. Crattelet, A. Boukabache, L. Salvagnac, D. Estève, L. Fillaudeau, L. Auret,
5ème Colloque Interdisciplinaire en Instrumentation (C2I 2010), 26-27 janvier 2010

Article sélectionné pour la revue Instrumentation, Mesure, Métrologie

C. MEMS/microfluidique: du concept aux applications

Dans la troisième et dernière partie de ce document, je focaliserai ce tour d'horizon de mes activités sur les MEMS et les extraordinaires potentialités offertes par la multiplicité de leurs champs d'investigation, d'intervention ou d'applications. Ainsi les projets que j'ai conduits, en commençant par les capteurs de pression présentés ci-dessus, ont glissé de façon presque continue vers des domaines faisant intervenir des grandeurs biologiques, thermiques ou mécaniques : ils ont permis de développer des outils ou concepts visant des applications très variées. Sur la dernière décennie, j'ai ainsi travaillé sur des composants et circuits reconfigurables (tant avec des dispositifs mecano-électriques que microfluidiques), le piégeage magnétique de micro-billes ayant des surfaces biologiquement actives, des interrupteurs RF ou encore des outils pour la mesure de qualité de l'eau...

Ainsi, sur la période 2004-2014, à travers deux projets ANR (RF-IDROFIL / BIOGUARD), des projets Région MP ou financés par des industriels, j'ai conduit des recherches allant de la mise au point de procédés technologiques (thèse de S. Al Attar sur les TPV) à la conception/réalisation de MEMS pour la détection de polluants chimiques (mesure de DBO, thèse de L.RECOULES) ou visant à introduire la microfluidique dans le domaine des télécommunications (thèse de S.PINON sur les circuits RF) ou encore dans des composants/microsystemes électroniques tels que bobines ou condensateurs reconfigurables (thèses I. GMATTI / N. HABBACHI)...

C.1. Tri magnétique (2004-2009)

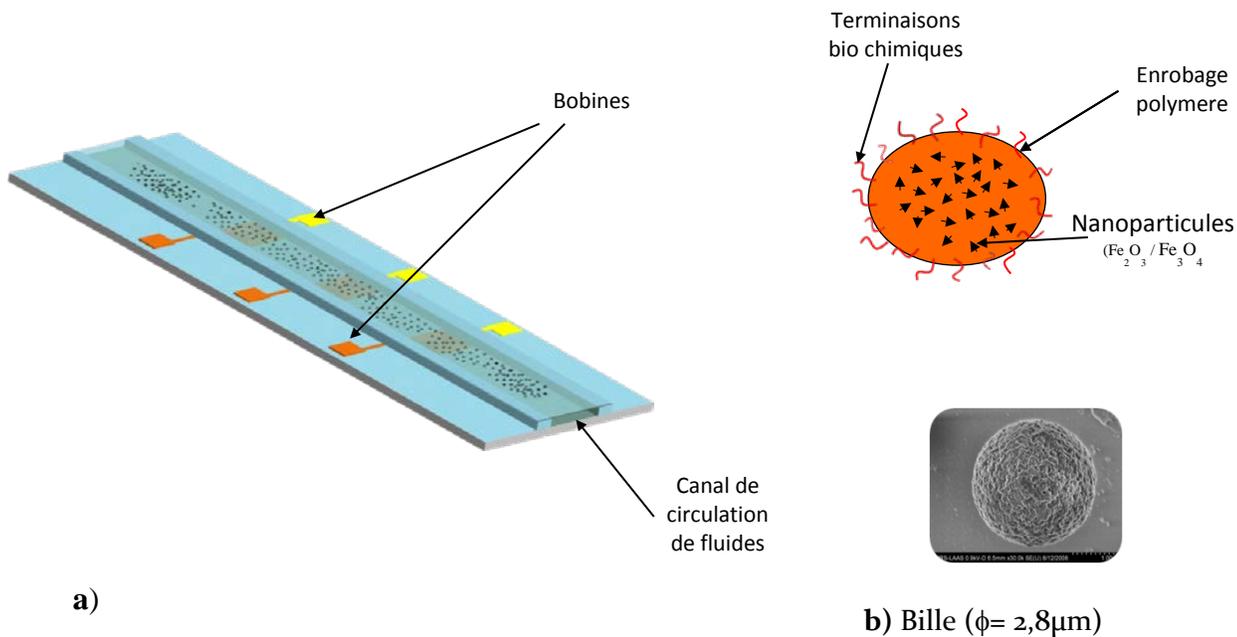
En vue d'applications diverses, et notamment en biologie, la thèse intitulée ' Etude et développement d'une plateforme microfluidique dédiée à des applications biologiques. Intégration d'un actionneur sur substrat souple', a été conduite par R. Fulcrand [2009]. L'idée directrice était d'étudier et de développer un microsystème comportant un réseau de canaux de circulation de fluides intégrant un système d'actionnement magnétique. L'utilisation de billes fonctionnalisées en surface, mélangées au liquide porteur, et qui peuvent être immobilisées à façon, devait permettre d'en faire, à terme, une des briques de base d'un laboratoire sur puce (LOC).

Le travail initié dans cette thèse a porté sur la définition du microsysteme (associant réseaux fluidiques et actionneurs magnétiques), sa modélisation (portant en particulier sur le choix et le comportement des microbobines), sa réalisation technologique et sa validation expérimentale. L'état de l'art dressé alors a montré qu'il existait de très nombreuses technologies de fabrication de réseaux de micro-canaux sur un niveau (en verre ou en silicium), mais que peu de travaux décrivaient des systèmes multi-niveaux. Le développement des micro- et nanotechnologies utilisant des matériaux moins conventionnels, de type polymères, a permis d'ouvrir la voie à une intégration plus élaborée pouvant laisser prévoir d'associer, sur une même puce, des capteurs, des actionneurs et des circuits électroniques.

En s'appuyant sur de nombreux travaux antérieurs menés au LAAS-CNRS (en particulier ceux de S.Calistri, projet de fin d'études de Master2,), la solution retenue a été celle de 'l'intégration monolithique d'un réseau microfluidique et d'actionneurs magnétiques'. Le matériau choisi pour la réalisation du microsysteme a été la SU-8, résine époxy photosensible ; elle a été utilisée non seulement pour ses qualités de structuration mais également pour sa biocompatibilité.

Les modèles et simulations mis au point dans ce travail ont permis de mettre en évidence les influences combinées de la topologie des actionneurs (microbobines de type spirales ou méandres) et des différentes dimensions des bobines (largeur / épaisseur des spires et espacement inter-spires). Dans une première phase d'étude, il est apparu que les microbobines de type spirales (carrées ou circulaires) présentaient la meilleure réponse magnétique. De plus, ce sont les microbobines présentant des sections de conducteur carré (ex. $5\mu\text{m}$ de large pour $5\mu\text{m}$ de haut) et un espacement inter-spires le plus réduit possible (amélioration du phénomène de superposition) qui offrent le comportement magnétique le plus performant. Il a été également observé que le nombre de tours n'influçait pas de façon considérable l'intensité du champ magnétique produit par la bobine, mais induisait la localisation du champ magnétique juste au-dessus du micro actionneur.

Les réalisations ont été entièrement menées en salle blanche du LAAS et ont conduit, comme on le voit en Figure 6, à fabriquer des réseaux de canaux microfluidiques multi-niveaux comportant un système d'actionnement magnétique. Le réseau microfluidique a été construit niveau après niveau, en intercalant des films secs de résine photosensible SU-8.



a)

b) Bille ($\phi = 2,8\mu\text{m}$)

Figure 6 : a) Schéma de principe des éléments du microsysteme comportant un canal de circulation de fluides et des bobines réparties à sa périphérie. b) schéma et photo des billes utilisées

Le processus de réalisation de ces dispositifs est basé sur l'utilisation de la résine photosensible SU8 pour structurer les canaux fluidiques et le laminage de films minces également en SU8 pour les capoter. Il est sommairement décrit en Figure 7.

a. laminage film PET sur substrat SU8

b. conducteurs Ti/Au

c. dépôt/structuration SU8

d. dépôt/structuration Cu

e. dépôt/structuration SU8

f. laminage film SU8

g. structuration SU8

h. Prises de contact

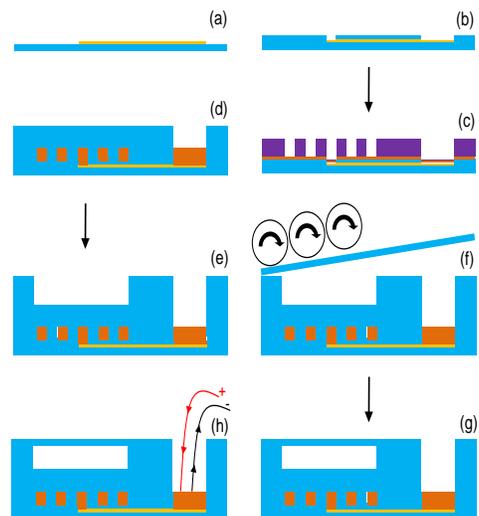


Figure 7. Procédé de réalisation de microsystemes fluidiques comportant des bobines intégrées.

Les photos de la figure 8 montrent les différents éléments du dispositif ainsi qu'une vue générale du MEMS sous test.

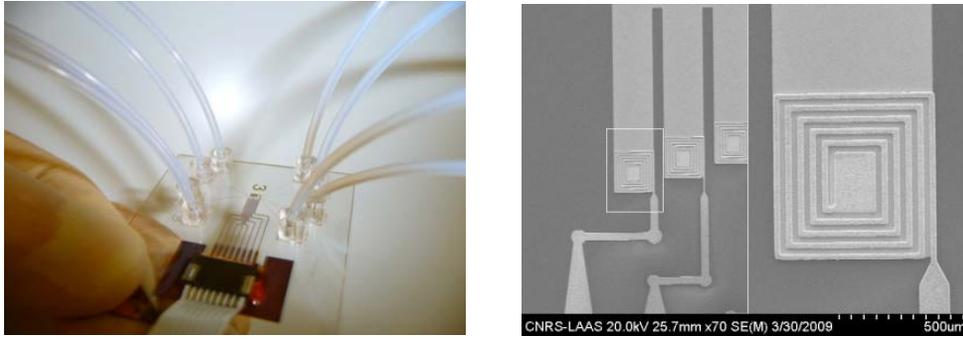


Figure 8 : Photos illustrant les dispositifs réalisés : (a) vue globale du microsystème ; b) bobines et prises de contact.

Les caractérisations microfluidiques ont été menées en deux phases :

- ✓ en mode statique : dépôt d'une goutte d'eau DI et d'un mélange de billes magnétiques à la surface des microbobines simplement encapsulées par de la SU-8 ;
- ✓ en mode dynamique : circulation d'un mélange d'eau DI et de billes magnétiques dans le canal.

La capacité de piégeage a été évaluée en fonction plusieurs paramètres : vitesse d'écoulement du fluide, du courant électrique injecté dans les microbobines et de la géométrie et dimensionnement de ces dernières.

Les résultats d'une partie de ces caractérisations sont reportés en Figure 9 : l'analyse des courbes

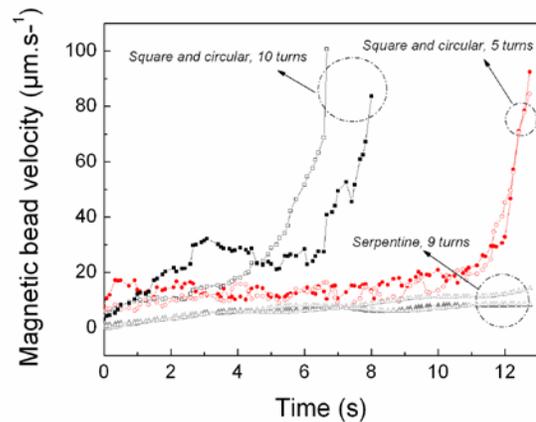
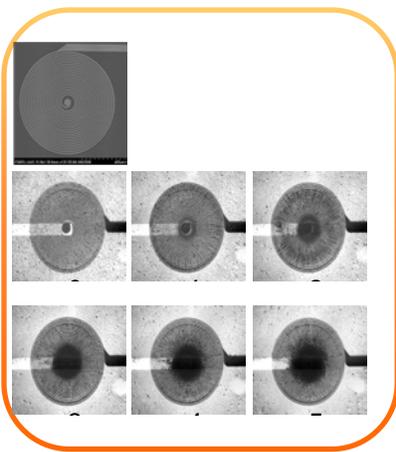


Figure 9 : a) Photos montrant l'accumulation de billes au-dessus d'une bobine ; b) courbes de vitesse des billes soumises à un gradient magnétique.

de vitesses des billes au-dessus des différentes bobines permet de quantifier l'efficacité du piégeage des billes ; elle permet donc de sélectionner la configuration optimale pour réaliser ce piégeage sur des durées très courtes (de l'ordre de 6 à 12s).

En conclusion, on peut dire que les résultats obtenus ont non seulement permis de réaliser et d'intégrer , dans un même dispositif, des canaux fluidiques et une actuation magnétique modulables selon l'application visée, mais ils ont également montré que la manipulation spatio-temporelle des billes pouvait être contrôlée sur des laps de temps extrêmement courts, de l'ordre de quelques secondes . L'actionnement magnétique doit permettre d'immobiliser, trier et compter des billes afin de pouvoir réaliser toutes sortes d'études sur des molécules bio-chimiques attachées à leurs terminaisons.

Résumés de publications

1. On chip magnetic actuator for batch-mode dynamic manipulation of magnetic particles in compact lab-on-chip.

R. Fulcrand, A.Bancaud, C.Escriba, Q. He, S.Charlot, A.Boukabache, A-M.Gué

Sensors and Actuators B: Chemical, Vol.160, N°1, pp.1520-1528, Décembre 2011

L'utilisation de microbilles magnétiques dans les systèmes microfluidiques est une approche prometteuse pour la mise en place de laboratoire sur des puces car elles permettent d'accomplir une variété d'opérations bio analytiques. Pour répondre aux besoins d'intégration des systèmes de piégeage/largage, un des défis est de réduire la taille des actionneurs magnéto-fluidiques. Dans cet article, nous avons présenté une nouvelle méthode pour manipuler des microbilles magnétiques avec une précision spatiale inédite. L'approche développée est basée sur un adressage individuel de micro-bobines intégrées en totalité dans la SU-8. C'est ainsi qu'une bobine comportant 5-tours de 100 microns de diamètre peut efficacement piéger les microbilles de 2.8 μ m de diamètre à des débits de $\sim 1\mu$ L/min.

Publications

1. Development of a flexible microfluidic system integrating magnetic micro-actuators for trapping biological species

R. Fulcrand, D. Jugieu, C. Escriba, A. Bancaud, D. Bourrier, A. Boukabache, A.M. Gué,

Journal of Micromechanics and Microengineering, 2009, 19, 105019 (11pp).

2. Low-stress fabrication of 3D polymer free standing structures using lamination of photosensitive films,
P. Abgrall, S. Charlot, R. Fulcrand, P. Lefillastre, A. Boukabache, A.M. Gué, *Microsystem Technologies*, 2008, 14 (8), pp.1205-1214

3. Trapping biological species in a Lab-On-Chip microsystem : micro-inductor optimization design and SU-8 process.
C. Escriba, R. Fulcrand, P. Artillan, D. Jugieu, A. Bancaud, A. Boukabache, A.M. Gué, J.Y. Fourniols, *Book chapter in "VLSI-SOC: Design Methodologies for SoC and SiP"*, Springer, August 2009, ed. D. Soudris, C. Piguet, R.Reis.

4. A polymer multilevel microfluidic module for vertical magnetic sorting
R. Fulcrand, L. Salvagnac, A. Boukabache, A.M Gué,
13th Inter. Conf. on Miniaturized Systems for Chemistry and Life Sciences (μ TAS'09), Nov. 2009, ICC Jeju (Korea),

5. Development of flexible polymer lab-on-chip integrating microelectromagnets for microbeads manipulation
R. Fulcrand, D. Jugieu, C. Escriba, D. Bourrier, P. Artillan, A. Boukabache, J.Y. Fourniols, A.M. Gué,
1st European Conf. on Microfluidics (MicroFlu'08), December 10-12, 2008, Bologna (Italy).

6. Integrated planar micro-inductor for trapping biological species in a lab-on-chip microsystem,
C. Escriba, R. Fulcrand, P. Artillan, L. Gao, A. Boukabache, A.M Gué, J.Y Fourniols,
16th IFIP/IEEE Inter. Conf. on Very Large Scale Integration (VLSI-SOC 2008), Oct. 2008, Rhodes Island (Greece), pp.421-424.

7. Development of a compatible lamination method for the fabrication of SU-8 microfluidic devices
R. Fulcrand, A. Boukabache, A.M. Gué, V. Conedera,
1st French-Chinese Symposium on Microfluidics, Oct. 2007, Beijing (China).

C.2. RF-MEMS et composants accordables (2009-2016)

1. Filtres et circuits hyperfréquences reconfigurables

Les télécommunications basées sur l'exploitation des ondes hyperfréquences se sont grandement développées et leurs applications font partie de notre quotidien : téléphonie mobile, réseaux indoor, internet, télévision numérique par satellite, etc... Cette diversité d'applications sur la bande millimétrique entraîne une augmentation des contraintes sur les dispositifs hyperfréquences qui doivent être légers, petits, peu chers et performants. Avec la multiplication des bandes utiles, ces performances doivent être présentes sur plusieurs canaux dédiés. Or affecter une chaîne d'émission-réception à chaque canal répond difficilement aux contraintes d'encombrement. La reconfigurabilité apparaît donc comme un axe clé de recherches, particulièrement pour les éléments passifs hyperfréquences où la miniaturisation est plus contraignante.

L'objectif principal du projet de recherche ANR (RF-IDROFIL (2009-2012) et donc des thèses de S.PINON (Univ.P.Sabatier, Toulouse) et D-L. DIEDHIOU (Univ. Brest) a été de concevoir et réaliser une technologie de rupture suffisamment générique pour s'adresser à une multitude de domaines. Les potentialités des technologies et systèmes microfluidiques dont nous avons fait un outil de recherche nous ont naturellement poussés vers l'exploration d'une reconfigurabilité de circuits RF par l'intermédiaire de fluides, et par là, d'en sélectionner ou d'en rechercher pour l'intérêt de leur usage dans nos dispositifs RF; mais également, en inversant l'approche, d'en faire des outils d'analyse/identification/ de fluides d'intérêt.

En concertation avec nos partenaires du projet en question (LAB-STICC, Université de Brest), nous avons défini un cahier des charges permettant de concevoir des dispositifs passifs fonctionnant aux longueurs d'ondes millimétriques qui soient réglables, actionnables ou accordables, en un mot, reconfigurables.

Au LAAS, le travail de thèse de S.PINON a consisté à mettre en relief le rôle fondamental de l'accordabilité dans les systèmes actuels, en particulier les filtres RF. Dans les circuits microondes passifs, associer performances et intégration représentait des difficultés considérables. L'accordabilité des différents composants et circuits RF a fait l'objet de nombreuses études et diverses solutions ont été envisagées, mais aucune n'a su s'imposer comme solution optimale. L'association hyperfréquence - microfluidique a donc constitué une

application ‘exotique’ que ce soit du point de vue hyperfréquences ou microfluidique ; elle s’est focalisée sur les filtres et par la suite sur des composants passifs reconfigurables tels que inductances et capacités.

Ainsi, sur la base des avantages attendus d’un contrôle fluidique tels que : large domaine d’accord, pertes d’insertion faibles, bonne linéarité et bon facteur de qualité, il a été jugé nécessaire de passer par des filtres volumiques. Pour cela, la technologie qui a été choisie est celle basée sur les polymères thermodurcissables photosensibles : la SU-8 largement utilisée au LAAS depuis une dizaine d’années présentait à cet égard toutes les qualités nécessaires à la réalisation des objectifs fixés.

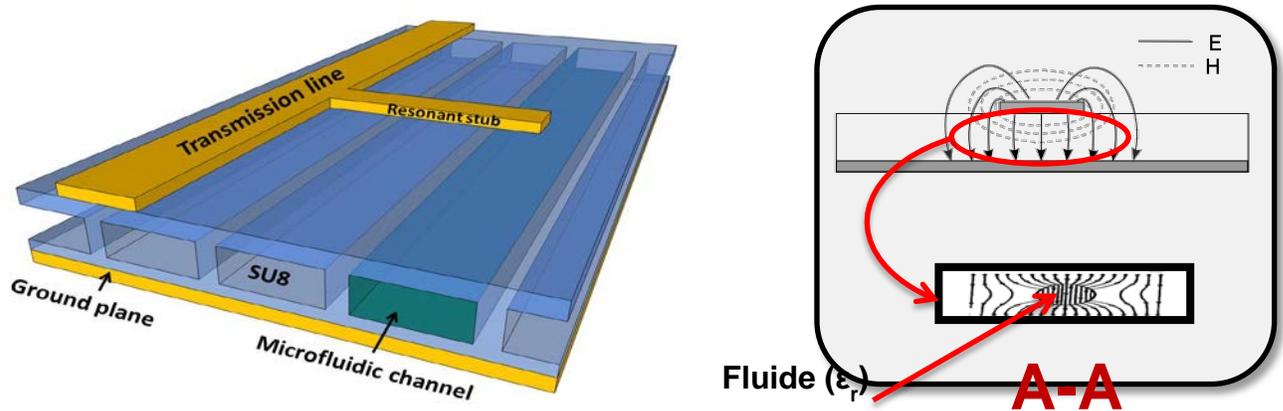


Figure 10 : a) Schéma représentant le dispositif MEMS à réaliser et alliant circuit RF et canaux microfluidiques ; b) interactions fluides/lignes de champs E et H dans les structures tridimensionnelles envisagées.

Comme on le voit en Figure 10, le choix topologique s’est arrêté sur la réalisation de stubs, autrement dit des tronçons de ligne perpendiculaires aux lignes de transmission des signaux RF et présentant les caractéristiques suivantes : un plan de masse métallique, un substrat partiellement creux en SU-8 (conçu pour limiter les pertes dues au diélectrique et obtenir des propriétés proches de l’air) et des lignes de transmissions avec des bras résonants. Sur cette base deux résonateurs coupe-bandes, deux passe-bandes et un filtre passe-bande large bande d’ordre quatre et un filtre passe-bande étroite de type DBR (Dual Behavior Resonator) d’ordre quatre ont été conçus et dimensionnés pour avoir une fréquence centrale à 30GHz. Leur accordabilité a été simulée à partir des propriétés diélectriques de l’eau désionisée.

Les designs ont été conçus et optimisés en effectuant des simulations déterminant le positionnement et le dimensionnement optimaux des canaux microfluidiques. Des filtres basés

sur la technologie SIW « Substrate Integrated Waveguide» ont été conçus : une technologie planaire de type microruban sur laquelle les faces latérales sont métallisées, forment ainsi des cavités intégrées au substrat et dans lesquelles se propagent des modes volumiques.

Deux paramètres ont été particulièrement étudiés : la position du canal fluïdique et sa largeur. Les résultats ont été conformes aux attentes (et simulations) : l'accord par un liquide diélectrique est maximal en bout des stubs en circuit ouvert ; d'un autre côté, plus la largeur du canal est importante plus le décalage en fréquence l'est également. Cette largeur a donc été fixée à 250µm pour des raisons de contraintes de fabrication et un décalage de fréquence centrale est obtenu pour chaque filtre : il atteint près de 20% pour le résonateur coupe-bande. L'accordabilité microfluidique de filtres planaires a donc été démontrée non seulement par simulation mais également et surtout par les dispositifs réalisés.

La fabrication de ces filtres s'est basée sur les techniques utilisées dans la mise en forme de la SU-8. Ce polymère photosensible a été choisi pour ses nombreux avantages : très bonnes résistances thermique, chimique, et mécanique ; et une très faible absorption optique dans le proche UV , ce qui permet de structurer des couches très épaisses avec de hauts rapports de forme, jusqu'à 50 (projet de fin d'étude de S.Al Attar, M2) . Le processus de fabrication est résumé en Figure 11 : il comporte une partie compatible 'microélectronique' et une autre 'microsysteme'.

- plan de masse du circuit RF : un film d'Aluminium, déposée sur le dessus d'une plaquette en Si/verre;
- canaux microfluidiques en SU8: structurées par l'exposition aux UV/développement;
- capot sur canaux : couche de SU8 stratifiée;
- lignes de transmission : film Al pulvérisé et structuré au-dessus de la 'structure en dentelle'

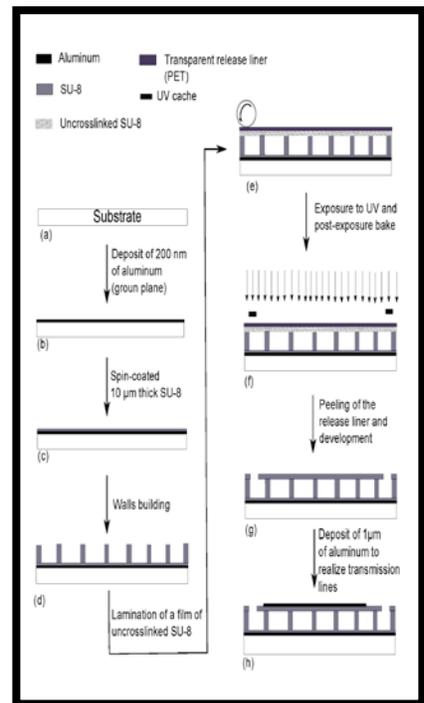


Figure 11. Principales étapes du procédé de réalisation des microsystemes .

Les photos de la Figure 12 permettent d'avoir un aperçu des dispositifs finalisés.

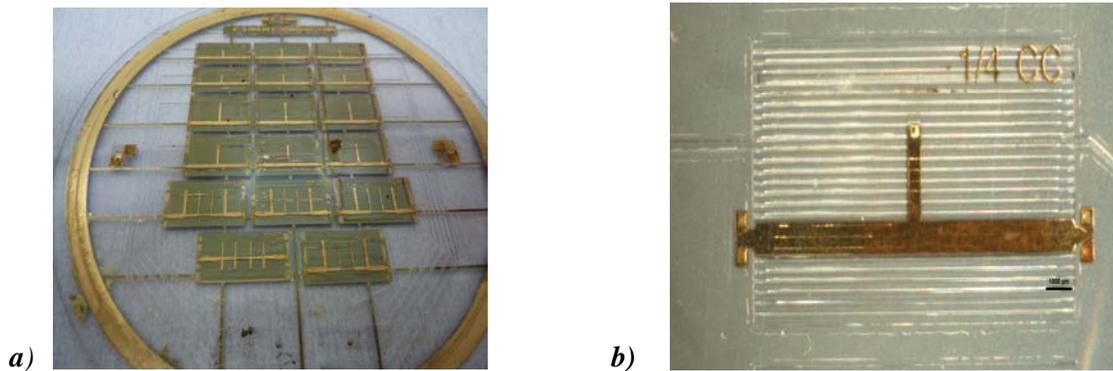


Figure 12 : Photos des microsystemes RF : a) Vue d'ensemble des dispositifs réalisés sur une plaquette en verre ; b) vue de dessus d'un résonateur demi-onde.

Les structures fonctionnelles totalement intégrées ont été testées au niveau de la circulation des fluides comme au niveau du comportement électrique (tests RF notamment). Les courbes de la Figure 13 permettent de rendre compte de la fonctionnalité des dispositifs et de la concordance des simulations/expérimentations. Dans un seconde étape, ces mêmes structures ont été testées pour détecter et différencier des liquides.

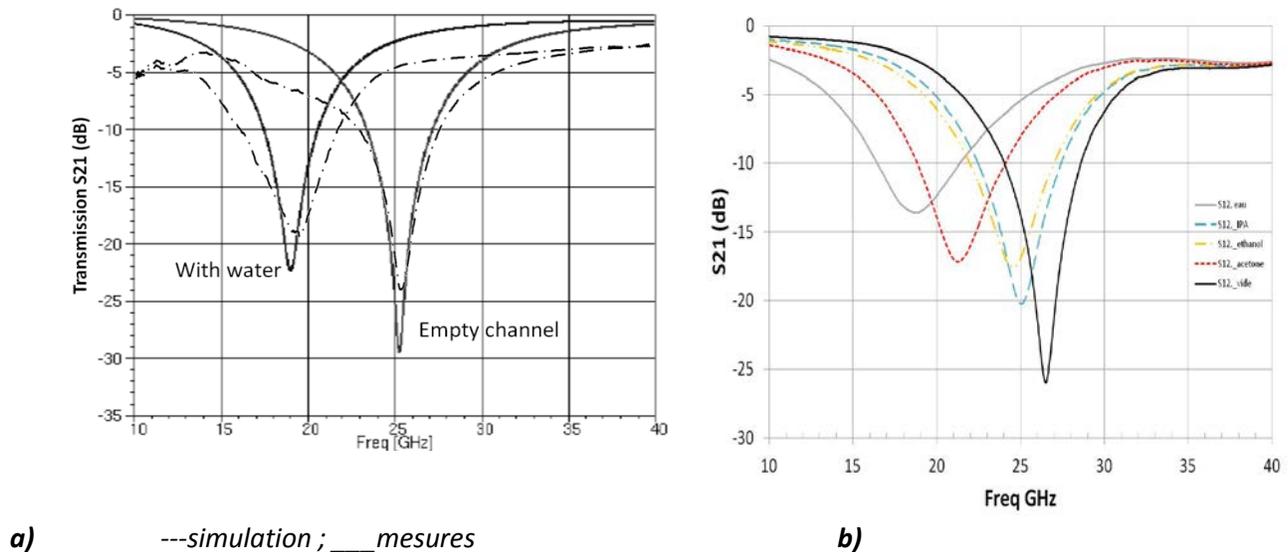


Figure 13. Caractéristiques du filtre : a) Evolutions fréquentielles du paramètre S21 du filtre vide et rempli d'eau ; b) Courbes de décalage fréquentiel avec des liquides différents.

La présence ou absence d'eau DI modifiant les caractéristiques du filtre, le microsysteme a pu être utilisé comme capteur et a servi à l'identification de liquides circulant sous les dispositifs RF.

2. Inductances et capacités accordables

Pour travailler dans les domaines des radiofréquences et micro-ondes, il faut disposer d'inductances et de condensateurs répondant à certains critères : avoir des facteurs de qualité élevés, fonctionner à hautes fréquences sans trop de pertes, grande linéarité, reconfigurabilité ou agilité, faible consommation énergétique etc... En vue d'assurer le maximum de ces paramètres et de répondre aux exigences d'applications radiofréquences, le choix de dispositifs à base de MEMS est le plus pertinent ; néanmoins la plupart des solutions connues à ce jour souffrent de plusieurs imperfections ou de plages de variations discrètes et de faibles valeurs d'impédance.

Pour concevoir des fonctions radiofréquences dont les caractéristiques électriques varient continûment, il nous a semblé nécessaire de développer des composants passifs élémentaires variables tels que des condensateurs et des inductances en utilisant la microfluidique comme élément déterminant.

Dans ce contexte, le travail de thèse de I. GMAATI (et actuellement de N.HABBACHI pour les condensateurs), a consisté à concevoir et réaliser une inductance MEMS continûment variable pour des applications radiofréquences.

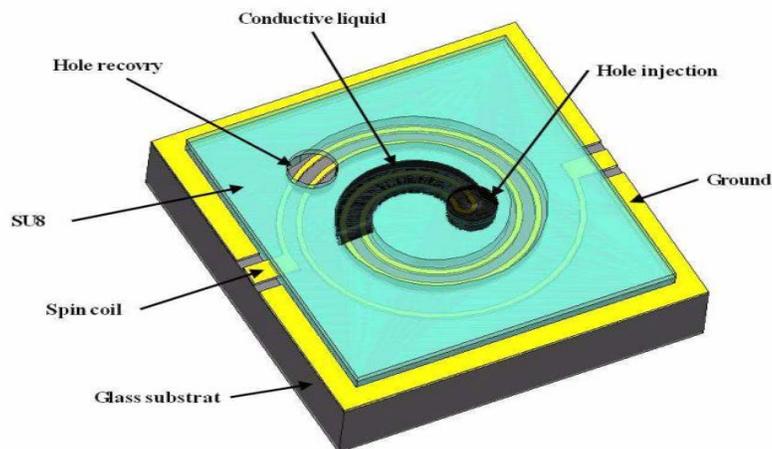


Figure 14 : Représentation du MEMS fluïdique assurant les fonctions d'inductance continument variable.

Le schéma de principe de la Figure 14 montre qu'il s'agit de deux bobines métalliques circulaires dont le couplage peut être modifié par un liquide circulant ou positionné entre les pistes métalliques. Les canaux peuvent être partiellement ou totalement remplis, ce qui permet de modifier la valeur d'inductance en fonction de la position du liquide.

Sur la même base technologique que les travaux de thèse de S.PINON, la résine SU-8 a été utilisée comme substrat et comme matériau de structuration des canaux microfluidiques ; les pistes métalliques ont été fabriquées en Cu et Au. Le descriptif de la Figure 15 reporte les principales étapes de fabrication du dispositif réalisé et montre que le processus de réalisation est totalement intégré.

- dépôt d'une couche d'accroche métallique (Ti/Cu)
- électrolyse d'Or au travers d'un moule en résine épaisse sur cette couche métallique (Ti/Cu) puis gravure couche d'accroche.
- Dépôt SU-8 et structuration des canaux fluidiques.
- Laminage de films secs SU-8 pour constituer les ouvertures microfluidiques et pour capoter la structure ;
- Fixation des tubes en PTFE

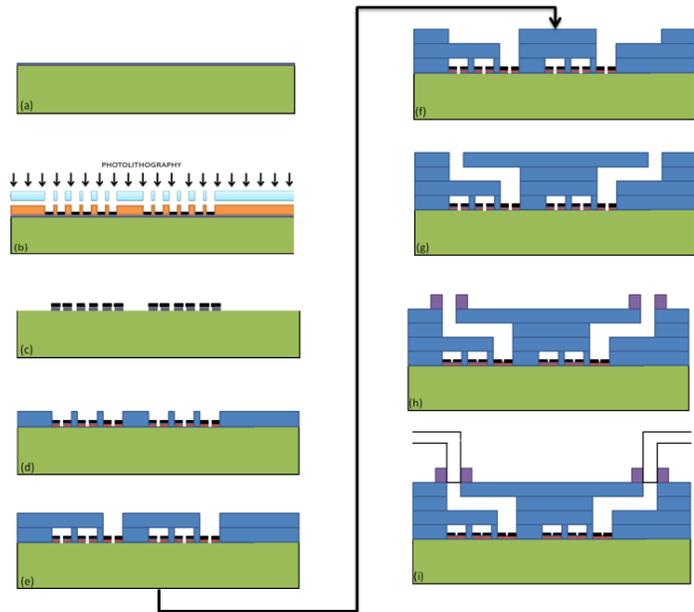


Figure 15. Principales étapes du procédé de réalisation des microsystemes assurant les fonctions d'inductances continument variables.

Les photos de la Figure 16 donnent un aperçu des dispositifs terminés sur des supports en verre.

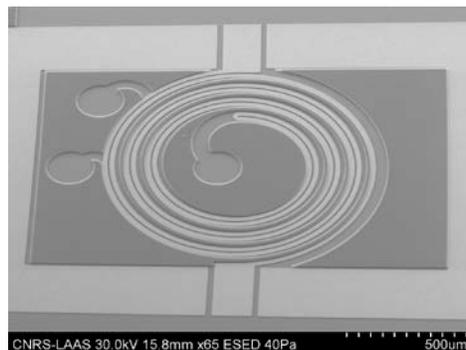
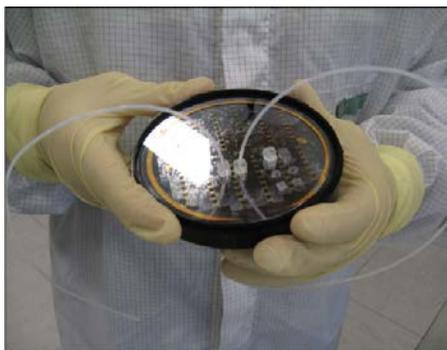


Figure 16 : Photos des dispositifs MEMS réalisés : a) ensemble sur plaquette ; b) dispositif isolé.

Les structures fonctionnelles ont été testées tant en circulation de fluides qu'en comportement électrique. La combinaison des deux caractérisations permet de tracer les courbes de la Figure 17 et montre l'intérêt d'utiliser un fluide comme élément de reconfigurabilité d'une inductance.

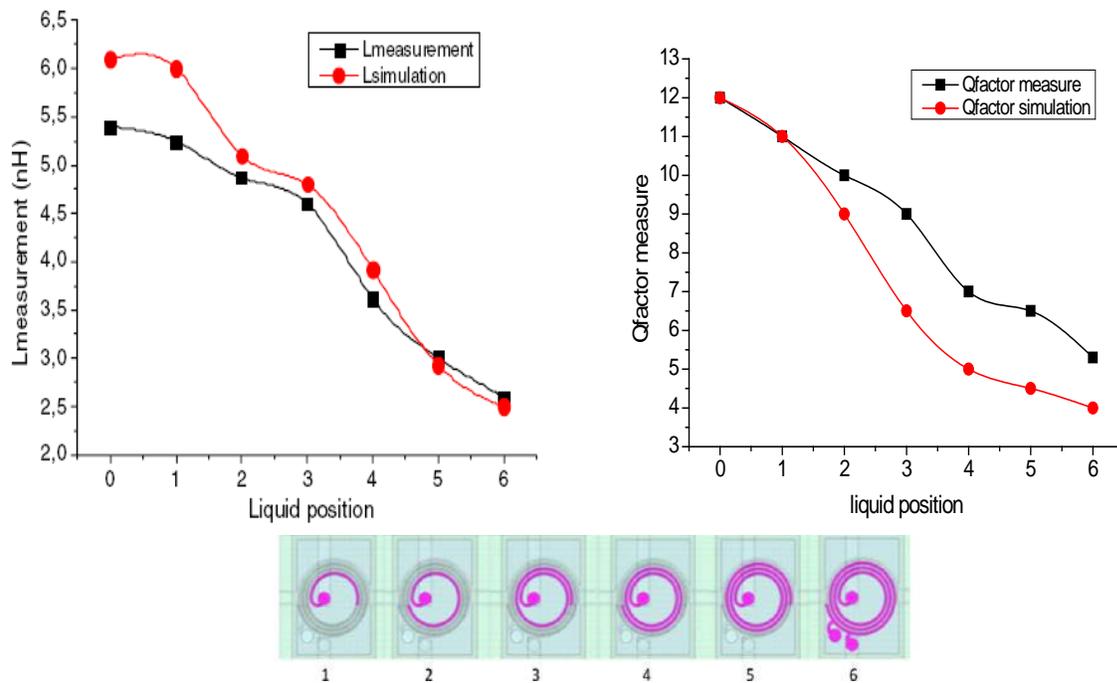


Figure 17. Courbes de variations (expérimentales et théoriques) d'inductance et facteur de forme des structures MEMS en fonction des six positions d'eau DI injectée dans les canaux microfluidiques.

Par ailleurs sachant que la présence d'eau DI modifie les caractéristiques électriques d'un filtre RF, on peut l'utiliser être utilisé pour 'identifier' le liquide (ou du moins un certain nombre de ses caractéristiques) lorsqu'il se trouve ou circule sous les circuits RF.

Publications

1. Development of a microsystem based on microfluidic network to tune and reconfigure RF circuits

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

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

2. Fabrication and evaluation of on chip liquid micro-variable inductor

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

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

3. Fabrication and characterisation of a fully integrated biosensor associating microfluidic device and RF circuit

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

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

4. Fully integrated microsystem using microfluidic devices to tune or reconfigure RF circuits

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

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

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

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

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

6. Fluidic variable inductor using SU8 channel

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

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

7. A tridimensional monolithic biosensor combining microfluidic network and Rf circuits

A.BOUKABACHE, S.PINON, A.RUMEAU, G.PRIGENT, E.RIUS

Inter. Conf. on Sensors (AsiaSense), Melaka (Malaisie), Août 2013, 4p.

C.4. Packaging vertical de circuits intégrés (TPV) (2009-2012)

Dans une autre perspective plus ou moins liée aux technologies et approches développées au LAAS autour de la microfluidique, nous avons initié, dans le cadre d'un partenariat avec une société d'ingénierie (3DPLUS), une étude sur le TPV (Through Polymer Vias) afin de contourner les limitations du TSV ((Through Silicon Vias). En effet, les limites de plus en plus prévisibles de la fameuse loi de MOORE sur l'intégration bidimensionnelle des puces en Si incitent les chercheurs et industriels spécialisés en microélectronique à explorer de nouvelles approches afin d'augmenter les performances de leurs dispositifs. L'empilement et l'interconnexion des circuits intégrés devrait ainsi permettre d'associer des dispositifs électroniques sur un même et unique support (SIP en trois dimensions) et par voie de conséquence de rendre moins critique la course à la miniaturisation. La difficulté principale sera alors d'interconnecter électriquement les circuits entr'eux sans avoir recourt aux méthodes traditionnelles de connexions filaires.

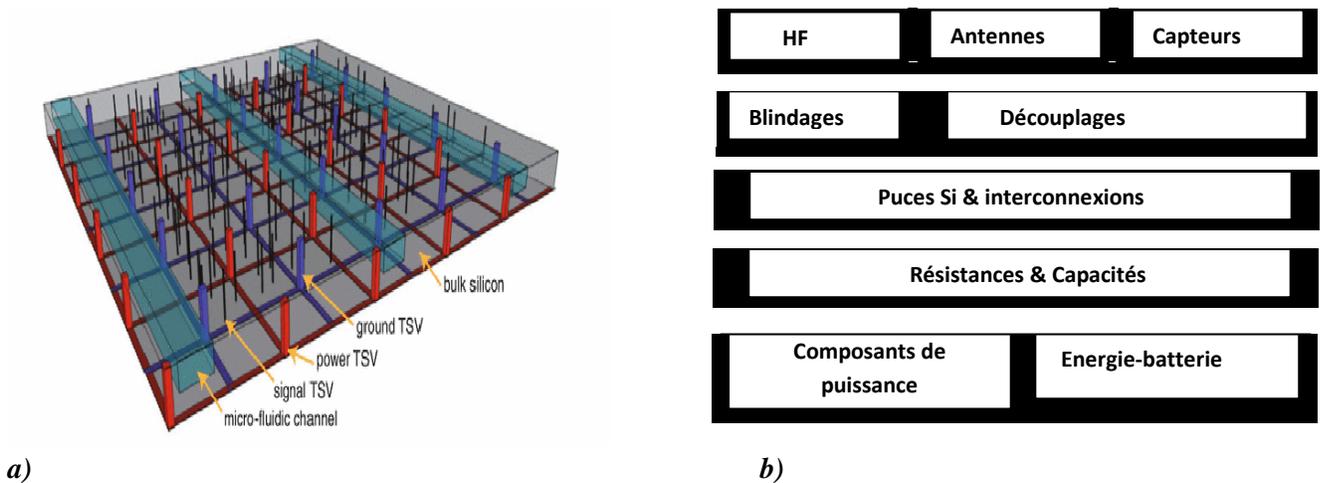


Figure 18 : a) Représentation d'un packaging vertical de CI ; b) schéma de principe de l'assemblage de fonctions électroniques hétérogènes sur un substrat unique.

L'approche Through Silicon Via (T.S.V.) est utilisée depuis un certain nombre d'années ; elle a montré ses qualités et ses limites, car l'intégration d'un système complet peut imposer des contraintes très fortes en termes notamment de matériaux et de circuits intégrés issus de différentes technologies. Ainsi, les blindages supposent d'utiliser des matériaux conducteurs, l'isolation des matériaux diélectriques, les fonctions HF nécessitent des matériaux à faibles pertes diélectriques, la gestion thermique suppose des matériaux à très faible effet Joule ; l'intégration

de composants passifs : résistances (semi-conducteurs), capacité (diélectriques), inductances (magnétiques) supposent des supports de matériaux différents, l'intégration de batteries de super capacités pour les stockages d'énergie...

La démarche consistant à utiliser non pas des puces nues mais enrobées dans un polymère devrait ainsi apporter des solutions originales aux limitations et difficultés imposées par les TSV. Ainsi la technologie Through Polymer Via (TPV) a constitué une voie de recherche qui pouvait s'appliquer non seulement à l'assemblage de circuits issus de technologies différentes mais également à celui des MEMS. Les objectifs recherchés sont d'accroître les rendements de fabrications et de réduire les coûts d'assemblage pour des densités de routage et d'interconnexion ultra- compactes.

Ce travail de recherche a fait l'objet du sujet de thèse de S. Al Attar (2009-2012) portant sur la 'Conception et mise au point d'un procédé d'assemblage (Packaging) 3D ultra-compact de puces silicium amincies, empilées et interconnectées par des via électriques traversant latéralement les résines polymères d'enrobage.' La réalisation de via de très hauts facteurs de forme (entre 50 et 60) dans la SU8 ayant été mise au point au LAAS (projet de fin d'études, S. Al Attar, M2), il restait à développer une méthode de métallisations pour assurer les interconnexions entre les différents étages de circuits noyés dans cette résine. Plusieurs méthodes ont été testées soit par électrochimie soit par un processus dit electroless pour former des dépôts en couches minces de films conducteurs d'électricité.

Nous avons ainsi procédé à des essais de réalisation de trous de diamètre $10\ \mu\text{m}$ et des carrés de $20\ \mu\text{m}$ sur une profondeur de $500\ \mu\text{m}$; les photos de la figure 19 illustrent la parfaite maîtrise de la gravure sur des plaquettes 6''.

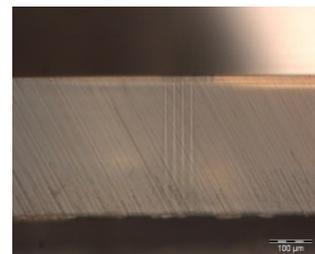
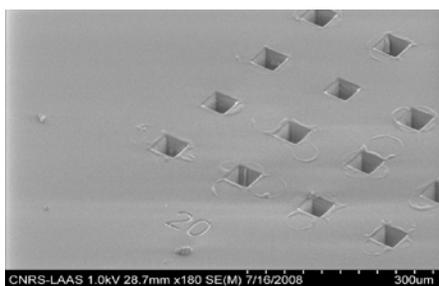


Figure 19 : Photo MEB montrant des trous ($20\ \mu\text{m}$ de coté) traversant $500\ \mu\text{m}$ d'une couche de SU8.

Le processus de réalisation d'un assemblage 3D en SU8 est représenté en Figure 20 : il présente l'avantage d'une très grande flexibilité de fabrication et d'un temps réduit de manipulation.

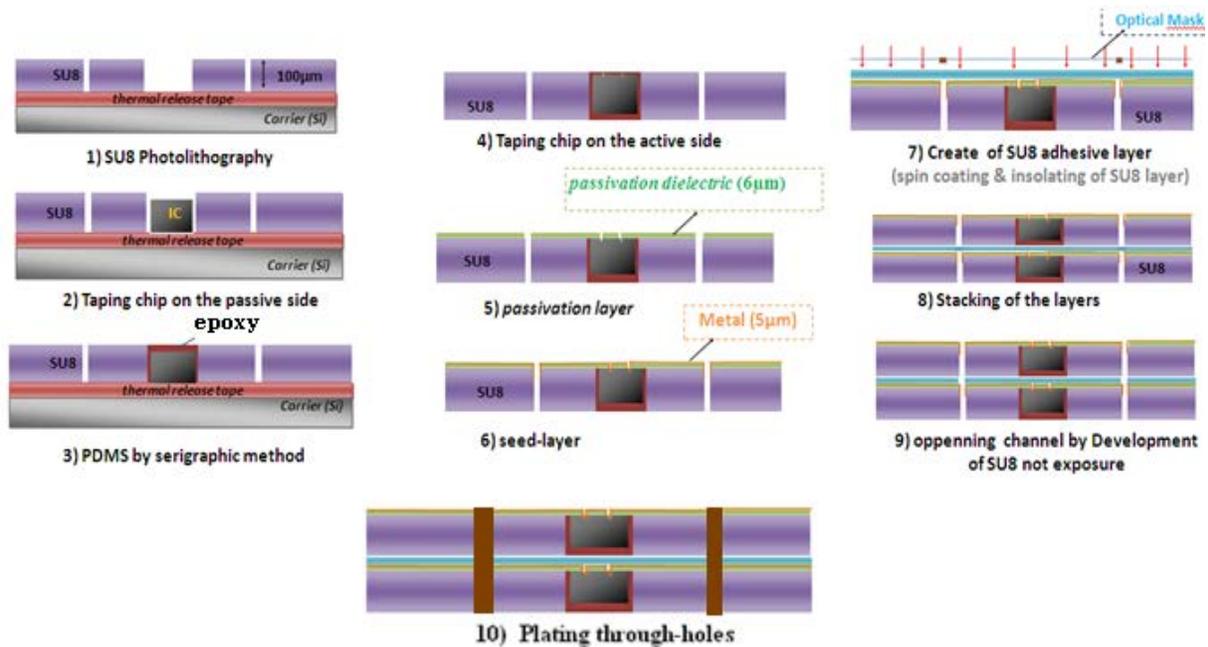


Figure 20 : Description du procédé TPV à base de SU8.

Néanmoins, l'inconvénient principal de cette approche provient du haut niveau de stress thermo-mécanique provoqué par la différence des coefficients de température du Si et de la SU8 lors des différents traitements thermiques nécessaires à la réticulation de la résine. D'autres essais ont été effectués avec des résines commerciales (non réticulables) et présentant des TCR proche de celles du silicium. Les résultats présentés en Figure 21 montrent les possibilités et limites de cette solution, en particulier la forme des trous obtenus par perçage laser et métallisés par la technique dite 'electroless'.

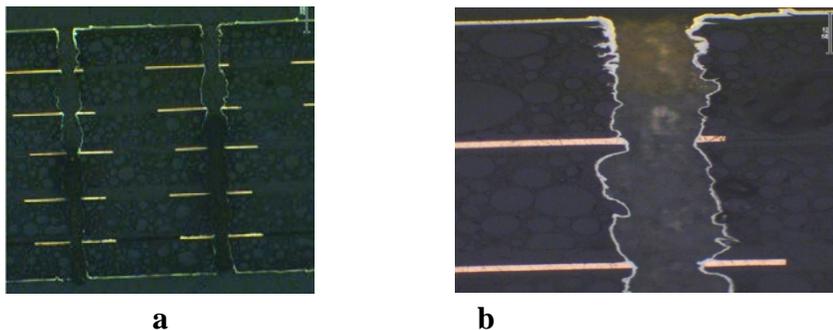


Figure 21 : Vue en coupe de vias ($\Phi = 80\mu\text{m}$) métallisés traversant 6 niveaux empilés dans une résine d'épaisseur 1.2mm. b) agrandissement de l'entrée d'un via.

On peut observer que le profil des trous est irrégulier et qu'en conséquence, les épaisseurs de dépôts métalliques sur les flancs sont peu uniformes.

Publications

Thèse confidentielle : 1 publication acceptée par le partenaire de l'étude.

1. Innovative 3D polymer packaging and multi-stacking of Integrated Circuits

S.Al Attar, A.Boukabache, D.Esteve, V.Conedera, P.Couderc,

8th Inter. Conf. and Ex. on Device Packaging, Mars 2012' , Fountain Hills, USA

C.5. Microsysteme pour la mesure de polluants organiques dans l'eau (DBO) (2011-2014 et 2015-...)

De façon générale, la conduite des stations d'épuration d'eau implique une parfaite connaissance de l'évolution des matières carbonées qui y sont présentes : elle suppose donc de contrôler régulièrement la qualité de leur épuration. Un des paramètres-clés de ce processus consiste à évaluer la teneur en matières organiques d'un prélèvement, processus évalué par la Demande Biologique en Oxygène (DBO) d'un échantillon d'eau. A l'heure actuelle, la pratique standardisée de contrôle de qualité des eaux traitées s'opère par l'intermédiaire de tests en laboratoire sur cinq jours courants, méthode identifiée par l'appellation DBO₅. L'intérêt des biologistes spécialisés dans le traitement de l'eau pour la recherche et la mesure de ce paramètre par voie cellulaire (notamment par la mise en œuvre de bactéries) apparaît à travers la prise en compte de l'épuration « naturelle » des eaux de rejet. Un autre avantage de cette approche consiste en la mise en place d'une DBO différenciée permettant de contrôler, sur le long terme, les ensemencements bactériens pour parfaire les épurations. Pour ce faire, il faut établir, par des mesures systématiques, les relations entre le type des bactéries et la nature des matières organiques.

L'objectif principal de ce travail a donc été centré sur la conception et le prototypage d'un dispositif microsysteme de mesure de DBO par le suivi de l'évolution de la consommation en oxygène d'une culture bactérienne choisie. Dans une démarche d'identification des polluants, la différenciation des cellules choisies et de leurs conditions environnementales devrait permettre d'évaluer, à travers des mesures en réseau, le taux d'oxygène consommé, et donc de constituer une sorte de spectre des espèces organiques présentes dans un échantillon donné.

Le travail de recherche qui a résulté de cette approche a été effectué dans le cadre d'un projet ANR-Ecotech, intitulé BIOGUARD (2011-2014) : ce dernier a associé principalement les chercheurs de l'équipe CBAC (*Capteurs Biologiques pour l'Analyse et le Contrôle* - Université de Nantes) et les nôtres (N2IS-LAAS), et avait pour objectifs principaux de concevoir et réaliser des microsystemes capables d'évaluer une DBO pertinente sur des durées acceptables (quelques heures ?) des eaux des stations d'épuration.

La thèse de Loic RECOULES s'est donc inscrite naturellement dans cette perspective et a consisté à développer les outils (aux échelles macro et microscopiques) permettant d'aboutir, en

définitive, à un système portable capable de donner des indications fiables, par des mesures de DBO_n ($n < 5$ jours) différenciés selon la composition de l'échantillon prélevé.

L'originalité de cette approche était double : concevoir un dispositif permettant de mettre en œuvre une technologie d'intégration microfluidique afin de réaliser une biopuce supportant des bactéries, et de lui associer un lecteur miniaturisé capable de fonctionner en site isolé. L'option technique de mise en œuvre de l'instrumentation de mesure et de suivi de l'activité des bactéries sélectionnées à travers leur consommation d'oxygène, est celle d'une mesure optique à l'échelle de circuits microfluidiques.

Au démarrage de ce projet, plusieurs questions se sont posées à nous pour concevoir les biopuces : les technologies microsystemes (matériaux, procédés de fabrication, etc...) sont-elles compatibles avec la vie cellulaire? Jusqu'à quel niveau de miniaturisation peut-on aller sans gêner les mécanismes métaboliques d'oxydations cellulaires? Comment gérer les injections de fluides et toutes les interfaces entre la biopuce et son environnement d'usage?

A ces questions générales se rajoutaient celles concernant directement la conception et le prototypage du couple biopuce / lecteur : quelles technologies d'intégration mettre en œuvre? Comment procéder pour intégrer un capteur de mesure d'oxygène dans les canalisations de la biopuce? Quelles interfaces fluidiques entre la puce et son environnement ? Quels types de tests adopter pour suivre et qualifier les expérimentations?

Ce travail de thèse a permis de traiter une partie importante de l'approche initiée avec nos collègues biologistes : ainsi ont été finalisés la conception et le prototypage d'un microsysteme dont les parties principales comportant des bio pucesensemencées en bactéries et un lecteur de fluorescence. Avec les choix technologiques que nous avons effectués, on peut conclure que les technologies PDMS sont compatibles avec la croissance et la vie bactérienne et qu'elles peuvent être adaptées pour recevoir des capteurs embarqués tels que des capteurs d'oxygène dissous. La mesure de DBO par voie de culture bactérienne est donc possible et les résultats obtenus sur puce miniaturisée sont comparables aux mesures obtenues sur des systèmes macroscopiques.

En ce qui concerne les aspects matériaux et technologie des bio-puces, la filière verre/PDMS que nous avons développée semble adaptée à des mesures de DBO non seulement pour des mesures ponctuelles mais également en réseaux pour des détections multi-espèces. Elle nous a permis de

montrer que les résultats obtenus sont comparables à ceux des méthodes plus classiques, ce qui valide l'approche de miniaturisation que nous avons initiée.

D'un point de vue fonctionnel, les bio puces ont été conçues et réalisées afin d'opérer selon deux protocoles

- le 1^{er} à base d'optode intégrée et permettant de suivre la teneur en oxygène dissous,
- la 2nde utilise une molécule, la résazurine, comme source supplémentaire d'oxygène et comme capteur en exploitant le fait que le processus de réaction biochimique avec les bactéries donne naissance à une molécule fluorescente.

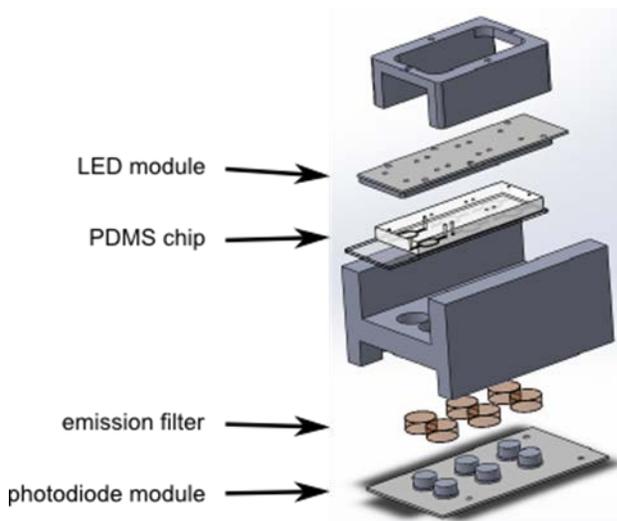


Figure 22 : Représentation de la globalité du système d'évaluation de DBO intégrant la chaîne instrumentale à base de MEMS

Le choix de mesure de la concentration d'oxygène par des optodes a révélé des problèmes liés à la non-étanchéité des puits d'immobilisation des bactéries : la quantité et la dynamique de diffusion de l'air emprisonné au travers des couches PDMS, peut introduire des biais ou même fausser les mesures de DBO. La deuxième option est technologiquement plus simple et donc attrayante car elle ne nécessite pas d'étanchéifier les puits de mesure ; mais il faut y gérer la compétition qui peut exister entre l'oxygène dissous et l'oxygène fourni lors de la transformation de la résazurine en résorufine.

En parallèle avec ces développements technologiques et des caractérisations en DBO, un autre point a été abordé dans le cadre de ces travaux : il s'agit de la modélisation fine des mécanismes

de croissance bactériens et de leurs interactions, par le biais de la consommation d'oxygène, avec leur milieu de culture.

Le procédé technologique commun aux deux approches de mesure de DBO est décrit en Figure 23 : à part quelques variantes, il peut être utilisé avec des optodes, et il nécessitera alors une maîtrise de l'étanchéité des puits ; ou être utilisé avec des 'capteurs répartis' et nécessitera alors la prise en charge d'une compétition entre sources d'oxygène.

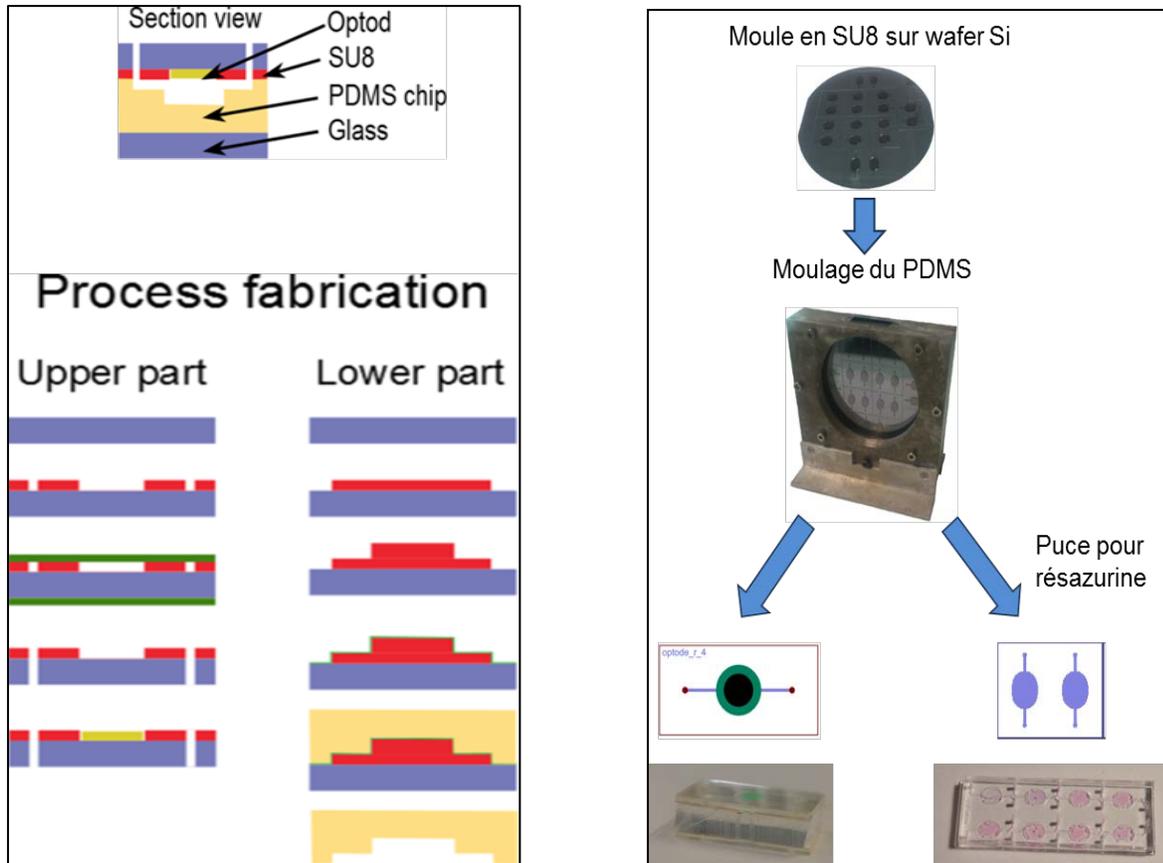


Figure 23 : Procédé technologique de fabrication de puces en PDMS/Verre et photos des dispositifs réalisés.

Les caractérisations des puces ont permis de tracer les courbes de la Figure 22 : elles montrent que la miniaturisation du procédé de mesure de DBO est probante et qu'elle peut être mise à profit pour en faire un outil de mesure et d'analyse performant.

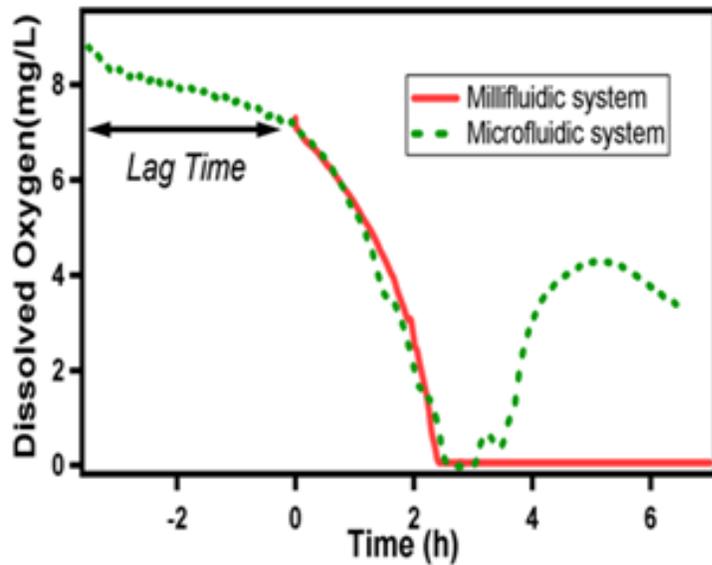
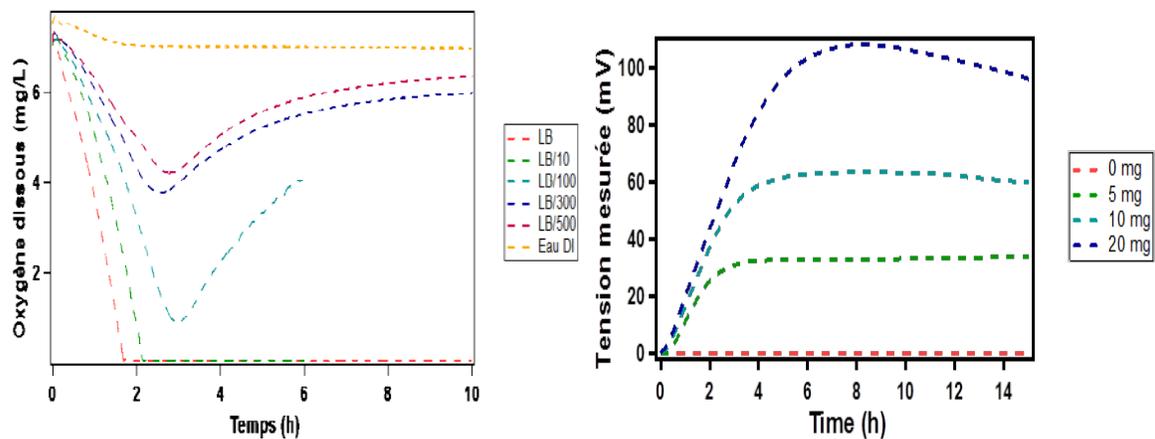


Figure 24 : Courbes représentant la concentration d'oxygène en fonction du temps pour les systèmes microfluidiques et macroscopique

Pour l'évaluation de DBO, la mesure de consommation d'oxygène par des bactéries mises en culture dans les puits instrumentés de nos dispositifs permet d'obtenir les résultats regroupés en Figure 25.



a)

b)

Figure 25 : a) Courbes de consommation de l'oxygène dissous par *E. Coli* ($1,2 \cdot 10^8$ cell/ml) exposées à 5 concentrations de milieu LB (LB, dilutions par 10, 100, 300 et 500) et 1 témoin (eau DI + NaCl à 5 g/L) ; b) Courbes de fluorescence au cours du temps de plusieurs échantillons à différentes concentrations en carbone organique.

De ces résultats on peut conclure que l'approche microsystemes mise en œuvre a permis, tant par l'approche expérimentale mise en œuvre que par celle de la modélisation, de valider le processus d'évaluation de la Demande Biologique d'Oxygène par le biais de bactéries emprisonnées dans

des puits instrumentés, ouvrant par là des perspectives de miniaturisation et d'intégration poussées.

Publications

1. Multi-bacteria based biomems to measure the BOD parameter of polluted waters
L.RECOULES, V.PICOT, S.JOUANNEAU, G.ANDRIEUX, G.THOUAND, Y.PRIMAULT, D.ESTEVE, A.BOUKABACHE
Micromechanics and Microsystems Europe workshop (MME) Istanbul (Turquie), Août 2014, 5p.
2. Conception et réalisation d'un bioMEMS pour la surveillance de la qualité de l'eau. Mesure de la demande biologique en oxygène (BDO)
L.RECOULES, V.PICOT, S.JOUANNEAU, S.ASSIE-SOULEILLE, G.THOUAND, Y.PRIMAULT, D.LAGRANGE, D.ESTEVE, A.BOUKABACHE
Sem. Annual de Automatica, Electronica e Instrum. (SAAEI) Tanger (Maroc), Juin 2014, 3p.
3. Conception et réalisation d'une biopuce pour la surveillance de la qualité de l'eau. Comparaison de deux méthodes de mesure, optode et résazurine.
L.RECOULES, V.PICOT, S.JOUANNEAU, D.MEDALE, G.THOUAND, Y.PRIMAULT, X.DOLLAT, D.ESTEVE, A.BOUKABACHE
Journées Nationales du Réseau Doctoral en Microélectronique (JNRDM), Lille , Mai 2014, 3p.
4. Methods for assessing biochemical oxygen demand (BOD): a review
S.JOUANNEAU, L.RECOULES, M.J.DURAND, A.BOUKABACHE, V.PICOT, Y.PRIMAULT, A.LAKEL, M.SENGELIN, B.BARILLON, G.THOUAND
Water Research, Vol.49, pp.62-82, Février 2014
5. Development of a bacteria based microsystem for a quick measure of pollutants in rejected water
L.RECOULES, V.PICOT, S.JOUANNEAU, S.ASSIE-SOULEILLE, D.LAGRANGE, G.THOUAND, Y.PRIMAULT, D.ESTEVE, A.BOUKABACHE
Annual meeting GDR MicronanoSystèmes & MicroNanoFluidique Bordeaux , Déc. 2013

CONCLUSION GENERALE

La variété des sujets abordés dans ce document n'autorise pas de synthèse générale. Par conséquent, il m'a semblé plus utile de faire une courte description de faits saillants ou intéressants qui ont jalonné un parcours scientifique long et multi-pôles.

Sur les capteurs de pression piézorésistifs au Si, au développement desquels j'ai consacré une partie importante de mon activité (1988-1992 ; 2001-2002), les modèles élaborés tant sur l'origine des variations thermiques de la tension d'offset que de celles des piézorésistances, ont été repris dans plusieurs articles de revues/publications et fait l'objet d'autres travaux complémentaires. En particulier on peut citer leur reprise et développement dans la partie 'capteurs de pression' de l'ouvrage 'MEMS Mechanical Sensors' (de S.BEEBY et al , 2004, Artech House, USA) ; et d'autre part, ils ont fait partie intégrante de plusieurs thèses et projets de recherche tant au LAAS qu'ailleurs dans le monde.

Durant la période 2002-2004, mon activité sur les dosimètres MOS a permis de réaliser des développements qui ont débouché sur le transfert technologique du précédé vers l'industrie. La production industrielle de ce composant unique en son genre se poursuit à l'heure actuelle et vise également des applications médicales et agro-alimentaires.

En microfluidique, activité majeure de mes travaux de recherche depuis 2004, j'ai participé aux développements technologiques de base de la SU8, et en encadrant au moins 4 étudiants de Master 2, j'ai contribué à la mise en place d'un processus d'élaboration, caractérisation et fabrication de dispositifs MEMS, notamment en 3D, destinés à des applications diverses, et notamment pour des Labo-sur-puces (LOC) ou en vue de l'interconnexion de circuits intégrés amincis et empilés. Dans une seconde phase, par l'encadrement en thèse de trois étudiants, j'ai pu travailler sur l'explorer, le développement et la mise au point de dispositifs microfluidiques totalement intégrés en vue d'applications diverses, en particulier en biologie et télécommunications. Dans la partie dédiée à l'étude et au développement d'une plateforme microfluidique appliquée à la biologie, il fallait mettre en place un processus d'intégration d'actionneurs magnétiques sur substrat souple. En passant par la modélisation de la structure et l'étude de son design, des micro bobines à commande électrique ont été intégrées dans un microsysteme fonctionnel : le procédé a par la suite été repris au laboratoire et a connu des

développements importants. Sur la partie associant microfluidique et signaux hyperfréquences, le travail de recherche a consisté à étudier les interactions signaux RF / fluides et à proposer une démarche permettant d'assurer, dans une première étape, la reconfigurabilité de composants et circuits électriques ; et dans une seconde étape, à étudier les réponses de ces derniers en fonction de la nature des liquides en circulation. La réussite du processus de modélisation/simulation, de réalisation et de caractérisation de dispositifs à base de SU8 a permis non seulement de démontrer la faisabilité et l'intérêt d'associer deux spécialités traditionnellement éloignées l'une de l'autre, mais également d'ouvrir la voie à des applications très diverses. Des travaux sur la détection/mesure de polluants organiques dans l'eau, il ressort qu'il est tout à fait possible d'utiliser un protocole bactérien dans un microsysteme pour évaluer et paralléliser des mesures de Demande Biologique en Oxygène (DBO) différenciées afin d'obtenir, sur une durée limitée, un spectre de molécules organiques présentes dans un échantillon donné.

Du fait de ce positionnement et de la transversalité de mes travaux de recherche autour de la microfluidique, j'ai participé, en tant qu'invité, à des conférences ou workshops en Algérie (2009), Grèce (2010 puis 2015), Tunisie (2012), Mexique (2014 puis 2016).

Prospective

Compte tenu de la diversité des sujets abordés tout au long de mon parcours d'enseignant-chercheur, je pourrais rédiger une perspective pour chacun d'entr'eux , ce qui nécessiterait des pages entières à rajouter à cette contribution.

Je me cantonnerai donc à élaborer des projections prospectives uniquement sur la partie ' microfluidique et ses applications' que j'ai abordée pour la première fois en 2004 après mon recrutement à l'Université Paul-Sabatier et mon intégration dans l'équipe de recherche MIS du LAAS. Afin de rendre compte de l'importance de cette thématique, je reprends l'affirmation de la revue ' Technology Review' du Massachusetts Institute of Technology (MIT) qui identifiait, en Janvier 2001, la microfluidique comme l'une des « dix techniques émergentes qui vont changer le monde ». A ma connaissance, malgré l'aspect péremptoire de la formule, l'affirmation est toujours d'actualité.

Les deux projets ANR (RF-IDROFIL ; BIOGUARD) que j'ai conduits au LAAS ces dernières années, permettent d'affirmer en effet que notre laboratoire et donc l'équipe MILE à laquelle j'appartiens, se placent résolument dans cette perspective. De plus, les aspects pluridisciplinaires des recherches (tant sur les aspects théoriques que ceux des dispositifs expérimentaux) qui y ont été abordés et les perspectives qu'elles ouvrent en termes d'applications sont partie intégrantes de cette dynamique globale intimement liée à la microfluidique. Dans un cas comme dans l'autre, les résultats obtenus sont globalement encourageants et ils invitent à poursuivre les investigations et travaux recherches sur l'élaboration de modèles théoriques/empiriques ou encore issus du bio mimétisme.

En termes de perspectives personnelles, je commencerai par évoquer les potentialités d'applications et d'acquisitions de connaissances qu'on peut atteindre par l'association microfluidique–ondes électromagnétiques RF développée dans le cadre du projet ANR RF-IDROFIL. C'est ainsi que sur la base de procédés de réalisation issus de la microélectronique, l'idée a été (mais sera encore dans les années à venir) de développer des composants passifs, actionnables et accordables par circulation de liquides diélectriques ou conducteurs dans des canaux et réservoirs microfluidiques. Au moins deux thèses ont été soutenues dans ce cadre (S. PINON dans le domaine des télécommunications ; I. ELGMATTI sur les inductances reconfigurables) et une autre est en cours de rédaction (N.HABBACHI sur des capacités RF actionnables ; article soumis à Journal of Micromechanical Systems (IEEE) ; soutenance prévue en 2017).

Sur un principe inverse, dans le même projet, nous avons développé une démarche scientifique nous permettant d'envisager, à partir des concepts et systèmes cités plus haut, de développer des dispositifs de détection/mesure de grandeurs biologiques ou physiques. En particulier, nous comptons, dans les années à venir, mettre au point des capteurs intégrés dans des bioMEMS de mesure de DBO (Demande Biologique en Oxygène), activité que je conduis actuellement dans le

cadre d'une thèse de l'Université Paul Sabatier (A.MIGAOU, 2015-2018). Dans une première étape, ces capteurs seraient utilisés pour assurer l'évaluation et le suivi in-vivo de la densité et de l'activité métabolique de bactéries emprisonnées dans des puits. La reproductibilité et la fiabilité des mesures traditionnellement effectuées pour évaluer la qualité de l'eau (à travers la détermination de DBO) souffrent de beaucoup d'incertitudes et d'approximations inhérentes au protocole rattaché à l'échelle macroscopique utilisée par les biologistes. Les projections que nous sommes appelés à faire nous conduiront à la définition d'une puce instrumentée bioMEMS multi puits (12 pour des polluants organiques + 4 pour la toxicité) s'attachant à réaliser des mesures pouvant afficher en quelques heures le spectre de 12 polluants organiques présents dans l'échantillon sous test.

Dans cette même étude, et en continuité de celle conduite par L. RECOULES, nous avons mis en relief que la filière PDMS-verre pour réaliser des bio-MEMS n'est pas adaptée à une production industrielle : les procédés de polymérisations sont trop lents pour pouvoir fabriquer des biopuces en série. Concernant le capteur dédié à la mesure de l'oxygène consommé par les bactéries, nous avons exploré deux options : l'une à base d'optode et la deuxième utilisant une molécule spécifique (que l'on peut qualifier de capteurs liquide réparti), la résazurine, en exploitant le fait qu'elle devient fluorescente lorsqu'elle est réduite pendant le processus de biodégradation par les bactéries. En conséquence, dans les années à venir, en parallèle avec la définition et la mise au point d'un bioMEMS totalement intégré (comportant une partie dédiée à la détection et au suivi de la population bactérienne), nous avons prévu de pousser plus avant l'option de développer l'étude des interactions résazurine/bactéries. Il s'agira en particulier d'étudier la compétition de l'utilisation par ces dernières de l'oxygène dissous dans un échantillon d'eau et/ou celui produit par la transformation de la résazurine en résorufine. Pour cela, il faudra affiner et mettre au point des modèles mathématiques permettant la compréhension et le suivi des mécanismes de croissance bactérienne et de leurs interactions avec leur milieu de culture.

En ce qui concerne les aspects matériaux et technologiques des bio-puces, la filière verre/PDMS est parfaitement adaptée à des mesures ponctuelles de DBO, et elle pourrait être élargie à des systèmes en réseaux pour des détections multi-espèces. Néanmoins d'autres matériaux présentant plus d'avantages en termes de bio-compatibilité et d'étanchéité seront recherchés et étudiés pour réaliser des MEMS fonctionnels et calibrés selon les spécificités d'un suivi continu de l'activité bactérienne.

Sur l'aspect systèmes de communications par association microfluidique-RF les travaux conduits dans le cadre du projet ANR-RF IDROFIL ont permis de montrer la faisabilité expérimentale du couplage fluides-ondes, réalisés expérimentalement au travers d'un certain nombre de motifs microrubans et SIW autour de 30GHz. Ce projet a aussi permis de mettre en évidence la plus-value que l'on pouvait réellement en tirer, tout d'abord en terme d'éventail de possibilités, mais aussi en termes de performances de circuits électroniques. A contrario, il a aussi mis en évidence certaines difficultés dans la manipulation des liquides conducteurs en premier lieu (type Gallinstan), mais aussi d'ordre technologique dans la structuration et la métallisation de motifs

3D réalisés en SU-8. L'utilisation de liquides conducteurs ou diélectriques circulant dans un réseau de canaux prédéfinis autour de résonateurs hyperfréquences 3D devrait constituer la véritable originalité des travaux à venir, tant en termes de commande, de facteur de bruit, de dynamique d'accord en fréquence ou d'activation enterrée de résonateurs volumiques.

Je me propose donc de soumettre, avec des partenaires spécialistes en hyperfréquences, un projet RF-IDROFIL2017, de continuer à travailler sur la thématique centrale du précédent projet, tout en tirant profit des connaissances acquises.

Ainsi, outre la résine SU-8 sur laquelle il est toujours souhaitable de continuer des développements technologiques, d'autres matériaux et procédés associés apparaissent maintenant incontournables. Il pourrait s'agir de céramiques et de polymères spécifiques du type COP (COC), Cyclo Oléfin Polymères ou films DF. Associés à ceux-ci, je préconise l'utilisation de techniques de stéréo lithographie, de moulage, de micro fraisage et de métallisation auto-catalytique.

D'autre part, compte tenu des problèmes (d'oxydation notamment), rencontrés lors des essais de manipulation du Gallinstan, je souhaite ouvrir un véritable volet de recherche sur l'aspect 'liquides conducteurs' à mettre en œuvre dans ce type de composants. Il apparaît en effet primordial de pouvoir soit conditionner ce matériau de sorte qu'il ne s'oxyde pas instantanément aux températures habituelles, soit de rechercher d'autres possibilités avec des fluides de résistivité proche de celle des métaux.